

化学気相堆積法及び水熱合成法を用いた(Bi,K)TiO₃ 薄膜作製の検討Preparation of (Bi,K)TiO₃ films

by chemical vapor deposition and hydrothermal method

東工大

○窪田るりか, 伊東良晴, 黒澤実, 舟窪浩

Tokyo Tech.,

○R. Kubota, Y. Ito, M. Kurosawa, and H. Funakubo

E-mail : kubota.r.ac@m.titech.ac.jp

【緒言】 正方晶を有数する強誘電体の(Bi,K)TiO₃ は、比較的高いキュリー温度を有し、同じ正方晶を有する BaTiO₃ 等と比較して大きな結晶異方性(c/a比)値を有するため、その強誘電性や圧電性を用いた非鉛材料としての応用が期待できる。しかし構成元素の Bi と K の高い蒸気圧から、密度の高い焼結体の作成が難しく、その研究例は必ずしも多くない。特に薄膜では作成例は非常に限られており、その作成法は確立しているとは言い難い。

Fig.1 に各種製膜方法の製膜温度および圧力条件を示す。Bi や K の揮発を防ぐためには、結晶相が得られる範囲の低温で、揮発が抑制できる圧力の高い作成条件が好ましい。Fig.1 には、過去に報告されているゾルゲル法^[1]や PLD^[2]を用いた薄膜の作製条件や、水熱合成法を用いた粉末の作製^[3]の条件を記入した。

今回は過去に報告例がほとんど無い CVD 法と水熱合成法を用いて(Bi,K)TiO₃ 薄膜の作製検討を行ったため報告する。

【実験方法】 CVD 法では原料として(Bi(CH₃)₃)、(Ti(i-OC₃H₇)₄)、K(DPM)phen を用いて、窒素-酸素雰囲気下で製膜を行った。製膜温度及び圧力はそれぞれ 300-650 °C と 5-20 Torr の範囲で制御した。水熱合成法では原料として KOH 水溶液、Bi(NO₃)₃ · 5H₂O、TiO₂ 粉末の混合物を用いて 240°C で製膜を行った。両作製法とも基板には (100)_cSrRuO₃//(100)_cSrTiO₃ を用いた。

得られた膜は、蛍光 X 線装置を用いて組成分析を、XRD 回折装置を用いて結晶構造評価を行った。

【結果と考察】 Fig.2 に CVD 法及び水熱合成法で作製した(Bi,K)TiO₃ 薄膜の X 線回折測定結果を示す。CVD 法では製膜温度を低温に設定すると非晶質の膜が得られたが (Fig. 2(b))、製膜後にアニール処理を行うことで(Bi,K)TiO₃ 相の出現を確認できた (Fig. 2(a))。

これに対し水熱合成法では 2 時間の製膜で結晶性の良い (Bi,K)TiO₃ 相の出現が確認できた (Fig. 2(c))。

当日はより詳しく各製膜方法及び結果について議論する。

【謝辞】 本研究の一部は、JST(A-STEP)[JPMJTS1616]の支援により行われました。

【参考文献】 [1] C.-H. Yang, et al., Solid State Comm., **134**, 461 (2005). [2] Y. Nemoto, et al., Jpn. J. Appl. Phys., **55**, 10TA13 (2016). [3] K. Kanie, et al., Materials Trans., **52**, 1396 (2011).

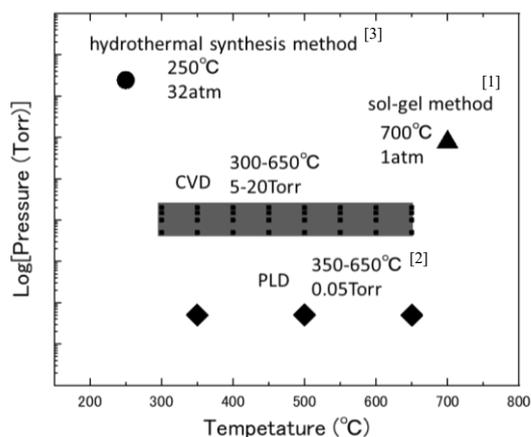


Fig.1 Temperature and pressure conditions for each film formation method (CVD, PLD, sol-gel method, hydrothermal method).

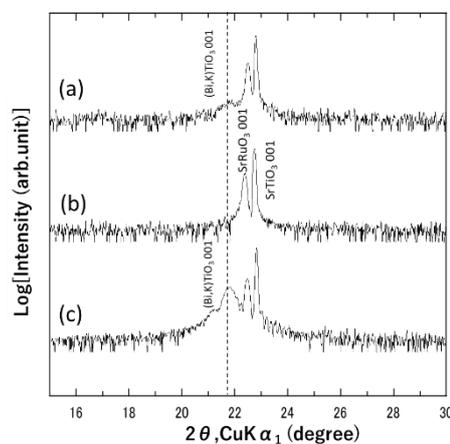


Fig.2 XRD 0-20 profiles for (Bi,K)TiO₃ films grown on (100)_cSrRuO₃//(100)_cSrTiO₃ substrates. (a) CVD (after heat treatment), (b) CVD (as-deposited at low temperature) (c) Hydrothermal method (as-deposited).