

($\text{Pb}_{1-x}\text{Sr}_x$) TiO_3 铁电薄膜电滞回线的测试分析

王茂祥, 孙 平

(南京大学 工程管理学院, 江苏 南京 210093)

摘 要: 采用磁控溅射法制备了 PST 薄膜, 讨论了其制备工艺并着重对其电滞回线进行了测试分析。从测试结果来看, 其饱和极化强度 P_s 典型值为 $19.0 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, 剩余极化强度为 $6.6 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, 矫顽场强为 $16 \text{ kV}/\text{cm}$, 热释电系数为 10^{-4} 量级。表明所制备的 PST 薄膜具有较好的铁电性能。

关键词: ($\text{Pb}_{1-x}\text{Sr}_x$) TiO_3 薄膜; 磁控溅射; 电滞回线; 铁电性

中图分类号: O484.4⁺2

文献标识码: A

文章编号: 1006-7086(2006)03-0142-03

FABRICATION AND HYSTERESIS LOOPS PROPERTY OF ($\text{Pb}_{1-x}\text{Sr}_x$) TiO_3 FERROELECTRIC THIN FILMS

WANG Mao-xiang, SUN Pin

(School of Management and Engineering, Nanjing University, Nanjing 210093, China)

Abstract: The ($\text{Pb}_{1-x}\text{Sr}_x$) TiO_3 thin films were prepared by magnetic-sputtering technology. The hysteresis loops property of PST thin films was measured and analyzed. The saturated polarization intensity, the residual polarization intensity and the coercive electric field of the PST sample were about $19.0 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, $6.6 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ and $16 \text{ kV}/\text{cm}$, respectively. The pyroelectric coefficient was in 10^{-4} order.

Key words: ($\text{Pb}_{1-x}\text{Sr}_x$) TiO_3 thin films; magnetic-sputtering; hysteresis loops; ferroelectric property

1 引 言

铁电材料具有优越的介电、压电、热释电、铁电、光电等特性, 可望用于光波导调制器、光显示和光存储、铁电薄膜栅场效应晶体管、热释电红外探测器、非挥发性存储器(NVFRAM)等微电子、光电子器件中^[1-4]。20世纪80年代中期, 薄膜制备技术的突破性进展使得铁电薄膜材料的应用研究引起人们的重视, 铁电体研究由块体材料转向薄膜材料, 由单元器件转向集成器件, 以适应现代微电子学及光电子学等领域的相关器件向小型化、集成化、多功能化方向发展的需要。

目前铁电薄膜的制备可采取多种方法, 如电子束蒸发、磁控溅射、离子镀、化学气相沉积(CVD)、水热法、溶胶-凝胶(Sol-Gel)以及金属有机物热分解(MOD)等制备工艺技术。作者采用磁控溅射的方法制备了($\text{Pb}_{1-x}\text{Sr}_x$) TiO_3 (简称PST)系铁电薄膜。PST系材料是一种性能优良的钙钛矿型铁电材料, 其形成铁电相的温度较低, 易于和半导体工艺结合; 它的居里点温度 T_c 可随Pb/Sr组分比的变化进行调节, 且较易调节居里点在常温附近。目前国内外对PST薄膜的研究基本上未见报道。作者通过对PST薄膜的制备, 讨论了其制备工艺, 并着重对其电滞回线进行了测试分析。从测试结果来看, 所制备的PST薄膜具有较好的铁电性能。

收稿日期: 2006-04-06.

基金项目: 国家自然科学基金(69671008)资助。

作者简介: 王茂祥(1967-), 男, 江苏省句容县人, 高级工程师, 博士后, 从事光电器件及其应用研究。

2 PST 铁电薄膜的制备

首先制备 PST 靶材。将 PbO (略过量)、 SrCO_3 和 TiO_2 按 $(\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{0.65})\text{TiO}_3$ 的比例配料, 并加入 0.25% MnO_x (质量分数), 将原料放入球磨罐并加入适量的蒸馏水, 在行星球磨机以 150 r/min 的转速球磨 8 h。球磨后将原料放入烘箱以 130 ℃ 烘干, 烘干时间约 4-5 h。将烘干的原料进行预烧, 预烧过后, 再次球磨 4 h。将球磨料烘干后的粉料加入 5% 的聚乙烯醇溶液造粒, 通过过筛的过程, 控制粉料的粒径约为 0.2-0.5 μm。造粒过筛后的粉料压片, 制成直径为 50 mm 的圆形靶。最后将此圆形靶放入炉中进行烧结, 烧制成所需的溅射靶材。

然后, 在 GDM-450B 高真空镀膜设备上磁控溅射制备 PST 铁电薄膜。制备时, 基片采用覆有 ITO 薄膜的玻璃片, 下电极采用与 PST 材料匹配较好的 LSCO 材料, 上电极用金薄膜。沉积 PST 薄膜时靶的溅射电流为 100 mA, 溅射时间为 4 h; 溅射时在充入氩气的同时充入少量的氧气, 以保证薄膜中氧的含量。

由于是在较低的温度下沉积的薄膜, 薄膜制备后没有晶化, 因而不呈钙钛矿型结构, 不具有热释电性和铁电性, 因此要将磁控溅射沉积的 PST 薄膜热处理, 使之转变为具有铁电性的钙钛矿结构的铁电薄膜, 以满足研究的要求。热处理温度为 500 ℃, 时间为 4 h。

3 性能测试与分析

采用示波器图示法测试了 PST 铁电薄膜的电滞回线。

测试电路如图 1 所示。在被测试样 C_x 上串接一个电容很大的电容器 C 。为了消除之间的相位差, 在电容 C 上并联了一个电阻 R , 调节 R 的大小便可使 U_1 和 U_2 的相位相同。电容器上的电压 U_2 接到示波器的垂直致偏电极上, 垂直幅度 U_y 与电压 U_2 成正比, 反映出示波器垂直致偏幅度与材料电位移 Q (极化强度 P) 的关系。水平致偏电极接到电位器 W 的滑动接点上, 由于 $C \gg C_x$, 故 $U_1 \gg U_2$, 因此水平致偏电极之间的水平幅度电压 U_x 正比于试样两端的电压 U_1 , 反映出示波器垂直致偏幅度与材料电场强度 E 的关系, 因此在示波器上可以观察到 P - E 曲线, 即电滞回线。

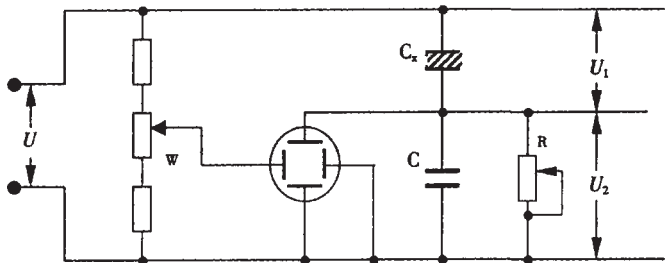


图 1 示波器图示法测量电滞回线原理图

图 2 为利用示波器图示法测得 PST 铁电薄膜试样在不同温度下 (20 ℃、44 ℃) 的电滞回线。由图可见, 所制备的试样具有明显的铁电特性。在 20 ℃ 时, 试样的饱和极化强度 P_s 为 $19.0 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, 剩余极化强度 P_r 为 $6.6 \mu\text{C}/\text{cm}^2$; 在 44 ℃ 时, 试样的饱和极化强度 P_s 为 $15.0 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, 剩余极化强度 P_r 为 $5.7 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ 。其中, 试样的饱和极化强度 P_s 是由电滞回线外推法得到的。试样矫顽场强均低于 20 kV/cm (约 16 kV/cm)。可以看出, 随着温度的不断上升, 试样的饱和极化强度 P_s 和剩余极化强度 P_r 均逐渐减小。

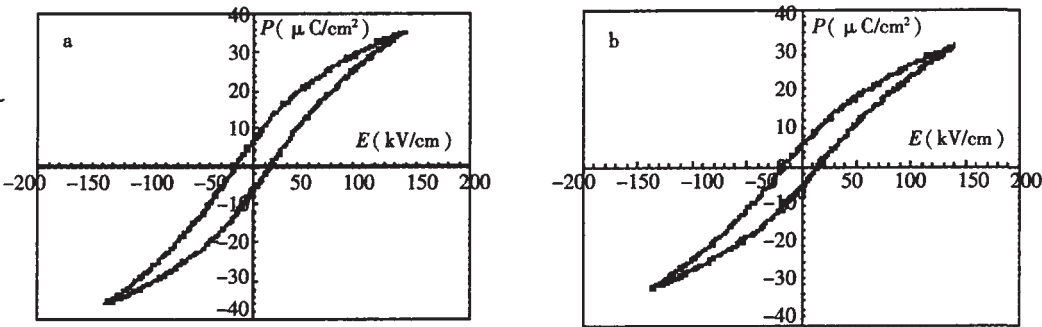


图 2 PST 铁电薄膜试样在不同温度下 (a 为 20 ℃; b 为 44 ℃) 的电滞回线

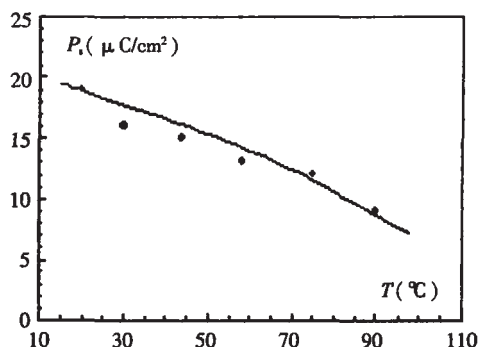


图 3 PST 试样饱和极化强度与温度的关系

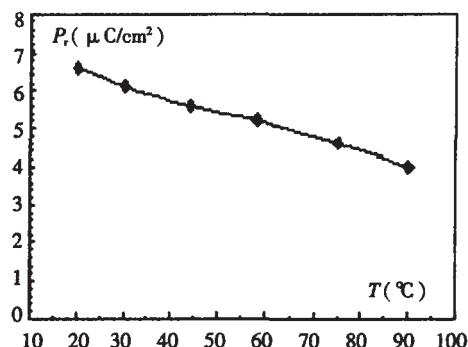


图 4 PST 试样剩余极化强度与温度的关系

图 3、图 4 分别给出了 PST 试样的饱和极化强度 P_s 、剩余极化强度 P_r 与温度 T 的关系。由图 4 可算得此试样的热释电系数, $p = dP_r / dT = 3.7 \times 10^{-4} \text{ C/m}^2 \cdot \text{K}$ 。从实验结果来看, 材料有较好的铁电性能, 热释电系数达 10^{-4} 量级。通过进一步改进制备工艺, 以改善材料的铁电性能, 提高其饱和极化强度 P_s 及剩余极化强度 P_r , 降低矫顽场强, 进而提高其热释电系数, 改善其热释电性能。铁电性能好的 PST 薄膜有较广范围的应用。例如, 可尝试将热释电性能强的 PST 薄膜用作热探测器敏感元材料, 并且其居里点可通过 Pb/Sr 含量的改变调整在室温附近, 从而为集成室温红外探测器阵列的制备创造条件。

4 结 论

($\text{Pb}_{1-x}\text{Sr}_x$) TiO_3 系钙钛矿材料是一种性能优良的铁电材料, 其居里点可通过 Pb/Sr 配比进行调整, 且 PST 材料较其他材料晶化温度要低, 更容易制备成薄膜材料。作者采用磁控溅射法, 较成功地制备了铁电性较强、热释电性能较好的 PST 薄膜。相信通过不断改进制备工艺, 可进一步改善其性能, 最终使 PST 薄膜在电子存储器、红外探测器等电子器件中得到应用。

参考文献:

- [1] BONDURANT DVID, Ferroelectric RAM memory family for critical data storage[J]. *Ferroelectrics*, 1991, 116:65~77.
- [2] SCOTT J F, Ferroelectric memories: A comparison with other high-speed digital devices[J]. *Ferroelectrics*, 1991, 116:147~155.
- [3] 金伟其, 张未强, 王春勇. 基于 288×4 焦平面探测器的二代热成像系统分析[J]. *红外技术*, 2004, 26(2): 1~5.
- [4] WHATMORE R W, ZHANG Q, HUANG Z, et al. Ferroelectric thin and thick films for Microsystems[J]. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 2003, 5:65~76.

关于使用本刊 E-mail 的说明

本刊电子信箱开通以来, 无论是对编辑部, 还是对于广大读者、作者均提供了方便, 提高了工作效率, 简化了通讯程序。为了更好地使用 E-mail, 现向读者、作者作如下说明:

- 1、文件较大时, 请先压缩后再发送;
- 2、文稿中的插图需用扫描仪扫入时, 图中线条一定要清晰, 若为照片则最好邮寄原照片;
- 3、请附上联系电话、通讯地址、联系人姓名;
- 4、本刊 E-mail: zkdwbjb@tom.com.