

Метод формирования композитных сегнетоэлектрических пленок PZT/TiO₂

Г.А. Орлов¹, А.В. Атанова², В.А. Сторонкин¹, Д.С. Серегин¹, А.С. Вишневский¹,
О.В. Серазя³, Д.Н. Хмеленин², О.М. Жигалина^{2,3}, К.А. Воротилов¹

¹МИРЭА – Российский технологический университет, 119454 Москва, Россия
e-mail: georgiiorlov@mail.ru

²ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333 Москва, Россия

³МГТУ им. Н.Э. Баумана, 105005 Москва, Россия

В работе предложен и экспериментально реализован метод создания тонкопленочных двухфазных композитных сегнетоэлектрических структур. Идея метода состоит в формировании сегнетоэлектрической тонкой пленки PZT с открытой пористой структурой методом химического осаждения из растворов с использованием органических структурообразующих агентов (темплатов). После удаления органического темплата и кристаллизации формируется пленка PZT со структурой перовскита и открытой пористостью. Следующим этапом является заполнение пор пленки диоксидом титана методом атомно-слоевого осаждения (ALD). В данном методе осаждение происходит из газовой фазы с использованием самолимитированной химической реакции, что обеспечивает послойный рост мономолекулярных слоев с проникновением в пористую структуру пленки. Сформированный композит представляет собой двухфазную систему, состоящую из сегнетоэлектрика PZT и TiO₂.

Для формирования пористых пленок PZT использовали растворы, синтезированные золь-гель методом, с последующим добавлением структурообразующих агентов: поливинилпирролидона (PVP) с молекулярным весом 360 000 [1] и неионогенного поверхностно-активного вещества Brij[®] 76 [2]. Пленки PZT формировали послойно (от 1 до 6 слоев) на платинированных Si подложках. После формирования каждого слоя пленки подвергали поэтапной термической обработке при 200°C (сушка и удаление растворителя), затем при 400°C (удаление органического темплата), после нанесения последнего слоя проводили кристаллизацию при 650°C, 15 мин. В результате были сформированы пленки со структурой перовскита и размером пор ~15 нм для Brij[®] 76 и 50-100 нм для PVP.

Осаждение TiO₂ проводили ALD методом с использованием установки Veeco TFS 200. В качестве прекурсоров использовали реакцию изопропилата титана (TIP) с водой, газом-носителем служил азот. Образцы пористых пленок PZT загружали в реакционную камеру, в которой откачивали воздух до ~3 мбар. Температура подложки составляла 250°C для обеспечения химической реакции на поверхности. Цикл нанесения одного слоя осуществляли по схеме: подача TIP – 1 с; продувка камеры N₂ – 2 с; подача H₂O – 0.25 с; продувка камеры – 2 с. Толщина слоя TiO₂, определенная на пластинах-спутниках, составляла 93 нм (1800 циклов) и 55 нм (1000 циклов). После осаждения TiO₂ дополнительный отжиг не производили.

Оценка пористой структуры, толщины, а также микроструктурные исследования полученных образцов выполнены с помощью методов эллипсометрической порометрии и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). В результате сформированы образцы двухфазных пленок с равномерно распределенным по всей толщине оксидом титана.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 19-29-03058. Исследование микроструктуры методом ПЭМ поддержано грантом РФФИ № 20-32-90056.

1. D. Seregina, K. Vorotilov, A. Sigov, N. Kotova, *Ferroelectrics* **484**, 43 (2015).
2. A.V. Atanova, et al, *J. Amer. Ceram. Soc.* (to be published).