

**SOL-GEL PREPARATION OF LEAD ZIRCONATE TITANATE
(PZT) THIN FILM**



TAWEESAK SUDYOADSUK

อธิษฐานทนาการ

จาก

มีศที่ศวรทศทศพ ม.มหิดล

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
(APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)
FACULTY OF GRADUATE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY**

2000

ISBN 974-664-211-1

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

TH
T 234A
2000
C.2

44583 e.1

3936625 SCAI/M: MAJOR: APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY;
M. Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS: PZT / THIN FILM / SOL-GEL / FERROELECTRIC

TAWEESAK SUDYOADSUK: SOL-GEL PREPARATION OF LEAD ZIRCONATE TITANATE (PZT) THIN FILM. THESIS ADVISORS: LADDAWAN PDUNGSAP Ph.D., NOPADOL CHAIKUM Ph.D., PONGTIP WINOTAI Ph.D. 74 p. ISBN 974-664-211-1

Lead zirconate titanate (PZT) thin films were prepared by sol-gel process, using lead acetate trihydrate, zirconium n-propoxide and titanium isopropoxide. 2-Methoxyethanol and formamide were used as solvents. A thin film was obtained by dip coating on Corning microslide and indium oxide (In_2O_3) conducting glass. The Pb excess of 20 mol% was added to PZT stock solution to enhance the formation of the perovskite phase.

The dominant perovskite phase of PZT thin film on glass slide was obtained when annealed at 700°C for 30 minutes. Unfortunately, film cracking and glass softening also took place. Below this temperature, the pyrochlore phase or coexistence of pyrochlore and perovskite phases was observed.

The crack-free PZT film with pure perovskite phase was successfully achieved by the multi-seeding process in which lead titanate (PT) and PZT precursor layers were alternately deposited on the substrate. The formation temperature of the perovskite phase was as low as 500°C . PZT thin film via the multi-seeding process on conducting glass exhibited smooth and dense surfaces. A 580-nm-thick film, annealed at 550°C for 30 minutes showed a dielectric constant (ϵ_r) of 386 at 1 kHz. The remanent polarization (P_r) and coercive field (E_c) values were $19.9 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ and 65 kV/cm, respectively. The values revealed that PZT thin film, even on *conducting glass*, shows relatively good ferroelectricity.

3936625 SCAI/M : สาขาวิชา : เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์;

วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

ทวิศักดิ์ สุขยอดสุข: การเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนต โดยวิธีซอลเจล (SOL-GEL PREPARATION OF LEAD ZIRCONATE TITANATE (PZT) THIN FILM).
คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: ถัดดาวลัย ผดุงทรัพย์ Ph.D., นกคณ ไชยคำ Ph.D., พงศ์ทิพย์
วิโนทัย Ph.D. 74 หน้า. ISBN 974-664-211-1

ได้เตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนต โดยวิธีซอลเจล สารตั้งต้นที่ใช้คือ เกลอะซิเตด ไตรไฮเดรต เซอร์โคเนียมโพรพอกไซด์ และ ไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ สำหรับตัวทำละลายที่ใช้คือ 2-เมทอกซีเอทานอล และฟอร์มามิด ฟิล์มบางสามารถเตรียมลงบนกระจกสไลด์คอร์นิง (Coming) และกระจกเคลือบอินเดียมออกไซด์ โดยใช้เทคนิคการจุ่มเคลือบ (dip-coating) ได้เติมสารประกอบของ Pb เกินพอลงในสารละลายตั้งต้น 20 โมลเปอร์เซ็นต์ เพื่อช่วยให้ฟิล์มบางเกิดโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ (perovskite) ได้มากขึ้น

พบว่าฟิล์มบางที่เตรียมบนกระจกสไลด์ มีโครงสร้างเป็นเพอโรฟสไกต์ค่อนข้างสมบูรณ์ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 700° เป็นเวลา 30 นาที แต่เนื้อฟิล์มบางที่เตรียมได้จะเกิดรอยร้าว อีกทั้งแก้วที่ใช้เกิดการอ่อนตัว ที่อุณหภูมิต่ำกว่านี้ฟิล์มบางมีโครงสร้างเป็นไพโรคลอว์ (pyrochlore) หรือโครงสร้างผสมระหว่างไพโรคลอว์กับเพอโรฟสไกต์

ฟิล์มบางมีโครงสร้างเป็นเพอโรฟสไกต์สมบูรณ์ขึ้นได้ เมื่อมีการแทรกชั้นของสารเลดไททาเนต โดยใช้อุณหภูมิในการเผาที่ 500°C เท่านั้น ฟิล์มบางมีเนื้อฟิล์มแน่นและเรียบ ฟิล์มบาง PZT ที่มีการแทรกชั้นของสารเลดไททาเนต บนกระจกเคลือบอินเดียมออกไซด์ เผาที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 30 นาที มีความหนาประมาณ 580 นาโนเมตร และแสดงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ดีพอสมควร โดยมีค่า ϵ_r ประมาณ 386 P_r เฉลี่ยเท่ากับ 19.9 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ และ E_c เฉลี่ยเท่ากับ 65 kv/cm