(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。Int. Cl.[7]
C23C 16/22

(45) 공고일자 2004년07월23일
(11) 등록번호 10-0441549
(24) 등록일자 2004년07월14일

(21) 출원번호 10-2001-0050722
(22) 출원일자 2001년08월22일

(65) 공개번호 10-2002-0017984
(43) 공개일자 2002년03월07일

(30) 우선권주장 09/649,381 2000년08월28일 미국(US)

(73) 특허권자 샤프 가부시키가이샤
일본 오사까후 오사까시 아베노꾸 나가이께쪼 22방 22고

(72) 발명자 리팅카이
미국워싱톤98683뱅쿠버에스이23스트리트18701

주앙웨이-웨이
미국와싱톤98683뱅쿠버브이-164에스이161스트리트2404

슈셍텡
미국와싱톤98607카마스엔더블류트라우트코트2216

(74) 대리인 백덕열
이태희

심사관 : 조지훈

(54) 혼합 용매를 사용한 MOCVD 강유전성 및 유전성 박막퇴적방법

요약

본 발명은 강유전성/유전성 화학 증착 전구체; 및 필수적으로, 테트라글림, 트리글림, 트리에틸렌테트라민, N,N,N',N'-테트라메틸에틸렌디아민; N,N,N',N'', N''-펜타메틸디에틸렌트리아민; 및 2,2'-비피리딘을 포함하는 타입 A 용매, 테트라히드로퓨란, 부틸 에틸 에테르, 3차-부틸 에틸 에테르, 부틸 에테르, 및 펜틸 에테르를 포함하는 타입 B 용매, 이소-프로판올, 2-부탄올, 2-에틸-1-헥사놀, 2-펜타놀, 톨루엔, 크실렌 및 부틸 아세테이트를 포함하는 타입 C 용매 및 용매 타입 A, B, 및 C의 혼합물로 이루어진 용매 군으로 부터 선택되는 상기 강유전성/유전성 화학 증착 전구체를 운반하는 용매를 포함하는 화학 증착 공정에 사용하는 강유전성/유전성 소스 용액.

대표도

도 1

명세서

도면의 간단한 설명

도1은 혼합 용매를 사용한 PZT 박막의 표면 거칠기를 나타내는 도면.
도2는 혼합 용매를 사용한 Pt/Ir 전극 상의 PZT 박막의 X-레이 패턴을 나타내는 도면.

도3은 혼합 용매를 사용한 PZT 박막의 미세구조를 나타내는 도면.
도4a 및 도4b는 용매 I를 사용한 Pt/Ir 전극 상의 PZT 박막의 히스테리시스 루프.
도5a 및 도5b는 용매 II를 사용한 Pt/Ir 전극 상의 PZT 박막의 히스테리시스 루프.
도6a 및 도6b는 용매 III를 사용한 Pt/Ir 전극 상의 PZT 박막의 히스테리시스 루프.
도7은 혼합 용매를 사용한 Pt/Ir 전극 상의 PZT 박막의 분극 및 보자 전계치를 나타내는 도면.
도8은 혼합 용매를 사용한 Pt/Ir 전극 상의 PZT의 누출 전류를 나타내는 도면.
도9는 5V 인가 전압 하에서, 용매 IV를 사용하여 형성된 PZT 박막의 히스테 리시스 루프.
도10은 본 발명에 따른 방법에 의해 얻어진 PGO 박막의 X-레이 패턴을 나타내는 도면.
도11은 PGO 박막의 조성을 나타내는 도면.
도12는 다중 MOCVD 및 어닐링에 의해 만들어진 PGO 박막의 X-레이 패턴을 나타내는 도면.
도13은 다중 MOCVD 및 어닐링에 의해 만들어진 c-축 배향 PGO 박막의 미세구조를 나타내는 도면.
도14는 5V에서 PGO 박막의 히스테리시스 루프.
도15는 다양한 전압에서 PGO 박막의 히스테리시스 루프.
도16은 PGO 박막의 누설 전류를 나타내는 도면.
도17은 PGO 박막의 유전 상수를 나타내는 도면.

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 메모리 장치의 조립 및 제조방법에 관한 것으로, 구체적으로 액체-운반 금속 유기 화학 증착(MOCVD) 기술에 있어 강유전성 및 유전성 용액을 사용하여 $PbZr_xTi_{1-x}O_3$ (PZT), $SrBi_2Ta_2O_9$ (SBT), $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ (BST) 및 $Pb_5Ge_3O_{11}$ (PGO)과 같은 강유전성 및 유전성 박막을 퇴적하는 방법에 관한 것이다.
강유전성 및 유전성 박막의 퇴적에 액체-운반 MOCVD 공정이 사용되어 왔다. 고체 소스 기술과 비교하여, MOCVD에 액체 소스를 사용하는 경우의 이점은 잘 알려져 있는 바, 단일 소스 기술을 사용하는 경우 복합 조성을 가지는 퇴적 필름의 화학량론을 적절히 조절할 수 있게 하는 용액 내 원자 레벨에서 균일성을 얻을 수 있다. 액체 소스에 대한 화학 반응물은 종래의 증류 및 결정화 방법에 의해 용이하게 정제되기 때문에 고순도의 필름이 액체-운반 MOCVD 공정에 의해 제조될 수 있다. 액체 소스 운반의 다른 이점은 액체 소스 물질이 소스 컨테이너에서 증발기로 이송되기 쉽고, 액체 유동 측정기를 사용하여 반응 챔버로 적합하게 부어질 수 있다는 것이다. 액체 소스 물질은 증발 영역을 증가시키기 위하여 미분화될 수 있으며, 이는 증발량을 증가시키고 액체 소스 물질의 완전한 증발을 촉진시킨다. 그러나, 액체-운반 MOCVD 기술이 비교적 새로운 상업적 기술이며, 표면 거칠기, 표면 형태학 및 액체-운반 MOCVD 공정에 의해 퇴적되는 강유전성 및 유전성 필름의 특성과 관련하여 취급상의 많은 문제점을 갖고 있다. 액체-운반 MOCVD 공정에 있어서, 용매는 전구체를 용해시키고, 소스 컨테이너에서 증발기로 전구체를 이송하며, 전구체의 미분화를 촉진하여 전구체가 완전히 증발되게 하기 위하여 사용된다.
용매가 MOCVD 반응기로 도입되고 전구체 반응 및 필름의 퇴적에 참여하기 때문에, 용매는 표면 거칠기, 표면의 형태, 및 다른 특성과 같은 필름의 질에 상당한 영향을 미친다. 용매의 선택은 강유전성 및 유전성 박막의 퇴적을 위한 MOCVD 공정을 사용하는 경우 중요한 인자가 된다. 용매의 선택이 중요하기는 하지만, 대부분의 공지의 연구 결과들은 전구체의 선택에 대한 것으로, MOCVD 공정에 대한 용매의 선택에 대한 연구는 적다.
MOCVD 공정을 통하여 PZT 강유전성 산화금속 박막을 제조하는 방법이 참고 문헌[G.-R. Bai, A Wang, I.-F. Tsu, C. M. Foster, 및 O. Auciello, *Integrated Ferroelectrics* , Vo1.21, 29l(l998); M. Shimizu, H. Fujisawa 및 T. Shiosaki, *Integrated Ferroelectrics* , Vo1. 14, 69(1997); 및 미합중국 특허 제 5,453,494 호(Kirlin et al., *Metal complex source reagents for MOCVD* , 1995년 9월 26일 특허)]에 기재되어 있다.
미합중국 특허 제5,820,664호(Gardiner et aL, *Precursor composition for chemical vapor deposition, and ligand exchange resistant metal-organic precursor solutions comprising same* , 1998년 10월 13일 특허)는 사용되어야 하는 다양한 전구체와 관련하여 이러한 분야에서의 어려움을 기재하고 있다.
현재, $Pb(TMHD)_2$ 는 용인된 납 전구체이나, 낮은 휘발성 및 낮은 안정성 때문에 MOCVD 공정에 적용되기는 어려운 것으로 참고문헌[I.-S. Chen, J. F. Roeder, T. E. Glassman 및 T.H. Baum, Chem. Mater., 1l No. 2, 209 (l999)]에 기재되어 있다. 액체-운반 시스템의 도입에 의해, 전구체의 운반은 크게 개선되나, 여전히 많은 문제점이 있는 것으로 알려져 있다[J. F. Roeder, B. A. Vaartstra, P. C. Van Buskirk, 및 H.R. Beratan, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 415, 123(1996)].
전구체의 안정성 및 휘발성, PZT 전구체 용액에서의 용액 반응, 전구체의 용해도, 가열된 운반 라인에서의 전구체의 분해성향, 전구체 용액의 순도 및 운반 라 인 및 증발기의 블록이 주용한 문제가 된다. 이러한 문제점들을 해결하기 위하여, 상이한 전구체의 사용이 필요하다. 존재하는 전구체 용액은 테트라히드로퓨란(THF) 및 테트라글림 및 이소-프로판올의 조합이며, 여기에 고체 강유전성 전구체가 용해된다.

본 발명은 필수적으로 강유전성 및 유전성 화학 증착 전구체; 및 필수적으로, 테트라글림, 트리글림, 트리에틸렌테트라민, N,N,N',N'-테트라메틸에틸렌디아민; N,N,N',N', N'', N''-펜타메틸디에틸렌트리아민; 및 2,2'-비피리딘을 포함하는 타입 A 용매, 테트라히드로퓨란, 부틸 에틸 에테르, 3차-부틸 에틸 에테르, 부틸 에테르, 및 펜틸 에테르를 포함하는 타입 B 용매, 이소-프로판올, 2-부탄올, 2-에틸-1-헥사놀, 2-펜타놀, 톨루엔, 크실렌 및 부틸 아세테이트를 포함하는 타입 C 용매 및 용매 타입 A, B, 및 C의 혼합물로 이루어진 혼합 용매 군으로 부터 선택되는 상기 강유전성/유전성 화학 증착 전구체를 운반하는 용매를 포함하는 화학 증착 공정에 사용하는 강유전성 및 유전성 소스 용액에 관한 것이다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명의 목적은 혼합 용매를 사용하여 강유전성 및 유전성 박막 퇴적을 위한 적정한 액체-운반 MOCVD 공정을 개발하는 것이다.
본 발명의 다른 목적은 혼합 용매를 사용하여 퇴적 필름의 표면 거칠기, 표면 형태, 및 강유전성 및 유전성을 개선시키는 것이다.
본 발명의 또 다른 목적은 안정한 즉, 장기간 저장될 때, 침전되지 않는 전구체 용액을 제공하는 것이다.
본 발명의 또 다른 목적은 장기간 저장 중 거의 일정한 금속 농도를 유지하는 전구체 용액 내에 용해된 금속 β-디케톤 고체 전구체를 가지는 용액을 제공하는 것이다.
본 발명의 또 다른 목적은 각각 우수한 강유전성 및 유전성을 가지는 강유전성 및 유전성 퇴적 금속 산화물을 얻기 위한 전구체를 제공하는 것이다.
본 발명의 상기 목적 및 요지는 본 발명을 보다 용이하게 이해할 수 있도록 하기 위하여 제공된 것이다. 본 발명은 첨부되는 도면을 참고로 한 하기의 발명의 상세한 설명에 의해 보다 명확히 이해될 수 있다.

발명의 구성 및 작용

본 발명은 혼합 용매를 사용하여 산화물과 같은 강유전성 및 유전성 박막의 표면 거칠기, 표면 형태, 및 강유전성 및 유전성을 개선시키는 방법을 제공한다. 액체-운반 금속 유기 화학 증착(MOCVD) 시스템에 있어서, 용매는 전구체를 용해시키고, 소스 컨테이너에서 증발기로 전구체를 이송시키며, 전구체의 미분화를 촉진하고 증발을 완전하게 하기 위하여 사용된다. 용매는 또한 MOCVD 반응기로 도입되며, 전구체 반응과 필름의 퇴적에 참여한다.
일반적으로, 용매는 다음과 같은 특성을 가져야 한다: 높은 용해도, 전구체와 용매의 혼합시 상호 무반응, 즉 장기간 안정성을 가져야 하며; 희석 효과를 제공하는 것 이외에 반응에 있어 침전을 형성하지 않아야 하고; 전구체의 증발 온도에 근접한 적합한 비점을 가져야 하고; 점도가 낮아야 하며; 비용이 저렴해야 한다.
전형적인 박막 퇴적 중 사용될 수 있는 용매가 표1에 나열되어 있다. 전구체 는 표2에 나열되어 있다.

표1 용매 특성 및 분류

유기 안정화제	비점 (°C)	화학식
타입A 용매: 금속 중심에 강한 배위결합, 기상으로 금속 유기 전구체 안정화		
테트라글림	275	$CH_3(OCH_2CH_2)_4OCH_3$
트리글림	216	$CH_3(OCH_2CH_2)_3OCH_3$
트리에틸렌테트라민	266	$H_2N(CH_2CH_2NH)_2CH_2CH_2NH_2$
N,N,N',N'-테트라메틸에틸렌디아민	121	$(CH_3)_2NCH_2CH_2N(CH_3)_2$
N,N,N',N'',N''-펜타메틸디에틸렌트리아민	198	$[(CH_3)_2NCH_2CH_2]_2NCH_3$
2,2'-비피리딘	273	$(NC_5H_4)_2$
타입B 용매: 금속 유기 전구체 를 용해시켜, MOCVD 금속 산화물 박막 퇴적을 위한 액체-운반 시스템에 적용될 수 있는 액체 전구체 제공		
테트라히드로퓨란	65-67	C_4H_8O
부틸 에틸 에테르	92	$CH_3(CH_2)_3OC_2H_5$
3차-부틸 에틸 에테르	73	$(CH_3)_3COC_2H_5$
부틸 에테르	142-143	$[CH_3(CH_2)_3]O$
펜틸 에테르	187	$[CH_3(CH_2)_4]O$
타입 C 용매 : 액체 전구체 특성 조절을 위한 알콜		
이소-프로판올	97	$(CH_3)_2CHOH$
2-부탄올	98	$C_2H_5CH(OH)CH_3$
2-에틸-1-헥산올	183-186	$CH_3(CH_2)_3CH(C_2H_5)CH_2OH$
2-펜탄올	118	$CH_3CH_2CH_2CH(OH)CH_3$
톨루엔	111	$C_6H_5CH_3$
크실렌	137-144	$C_6H_4(CH_3)_2$
부틸 아세테이트	124-126	$C_6H_{12}O_2$

표2 강유전성 및 유전성 (산화물) 박막에 대한 전구체의 특성

전구체	화학식	실온에서 외관	습기 안정성	증기압 (mm Hg)	분해 온도 (°C)
$Ba(TMHD)_2$	$Ba(C_{11}H_{19}O_2)_2$	백색 분말	민감	225°C/0.05	285°C
Bi 트리페닐	$Bi(C_6H_5)_3$	백색 결정	안정	100°C/0.2	310°C
$Ge(OE_t)_4$	$Ge(OC_2H_5)_4$	무색 액체	민감	185°C	
$La(TMHD)_3$	$La(C_{11}H_{19}O_2)_3$	백색 분말		210°C/0.2	370°C
$Nb(OE_t)_5$	$Nb(OC_2H_5)_5$	황색 액체	민감	145°C/0.1	350°C
Pb 테트라페닐	$Pb(C_6H_5)_4$	백색 분말		230°C/0.05	325°C
$Pb(TMHD)_2$	$Pb(C_{11}H_{19}O_2)_2$	백색 분말		180°C/0.05	325°C
$Sr(TMHD)_2$	$Sr(C_{11}H_{19}O_2)_2$	밝은 황색 분말	안정	230°C/0.05	250°C
$Ta(OE_t)_4$	$Ta(OC_2H_5)_4$	황색 액체	민감	145°C/0.1	350°C
$Ti(OE_t)_4$	$Ti(OC_2H_5)_4$	무색 결정	민감	138°C/5	
$Ti(POr^i)_4$	$Ti(OC_3H_7)_4$	무색 액체	민감	58°C/1	
$Zr(TMHD)_4$	$Zr(C_{11}H_{19}O_2)_4$	백색 결정		180°C/0.1	
$Zr(OBu^t)_4$	$Zr(OC_4H_9)_4$	황색 액체	민감	90°C/5	

금속 유기 전구체에 대한 액체 용매는 각각 타입 A, 타입 B, 및 타입 C로 부터 선택될 수 있는 세 가지 상이한 유기 용매 타입의 조합을 사용하여 얻어질 수 있다. 표1 및 표2로 부터, 대부분의 용매가 용매 내에 용해되는 전구체의 증발 온도 보다 더 낮은 비점을 가지며, 따라서, 적합한 비점을 얻기 위하여, 여러 용매의 혼합물을 사용하여야 한다는 것을 알 수 있다. 본 발명은 혼합 용매의 사용에 대하여 기재하고 있다. 다음과 같은 종류의 용매 조성물을 예로 들 수 있다:
용매 I : 약 6-10 : 1-4 : 1의 몰비율, 바람직하게는 약 8:2:1의 몰비율을 가지는 테트라히드로퓨란, 이소-프로판올 및 테트라글림의 혼합물
용매 II : 약 6-10 : 1-4 : 1의 몰비율, 바람직하게는 약 8:2:1의 몰비율을 가지는 부틸 에테르, 이소-프로판올 및 테트라글림의 혼합물
용매 III : 약 3-5 : 3-5 : 1-4 : 1의 몰비율, 바람직하게는 약 4:4:2:1의 몰비율을 가지는 부틸 에테르, 테트라히드로퓨란, 이소-프로판올 및 테트라글림의 혼합물
용매 IV : 8:1의 몰비율을 가지는 부틸 에테르 및 테트라글림의 혼합물
일반적인 용매 조성물은 약 6-10 : 1-4 : 1의 몰비율, 바람직하게는 8:2:1의 몰비율을 가지는 용매 타입 B, C 및 A의 혼합물, 및 약 6-10 : 1-3 의 몰비율, 바람직하게는 약 8:1의 몰비율을 가지는 용매 타입 B 및 A의 혼합물이다.
액체-운반 시스템을 가지는 엠코어 옥시드 MOCVD 반응기를 사용하여 PZT 박막을 성장시킨다. 강유전성 및 유전성 박막의 전구체가 표2에 나열되어 있다. THMD가 2,2,6,6-테트라메틸-3,5-헵탄디오네이트이고, OPr^i가 이소-프로톡시드이며, 몰분율이 약 1.2 : 0.5 : 0.5인 $Pb(TMHD)_2$, $Zr(TMHD)_4$, 및 $Ti(OPr^i)_4$를 혼합 용매 I - III에 용해시킨다. 전구체 용액은 0.1M/L PZT의 농도를 갖는다. 용액은 약 200°C 내지 250°C의 온도와 0.1-0.5 ml/min 속도의 펌프에서 증발기로 주입되어 전구 기체를 형성한다. 전구기체는 200°C-250°C에서 예열된 아르곤을 사용하여 MOCVD 반응기로 도입된다. 퇴적 온도 및 압력은 각각 500°C 내지 650°C 및 10Torr이다. 슈라우드 플로우(shraud flow), Ar 4000sccm을 산소 1000-2500sccm과 함께 반응기로 공급한다. 퇴적 후, PZT 박막을 산소 분위기에서 실온으로 냉각시킨다. PZT 박막의 강유전성을 개선시키기 위하여 의사 퇴적 PZT 박막을 톱 전극 퇴적 전후에 산소 분위기에서 600°C-700°C로 어닐링시킨다.
도1은 혼합 용매 I-III을 사용하여 다양한 퇴적 온도에서의 PZT 박막의 표면 거칠기(일반적으로 10)를 나타내는 도면이다. 용매 I를 사용하는 경우의 결과(12)는 더 낮은 온도에서 더 낮은 표면 거칠기가 더 낮아지며, 퇴적 온도가 증가함에 따라 표면 거칠기도 증가되는 것을 나타낸다. 용매 II를 사용하는 경우의 결과(14)는 낮은 퇴적 온도에서 표면 거칠기가 더 높고 퇴적 온도가 증가함에 따라 그 기울기가 평평해지는 PZT 박막을 생성하는 것을 나타낸다. 용매 III(결과 16)은 용매 I 및 용매 II의 혼합 용매이다. 도1에 도시한 바와 같이, 용매III을 사용함으로써 표면 거칠기를 조절할 수 있고, 용매 I : 용매 II의 비율을 조정할 수 있다. 따라서, 다른 온도에서의 강유전성 및 유전성 박막의 표면 거칠기는 다양한 용매를 선택 및 혼합함으로써 개선될 수 있다.
도2는 혼합 용매를 사용하는 Pt/Ir 전극 상의 PZT 박막의 x-레이 패턴을 나타내는 것으로, 용매 I에 대한 결과는 18로, 용매 II에 대한 결과는 20으로, 용매 III에 대한 결과는 22로 나타내었다. PZT 박막의 바람직한 배향은 용매의 다양한 혼합물을 사용하여 조절될 수 있다. X-레이 패턴은 PZT 박막의 배향(100)이 용매 III을 사용하여 더 강해지는 경향이 있으며, 결과(22)는 100 배향에 대하여 더 브로드한 2-세타 값을 가지는 것으로 나타났다.
도3은 혼합 용매 I-III를 사용하여 Pt/Ir 전극 상의 PZT 박막의 미세 구조를 나타낸다. 표면 형태도 본 발명에 따른 다양한 혼합 용매를 사용하여 변화될 수 있다. 더 작은 입자가 용매 I 및 III를 사용하여 퇴적된 PZT 박막에서 발견된다. 조밀한 PZT 박막은 큰 평판 형태의 입자를 가지며, 용매 II를 사용하여 얻어지는 데, 생성된 박막은 우수한 강유전성을 나타낸다.
도 4 내지 도6은 다양한 용매에 의해 퇴적된 PZT박막의 히스테리시스 루프를 나타낸다. 본 명세서에서 정의한 모든 용매를 사용한 PZT 박막은 매우 우수한 강유전성을 나타낸다. 도4는 용매 I를 사용한 Pt/Ir 전극 상의 PZT 박막의 히스테리시스 루프를 나타낸다. 도5는 용매 II를 사용한 Pt/Ir 전극 상의 PZT 박막의 히스테리시스 루프를 나타낸다. 도6은 용매 III를 사용한 Pt/Ir 전극 상의 PZT 박막의 히스테리시스 루프를 나타낸다.

도4a는 톱 전극 퇴적(TE) 전후 어닐링에 의해, 용매I를 사용하여 퇴적된 PZT 박막에 대한 5V에서의 히스테리시스 루프(24)를 나타낸다. 얻어진 분극(2Pr)은 43.3μC/cm ^{2} 이며, 보자 전계치(2Ec)는 107 Kv/cm이다. 도4b는 다양한 인가 전압에서 TE 전후에 어닐링에 의해 PZT층에 대한 히스테리시스 루프를 나타내며, 결과(26)는 1V에 대한 루프이고, 결과(28)는 2V에 대한 루프이며, 결과(30)는 3V에 대한 루프이고, 결과(32)는 4V에 대한 루프이며, 결과(34)는 5V에 대한 루프이다.

도5a는 TE 전후 어닐링에 의해, 용매II을 사용하여 퇴적된 PZT 박막에 대한 5V에서의 히스테리시스 루프(36)를 나타낸다. 2Pr은 39.8μC/cm ^{2} 이며, 2Ec는 73.2 kv/cm이다. 도5b는 다양한 인가 전압에서 TE 전후에 어닐링에 의해 PZT층에 대한 히스테리시스 루프를 나타내며, 결과(38)는 1V에 대한 루프이고, 결과(40)는 2V에 대한 루프이며, 결과(42)는 3V에 대한 루프이고, 결과(44)는 4V에 대한 루프이며, 결과(46)는 5V에 대한 루프이다.

도6a는 TE 전후 어닐링에 의해, 용매III을 사용하여 퇴적된 PZT 박막에 대한 5V에서의 히스테리시스 루프(48)를 나타낸다. 2Pr은 42.1μC/cm ^{2} 이며, 2Ec는 105 kv/cm이다. 도6b는 다양한 인가 전압에서 TE 전후에 어닐링에 의해 PZT층에 대한 히스테리시스 루프를 나타내며, 결과(50)는 1V에 대한 루프이고, 결과(52)는 2V에 대한 루프이며, 결과(54)는 3V에 대한 루프이고, 결과(56)는 4V에 대한 루프이며, 결과(58)는 5V에 대한 루프이다.

용매 I 및 III에 비하여, 용매 II를 사용하여 퇴적된 PZT 박막에서 가장 우수한 강유전성을 나타내었다. 39.8μC/cm ^{2} 의 2Pr과 73.2 kv/cm의 2Ec 값은 정사각형이고 대칭이며, 2V 인가 전압으로 부터 거의 포화된다.

도7은 용매 I, II 및 III를 사용하는 Pt/Ir 전극 상의 PZT 박막의 2Pr, 결과(60) 및 2Ec, 결과(62) 값을 나타낸다. 용매 II에 의해 제조된 PZT 박막은 가장 적은 보자계 73 kv/cm를 가지며, 용매 I, II 및 III를 사용하여 제조된 PZT 박막의 누설 전류(64)를 나타낸 도8에 도시한 바와 같이 가장 적은 누설 전류를 갖는다.

상기한 용매와 전구체 조합이 우수한 강유전성을 가지는 PZT 박막이 상업적으로 이용가능하게 함에도 불구하고, 전구체/용매 조합은 제조, 혼합, 이송 및 MOCVD 공정에의 사용 전 저장을 촉진하기에 바람직한 저장 수명을 가져야 한다. 전술한 바와 같이, 본 발명의 목적은 안정한 금속 β-디케톤 전구체를 제공하는 것이다. 부틸 에테르가 이러한 목적에 적합하게 사용될 수 있다. MOCVD 공정을 통한 Pt/Ir 전극 상의 PZT 및 PZT 강유전성 및 유전성 박막 퇴적에 사용되는 고체 전구 체로는 OPr ^{i} 가 이소-프로폭시드 (OCH(CH $_3$) $_2$)인 Pb(TMHD) $_2$, Zr(OPr ^{i}) $_4$ H(OPr ^{i}), Zr(TMHD) $_2$, Ti(OPr ^{i}) $_4$ 또는 Ti(OPr ^{i}) $_2$ (TMHD) $_2$, 및 OE $_t$ 가 에폭시드(OC $_2$ H $_5$)인 Ge(OE $_t$) $_4$ 이다. 고체 전구체는 화확량론적으로 혼합되며, 부틸 에테르 및 테트라글림 유기 용액 혼합물, 용매 IV에 용해된다. 이러한 전구체 용액은 강유전성 및 유전성 박막 퇴적에 대해 MOCVD 소스로서 사용될 수 있다.

전구체 용액은 비반응성 분위기의 실온에서 장기간 안정하며, 이는 고체 화합물의 휘발성이 이러한 유기 용액 내에 장시간 용해되는 경우에도 분해되지 않는 것을 의미한다. 본 발명에 따른 전구체 용액은 PZT 박막 퇴적에 대해 장기간에 걸쳐 증발기를 막히게 하지 않으며, 도9에 도시한 바와 같이 PZT 박막에 우수한 강유전성을 제공한다.

실시예 1

본 실시예에 있어서, 1-1.2 : 0.3-0.7 : 0.2-0.7의 몰비율, 바람직하게는 1.1:0.5:0.5의 몰비율의 고체 전구체 Pb(TMHD) $_2$ [3.13 g], Zr(OPr ^{i})H $_4$ (OPr ^{i})[0.88 g] 및 Ti(OPr ^{i}) $_4$ [0.65 g]를 8:1의 몰비율의 부틸 에테르[36.36g] 및 테트라글림[2.42g] 혼합물에 용해시킨다. 모든 고체 전구체는 용액의 제조 전에 승화된다. 부틸 에테르 및 테트라글림은 Aldrich 사로 부터 입수된 형태로 사용된다. 고체 전구체 용액이 모두 용해된 후 투명 용액이 얻어진다. 전구체 용액을 밀폐 유 리병에 넣고 한달 이상 유지한다. 유기 용매, 부틸 에테르 및 테트라글림은 100℃ 다이나믹 진공기에 의해 제거된다. 건조된 고체 혼합물 전구체를 가열하여 약 170℃로 하여 승화시킨다. 95% 이상의 건조된 고체 혼합물 전구체는 휘발성인 것으로 나타난다. 결과는 고체 혼합물 전구체가 1달 이상 동안 유기 용액 혼합물 내에서 안정한 것으로 나타났다.

실시예 2

PZT 박막은 실시예 1에 기재한 전구체 용액을 사용하여 MOCVD 을 통하여 형성된다. PZT 전구체 용액은 0.1 ml/min 내지 0.5 ml/min의 유속으로 증발기로 운반되며, 증발기의 온도는 200℃ - 250℃이다. 반응기 압력은 약 5 Torr 내지 10 Torr이며, 퇴적 온도는 550℃ 내지 700℃ 이다. 양질의 PZT 박막이 얻어진다. 도9는 PZT 박막의 히스테리시스 루프(66)를 나타낸 것으로, 이는 5V 인가 전압하에서 측정되었으며, 53.8μC/cm ^{2} 의 2Pr 및 87 kv/cm의 2Ec 값을 나타낸다.

실시예 3 - Pb $_5$ Ge $_3$ O $_{1l}$ 박막

산화물 MOCVD 반응기가 c-축 배향 Pb $_5$ Ge $_3$ 0 $_{1l}$ 박막의 성장을 위하여 사용된다. 4-6 : 2-4의 몰비율, 바람직하게는 약 5:3의 몰비율의 Pb(TMHD) $_2$ 및 Ge(0E $_t$) $_4$ 를 6-9 : 1-3: 1의 몰비율, 바람직하게는 8:2:1의 몰비율의 부틸 에테르, 이소-프로판올 및 테트라글림의 혼합 용매, 용매 II에 용해시킨다. 전구체 용액은 0.1M/L PGO의 농도를 갖는다. 용액을 140℃ - 180℃의 증발기로 0.1 ml/min 내지 0.2ml/min 속도의 펌프에 의해 증발기로 주입되어 전구 기체를 형성한다. 성장 라인은 165℃ 내지 245℃이다. 퇴적 온도 및 압력은 각각 300℃ - 600℃ 및 5Torr - 10Torr이다. 20% 내지 50%의 산소 부분압을 가지는 슈라우드 플로우, Ar 1000sccm-6000sccm을 반응기로 공급한다. Si, SiO $_2$, Pt/Ti/SiO $_2$ /Si, Pt-Ir 합금/Ti/SiO $_2$ /Si 및 Ir/Ti/SiO $_2$ /Si는 의 기판이 다양한 퇴적 시간으로 PGO 박막의 성장을 위하여 사용된다. PGO 박막의 퇴적 후, 신속한 열 어닐링(RTA) 공정을 이용하여 PGO 박막의 강유전성 및 전기적 특성을 개선시킨다.

실험 결과는 c-축 배향 PGO 박막이 우수한 강유전성을 가지는 것으로 나타났다. 도10은 400℃ 내지 500℃에서 Ir 기판 상에 퇴적된 Pb $_5$ Ge $_3$ O $_{11}$ 필름의 X-레이 패턴을 나타낸다. c-축 배향 PGO 상의 핵형성은 400℃ 이하의 퇴적 온도에서 시작된다. 기판 온도가 증가할 수록, 입자 성장 및 c-축 배향된 PGO 필름이 발생한다. 매우 샤프한 피크, (001), (002), (003), (004), (005) 및 (006)이 약 500℃의 기판 온도에서 PGO 박막으로 부터 관찰되며, 이는 바람직한 c-축 배향을 가지는 잘 결정화된 Pb $_5$ Ge $_3$ O $_{11}$ 필름의 형성을 나타낸다. 500℃를 초과하는 온도에서 작은 제

2 상 Pb_3GeO_5 층이 형성되며, 이는 기판 온도가 증가함에 따라 증가한다. c-축 피크의 세기는 상 Pb_3GeO_5 이 증가함에 따라 감소하였다. 도11에 도시한 조성 분석으로 부터, MOCVD 공정 중 기판 온도가 증가함에 따라 Pb 용적이 증가하고, Ge 용적은 감소하였다.

화학량론적인 $Pb_5Ge_3O_{11}$ 박막은 약 500℃의 기판 온도에서 얻어지며, 이는 도12에 도시한 바와 같이 X-레이 분석 결과에 따라 일정하다. PGO 박막은 높은 c-축 배향 $Pb_5Ge_3O_{11}$ 과, 소량의 제 2 상 Pb_3GeO_5 를 갖는다. 도13은 다중 MOCVD 및 어닐링 공정을 사용하는 c-축 배향 PGO 박막의 미세 구조를 나타낸다. PGO 박막의 평균 입자 크기는 약 0.8mm 이다. 층상 구조는 c-축 배향 PGO 박막이 c-축 방향을 따라 층-층이 성장하는 것을 나타낸다. PGO 박막의 두께는 약 300nm로 측정되었다.

MOCVD 및 어닐링에 의해 제조된 PGO 박막은 매우 우수한 강유전성 및 전기적 특성을 나타낸다. 도14는 PGO 박막의 히스테리시스 루프를 나타내는 것으로, 정사각형이며, 대칭이고 5V 인가전압에서 잘 포화되어 있다. 2Pr은 3.98 $\mu C/cm^2$ 이며, 2Ec는 128KV/cm이다. 도15는 PGO 박막의 히스테리시스 루프를 나타내는 것으로, 1V에서 결과(68), 2V에서 결과(70), 3V에서 결과(72), 4V에서 결과(74), 및 5V에서 결과(76)이다. PGO 박막의 히스테리시스 루프는 거의 3V 이상에서 포화되어 있다.

낮은 누설 전류 밀도는 메모리 장치 응용 분야에서 중요한 고려 인자이다. 도16은 300-nm 두께의 MOCVD PGO 박막의 I-V 커브를 나타내는 것이다. 우수한 I-V 특성이 관찰된다. $Pb_5Ge_3O_{11}$ 박막의 누설 전류 밀도는 인가되는 전압이 증가함에 따라 증가하며, 100KV/cm에서 약 $5.07x10^{-7}$ A/cm^2 이다.

유전 상수는 메모리 장치, 특히 1-트랜지스터 메모리 응용분야에서 다른 중요한 고려인자가 된다. $Pb_5Ge_3O_{11}$ 박막의 유전 상수는 대부분의 강유전성 물질과 유사한 양상을 보이며, 유전 상수는 인가되는 전압에 따라 변화한다. 도17에 도시한 바와 같이, $Pb_5Ge_3O_{11}$ 박막의 최대 유전 상수는 약 36이다.

실시예 4 - $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ 박막

BST 필름은 MOCVD에 의해 Pt/Ti/SiO_2/Si 기판 상에서 제조된다. 전형적인 공정 조건이 표2에 도시되어 있다. 비스(2,2,6,6-테트라메틸-3,5-헵탄디오네이트)스트론튬 하이드레이트[$Sr(TMHD)_2$], 비스(2,2,6,6-테트라메틸-3,5-헵탄디오네이트)바륨 하이드레이트[$Ba(TMHD)_2$], 및 티타늄 i-프로폭시드[$Ti(OPr^i)_4$](TIP)가 출발물질로서 사용된다. 액체-운반 시스템, $Ba(TMHD)_2$, $Sr(TMHD)_2$ 및 TIP를 6-9 : 1-3 : 1의 몰비율을 가지는 용매I의 변형, 테트라히드로퓨란, 2-에틸-1-헥사놀, 및 테트라글림 용액에 용해시켜, 농도가 0.1-0.3 M 인 소스 용액을 형성한다. 소스 용액을 220℃ 내지 250℃ 온도의 가열 증발기로 0.2 ml/min - 0.6 ml/min의 속도로 펌핑한다.

혼합된 전구체 증기를 220℃ 내지 250℃로 예열된 질소를 가지는 반응기로 주입한다. 퇴적 후, BST 필름은 산소 분위기에서 실온으로 냉각된다. 매끄러운 거울 같은 BST 필름이 얻어진다. BST 박막의 조성이 에너지 분산 X-레이 분석(EDX) 및 러더포드 백 스캐터링(RBS)을 사용하여 분석된다. BST 두께 및 두께의 균일도는 UV/VIS 스펙트로미터에 의해 측정된다. 필름의 상은 X-레이 회절(XRD)을 이용하여 정의될 수 있다.

Pt/Ti/SiO_2/Si 기판 상의 BST 필름의 표면 형태학 및 표면 거칠기가 AFM(Atomic Force Microscopy)에 의해 측정된다. Pt/Ti/SiO_2/Si 기판상의 BST 필름의 광학적 특성은 UV-VIS-NIR 스펙트로스코피 및 가변 각도 스펙트로스코픽 일립소메트리에 의해 측정된다. 강유전성은 표준 RT66A 테스터에 의해 측정된다. 톱 전극은 새도우 마스크를 사용하는 스퍼터링된 백금이다. 톱 전극의 면적은 $2.1x10^{-4}$ cm^2 이다. 누설 전류는 Keithley 617 프로그램 전위계를 사용하여 측정된다. 각 단계에서 전류는 톱 전극이 더 높은 전위(톱-하이)인 전기장을 인가하고, 전기장을 반전(톱-로우) 시킴으로써 한번 측정된다. 유전 상수는 진동수 및 바이어스 전압의 함수로서 HP 4192A LF 임피던스 분석기를 사용하여 측정된다.

필름은 500℃ 내지 750℃의 온도범위에서 퇴적된다. 의사 퇴적 필름은 거울같이 비추고, 크랙이 없으며, 균일하고 기판에 잘 접착된다. 이러한 필름들은 광학 현미경 및 원자력 현미경에 의해 관찰되는 바와 같이 매우 매끈한 표면을 가지고 있다. 실험 결과는 BST 결정상 형성은 600℃ 내지 650℃에서 개시되며, 700℃의 온도에서 완결된다. Pt/Ti/SiO_2/Si 기판상의 의사 퇴적 BST 필름의 XRD 패턴이 측정된다. (100), (200), (110), (210), (211)면에 해당하는 주요 XRD 피크가 관찰되며 이는 단일 BST 상이 형성되는 것을 나타낸다. 필름의 미세 구조는 조밀하고 균일한 것으로 나타났다. AFM 시험에서 필름의 표면 형태학은 균일하게 분포되고 미세한 분말형태이며, 크랙이 없는 것으로 나타났다. 평균 입자 크기는 700℃에서 퇴적된 필름에 대하여 약 100nm이다. 640nm파장에서 가변 각도 스펙트로스코픽 일립소메트리에 의해 측정된 필름의 굴절지수는 2.2 근처이다. 이 값은 매우 조밀한 필름의 형성을 나타내는 벌키 BST 샘플에 매우 근접한 값이다.

고밀도 DRAM 응용 분야에 대하여, 유전 상수는 매우 중요한 파라미터이다. 유전 상수의 진동수 의존관계는 진동수가 증가함에 따라 단조롭게 감소하는 것으로 나타났다. 200Hz 내지 1000Hz에서, 유전 상수는 약 600으로 안정된 경향을 나타낸다. 낮은 누설 전류 밀도는 메모리 장치의 응용 분야에 있어 또 다른 주요 인자가 된다. 우수한 I-V 특성이 관찰되었다. 누설 전류 밀도는 100kv/cm에서 약 $2.0x10^{-7}$ A/cm^2 이다. 인가된 전기장의 동일한 조건 하에서, 랜덤 다결정 BST 필름으로 부터 발생하는 누설 전류는 헤테로에피택셜 BST 박막으로 부터 발생하는 것과 유사하다.

실시예 5 - $SrBi_2Ta_2O_9$ (SBT) 박막

SBT 박막이 Pt/Ti/SiO_2/Si 기판 상에 MOCVD에 의해 제조된다. 필름은 바람직한 온도에 직접 퇴적되거나 또는 핵형성을 위해 낮은 온도에서 퇴적되고 결정화를 위해 더 높은 온도에서 포스트-어닐링된다. SBT 박막을 위하여, 비스(2,2,6,6-테트라메틸-3,5-헵탄디오네이트)스트론튬 하이드레이트[$Sr(TMHD)_2$], 트리페닐비스무트[$Bi(C_6H_5)_3$], 탄탈 에톡시드[$Ta(OC_2H_5)_5$]가 용매로서 테트라히드로퓨란(6-10), 톨루엔, 크실렌, 부틸 아세테이트 또는 이소-프로판올(1-4) 및 테트라글림(1-2)의 혼합물과 함께 출발물질로서 사용된다. 유기 전구체가 혼합되고 용매에 용해되어 농도가 0.1-0.5M/L의 SBT를 가지는 소스 용액을 형성한다. 소스 용액을 0.2 ml/min - 0.6 ml/min의 속도로 액체 펌프에 의해, 약 220℃ 내지 250℃ 온도의 가열 증발기로 주입하여 전구체 기체를 형성한다. 혼합된 전구체

기체를 550℃ 내지 650℃ 온도의 반응기 챔버로 도입한다. 산소를 반응기 챔버에 별도로 공급한다. 전구 기체는 퇴적을 개시하기 전에 약 3분간 보조관을 통해 진행한다. 퇴적 후, SBT 박막을 산소 분위기에서 실온으로 냉각시킨다. SBT 박막의 두께는 약 100nm 내지 200nm이다. 톱 전극은 새도우 마스크를 사용하여 스퍼터링된 백금이다. 톱 전극의 면적은 2.1x10 $^{-4}$ cm ^{2} 이다. SBT 박막의 핵 형성은 500℃에 근접하는 퇴적 온도에서 개시되며 입자의 성장은 700℃ 이상의 온도에서 우세하다. 퇴적 온도를 증가시킴으로서 SBT 박막의 입자 크기는 100nm에서 200nm로 증가한다. 양질의 SBT 박막이 얻어진다.

약 100nm의 입자 크기를 가지는 SBT 박막은 다음과 같은 특성을 갖는다: 약 16nm-190nm의 두께, 5V에서 약 7.8 mC/cm ^{2} - 11.4mC/cm ^{2} 의 2Pr, 약 50kv/cm 내지 65kv/cm의 Ec, 150kv/cm에서 약 8.0x10 $^{-9}$ A/cm ^{2} - 9.5x 10 $^{-9}$ A/cm ^{2} 의 누설 전류누설 전류200의 유전 상수, 및 5V에서 10 ^{9} 사이클 후 0.94 내지 0.98의 피로 속도.

발명의 효과

본 발명에 따른 혼합 용매를 사용하여 강유전성 및 유전성 박막 퇴적을 위한 적정한 액체-운반 MOCVD 공정에 따라, 퇴적 필름의 표면 거칠기, 표면 형태, 및 강유전성 및 유전성을 개선시킬 수 있으며, 안정한 즉, 장기간 저장될 때, 침전되지 않는 전구체 용액을 얻을 수 있으며, 장기간 저장 중 거의 일정한 금속 농도를 유 지하는 전구체 용액 내에 용해된 금속 β-디케톤 고체 전구체를 가지는 용액을 얻을 수 있고, 우수한 강유전성 및 유전성을 가지는 강유전성 및 유전성 퇴적 금속 산화물을 얻기 위한 전구체를 얻을 수 있다.

상기에서, 혼합 용매를 사용한 MOCVD 강유전성 및 유전성 박막 퇴적 방법을 기재하였다. 본 발명의 다양한 변형 및 응용이 가능할 것이며, 본 발명의 범주는 첨부되는 특허 청구의 범위에 의해 한정된다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

약 0.1M/L 농도를 가지며, Pb(TMHD) $_{2}$ 및 Ge(OE $_{t}$) $_{4}$ 가 몰비율 약 5:3으로 조합된 강유전성 화학 증착 전구체; 및

테트라글림, 트리글림, 트리에틸렌테트라민, N,N,N',N'-테트라메틸에틸렌디아민; N,N,N',N', N'', N''-펜타메틸디에틸렌트리아민; 및 2,2'-비피리딘으로 이루어진 군으로부터 선택된 타입 A 용매, 테트라히드로퓨란, 부틸 에틸 에테르, 3차-부틸 에틸 에테르, 부틸 에테르 및 펜틸 에테르로 이루어진 군으로부터 선택된 타입 B 용매, 이소-프로판올, 2-부탄올, 2-에틸-1-헥사놀, 2-펜타놀, 톨루엔, 크실렌 및 부틸 아세테이트로 이루어진 군으로부터 선택된 타입 C 용매 및 상기 타입 A, B 및 C 용매가 혼합된 용매로 이루어진 군으로부터 선택되며, 상기 강유전성 화학 증착 전구체를 이송하기 위한 용매를 포함하는, 화학 증착 공정에 사용하는 소스 용액.

청구항 2.

제 1 항에 있어서, 상기 용매가 약 6-10 : 1-4 : 1의 몰비율을 가지는 테트라히드로퓨란, 이소-프로판올 및 테트라글림의 혼합물인 것을 특징으로 하는 소스 용액.

청구항 3.

제 1 항에 있어서, 상기 용매가 약 6-10 : 1-4 : 1의 몰비율, 바람직하게는 약 8:2:1의 몰비율을 가지는 부틸 에테르, 이소-프로판올 및 테트라글림의 혼합물인 것을 특징으로 하는 소스 용액.

청구항 4.

제 1 항에 있어서, 상기 용매가 약 3-5 : 3-5 : 1-4 : 1의 몰비율, 바람직하게는 약 4:4:2:1의 몰비율을 가지는 부틸 에테르, 테트라히드로퓨란, 이소-프로판올 및 테트라글림의 혼합물인 것을 특징으로 하는 소스 용액.

청구항 5.

제 1 항에 있어서, 상기 용매가 약 6-10 : 1-3의 몰비율, 바람직하게는 약 8:1의 몰비율을 가지는 부틸 에테르 및 테트라글림의 혼합물인 것을 특징으로 하는 소스 용액.

청구항 6.

삭제

청구항 7.

삭제

청구항 8.

삭제

청구항 9.

Pb(TMHD) $_{2}$ 및 Ge(OE $_{t}$) $_{4}$ 가 몰비율 약 5:3으로 조합된 강유전성 화학 증착 전구체; 및

테트라글림, 트리글림, 트리에틸렌테트라민, N,N,N',N'-테트라메틸에틸렌디아민; N,N,N',N', N'', N''-펜타메틸디에틸렌트리아민; 및 2,2'-비피리딘으로 이루어진 군으로부터 선택된 타입 A 용매, 테트라히드로퓨란, 부틸 에틸 에테르, 3차-부틸 에틸 에테르, 부틸 에테르 및 펜틸 에테르로 이루어진 군으로부터 선택된 타입 B 용매, 이소-프로판올, 2-부탄올, 2-에틸-1-헥사놀, 2-펜타놀, 톨루엔, 크실렌 및 부틸 아세테이트로 이루어진 군으로부터 선택된 타입 C 용매 및 상기 타입 A, B 및 C 용매가 혼합된 용매로 이루어진 군으로부터 선택되며, 상기 강유전성 화학 증착 전구체를 이송하기 위한 용매를 포함하며,

상기 화학 증착 전구체가 상기 용매 내에서 약 0.1M/L의 농도를 가지는 화학 증착 공정에 사용하는 소스 용액.

청구항 10.
제 9 항에 있어서, 상기 용매가 약 8:2:1의 몰비율을 가지는 테트라히드로퓨란, 이소-프로판올 및 테트라글림의 혼합물인 것을 특징으로 하는 소스 용액.

청구항 11.
제 9 항에 있어서, 상기 용매가 약 6-10 : 1-4 : 1의 몰비율, 바람직하게는 약 8:2:1의 몰비율을 가지는 부틸 에테르, 이소-프로판올 및 테트라글림의 혼합물인 것을 특징으로 하는 소스 용액.

청구항 12.
제 9 항에 있어서, 상기 용매가 약 3-5 : 3-5 : 1-4 : 1의 몰비율, 바람직하게는 약 4:4:2:1의 몰비율을 가지는 부틸 에테르, 테트라히드로퓨란, 이소-프로판올 및 테트라글림의 혼합물인 것을 특징으로 하는 소스 용액.

청구항 13.
제 9 항에 있어서, 상기 소스 용액이 강유전성 소스 용액이며, 상기 용매가약 6-10 : 1-3의 몰비율, 바람직하게는 약 8:1의 몰비율을 가지는 부틸 에테르 및 테트라글림의 혼합물인 것을 특징으로 하는 소스 용액.

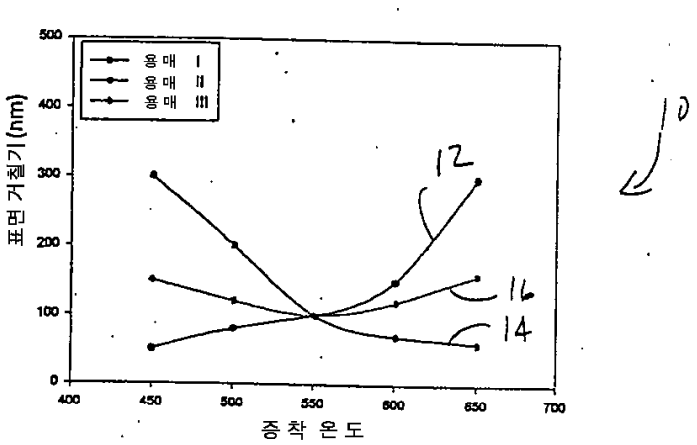
청구항 14.
삭제

청구항 15.
삭제

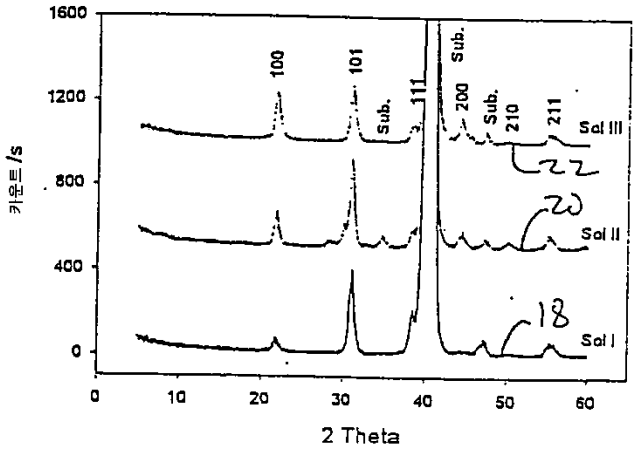
청구항 16.
$Pb(TMHD)_2$ 및 $Ge(OE_t)_4$ 가 몰비율 약 5:3으로 조합된 강유전성/유전성 화학 증착 전구체; 및 테트라글림, 트리글림, 트리에틸렌테트라민, N,N,N',N'-테트라메틸에틸렌디아민; N,N,N',N', N'', N''-펜타메틸디에틸렌트리아민; 및 2,2'-비피리딘으로 이루어진 군으로부터 선택된 타입 A 용매, 테트라히드로퓨란, 부틸 에틸 에테르, 3차-부틸 에틸 에테르, 부틸 에테르 및 펜틸 에테르로 이루어진 군으로부터 선택된 타입 B 용매, 이소-프로판올, 2-부탄올, 2-에틸-1-헥사놀, 2-펜타놀, 톨루엔, 크실렌 및 부틸 아세테이트로 이루어진 군으로부터 선택된 타입 C 용매 및 약 1 : 6-10 : 1-4의 몰비율로 혼합된 용매 타입 A, B, 및 C의 혼합 용매 및 약 1-3 : 6-10의 몰비율로 혼합된 용매 타입 A 및 B의 혼합 용매로 이루어진 혼합 용매 군으로부터 선택되며, 상기 강유전성/유전성 화학 증착 전구체를 이송하기 위한 혼합 용매를 포함하며,
상기 강유전성/유전성 화학 증착 전구체가 상기 용매 내에서약 0.1M/L의 농도를 가지는, 화학 증착 공정에 사용하는 강유전성 및 유전성 소스 용액.

도면

도면1



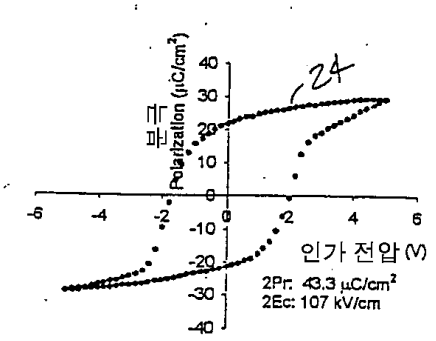
도면2



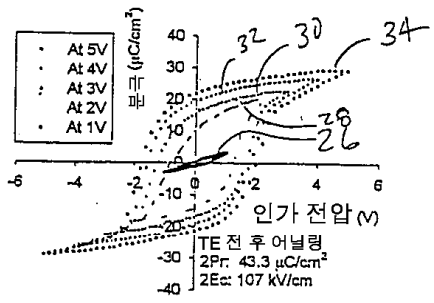
도면3

용 매 I　　용 매 II　　용 매 III

도면4

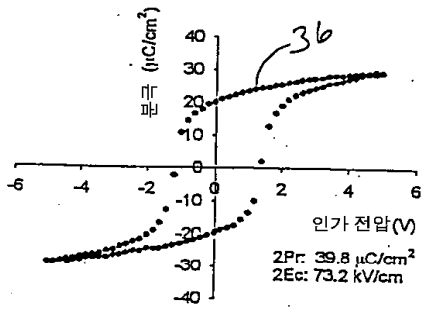


도 4a

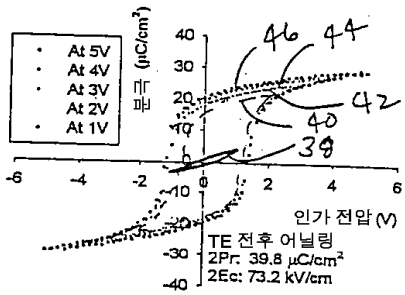


도 4b

도면5

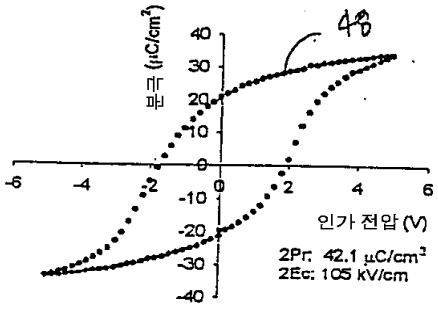


도 5a

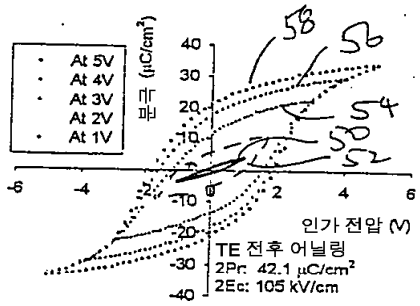


도 5b

도면6

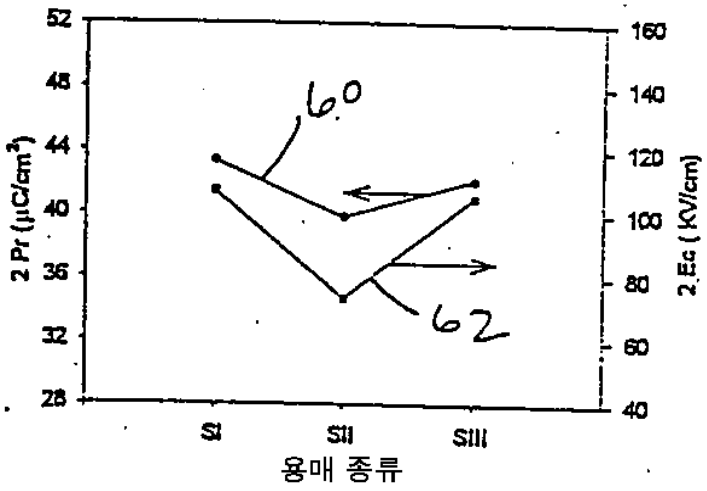


도 6a

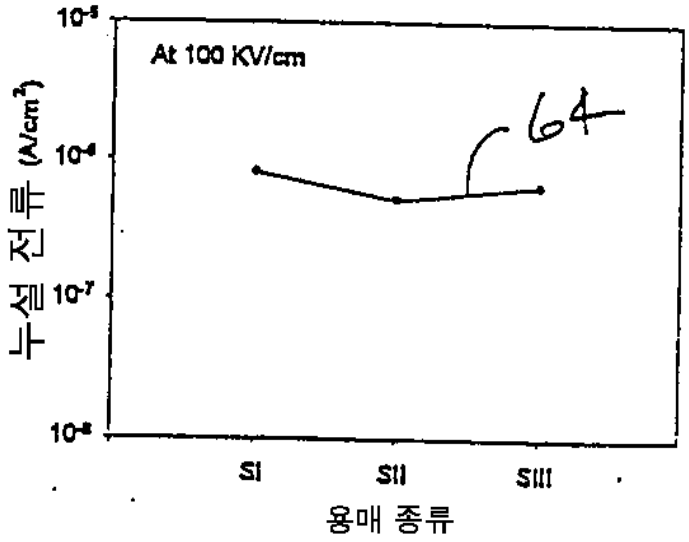


도 6b

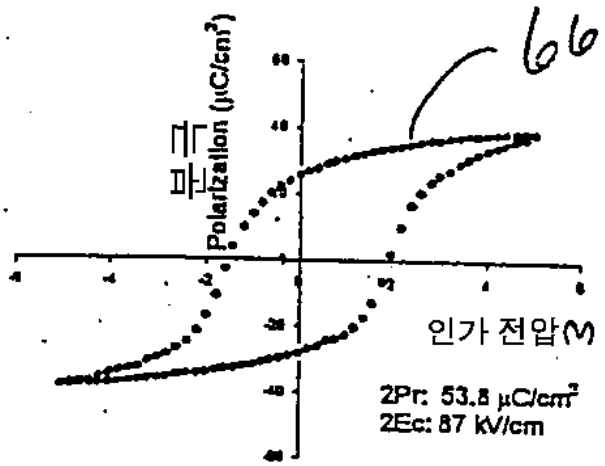
도면7



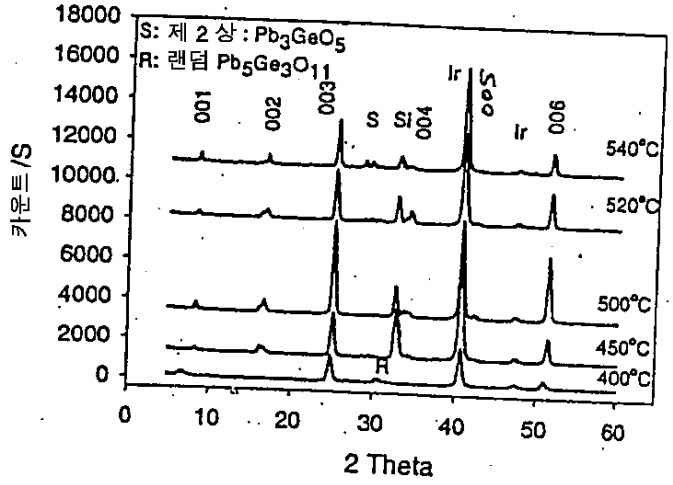
도면8


At 100 KV/cm
64
누설 전류 (A/cm²)
10⁻⁵
10⁻⁶
10⁻⁷
10⁻⁸
SI
SII
SIII
용매 종류

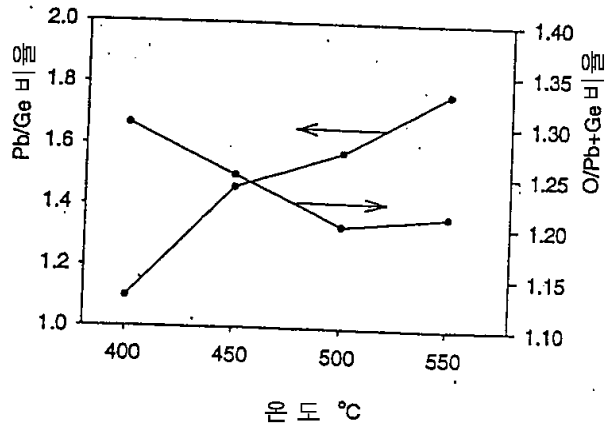
도면9


66
분극 Polarization (μC/cm²)
인가 전압(V)
2Pr: 53.8 μC/cm²
2Ec: 87 kV/cm

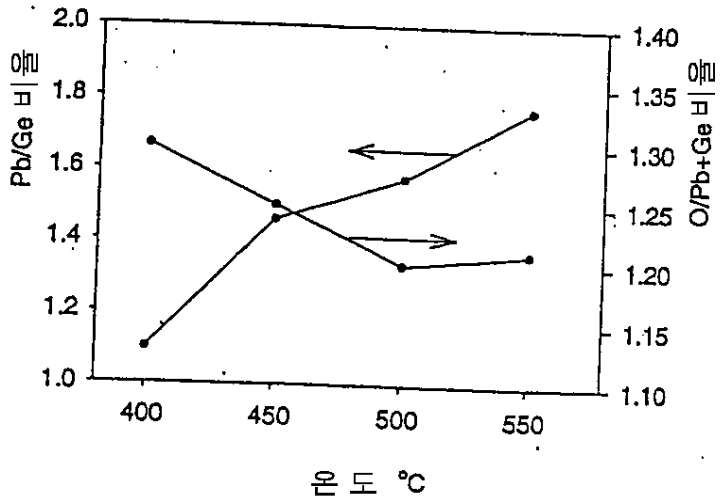
도면10


S: 제 2 상 : Pb3GeO5
R: 랜덤 Pb5Ge3O11
001
002
003
S
Si
004
Ir
Sr
Ir
006
540°C
520°C
500°C
450°C
400°C
R
카운트/S
18000
16000
14000
12000
10000
8000
6000
4000
2000
0
0
10
20
30
40
50
60
2 Theta

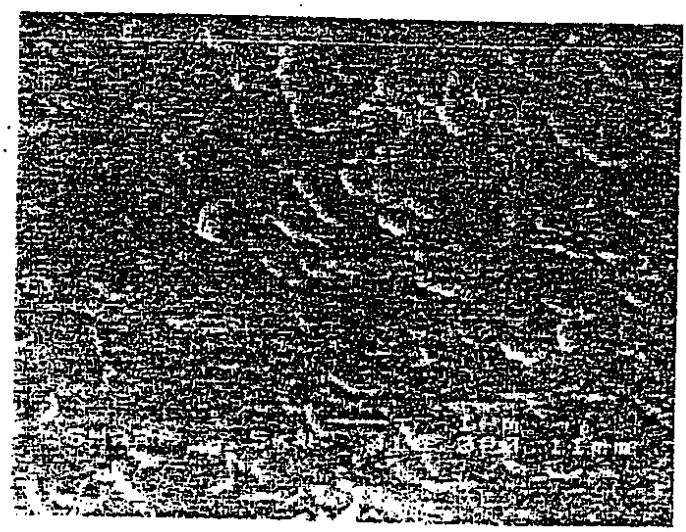
도면11



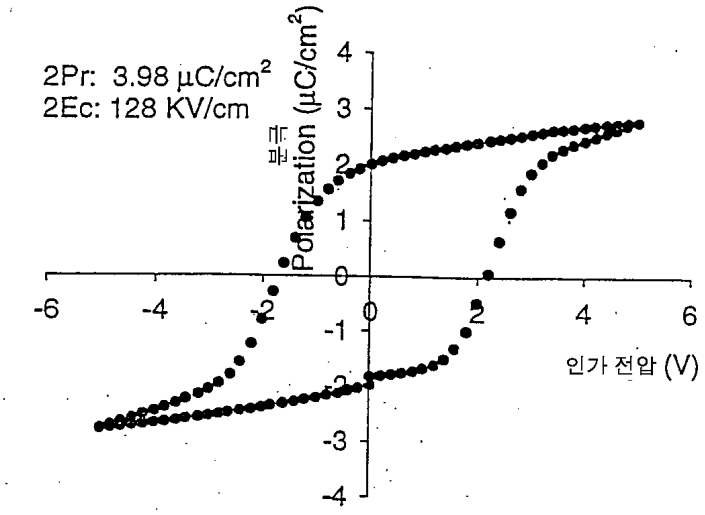
도면12



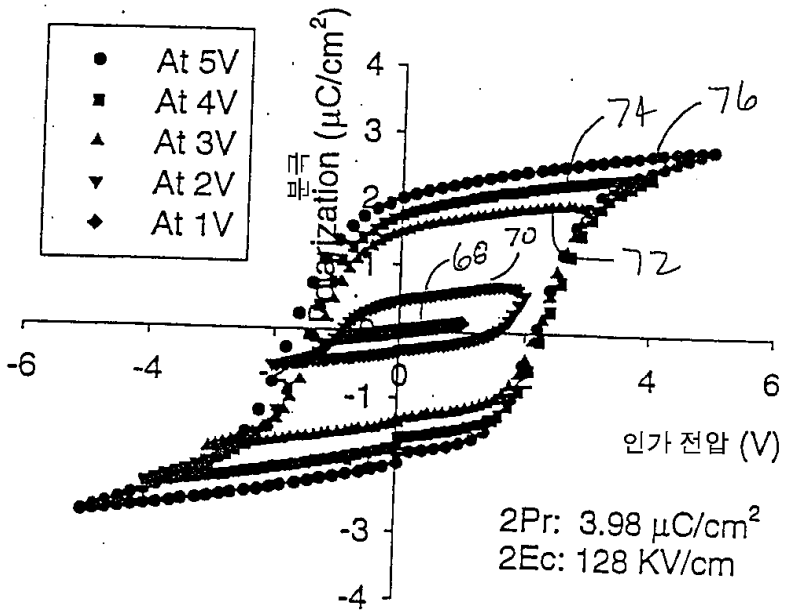
도면13



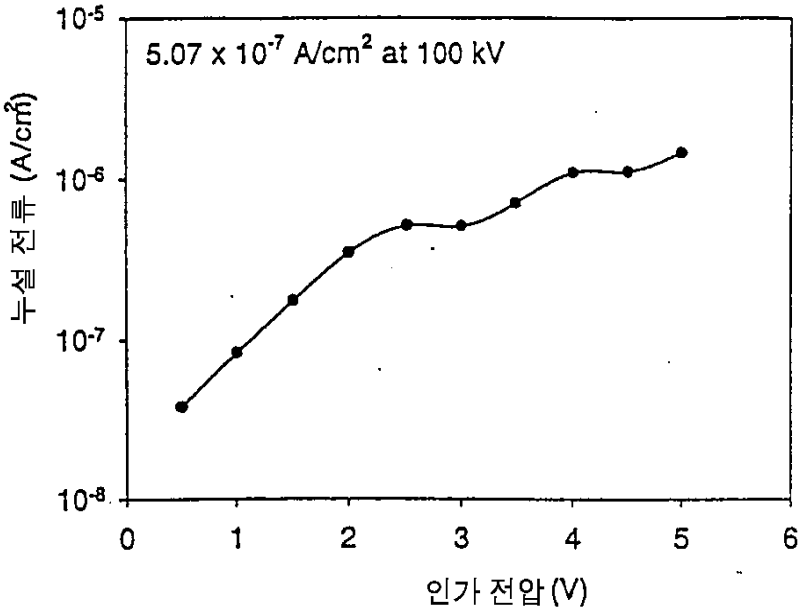
도면14



도면15



도면16



도면17