

課題番号 : F-13-WS-0009
 利用形態 : 技術代行
 利用課題名 (日本語) : 強誘電体セラミックス薄膜への電極形成と微細加工
 Program Title (English) : Electrodes fabrication and micro-machining of ferroelectric thin films
 利用者名 (日本語) : 坂本 渉
 Username (English) : Wataru Sakamoto
 所属名 (日本語) : 名古屋大学・エコトピア科学研究所
 Affiliation (English) : EcoTopia Science Institute, Nagoya University

1. 概要 (Summary)

圧電体セラミックス薄膜における電界誘起歪み特性をはじめとした様々な電気的特性を解析するため、また実際のデバイスへの応用探索を目的として、昨今の環境問題も考慮した代表的な無鉛圧電体である (K,Na)NbO₃系化合物 (以下 KNN と略記) に注目し、その薄膜合成および優れた電気的特性を達成するためのアプローチについて研究を行い、ここではさらに KNN 系薄膜への上部電極膜形成とカンチレバー形状 (Fig. 1 参照) への微細加工およびその後の特性評価に関する検討を行った。具体的な内容としては、金属電極膜をイオンビームスパッタ装置を用いて KNN 系薄膜上に成膜し、その薄膜部分をカンチレバー状に微細加工を行い独立した状態にして、その素子としての電気的特性 (振動により誘起された電荷量評価) について調べた。

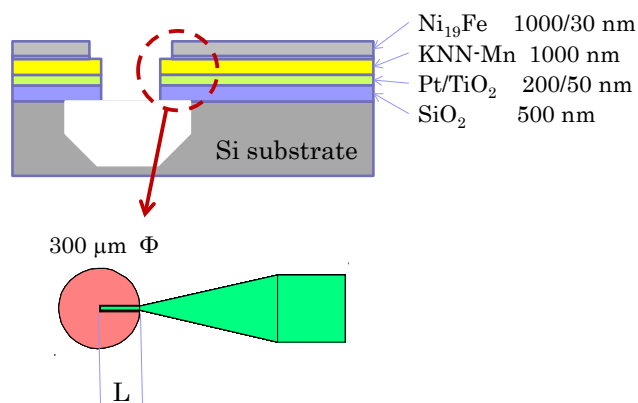


Fig. 1 Schematic diagrams of KNN thin film micro-cantilever fabricated by photolithography, ion milling and XeF₂ etching of silicon processes

2. 実験 (Experimental)

精密な化学組成制御が容易かつ簡便な薄膜合成法としての化学溶液プロセスにより Pt/TiO₂/SiO₂/Si 基

板上に 1 mol% の Mn をドーピングした (K_{0.5}Na_{0.5})NbO₃ (KNN) 強誘電体薄膜を作製した。その薄膜上に Ni₁₉Fe 上部電極層を成膜し (スパッタ装置 SPC350 を利用)、フォトリソグラフィ (ズースマイクロテック製 MA6 を利用)、アルゴンイオンエッチング、XeF₂ エッチングプロセスを用いて薄膜およびシリコン基板部分の微細加工を行い、Fig. 1 に示されるような形状のマイクロカンチレバーを作製した。また、この試料を用いた正圧電効果 (機械的な応力から電気エネルギーへの変換) による電荷の発生に関する評価も行った。

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

前年度までに引き続き、薄膜作製に使用する溶液中の前駆体構造解析を行い、均一かつ安定な Mn ドープ KNN 前駆体溶液を調製するためのプロセスを確立した。また、アルカリ金属元素の過剰組成および熱処理プロセスなどの薄膜作製条件の最適化については薄膜の組成分析も組み合わせて行い、ペロブスカイト単相の KNN 薄膜を再現性よく作製可能とした¹⁻³⁾。さらに、室温域におけるリーク電流特性の改善を目指して KNN 薄膜への Mn のドーピングを行い (Mn ドープ量は 1.0 mol%)、ドーピングした Mn の価数状態解析を通じてそのドーピング効果についても明らかにした^{2,4)}。このようにして作製した 1 mol% Mn ドープ (K_{0.5}Na_{0.5})NbO₃ (KNN) 強誘電体薄膜上に Ni₁₉Fe 上部電極層を成膜し、フォトリソグラフィ、アルゴンイオンエッチング、XeF₂ エッチングプロセスを用いて薄膜およびシリコン基板部分の微細加工を行い、マイクロカンチレバー作製に関する検討を行ったところ、Fig. 2 の電子顕微鏡像に示されるように、目的とする形状 (構造) を有する試料の作製に成功した。しかし、この試料を用いた正圧電効果 (機械的な応力から電気エネルギーへの変換) による電荷の発生に関する評価については、正確

なデータの測定（発生電荷の解析など）が行えなかった。これには薄膜加工処理中のダメージ（欠陥の導入）、あるいは振動操作中での薄膜の損傷による影響などが考えられる。今後、KNN 系薄膜デバイス作製条件を確立し、薄膜特性を再現性よく発現させることができるデバイス構造の構築が挙げられ、その達成に向けて引き続き加工実験（素子の形状・加工法の検討）を進める予定である。

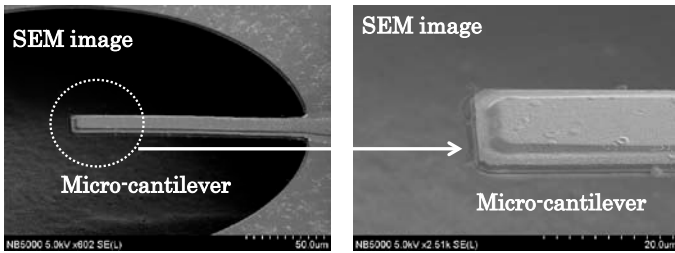


Fig. 2 SEM images of KNN thin film micro-cantilever fabricated by photolithography, ion milling and XeF_2 etching of silicon processes

4. その他・特記事項 (Others)

今後の課題として、本研究での検討により作製したマイクロカンチレバー状の KNN 強誘電体薄膜の諸特性における加工ダメージ（欠陥生成と電気的特性との関係）についてより詳細に調べる必要があることがわかった。これに加えて KNN 系薄膜デバイスの電気的特性評価（電界誘起歪み特性、振動により誘起された電荷量評価）方法についても確立していく必要性が明らかとなった。

・参考文献

- (1) Y. Nakashima, W. Sakamoto, H. Maiwa, T. Shimura and T. Yogo, Lead-Free Piezoelectric (K,Na)NbO₃ Thin Films Derived from Metal Alkoxide Precursors, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **46**, L311-L313 (2007).
- (2) N. Kondo, W. Sakamoto, B.-Y. Lee, T. Iijima, J. Kumagai, M. Moriya and T. Yogo, Improvement in Ferroelectric Properties of Chemically Synthesized Lead-Free Piezoelectric (K,Na)(Nb,Ta)O₃ Thin Films by Mn Doping, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **49**, 09MA04-1-6 (2010).
- (3) Y. Nakashima, W. Sakamoto and T. Yogo, Processing of Highly Oriented (K,Na)NbO₃ Thin Films Using a Tailored Metal-Alkoxide

Precursor Solution, *J. Euro. Ceram. Soc.*, **31**, 2497-2503 (2011).

- (4) T. Matsuda, W. Sakamoto, B.-Y. Lee, T. Iijima, J. Kumagai, M. Moriya and T. Yogo, Electrical Properties of Lead-Free Ferroelectric Mn-Doped K_{0.5}Na_{0.5}NbO₃-CaZrO₃ Thin Films Prepared by Chemical Solution Deposition, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **51**, 09LA03-1-6 (2012).

・共同研究者等 (Coauthor) : 水野 潤 准教授,
竹内 輝明 准教授, 由比藤 勇 准教授

5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

- (1) T. Matsuda, W. Sakamoto, I. Yuitoo, J. Mizuno, T. Takeuchi, T. Iijima, M. Moriya and T. Yogo, Synthesis and machining of lead-free piezoelectric (K,Na)NbO₃-based thin films, The 4th International Symposium on Advanced Materials Development and Integration of Novel Structured Metallic and Inorganic Materials (AMDI-4), P-10-23, December 14, 2013.

6. 関連特許 (Patent)

なし。