

課題番号 : F-20-TU-0031  
利用形態 : 機器利用  
利用課題名(日本語) : 強靱で高性能な PZT 単結晶薄膜の研究  
Program Title (English) : Research on strong and high performance PZT single crystal thin film  
利用者名(日本語) : 吉田慎哉  
Username (English) : S. Yoshida  
所属名(日本語) : 東北大学大学院工学研究科  
Affiliation (English) : Graduate School of Engineering, Tohoku University  
キーワード/Keyword : 成膜・膜堆積, 圧電薄膜, エピ・ポリ薄膜, 計測

## 1. 概要(Summary)

近年, エピタキシャル成長させた Si 上の  $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$  (PZT)系単結晶薄膜は, 多結晶薄膜に比べてユニークな特徴を持つことから, MEMS(圧電マイクロ電気機械システム)への応用が注目されている。しかし, 単結晶薄膜の靱性は, 多結晶と比べて低いことが経験的に推測されている。ゆえに, 単結晶薄膜のユニークな特性と多結晶薄膜の高靱性とを兼ね備えた, 新しい形態の薄膜が求められている。そこで我々は, 面内方向には結晶粒を持ち, かつそれらは膜厚方向にはエピタキシャル成長しているという「エピ・ポリ薄膜」の開発を行った。本研究では, PZT系エピ・ポリ薄膜を再現性良く成膜するバッファ層構成を開発した。そして, 作製したエピ・ポリ薄膜と単結晶薄膜の靱性を測定し, 前者がより高い靱性を有することを実証した。

## 2. 実験(Experimental)

### 【利用した主な装置】

酸素加圧 RTA 付高温スパッタ装置, XRD

### 【実験方法】

(100)Si ウェハ上にはエピ・ポリ PZT 薄膜を成膜するために, (100) $\text{LaNiO}_3$ /(111)Pt/(100)YSZ 層のバッファ層を用いた。(100)YSZ 層はスパッタリング法で成膜を行った。(111)Pt 層は直流スパッタリング法により成膜した。 $\text{LaNiO}_3$ 層では, パルスレーザー堆積(PLD)で成膜を行った。そして,  $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$  (PZT)をスパッタ堆積した。成膜した薄膜は 2~3  $\mu\text{m}$  であり, X 線回折(XRD)と電子線後方散乱回折法(EBSD)を用いて分析した。次に, ナノインデントを用いて PZT 薄膜の靱性を評価した。ビッカース圧子を薄膜に押しつけそのときの押し込み荷重と押し込み距離を測定した。また圧痕を光学顕微鏡で観察しクラックの長さを測定し靱性を評価した。

## 3. 結果と考察(Results and Discussion)

単結晶薄膜とエピ・ポリ薄膜に対して, ナノインデント試験を行った。硬度に大きな違いはなかった。単結晶薄膜に発生したクラックの長さは 7.5~8.0  $\mu\text{m}$  でばらつきは小さかった。一方, エピ・ポリ PZT 薄膜のクラック長さは 4.0~5.6  $\mu\text{m}$  であり単結晶のものよりも短かった。ひびの進行を妨げる位置に結晶が存在し, 結晶の並び方に規則性が見られないためクラックが短くなったと考えられる。つまりエピ・ポリ PZT は単結晶薄膜 PZT よりも靱性が強く力が加わる方位に割れ方が依存しにくいことがわかった。

本研究では(100)Si 上に(111)Pt を成膜することで単結晶と多結晶の中間の結晶性をもつエピ・ポリ PZT を成膜することができた。また, ナノインデント試験による単結晶 PZT 薄膜との靱性比較を行った。そして, 単結晶 PZT 薄膜と比べエピ・ポリ PZT 薄膜の方が高い靱性を持つことを実証した。

## 4. その他・特記事項(Others)

なし

## 5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

“チタン酸ジルコン酸鉛(PZT)系エピ・ポリ薄膜のスパッタ成膜と破壊靱性の調査”, 第 12 回「マイクロ・ナノ工学シンポジウム」, (2020 年 10 月 26~28 日, オンライン) 口頭(一般), 勝又 優, 吉田 慎哉, 田中 秀治

## 6. 関連特許(Patent)

なし