

STANDARDIZAČNÍ MĚŘÍCÍ METODY A INTEGRACE PZT VRSTEV DO MEMS

DISERTAČNÍ PRÁCE

Ing. Marek Pokorný

Liberec, 2006



STANDARDIZAČNÍ MĚŘÍCÍ METODY A INTEGRACE PZT VRSTEV DO MEMS

DISERTAČNÍ PRÁCE k získání akademického titulu Doktor (Ph.D.)

Autor: Školitel: Konzultant: Školící pracoviště:	Ing. Marek Pokorný Doc. RNDr. Miroslav Šulc, Ph.D. Doc. Mgr. Jiří Erhart, Ph.D. katedra fyziky, Pedagogická fakulta Technická univerzita v Liberci Hálkova 6, 461 17 Liberec 1
Název studijního programu: Název studijního oboru:	Aplikované vědy v inženýrství, P 3901 Fyzikální inženýrství, 3901V012
Rozsah disertační práce:	114 stran 63 obrázků 10 tabulek 34 vzorců
Místo a rok obhajoby:	Liberec 2006

Podpis autora

STANDARDIZAČNÍ MĚŘÍCÍ METODY A INTEGRACE PZT VRSTEV DO MEMS

NONLINEAR PIEZOELECTRIC CHARACTERISTICS OF PZT THIN FILMS

STANDARD MEASUREMENT METHODS AND PZT FILMS INTEGRATION TO MEMS

LES CARACTERISTIQUES PEZIOELECTRIQUES NON-LINEAIRES DES FILMS FINS PZT

METHODES DE MESURES STANDARD ET INTEGRATION DES FILMS PZT AUX MEMS

Ing. Marek Pokorný

Copyright © 2006 Technická univerzita v Liberci

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou disertační práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé disertační práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li disertační práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Disertační práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

V Liberci dne

Ing. Marek Pokorný

strana | IV

Poděkování

Rád bych poděkoval svému školiteli Doc. RNDr. Miroslavu Šulcovi, Ph.D. za odborné vedení, užitečné připomínky, vstřícnou pomoc při řešení vědeckých problémů a vytvoření optimálních podmínek pro mou experimentální i teoretickou práci. Děkuji Doc. Mgr. Jiřímu Erhartovi, PhD. za odborné diskuze a korektury této práce. Dále bych rád poděkoval Prof. Ing. Jaroslavu Noskovi, CSc. za jeho zájem o mou práci a pomoc s organizací zahraniční stáže. Děkuji také svému zahraničnímu školiteli Prof. Denisu Remiensovi, vedoucímu oddělení *MIMM* na univerzitě *Université des Sciences et Technologies de Lille (USTL)* ve francouzském Lille, za příjemné přijetí v jeho laboratořích, odborné konzultace a pomoc při nových experimentálních technikách.

STANDARDIZAČNÍ MĚŘÍCÍ METODY A INTEGRACE PZT VRSTEV DO MEMS

Marek Pokorný

Abstrakt

Technologie umožňující propojení miniaturních senzorů a aktuátorů s integrovanými obvody jsou nezbytným faktorem úspěchu v oblasti monolitických inteligentních systémů, spotřební a výpočetní elektroniky, informačních technologií, navigačních systémů, telekomunikačním, automobilovém a spotřebním průmyslu, medicíně, atd. Součástí přirozeného vývoje moderních technologií je integrace piezoelektrického materiálu $Pb(Zr_x Ti_{x-1})O_3$ (zkráceně *PZT*) do mikroelektromechanických systémů (*MEMS*), kde plní funkce snímacích a aktuačních prvků.

Disertační práce zkoumá nelineární piezoelektrické vlastnosti tenkých vrstev materiálu *PZT* s platinovými elektrodami na křemíkovém substrátu (struktura vrstev je *Si/SiO₂/Ti/Pt/PZT/Pt*). Při různých signálech budícího elektrického napětí se sleduje deformace tenké vrstvy vyvolaná inverzním piezoelektrickým jevem, která je řádu desítek pikometrů. Pozorované charakteristiky mají typický tvar hysterézních smyček podélného efektivního piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$ v závislosti na velikosti působícího elektrického pole. Podrobně jsou zkoumány profilové charakteristiky, které znázorňují posunutí aktivních a pasivních vrstev vyvolaných piezoelektrickým jevem na různých místech základní křemíkové destičky.

Měření je realizováno na vzorcích s kontinuální a kruhově lokalizovanou tenkou vrstvou *PZT*, která byla deponována metodou vysokofrekvenčního magnetronového naprašování. Piezoelektrická deformace tenkovrstvé struktury je detekována nepřímými optickými metodami, dvoupaprskovým laserovým interferometrem (DBLI) a jednopaprskovým dopplerovským vibrometrem (LDV). Podrobně jsou diskutovány specifické možnosti, výhody a nevýhody obou metod. Nově jsou definovány sofistikované měřící postupy.

Klíčová slova: piezoelektrické tenké vrstvy, *PZT* materiál, dvoupaprskový laserový interferometr, laserový dopplerovský vibrometr

NONLINEAR PIEZOELECTRIC CHARACTERISTICS OF PZT THIN FILMS

STANDARD MEASUREMENT METHODS AND PZT FILMS INTEGRATION TO MEMS

Marek Pokorny

Abstract

Technologies providing interconnection of minisized sensors and actuators to integrated circuits are inevitable factors of success in area of monolithic intelligent systems, consumption and computer electronics, information technologies, navigation systems, telecommunications, automotive and consumer industry, heal-th service, etc. Piezoelectric material $Pb(Zr_x Ti_{x-1})O_3$ (shortly *PZT*) integration to microelectromechanical systems (*MEMS*), used in sensors and actuators functions, is a part of natural development of modern technologies.

Doctoral thesis research nonlinear piezoelectric properties of thin films of PZT material with platinum electrodes on a silicon substrate (structure of layers is $Si/SiO_2/Ti/Pt/PZT/Pt$). Deformations of thin film induced by inverse piezoelectric effect, which is in order of picometers, are observed when different waveform of electric voltage is applied. Characteristics of longitudinal piezoelectric coefficient $d_{33,eff}$ on dependence of values of applied electric field with typical shape of hysteretic loops are observed. Profile characteristics, which show electric field induced displacement of active and passive layers, are investigated in details on a different positions on the silicon wafer.

Measurement is realized on samples with continual and circle-localized *PZT* thin film, which is deposited by *RF* magnetron sputtering method. Piezoelectric deformation of thin films structure is detected by indirect optical methods, double-beam laser interferometer and single-beam Doppler vibrometer. Unique possibilities, advantages and disadvantages of both methods are discussed. Sophisticated measurement procedures are recently defined.

Keywords: piezoelectric thin films, material *PZT*, double-beam laser interferometer, laser Doppler vibrometer

LES CARACTERISTIQUES PEZIOELECTRIQUES NON-LINEAIRES DES FILMS FINS PZT

METHODES DE MESURES STANDARD ET INTEGRATION DES FILMS PZT AUX MEMS

Marek Pokorný

Résumé

Les technologies fournissant dans les circuits intégrés l'interconnexion entre les détecteurs et les actionneurs miniatures sont une clé du succès dans le domaine des systèmes d'information monolithiques, des besoins et de l'électronique, des technologies de l'information, des systèmes de navigation, des télécommunications, de l'automobile et de l'industrie, de la médecine, etc. Le développement naturel des technologies modernes passe par l'intégration des matériaux piézoélectriques $Pb(Zr_x Ti_{x-1})O_3$ (en abrégé *PZT*) aux systèmes micro-électromécaniques (*MEMS*), utilisés dans des fonctions de détections et de déclenchements.

La thèse de doctorat enquête sur les propriétés piézoélectriques non-linéaires sur des films fins en *PZT* utilisant des électrodes de platine sur un substrat de silicone (la structure des couches étant *Si/SiO2/Ti/Pt/PZT/Pt*) Les déformations du film fin induites par effet piézoélectrique inverse, de l'ordre du picamètre, sont observées quand on applique différentes formes d'onde de voltage électrique. Certaines caractéristiques du coefficient piézoélectrique longitudinal $d_{33,eff}$ dépendantes des valeurs du champ électrique appliqué sont observées en mêle temps que certains cycles d'hystérésis. Le profil des caractéristiques, qui montre que le champ électrique induit un déplacement de couches actives et passives, est étudié en détail sur différentes positions sur la gaufrette de silicone.

Les mesures sont réalisées sur des échantillons garnis de film fin en *PZT* déposé en continu ou localement par pulvérisation grâce à un magnétron *RF*. La déformation piézoélectrique de la structure du film fin est détectée par méthode optique indirecte, interféromètre laser à doubles faisceaux et vibromètre Doppler à faisceau simple. Les possibilités particulières, les avantages et les inconvénients des deux méthodes sont discutées. Les méthodes de mesure sophistiquées sont redéfinies.

Mots Cles: Film fin piézoélectrique, matériel *PZT*, interfomètre laser à double faisceau, vibromètre laser Doppler

Seznam použitých zkratek a symbolů

а	souosost protijdoucích měřících paprsků
AFM	mikroskopie atomárních sil (Atomic Force Microscopy)
В	intenzita magnetického pole
BC	akustooptický modulátor, Braggova cela (Bragg Cell)
BiCMOS	integrace bipolárních tranzistorů a <i>CMOS</i> technologie do společných obvodů (zařízení)
BNC	vysokofrekvenční konektor (Bayonet Nut Connector, RF connector)
BPB	zadní, nebo také lomený měřící paprsek (Back Probing Beam)
BS	optický dělič paprsků (<i>Beam Splitter</i>)
С	kapacita
CCD	senzor obrazu (<i>Charge-Coupled Device</i>)
CMOS	technologie polovodičových integrovaných obvodů (<i>Complementary Metal-Oxide Semiconductor</i>)
CVD	chemické napařování z plynné fáze (Chemical Vapor Deposition)
d_{o}	piezoelektrické posunutí tenké vrstvy
d_0^{\prime}	piezoelektrické posunutí detekované jednopaprskovým systémem uprosřed aktivní oblasti
$d_{_1}$	piezoelektrické posunutí ve směru kolmém na působící elektrické pole
d_{33}	piezoelektrický koeficient anizotropních krystalů
$d_{33,eff}$	efektivní piezoelektrický koeficient tenkých vrstev
DBLI	dvoupaprskový laserový interferometr (<i>Double Beam Laser Interferometer</i>)
DC	stejnosměrné napětí (Direct - Continuous Current)
DC bias	stejnosměrná složka budícího napětí (positivní, negativní)
D_i	vektor elektrické indukce
$d_{_{ijk}}$	tenzor piezoelektrických koeficientů
d_{MAX}	maximální posunutí při záporném působícím elektrickém poli
$d_{_{MAX+}}$	maximální posunutí při kladném působícím elektrickém poli
$d_{_{N+}}, d_{_{N-}}$	vyvolané posunutí bez překlopení vektoru polarizace
d_{R+}, d_{R-}	remanentní posunutí (kladné a záporné)
$d_{S_{+}}, d_{S_{-}}$	posunutí vyvolané překlopením vektoru polarizace
E	intenzita elektrického pole
E _{C+} , E _{C-}	elektrické koercitivní pole (kladné a záporné)
E_k	vektor vnějšího elektrického pole
ΔE_{c}	absolutní rozdíl mezi kladným a záporným koercitivním polem

frekvence Braggovy cely
ohniskové vzdálenosti spojných čoček
frekvence harmonického budícího napětí
Faradayova cela
feroelektrické paměti RAM (Ferroelectric Random Access Memory)
přímý, nebo také přední měřící paprsek (Front Probing Beam)
rezonanční frekvence
dopplerovský frekvenční posun
vzdálenost vzorku od litografické masky
komunikační rozhraní, General Purpose Instrumentation Bus, Hew- lett-Packard Instrument Bus (HP-IB)
globální navigační systém (Global Positioning System)
hloubka ostrosti optické sondy
helium neonový laser
označení vstupů signálového součtového zesilovače
elektrický proud
optická intenzita laserového paprsku
<i>Institute of Electrical and Electronics Engineers</i> (čte se " <i>eye-triple-e</i> ")
katedra fyziky při Technické universitě v Liberci
koeficient elektromechanické vazby
čočka (<i>Lens</i>)
laserový dopplerovský vibrometr (Laser Doppler Vibrometry)
tloušťka piezoelektrické tenké vrstvy
zrcátko (<i>Mirror</i>)
Molekulární vakuové napařování (Molecular Beam Epitaxy)
mikroelektromechanický systém (<i>Micro-Electro-Mechanical Systems</i>)
minimální příčný rozměr struktury (Minimum Feature Size)
<i>Matériaux et Intégration pour la Microélectronique et les Microsys- temes</i> , Lille, Francie
Mikroskop
morfotropní fázová hranice (Morphotropic Phase Boundary)
průměr lokální oblasti tenké vrstvy
nanoelektromechanické systémy (Nano-elektro-mechanical systems)
tloušťka základního křemíkového substrátu
optické vlákno (<i>Optical Fibre</i>)
průměr vrchní platinové elektrody
polarizace

PA	piezoaktuátor (Piezoelectric Actuator)
PD	fotodetektor (Photo Detector)
PL	polarizátor (<i>Polarizer</i>)
PLD	pulzní laserová depozice (Pulsed Laser Deposition)
рМUТ	piezoelektrické ultrazvukové převodníky (piezoelectric Micromachi- ned Ultrasonic Transducers)
PP	optická fázová destička (<i>Phase Plate</i>)
P_{s}	vlastní polarizace
PVD	fyzikální vakuové napařování (Physical Vapor Deposition)
PZT	$Pb(Zr,Ti)O_3$ – lead zirconate titanate
9	vzdálenosť struktury optického kalibračního terče
Q_{iikl}	složky tenzoru elektrostrikčních koeficientů
R	elektrický odpor
r	tloušťka rezistivní vrstvy
RB	referenční paprsek (<i>Reference Beam</i>)
RF	vysokofrekvenční generátor (Radio Frequency generator)
<i>s</i> ₀	amplituda vibrací křemíkového substrátu
SC	obrazovka (<i>Screen</i>)
S_{ii}	tenzor deformace
S _{iikl}	složky tenzoru elastických koeficientů
SMART	inteligentní senzor
STM	skenovaní tunelová mikroskopie (Scanning Tunneling Microscope)
t	souřadnice času
TEM_{oo}	mód laserového paprsku
T_{ii}	tenzor elastického napětí
TUL	Technická universita v Liberci
U	elektrické napětí
u _A	amplituda celkového budícího napětí
u_{AC}	amplituda harmonického budícího napětí
u_{DCbias}	stejnosměrná složka budícího napětí
<i>u</i> _{CH1} , <i>u</i> _{CH2}	napětí vstupů CH1 a CH2 součtového zesilovače
$u_{_{MAX}}$	napětí odpovídající maximální intenzitě interferenčního obrazce
$u_{_{maxCH1,2}}$	maximální vstupní napětí kanálů CH1 a CH2 součtového zesilovače
u _{MIN}	napětí odpovídající minimální intenzitě interferenčního obrazce
u _{out}	napětí odpovídající relativní změně intenzity interferenčního obraz- ce, měřeno Lock-In zesilovačem
<i>u</i> _p	elektrické napětí měřené na rezistoru
<i>uSTL</i>	Université des Sciences et Technologies de Lille

$u_{_{TestSignal}}$	kontrolní výstupní napětí součtového zesilovače
UV	ultrafialový (<i>Ultraviolet</i>)
W	poloměr stopy laserového paprsku
w ₀	poloměr svazku před čočkou L1
w ₁	poloměr svazku v ohnisku čočky L1 (v místě optické sondy)
w _z	poloměr laserového paprsku na hranici optické sondy
x	souřadnice
у	souřadnice
z	souřadnice
z	optická dráha, vzdálenost v ose šíření laserového paprsku
σ	Poissonovo číslo
ε	dielektrická permitivita
$arepsilon_{_{0}}$	permitivita vakua
$\mathcal{E}_{33,eff}$	efektivní permitivita tenké vrstvy
φ	fázový úhel optických paprsků
λ	vlnová délka optického paprsku
δ	ztrátový činitel dielektrika
θ	divergenční úhel laserového paprsku

STANDARDIZAČNÍ MĚŘÍCÍ METODY A INTEGRACE PZT VRSTEV DO MEMS

OBSAH

1. Úvod

- 1.1 Mikroelektromechanické systémy 3
 1.2 Integrace tenkých vrstev PZT do MEMS 6
 1.3 Dostupné měřící metody současný stav 7
- 1.4 Cíle disertační práce 8

2. Tenké vrstvy PZT na křemíkovém substrátu

2.1 Tenkovrstvé technologie 10

2.1.1 Základní struktura vytvořená na křemíkovém substrátu 11 2.1.2 Vysokofrekvenční magnetronové naprašování PZT vrstev 12 2.1.3 Napařování vrchní platinové elektrody a UV litografie 14 2.1.4 Přehled technologického procesu výroby tenkých vrstev 15 2.2 Vliv geometrie struktury na piezoelektrické vlastnosti 19 2.2.1 Teoretický výpočet efektivního longitudinálního koeficientu 19 2.2.2 Vliv tloušťky PZT vrstvy 22 2.2.3 Numerická analýza vlivu velikosti vrchní elektrody 22 2.3 Vliv vnějších podmínek na piezoelektrické vlastnosti 24 2.3.1 Lineární a nelineární piezoelektrický jev v tenké vrstvě 24 2.3.2 Vznik vibrací substrátu 27 2.3.3 Vliv frekvence budícího elektrického pole a časová degradace 29 2.4 Parametry testovaných vzorků 30

3. Standardní měřící metody piezoelektrického posunutí tenkých vrstev

3.1 Stručný přehled měřících metod 32
3.2 Dvoupaprskový laserový interferometr (DBLI) 33
3.2.1 Optická část měřícího interferometru 33
3.2.2 Princip eliminace vibrací substrátu 35
3.2.3 Parametry a postup nastavení optické sondy 37
3.2.6 Programy pro automatizovaná měření a sběr dat 46
3.3 Laserový dopplerovský vibrometr (LDV) firmy Polytec[®] 48
3.3.1 Popis optické části 48
3.3.2 Popis přístrojové části 50
3.4 Možnosti, výhody a nevýhody dostupných metod DBLI a LDV 51

4. Nelineární lokální piezoelektrické charakteristiky

4.1 Parametry budícího elektrického napětí 56 4.1.1 Průběh budícího napětí pro automatizovaná měření 56 4.2 Frekvenční charakteristiky piezoelektrického posunutí 58 4.2.1 Upnutí substrátu se vzorkem tenké vrstvy 59 4.2.2 Frekvenční charakteristiky měřené optickým interferometrem DBLI 60 4.2.3 Frekvenční charakteristiky měřené vibrometrem Polytec[®] (LDV) 62 4.3 Piezoelektrické posunutí v závislosti na amplitudě harmonického budícího signálu a unipolárním DC biasu 63 4.4 Hysterézní charakteristiky při bipolárním DC biasu 65 4.4.1 Postup měření hysterézních smyček 65 4.4.2 Základní parametry hysterézních smyček 66 4.4.3 Piezoelektrické hysterézní charakteristiky tenkých vrstev PZT 68 4.4.4 Porovnání hysterézních smyček měřených metodou DBLI a LDV 70 4.4.5 Nesymetrie piezoelektrických hysterézních smyček 73 4.5 Proudové charakteristiky 76 4.6 Dielektrické charakteristiky 79 4.7 Feroelektrické charakteristiky tenkých vrstev PZT 80 4.8 Shrnutí důležitých vlastností 81

5. Profilové charakteristiky

- 5.1 Postup měření profilových charakteristik optickými metodami 84
 5.1.1 Měření profilových charakteristik metodou DBLI 84
 5.1.2 Měření profilových charakteristik metodou LDV 86
 5.2 Numerická analýza profilových deformací metodou konečných prvků 87
- 5.3 Skenování aktivních a pasivních vrstev metodou LDV 90
- 5.3.1 Profilové deformace pasivních vrstev 91
- 5.3.2 Profilové charakteristiky při buzení elektrod s různým průměrem 92
- 5.3.3 Profilové charakteristiky při působení stejnosměrného napětí opačné polarity 96
- 5.4 Profilové charakteristiky měřené metodou DBLI 98
- 5.5 Shrnutí důležitých profilových vlastností 100

6. Závěr

Seznam odborné literatury

Curriculum Vitae

Kapitola 1

Úvod

Vstupem do 21. století se v průmyslu mikroelektroniky završila celá řada nových technologií. Dokonce se mluví o nástupu nového paradigmatu konvergence a vlivu digitálních technologií na životní styl dnešního člověka. Na všudypřítomné digitální zařízení se začíná nahlížet jako na elektronickou inteligenci (*Electronic Ambient Intelligence* [1]), která zpříjemňuje lidský život, nebo dokonce se ho snaží prodloužit. Na druhé straně je také neviditelnou součástí, která do jisté míry dohlíží na bezpečnost přetechnizované civilizace. Elektronická zařízení dostávají interaktivní podobu umožňující snadné, intuitivní a přesné ovládání mnohdy velmi složitých procesů. Informace o stavu okolního světa zahrnují různé veličiny (geometrické, mechanické, tepelné, chemické, biologické, elektrostatické, magnetické, atd.). Významné postavení při jejich získávání a dalším zpracování má senzorová technika. Vývoj senzorové techniky ovlivňuje výrazným způsobem mikroelektronické technologie. Ve snaze uspokojit rostoucí požadavky funkčnosti, výkonu a miniaturního provedení elektronických výrobků jsou stanoveny jasné trendy dalšího vývoje pro nadcházející desetiletí [2].

1.1 Mikroelektromechanické systémy

V konfrontaci s velmi rychlým vývojem technologie integrovaných obvodů tradiční technologie miniaturních snímacích a aktivních prvků zaostávají. Tyto vnější senzory a aktuátory jsou objemné a podstatně méně spolehlivé. Náklady na montáž, propojení a zapouzdření modulárních systémů jsou vyšší než náklady na výrobu monolitických integrovaných obvodů. Elegantní řešení propojení vnějšího prostředí s již zaběhlými integrovanými obvody nabízí mikroelektromechanické systémy, zkráceně *MEMS. MEMS* integrují mechanické elementy senzorů a aktuátorů s elektronikou na společný substrát pomocí mikroelektronických technologií. Monolitické řešení má své přednosti v případě, že požadujeme rychlejší, výkonnější a přesnější systém a zároveň klademe důraz na jeho miniaturizaci. K jejich výrobě se používají upravené postupy známé z produkce integrovaných obvodů, které se vyznačují vysokou sériovostí a nízkými náklady. Elektronická i mechanická část je vyrobena na jedné polovodičové destičce. Díky tomu je možné přímo propojit inteligenci elektroniky (digitální signálový procesor) s čidly a výkonnými nástroji ovládajícími neelektrické veličiny. Tímto způsobem vzniká celý autonomní systém lokalizovaný na jediném čipu (systems-on-a-chip). Monolitický systém zahrnuje přednosti integrovaných obvodů, mezi které patří vysoká miniaturizace, dlouhodobá stabilita, přesnost a sériovost výroby. Technologie umožňující integraci systémů jsou nezbytným faktorem úspěchu v oblasti spotřební a výpočetní elektroniky, informačních technologií, navigačních systémů, telekomunikací, automobilovém a spotřebním průmyslu, medicíně, atd. Existuje celá řada snímačů, které nacházejí uplatnění v integrovaných zařízeních a obvodech (snímače rychlosti, pozice, natočení, nárazu, akcelerace, vibrací, tlaku, atd.). Některé z nich jsou již komerčně dostupné v monolitickém integrovaném provedení kombinující MEMS s digitální logikou [3]. Firma Analog Devices ve svém sortimentu nabízí integrované MEMS v podobě akcelerometrů a gyroskopů. Akcelerometry a gyroskopy se využívají např. v mobilních a hracích spotřebních zařízeních, jako ochrana harddisků před mechanickým poškozením, obrazové stabilizátory fotoaparátů a kamerových systémů, v GPS navigačních systémech, jako reakční senzory airbagů, ve zdravotnických a sportovních pomůckách, apod. Jejich aplikace jsou velmi rozsáhlé a nabízejí také ještě neobjevené možnosti. Další výzkum pokračuje v oblasti biosenzorů (diagnostika a rozpoznávání látek), elektroniky na rádiových frekvencích (ladící kondenzátory, cívky a filtry, směrové mikrofony), optických mikrosystémů (optické přepínače, scannery, displeje, tiskárny), chemických mikrosystémů.

Obecně je pod pojmem senzor chápáno zařízení, které snímá sledovanou fyzikální, chemickou nebo biologickou veličinu a dle určitého definovaného principu ji transformuje fyzikálním převodem na veličinu výstupní, často elektricky kvantitativní. Mikrosenzor má alespoň jeden fyzikální rozměr na úrovni submilimetrové dimenze. Inteligentní senzor (*smart sensor*) je zařízení, které v sobě obsahuje citlivou část (čidlo) a obvody pro převod, úpravu, řízení a komunikaci s dalšími zařízeními v jediném celku. Vnější obvody tvoří pouze nutné zdroje energie. Míra inteligence je u těchto senzorů definována různě [4]. Citlivá část je s mikroelektronickou spojena nejčastěji elektricky nebo opticky. *Smart* senzor dokáže nejen zachytit potřebné hodnoty sledovaných veličin, ale umí je také inteligentně zpracovat pomocí procesoru. Díky mikrosenzorům se zlepšují vlastnosti o vyšší citlivost, rychlejší odezvu, lepší reprodukovatelnost, menší spotřebu energie a také nižší cenu. V praxi mají senzory významnou pozici ve výrobní struktuře, kde snímají parametry reálného technologického procesu. Na jejich základě je zpětně tento proces řízen prostřednictvím aktuátorů. Blokové schéma takového systému je na obrázku 1-1.

MEMS může být definován jako skupina mikrorozměrových zařízení, které převádějí fyzikální veličiny na elektrické signály a naopak. Řídící mikroprocesor využívá inteligentní software tak, aby senzory byly schopny dodávat souborné informace, jako jsou například statistiky nebo varování při překročení určitých hodnot, namísto nepřetržitého toku dat. Pozornost se soustředí jen na zajímavé nebo podstatné stimuly a tím se výrazně uspoří celková energie mikrosystému [5].



Obrázek 1-1: Blokové schéma inteligentního senzoru. Monolitický systém snímá informace z vnějšího prostředí, procesorem je zpracovává a vyhodnocuje. Výstup pak pomocí aktuátorů zpětně působí na veličiny vnějšího prostředí (regulované soustavy). Senzory a aktuátory převádějí fyzikální neelektrické veličiny na bázi mikroelektromechanických systémů *MEMS*.

Technologie MEMS umožňuje rozšíření výpočtových schopností mikroelektroniky o vnímání a kontrolní schopnosti mikrosenzorů a mikroaktuátorů a rozšiřování prostoru nových návrhů a aplikací. Výroba MEMS zařízení je založena na přesných metodách a komplexních vztazích mezi mikroelektronikou, mikromechanikou a chemickými procesy [6]. Zatímco elektronické součástky jsou vytvářené sekvencemi procesů známých pro výrobu integrovaných obvodů (např. CMOS, nebo BiCMOS procesy), mikromechanické součásti jsou vytvořené použitím mikroobráběcích procesů, tj. leptacích technik vyšší úrovně, které selektivně odleptávají část křemíkového plátku či kovu nebo přidávají nové strukturální vrstvy pro vytvoření mechanických nebo elektromechanických zařízení. Malé rozměry MEMS nabízejí využití materiálů, které nejsou běžně dostupné ve větším objemovém měřítku. Využívá se také závislostí materiálových vlastností na extrémní změně jejich geometrických rozměrů [7]. Najdeme zde také aplikované nanotechnologie. Pak mluvíme o tzv. nanoelektromechanických systémech, NEMS. V souladu s vývojem nových technologií je důraz kladen také na přesnost a možnosti analyzačních a testovacích metod.

1.2 Integrace tenkých vrstev PZT do MEMS

Již řadu let se úspěšně aplikují snímače a aktuátory na bázi objemových krystalů piezoelektrických materiálů. Mezi průmyslový standard těchto materiálů patří keramika PZT - lead zirconate titanate $Pb(Zr_r Ti_{r-1})O_3$. Anizotropní materiálové vlastnosti PZT zahrnují výrazné feroelektrické, piezoelektrické, pyroelektrické a optické chování. Feroelektrických vlastností PZT se již využívá v podobě tenkých vrstev například v pamětech FeRAM [8], frekvenčních filtrech, budičích povrchových akustických vln [9, 10]. Piezoelektrické aplikace dnes nacházejí zatím méně komerčních uplatnění, přesto se s nimi setkáme ve snímacích obvodech airbagů v automobilech, u trysek inkoustových tiskáren, hlaviček harddisků, nosníkových mikrojazýčků v mikroskopii, atd. Významnou oblastí jsou piezoelektrické ultrazvukové převodníky na bázi *MEMS* (piezoelectric Micromachined Ultrasonic Transducers - pMUT). Základem těchto převodníků elektromechanické energie je struktura vrstev, která je studována v této práci. V kombinaci s mikroobráběcími a leptacími technologiemi se vytvářejí vysoce funkční MEMS zařízení (např. piezoelektrické posunutí pMUT membrány dosahuje o řád větších deformací než samotná PZT vrstva). Obecně mají v těchto aplikacích piezoelektrické materiály tvar membrán, mikronosníků, mikromostů, mikrohranolků nebo vrstev tvaru jedno- či dvou- dimenzionálních polí. Integrace piezoelektrického materiálu PZT do MEMS, kde plní funkce snímacích a aktuačních prvků, je součástí přirozeného vývoje.

Základním principem převodu elektromechanické energie je elektrostatické silové působení. Změna kapacity se využívá k měření posunutí ve snímačích tlaku a akcelerometrech. Nebo naopak elektrostatická síla způsobí posunutí aktuátoru a mikromotorku. Zahrnutí piezoelektrických materiálů ve formě tenkých vrstev na křemíkovém substrátu přináší univerzálnost, jednoduchost a nové funkce využití takových *MEMS*. Tenké vrstvy (v odborné literatuře *thin films*) mají tloušťku ve stovkách nanometrů. O tlustých vrstvách (*thick film*) mluvíme tehdy, pokud je jejich tloušťka řádu jednotek mikrometrů. Na malém rozměru piezoelektrické materiály nabízejí velmi vysokou hustotu energie a výkonu i při vysokých pracovních frekvencích, které neodmyslitelně patří k *MEMS* zařízením. Mezi nejpoužívanější piezoelektrické materiály v dnešních *MEMS* patří *PZT*, *BST*, *ZnO* a *AlN* [11].

Pozorované koeficienty a vlastnosti tenkých vrstev *PZT* jsou značně odlišné od těch, které jsou známé pro objemové krystaly stejného materiálu. Piezoelektrické vlastnosti tenkých vrstev závisejí na objemu aktivovaného materiálu. Uplatňuje se celá řada dalších faktorů, které souvisejí s krystalovou strukturou, mechanickými a elastickými vlastnostmi jednotlivých vrstev v celé struktuře, atd.

Pro výrobu tenkých vrstev *PZT* se uplatňuje dobře ověřená metoda magnetronového naprašování (viz kapitola 2). Mezi další depoziční metody patří metoda známá pod označením *Sol-Gel*, nebo pulzní laserová depozice *PLD* [12, 13]. Procesy růstu se mohou také kombinovat za účelem lepších vlastností, nebo rychlejšího postupu pro depozici tlustší vrstvy [14]. Piezoelektrické vrstvy, integrované spolu s *MEMS* v monolitických systémech, mají významný potenciál v jejich budoucím využití. Z hlediska materiálového inženýrství je nevýhodou přítomnost olova ve struktuře *PZT*. Hledají se vhodnější alternativy jako jsou například materiály *BST*, ale zatím zde není dosaženo tak příznivých feroelektrických a piezoelektrických vlastností v porovnání s *PZT*.

1.3 Dostupné měřící metody - současný stav

Integrace piezoelektrických tenkých vrstev do *MEMS* není možná bez jejich kompletní charakterizace. Převod vnější mechanické energie na elektrickou a naopak musí probíhat podle definovaných kritérií. Jedním ze základních parametrů vlastností tenkých vrstev je piezoelektrický koeficient. Ten je stanoven na základě měření posunutí vyvolaném při inverzním piezoelektrickém jevu v tenké vrstvě. Alternativně může být stanoven z měření indukovaného elektrického napětí při působení tlaku na *PZT* vrstvu. V této práci je piezoelektrický koeficient stanoven z měření inverzního piezoelektrického jevu tenkých vrstev nepřímými optickými metodami.

Určení velikosti piezoelektrického koeficientu nepřímými optickými metodami spočívá v měření malého posunutí, které je ve vrstvě vyvolané působícím elektrickým polem. Toto posunutí je u *PZT* vrstev s tloušťkou stovek nanometrů v řádu desítek až stovek pikometrů. Měření takto malého posunutí je velice náročné. Vyžaduje extrémních rozlišovacích schopností měřících metod a specifických úprav, které ještě zvyšují přesnost měření. Optické metody můžeme dále rozdělit podle velikosti plochy, na které je posunutí měřeno. Existují metody skenující oblast o ploše řádu mikrometrů (*makroscopic scale range*) a nanometrů (*atomic scale range*). V této práci jsou aplikovány metody skenující posunutí v makroskopickém rozsahu na vrchní ploše tenkých vrstev.

První optická metoda přístupná pro tuto práci je laserový interferometr v optické laboratoři katedry fyziky (*KFY*) na Technické univerzitě v Liberci (*TUL*). Využití optického interferometru pro charakterizaci tenkých vrstev navazuje na předešlé práce školitele Doc. Miroslava Šulce. V této laboratoři je laserová interferometrie využívána převážně k měření piezoelektrických posunutí objemových krystalů [15, 16, 17, 18]. Pro testování tenkých vrstev jsou nutné specifické úpravy měřící soustavy a to zejména její optické části. Hlavní rozdíly spočívají v převedení schématu optické konfigurace na dvouparskový systém. Nastavení dvouparskové sondy vyžaduje přesnějších optických postupů, které jsou řešeny v této práci. Zásah do přístrojové měřící aparatury byl nutný z hlediska jiných budících elektrických napětí vzorků tenkých vrstev a tím také přizpůsobení automatického ovládání a sběru dat. Tyto úpravy jsou také diskutovány v této práci.

Druhou metodou měření piezoelektrických koeficientů je laserový dopplerovský vibrometr, který byl využíván při mé doktorské stáži. Vibrometr je umístěn v laboratoři oddělení *Matériaux et Intégration pour la Microélectronique et les Microsystemes (MIMM)* na univerzitě *Université des Sciences et Technologies de Lille* (*USTL*) ve francouzském Lille. Dopplerovský optický vibrometr je jednoparskovým systémem komerčně dodávaný firmou *Polytec*[®] [20]. Obě měřící metody využívají principiálně odlišné detekce malého posunutí. Srovnání vlastností obou metod, jejich výhod a možností je řešeno v této práci.

1.4 Cíle disertační práce

Cíle disertační práce mají převážně experimentální základ. V současné době neexistuje uznávaný standard nebo norma, která by definovala podmínky a postupy pro měření piezoelektrických vlastností tenkých vrstev. Světové laboratoře používají několik druhů dostupných metod, ale publikované výsledky se značně odlišují. Dokonce jsou některé výsledky chybně interpretovány. To je způsobeno náročností experimentu, který vyžaduje nutné dodržení specifických podmínek. Hlavním cílem této práce je konkretizovat sofistikované měřící postupy piezoelektrických koeficientů. Na základě zkušeností s rozdílnými měřícími aparaturami přispět k definici sjednocené normy pro charakterizaci piezoelektrických vlastností tenkých vrstev.

Laserový interferometr nabízí řadu efektivních modifikací. Testování tenkých vrstev může zahrnout širší oblast pozorovaných charakteristik a přispět k celkovému poznání chování piezoelektrických vrstev a *MEMS* systémů. Do jisté míry stabilní přístrojová aparatura by měla umožnit měření dostupných charakteristik. Studium těchto vlastností musí být přístupné pro širší okruh experimentátorů. Proto je nutné zavést a definovat konkrétní kroky a schémata pro používání laserového interferometru. Vytvoření programů automatizace a sběru dat přinese zjednodušené ovládání a také eliminují osobní chyby měření na minimum. Cílem této práce je shrnutí nových možností měření a prezentace dostupných charakteristik na reálných vzorcích.

Nástroje simulující chování vysoce integrovaných zařízení jsou jedním z nutných prvků pro úspěšnou výrobu finálních produktů *MEMS*. Zavádění nových prvků do průmyslové výroby se díky spolehlivým výpočtům může urychlit a výrazně zlevnit. Návrh designu nových zařízení využívá znalostí materiálových vlastností v mikroměřítku. Piezoelektrické vlastnosti patří mezi základní charakteristiky materiálů využívaných pro senzory a aktuátory mechanických veličin. Jedním z cílů této práce je popis chování piezoelektrického posunutí tenkých vrstev *PZT* při aplikovaném elektrickém poli. Pozorované charakteristiky popisují silně nelineární chování tenkých piezoelektrických vrstev.

Vzorky piezoelektrických tenkých vrstev *PZT* pro tuto práci byly dodány oddělením *MIMM* na francouzské univerzitě *USTL*. Toto oddělení se přímo zaobírá studiem výroby a vlastnostmi *MEMS* s různou strukturou. Nové poznatky přinášejí nelineární charakteristiky, které jsou pozorovány na dodaných vzorcích optickými metodami. Společná spolupráce přispívá k efektivnímu vývoji integrace piezoelektrických vrstev *PZT* do mikroelektromechanických systémů.

Práce je rozdělena do šesti kapitol. Popis struktury, depozice a základní vlastnosti tenkých *PZT* vrstev shrnuje kapitola 2. Experimentální metody a jejich

modifikace jsou popsány v kapitole 3. Kapitoly 4 a 5 prezentují pozorované neline-ární charakteristiky.

Kapitola 2

Tenké vrstvy PZT na křemíkovém substrátu

Tenké vrstvy se používají již mnoho let nejen k povrchovým úpravám různých substrátů, ale také k vytváření miniaturních funkčních struktur. K jejich nanesení (depozici) byly postupně vyvinuty technologie, které jsou založené na fyzikálním (Physical Vapor Deposition - PVD) nebo chemickém principu (Chemical Vapor Deposition - CVD). Základní technikou pro výrobu všech MEMS zařízení je depozice vrstev materiálů, definování vzorů litografií a pak vytvoření potřebných tvarů a struktur leptáním (roztokem, nebo plazmou) [11]. V této práci je blíže popsán technologický postup pro výrobu feroelektrických tenkých vrstev PZT fyzikální metodou. Konkrétně jsou zde uvedeny jednotlivé kroky metody vysokofrekvenčního magnetronového naprašování. Uvedená technologie byla studována a prakticky odzkoušena při doktorské stáži na oddělení MIMM francouzské univerzity USTL. Tato kapitola uvádí přesný popis struktury tenkých vrstev, jejich výroby (depozici) a shrnuje základní elektromechanické vlastnosti. Zkoumá vliv geometrie struktury vzorků (pokapitola 2.2) a vliv vnějších podmínek (podkapitola 2.3) na piezoelektrické vlastnosti tenkých vrstev PZT nanesených na křemíkovém substrátu. Seznam a popis struktury testovaných vzorků je uveden v podkapitole 2.4.

2.1 Tenkovrstvé technologie

Tenkovrstvou technologií jsou označovány všechny techniky jež umožňují depozici anorganických vrstev s tloušťkou do 1 µm. U některých technik je samozřejmě možné dosáhnout i větších tloušťek, ale ve většině případů nejde o ekonomické depozice, popř. se již značně mění fyzikální vlastnosti deponované vrstvy. Mezi technologie tenkých vrstev patří iontová a plazmová depozice (známá spíše pod názvy vakuového napařování - *Molecular Beam Epitaxy - MBE*), naprašování (*sputtering*), elektrodepozice (*electrochemical deposition*), *sol-gel* techniky [21] a laserové depozice (*laser ablation*, *Pulsed Laser Deposition - PLD*) [14, 13]. Těmito technikami se získají vrstvy, ve kterých se pomocí litografie s následným selektivním leptáním vytvářejí motivy. Pozorované unikátní vlastnosti na tenkých vrstvách plynou ze samotného procesu růstu a ukládání jednotlivých atomů. Ke specifickým vlastnostem přispívají četné vedlejší efekty charakteristické pro velmi tenké vrstvy. Výrazně se projevuje krystalová orientace, vnitřní mechanické napětí (které může být až 200krát větší než u objemových krystalů stejného materiálu) společně s dalšími aspekty vícevrstvé struktury. Po nanesení vrstev lze pozorovat množství strukturních nehomogenit a defektů krystalové mřížky (více než 10¹¹ dislokací/cm²) [22]. Ve vrstvě proto mohou probíhat děje projevující se dlouhodobými změnami elektrických, mechanických, optických, chemických a krystalových parametrů. Tyto změny směřují k dosažení termodynamické rovnováhy systému. Postupný proces lze urychlit stabilizací vrstvy působením zvýšené teploty.

2.1.1 Základní struktura vytvořená na křemíkovém substrátu

Integrované obvody jsou již řadu let vytvářeny na křemíkovém substrátu. Piezoelektrické tenké vrstvy se studují na základní křemíkové destičce, protože základním cílem současného výzkumu je integrace *MEMS* systémů s elektronickými prvky na jediný čip [23].

Křemík má obrovské výhody, které vychází z jeho samotných vlastností. Ve formě monokrystalu je křemík tvrdý a křehký materiál. Při mechanickém namáhání nepozorujeme hysterezi a proto nedochází téměř k žádné ztrátě mechanické energie. To dodává křemíku velkou spolehlivost a zanedbatelnou ztrátu vlastností vlivem stárnutí. Levná a vysoce přesná výroba, snadná dostupnost a schopnost včlenění elektronické funkčnosti jsou přednostmi křemíku pro široké oblasti využití nejen v *MEMS* aplikacích.

		eriál	význam vrstvy	tloušťka [µm]
6.	1.	Si	základní substrát	360
5.	2.	SiO ₂	pasivní vrstva	0.3
4. 3.	3.	Ti/TiO ₂	pasivní oddělení	0.01 - 0.02
2.	4.	Pt	spodní elektroda	0.12 - 0.22
	5.	PZT	piezoelektrická vrstva	0.7 - 2.2
1.	6.	Pt	vrchní elektroda	0.12 - 0.22

Obrázek 2-1: Řez strukturou tenkých vrstev nanesených na základním křemíkovém substrátu. Stručný význam vrstev a přibližnou tloušťku uvadí tabulka.

Na základní křemíkové destičce s krystalovou orientací (1 0 0) a tloušťkou přibližně 360 µm je postupně naneseno několik dalších vrstev (schématicky znázorněno na obrázku 2-1). Povrch substrátu se nejprve pasivuje. Při vysoké teplotě (900 - 1200 °C) reaguje s kyslíkem. Tím se vytvoří první stabilní a vysoce kvalitní dielektrická vrst-va SiO_2 o tloušťce cca 300 nm [24]. Aby se zabránilo difůzi dalších vrstev (platiny) do křemíkového substrátu je nanesena vrstva titanu. Na zoxidovanou vrstvu titanu se dále nanese spodní platinová elektroda. Titan i platina jsou vodivými materiály, proto je k jejich depozici vhodné použít stejnosměrné naprašování (viz níže). Spodní elektroda má tloušťku asi 120 až 220 nm a je temperována při teplotě 650 °C po dobu 30 minut. Další teplotní působení pak probíhají při nižších teplotách, aby se neovlivnila struktura níže položených vrstev.

Na takto připravenou strukturu substrátu je nanesena piezoelektrická tenká vrstva materiálu *PZT* níže uvedenými technologickými postupy. *PZT* ($Pb(Zr_rTi_{1-r})O_3$)

- *lead zirconate titanate*) je keramický materiál s perovskitovou strukturou. Mezi základní vlastnost *PZT* patří extrémně velká hodnota dielektrické konstanty v blízkosti morfotropní fázové hranice *MPB* (*Morphotropic Phase Boundary*) [25, 12] (vlastnosti tenkých vrstev materiálu *PZT* s různou kompozicí nově shrnuje [26]). Je to také materiál feroelektrický, tzn. že má spontánní polarizaci. Smysl vektoru polarizace může být otáčen působením vnějšího bipolárního elektrického pole. Tohoto principu se využívá v mnoha komerčních aplikacích, především ve feroelektrických pamětech *FeRAM* [8]. Keramické *PZT* materiály jsou také studovány pro svoje výrazné piezoelektrické, pyroelektrické a optické vlastnosti.

Na vrchní plochu *PZT* vrstvy je ještě nanesena vrchní platinová elektroda, aby mohl být ve vrstvě vyvolán inverzní piezoelektrický jev. Vrchní platinová elektroda není po celém povrchu, ale má kruhový tvar o průměru 150 až 1000 μ m. Struktura vrchních elektrod je vytvářena blízkou ultrafialovou litografií (viz níže odstavec 2.1.4).

2.1.2 Vysokofrekvenční magnetronové naprašování PZT vrstev

Metoda naprašování povrchových atomů pomocí plazmového výboje je známa již z konce devatenáctého století. Pro technologické aplikace se ve větším měřítku začala využívat až v posledních několika desetiletí. Výhodou je vysoká výkonnost, možnost depozice na velký substrát, dobrá přilnavost na povrch substrátu, zachování poměru složek terče, menší nároky na kvalitu vakua, relativně flexibilní systém a vhodné řízení průběhu depozice. V dnešní době je ověřenou standardní metodou pro depozici tenkých polovodičových vrstev integrovaných obvodů, feroelektrických tranzistorů, atd. Své uplatnění nachází také v optice. Nejjednodušší je stejnosměrné naprašování, které se používá pro depozici vodivých materiálů. Při naprašovaní nevodivých materiálů se využívá střídavý vysokofrekvenční signál o frekvenci 13.6 MHz. Vysokofrekvenční magnetronové naprašování je zdokonalená technologie klasického naprašování a je osvědčenou metodou pro výrobu tenkých vrstev *PZT* [27, 30, 31, 34]. Následující technologický postup je odzkoušený a využíváný laboratořemi na oddělení *MIMM* francouzské university *USTL*. Metody depozice tenkých vrstev byly prakticky studovány při doktorské stáži.

Samotný technologický postup začíná přípravou "terče", jehož povrchové atomy jsou naprašovány na křemíkový substrát. Zde se využívá toho, že kompozice naneseného materiálu tenké vrstvy je stejná jako složení použitého terče. Prášková směs ($PbO + ZrO_2 + TiO_2$) je po dobu řádově několika hodin míchána. Poměr Zr/Ti je volen s ohledem na příznivé vlastnosti PZT v okolí morfotropní fázové hranice *MPB*. Pak lisováním prášků vzniká terč ve tvaru disku o průměru 76 mm s tloušťkou mezi 4 až 8 mm. Aby se zvýšila pevnost terče a mohlo se s ním manipulovat, je zapékán při teplotě 100 °C.

Naprašování PZT materiálu probíhá ve vakuové komůrce (obr. 2-2) s inertním plynem (argon) o tlaku menším než jeden pascal. Terč se umístí na kovovou podložku, na kterou se přivádí záporný potenciál (katoda). Důkladně očištěný křemíkový substrát pro tenkou vrstvu je umístěn naproti, na asi 60 mm vzdálené anodě. Mezi anodou a katodou je pomalu zvyšován vysokofrekvenční potenciál, aby nedošlo k prasknutí terče. Během jedné půlperiody vysokofrekvenčního signálu se rozprašuje terč působením urychlených elektronů okolního plynu. Během druhé půlperiody opačná polarita vede k neutralizaci nahromaděného náboje. Při následné změně polarity elektrického pole dochází k opětovnému bombardování terče elektrony. Kinetické energie, které převyšují vazební energie atomů terče, způsobují zatlačení atomové mřížky do nové pozice. Atomy jsou tlačené k povrchu a migrují v povrchových vrstvách, kde dochází k defektům. Vysoká energie způsobí dislokace atomů a jejich vypuzení do plynné fáze. Tímto způsobem uvolněný atom vytvoří iont interakcí s elektrony. Vzniká plazma, které je unášené od terče k substrátu elektrostatickým polem.



Obrázek 2-2: Principiální schéma reaktoru pro vysokofrekvenční magnetronové naprašování.

Před terčem je elektromagnetem nebo permanentními magnety vytvořeno magnetické pole definovaného tvaru. Elektrony, které při klasickém naprašování unikají z prostoru před terčem se v tomto případě v důsledku Lorentzovy síly musí pohybovat po šroubovici podél siločar. Tak se výrazně prodlužuje jejich dráha v blízkosti terče. Prodlužuje se také doba jejich setrvání v oblasti výboje a zvyšuje se pravděpodobnost ionizace dalších atomů pracovního plynu. Touto technikou se dociluje mnohem koncentrovanější depozice vrstev vlivem směrování částic magnetickým polem. Výbojové plazma je značně neizotermické (teplota neutrálního plynu jen mírně převyšuje pokojovou teplotu). Při depozici nedochází k teplotní destrukci citlivých substrátů, ani fotorezistivních vrstev. Teplota substrátu je během depozice kontrolována a nepřekročí teplotu 190 °C (popř. je anoda se substrátem proudící kapalinou chlazena). Povrch terče je na začátku kontaminován. Proto se nejprve spustí depozice, při které je substrát zakrytý clonou (někdy až po dobu několika hodin).

Rychlost růstu tenké vrstvy na substrátu ovlivňuje několik specifických parametrů. Z toho důvodu je nejprve vytvořen zkušební vzorek. Po dobu 60 minut probíhá řízená depozice materiálu na substrát. Pak je proces přerušen a povrchovým profilometrem se měří tloušťka deponované vrstvy. Z toho se určí rychlost depozice, která je řádově 60 až 100 nm/hod. Nyní je na anodu přichyceno více substrátů a naprašování opět spuštěno. Během depozice se kontrolují a zapisují regulované veličiny. Vytvoření vrstvy *PZT* s tloušťkou přibližně 1 μm trvá 10 hodin. Vrstva nemusí být po celém substrátu přesně stejné tloušťky (odchylky řádově 100 nm), protože paprsek deponovaných povrchových atomů má gaussovský charakter prostorového rozložení intenzity.

Takto nanesené tenké vrstvy *PZT* mají amorfní strukturu. Pokud je vrstva nanesená po celé ploše substrátu, je její část odleptána kyselinou pro kontaktní přístup ke spodní elektrodě. Pro získání krystalové struktury se vzorky temperují. Působením teploty 625 °C po dobu 30 minut vzniká krystalová perovskitová struktura s preferovanou orientací (1 1 1). Ke vzniku krystalové struktury tenké vrstvy *PZT* tedy dochází až po její depozici a temperaci. Diagnostické testy krystalové struktury vzorku se provádí *X*-paprskovým difraktometrem [35, 37].

2.1.3 Napařování vrchní platinové elektrody a UV litografie

Vrchní platinové elektrody se nanášejí na *PZT* vrstvu metodou stejnosměrného napřašování (*DC sputtering*). Kruhové elektrody s různým průměrem se vytváří pomocí ultrafialové litografické metody. Průměr elektrody pro piezoelektrická měření je mezi 150 až 1000 µm. Vzájemné umístění a velikosti elektrod jsou definovány použitou litografickou maskou. Tato technologie blízké litografie umožňuje výrobu miniaturních struktur. Nejmenší příčný rozměr *MFS* (v odborné literatuře *Minimum Feature Size*) struktury je omezen vlnovou délkou *UV* záření λ , vzdáleností vzorku od masky g a tloušťkou fotorezistivní vrstvy *r*, podle vztahu [12]:

$$MFS = \sqrt{(r+g)} \cdot \lambda . \tag{2-1}$$

Nejmenší dosažitelný příčný rozměr struktury touto metodou je řádu stovek nanometrů. Uspořádání blízké litografické metody ilustruje obrázek 2-3:



Obrázek 2-3: Schéma uspořádání blízké ultrafialové litografie, převzato z [12].

Nejprve se celý vzorek vyčistí v acetonu, který se opláchne ethanolem. Proudem vzduchu se vzorek vysuší. Speciální fotorezistivní vrstva je nanesena rotační technikou (spin coating). Fotorezistivní tekutina se nakape na vzorek, který je podtlakem přichycen k rotačnímu stolku. Vysoké otáčky způsobí rovnoměrné rozložení fotorezistivního materiálu po vrchní ploše PZT vrstvy. Působením odstředivé síly při vysokých otáčkách po stanovenou dobu (3000 ot./min, 30 s) se vytvoří vrstva o tloušťce asi 1 μm. Vrstva se nechá zapéct (90 °C, 20 min.). Přes masku se UV paprsky (7 mW/cm²) ozáří místa, kde budou naneseny elektrody. Ozářené plochy fotorezistivní vrstvy se odstraní speciálním rozpouštědlem. Metodou stejnosměrného naprašování se po celé ploše nanese vrstva platiny. Při klasickém naprašování je terč z vodivého materiálu umístěn ve vakuové komoře a je přiveden na vysoký záporný potenciál řádově tisíce voltů. Před terčem se zapálí plazmový výboj, přičemž kladné ionty bombardují záporný terč a záporné elektrony dopadají na uzemněnou kostru komory. Těžké ionty svým dopadem rozprašují terč a rozprášené atomy se usazují na substrátu. Po depozici se acetonem odstraní fotorezistivní vrstva spolu s přebytečnou platinou. Na ozářených místech, bez fotorezistivní vrstvy, tak zůstane struktura vrchních elektrod. Mechanické a elektrické vlastnosti nanesených vrchních platinových elektrod jsou stabilizovány působením teploty 500 °C po dobu 30 minut.

Technologický proces je velice důležitý pro zachování kvality jednotlivých vrstev s požadovanou krystalovou orientací. Převládající orientace krystalů je dána specifickými podmínkami v průběhu depozice. Kvalita struktury ovlivňuje elektromechanické chování. Na tenkých vrstvách *PZT* s krystalovou orientací (1 1 1) byly pozorovány menší piezoelektrické odezvy v porovnání se strukturou (1 0 0) [38, 40].

2.1.4 Přehled technologického procesu výroby tenkých vrstev

V následující tabulce 2-1 jsou shrnuty základní kroky technologického postupu při výrobě piezoelektrických tenkých vrstev s kontinuální strukturou na křemíkovém substrátu. Celý proces probíhá v uzavřených laboratořích s čistým prostředím při pokojové teplotě, pokud u příslušného kroku není uvedeno jinak. Tabulka 2-2 popisuje jednotlivé kroky při při výrobě vzorků s ostrůvkovou strukturou *PZT* vrstvy (uvedený postup je v návaznosti na krok 6 v tabulce 2-1). Tento postup ilustruje obrázek 2-4.

Tabulka 2-1: Základní kroky technologického postupu při výrobě systému s kontinuální PZT vrst-
vou na křemíkovém substrátu. Uvedený postup je odzkoušený a využívaný laboratořemi MIMM na
francouzské univerzitě USTL.

krok	technologický proces	teplota [°C]	doba [min]
1.	pasivace křemíkového základní substrátu, oxidací vznik vrstvy $SiO_{_2}$ s tloušťkou asi 300 nm	900-1200	
2.	rozřezání substrátu na vzorky přibližně 15 x 20 mm ²		
3.	čištění substrátu acetonem, ethanolem a destilovanou vodou v ultrazvukové čističce, vysušení proudem vzduchu		
4.	nanesení vrsvy titanu metodou stejnosměrného naprašování, tloušťka <i>Tï/TïO</i> 2 asi 10 až 20 nm		
5.	depozice spodní platinové elektrody metodou stejnosměrného naprašování, tloušťka <i>Pt</i> vrstvy 120 až 220 nm		
6.	temperace spodní elektrody Pt	650	30
7.	depozice aktivní <i>PZT</i> vrstvy metodou magnetronového vyso- kofrekvenčního naprašování, rychlost depozice cca 60 až 100 nm/hodinu, tlak inertního plynu 30 mTorr (argon), RF = 112 W	<190	
8.	krystalizace <i>PZT</i> , vznik perovskitové struktury s krystalogar- fickou orientací (1 1 1)	625	30
9.	nanesení fotorezistivního materiálu rotační technikou, akcele- race 4000 ot./min, rychlost 3000 ot./min.		0.5
10.	stabilizace fotorezistivní vrstvy	90	20
11.	ozáření <i>UV</i> paprsky o výkonu 7mW/cm² přes masku se strukturou		0.5
12.	odstranění ozářené struktury fotorezistivní vrstvy, čištění ve speciálním roztoku, opláchnutí destilovanou vodou, vysouše- ní proudem vzduchu		
13.	depozice vrchní platinové elektrody metodou stejnosměrného naprašování, tloušťka vrstvy 120 až 220 nm		
14.	odstranění přebytečné platiny acetonem, opláchnutí ethano- lem a vysoušení proudem vzduchu		
15.	temperování <i>Pt</i> vrstvy	500	30
16.	diagnostiké testy krystalové struktury X-paprskovým difrak- tometrem		

Tabulka 2-2: Základní kroky technologického postupu při výrobě systému s ostrůvkovou strukturou *PZT* vrstvy na křemíkovém substrátu. Tento postup navazuje na krok 6 v předchozí tabulce 2-1.

_

krok	technologický proces	teplota [°C]	doba [min]
1.	očištění vzorku v acetonu (5 minut), ethanolu (5 minut) s následným opláchnutím destilovanou vodou a vysušením		
2.	nanesení fotorezistivní vrstvy rotační technikou, akce- lerace 4000 ot./min, otáčky 3000 ot./min.		0.5
3.	temperace fotorezistivní vrstvy	200	40
4.	nanesení druhé fotorezistivní vrstvy, akcelera- ce 4000 ot./min, otáčky 3000 ot./min.		0.5
5.	temperace fotorezistivní vrstvy	90	20
6.	ozáření UV paprsky o výkonu 7mW/cm² přes masku se strukturou		0.5
7.	odstranění vrchní fotorezistivní vrstvy pono- řením ve speciální kapalině		20
8.	dokončení odstranění fotorezistivní vrstvy v ace- tonu (40 s), následnuje opláchnutí destilovanou vodou (1 min.), sušení proudícím vzduchem		
9.	odpaření čistících prostředků	90	20
10.	depozice <i>PZT</i> pokračuje viz krok 7 tabulka 2-1		





f) odstranění fotorezistivní vrstvy společně s přebytečným *PZT* materiálem, vznik lokalizované oblasti s *PZT* vrstvou



g) fotorezistivní vrstva nanesená rotační technikou



h) blízká litografie - střed oblastí s *PZT* se ozáří přes masku *UV* paprsky



i) fotoresistivní vrstvy ozářené UV paprsky se odstraní



j) stejnosměrnou naprašovací technikou se nanese vrstva platiny



i) odstranění fotoresistivní vrstvy a přebytečné platiny, vznik lokalizované vrchní elektrody

Obrázek 2-4: Ilustrace jednotlivých kroků při výrobě piezoelektrické tenké vrstvy s platinovými elektrodami na křemíkovém substrátu. *PZT* vsrtva je lokalizována s kruhovou ostrůvkovou strukturou. Poloměr *PZT* vrstvy je větší než poloměr kruhové vrchní elektrody.

2.2 Vliv geometrie struktury na piezoelektrické vlastnosti

Disertační práce je zaměřena na popis chování piezoelektrických vlastností tenkých vrstev materiálu *PZT*. Základní veličinou charakterizující tyto vlastnosti je piezoelektrický koeficient d_{33} . Ukazuje se, že výrazná redukce rozměrů *PZT* (zejména tloušťky) značně ovlivní jeho chování. Z pozorování vyplývá, že piezoelektrický koeficient je značně závislý na geometrickém uspořádání. Materiálový koeficient d_{33} , jak ji známe z objemových vzorků, přestává být obecně platný u tenkých vrstev. Musíme zde také uvažovat strukturu celého systému, tzn. piezoelektrickou tenkou vrstvu na křemíkovém substrátu s platinovými elektrodami. Křemíkový substrát je značně tvrdý, přesto dochází k pronikání piezoelektrického aktivovaného materiálu do křemíkového substrátu. Toto mezivrstevní posunutí nelze experimentálně pozorovat. Numerická analýza metodou konečných prvků ukazuje význam posunutí uvnitř samotné struktury.

Mezi hlavní parametry ovlivňující elektrickým polem indukované posunutí patří objem aktivovaného piezoelektrického materiálu *PZT*. Prakticky to znamená, že piezoelektrická odezva závisí na tloušťce vrstvy a na průměru vrchní kruhové elektrody (spodní elektroda je po celé ploše substrátu). Uvedené rozměrové veličiny by však neměly mít vliv na materiálovou konstantu d_{33} . Proto u tenkých vrstev zavádíme efektivní piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$ (v odborné literatuře longitudinální efektivní piezoelektrický koeficient).

V následujících odstavcích uvedeme teoretický výpočet efektivního piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$. Ukážeme jeho závislost na velikosti vrchní elektrody získanou pomocí numerické metody konečných prvků v softwaru *Ansys*[®]. Teoretické předpoklady mají ukázat optimální rozměrové hodnoty pro systém s piezoelektrickou tenkou vrstvou na křemíkovém substrátu.

2.2.1 Teoretický výpočet efektivního longitudinálního koeficientu

V tomto odstavci je na základě publikace [51] odvozen teoretický vztah pro výpočet efektivního piezoelektrického koeficientu tenkých vrstev ($d_{33,eff}$). Na základě dvou limitních případů okrajových podmínek je ukázáno, jak se piezoelektrické posunutí tenké vrstvy *PZT* na křemíkovém substrátu liší od hodnot pozorovaných na objemových krystalech *PZT* keramiky. Odvození vychází z lineárních stavových rovnic pro piezoelektrický jev v tenzorovém zápisu, jak je uvádí *IEEE* standard [41]:

$$S_{ij} = s^E_{ijkl} \cdot T_{kl} + d_{kij} \cdot E_k$$
(2-2)

$$D_i = d_{ikl} \cdot T_{kl} + \varepsilon_{ik}^T \cdot E_k , \qquad (2-3)$$

kde S_{ij} je tenzor deformace, s_{ijkl}^{E} jsou složky tenzoru elastických koeficientů při neměnném elektrickém poli, T_{kl} je tenzor elastického napětí, d_{kij} je piezoelektrický tenzor a E_k je vektor vnějšího elektrické pole. V rovnici 2-3 označuje D_i vektor elektrické indukce a ε_{ik}^{T} tenzor volné dielektrické permitivity.

Pro piezoelektrickou tenkou vrstvu umístěnou na substrátu volíme okrajové pod-

mínky. Vnější elektrické pole působí pouze v příčném směru, kolmém na substrát, tj. $E_3 \neq 0$ a $E_1 = E_2 = 0$. Toto pole E_3 rovněž polarizuje vrstvu ve směru její tloušťky. Zohledníme-li symetrické uspořádání reálného vzorku s kruhovými elektrodami, pak pro elastická napětí platí: $T_1 = T_2 = T$. Protože je aktivní piezoelektrická tenká vrstva mnohem tenčí než substrát a její vrchní plocha je volná, můžeme elastické napětí v příčném směru zanedbat, tzn. $T_3 = 0$. Uvedené okrajové podmínky vedou ke zjednodušení stavových rovnic, které přechází v následující tvar:

$$S_1 = S_2 = \left(s_{11}^E + s_{12}^E\right) \cdot T + d_{31} \cdot E_3$$
(2-4)

$$S_3 = 2 \cdot s_{13}^E \cdot T + d_{33} \cdot E_3 \tag{2-5}$$

$$D_3 = \varepsilon_{33}^T \cdot E_3 + 2 \cdot d_{31} \cdot T \,. \tag{2-6}$$

Nyní uvažujme dva limitní případy velikosti vrchní elektrody a tím také velikosti oblasti aktivované piezoelektrické vrstvy. V prvním případě je průměr vrchní elektrody mnohem menší než tloušťka *PZT* vrstvy. V druhém případě je tomu naopak, průměr vrchní elektrody je mnohem větší než tloušťka *PZT* vrstvy.

V prvním případě je kontaktní plocha mezi piezoelektrickou vrstvou a křemíkovým substrátem minimální. To znamená, že *PZT* vrstva není k substrátu významně upnutá a při svém rozpínání a smršťování se pohybuje téměř volně. Elastické napětí můžeme zanedbat: T = 0. Rovnice 2-4, 2-5 a 2-6 pak získají tento tvar:

$$S_1 = S_2 = d_{31} \cdot E_3 \tag{2-7}$$

$$S_3 = d_{33} \cdot E_3 \tag{2-8}$$

$$D_3 = \varepsilon_{33}^T \cdot E_3. \tag{2-9}$$

V těchto rovnicích poznáváme vztahy pro objemové chování piezoelektrických materiálů. V případě, že má aktivovaná piezoelektrická vrstva pod vrchní elektrodou mnohem menší šířku než svoji tloušťku, pak obdržíme skutečné materiálové hodnoty piezoelektrických koeficientů.

V druhém limitním případě je aktivovaná piezoelektrická oblast mnohem větší než samotná tloušťka vrstvy *PZT*. Tím se stane její střed silně mechanicky vázán (upnut) k substrátu. Proto zanedbáme mezivrstevní deformace a pokládáme: $S_1 = S_2 = 0$. Z rovnice 2-4 pak obdržíme následující vztah:

$$T = -\frac{d_{31}}{s_{11}^E + s_{12}^E} \cdot E_3.$$
(2-10)

Zde je opět elastické napětí $T = T_1 = T_2$. Dosazením 2-10 do 2-6 a 2-5 získáme:

Kapitola 2 | Tenké vrstvy PZT na křemíkovém substrátu

$$D_{3} = \varepsilon_{33}^{T} \cdot E_{3} - \frac{2 \cdot d_{31}^{2}}{s_{11}^{E} + s_{12}^{E}} \cdot E_{3} = \varepsilon_{33}^{T} \left[1 - \frac{2 \cdot d_{31}^{2}}{\varepsilon_{33}^{T} \cdot s_{11}^{E} \left(1 + s_{12}^{E} / s_{11}^{E} \right)} \right] \cdot E_{3}$$
(2-11)

$$S_{3} = -2 \cdot s_{13}^{E} \cdot \frac{d_{31}}{s_{11}^{E} + s_{12}^{E}} \cdot E_{3} + d_{33} \cdot E_{3} = \left(d_{33} - \frac{2 \cdot d_{31} \cdot s_{13}^{E}}{s_{11}^{E} + s_{12}^{E}}\right) \cdot E_{3}.$$
 (2-12)

Efektivní dielektrická permitivita je v druhém limitním případě z rovnice 2-11 rovna:

$$\varepsilon_{33,eff} = \varepsilon_{33}^T \cdot \left(1 - \frac{2 \cdot k_{31}^2}{1 - \sigma} \right), \tag{2-13}$$

kde Poissonovo číslo σ a koeficient elektromechanické vazby k_{31} jsou dány vztahy:

$$\sigma = -s_{12}^E / s_{11}^E \tag{2-14}$$

$$k_{31}^2 = \frac{d_{31}^2}{s_{11}^E \cdot \varepsilon_{33}^T}$$
(2-15)

Pro pevně upnutou destičku ve směru 1 je relace mezi upnutou a volnou dielektrickou permitivitou dána tímto vztahem:

$$\varepsilon_{33}^{S} = \varepsilon_{33}^{T} \left(1 - k_{31}^{2} \right).$$
 (2-16)

U destičky *PZT* je upnutá permitivita redukována o druhou mocninu koeficientu elektromechanické vazby násobený volnou permitivitou (2-16). Avšak rovnice 2-13 ukazuje, že tenká vrstva upnutá na substrátu vykazuje mnohem větší snížení upnuté permitivity ε_{33}^s vůči permitivitě volné. Proto vedou experimentální výsledky k nižším hodnotám $\varepsilon_{33,eff}$, než jaké jsou známé materiálové hodnoty pro *PZT*. Dále můžeme z rovnice 2-12 získat efektivní piezoelektrický koeficient pro systém tenké vrstvy *PZT* upnuté k základnímu substrátu:

$$d_{33,eff} = \frac{d_0}{u_{AC}} = \left(\frac{S_3}{E_3}\right)_T = d_{33} - \frac{2 \cdot d_{31} \cdot s_{13}^E}{s_{11}^E + s_{12}^E},$$
(2-17)

kde d_0 je piezoelektrické posunutí při aplikovaném elektrickém napětí u_{AC} . Měřený efektivní piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$ je redukován posledním členem na pravé straně rovnice. Dosazením materiálových parametrů pro keramiku *PZT* [45, 46] do vztahu 2-17 zjistíme, že efektivní piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$ je menší o 175 pm/V než materiálové d_{33} . Experimentální hodnoty $d_{33,eff}$ jsou menší přibližně o 30 až 50 % oproti hodnotám, které jsou známe pro objemové vzorky *PZT* keramiky.

Byly zde odvozeny základní teoretické vztahy pro podélný piezoelektrický

koeficient na základě dvou limitních případů. První z nich ukazuje, že zmenšení plochy aktivované *PZT* vrstvy vede k navýšení piezoelektrického posunutí a to až k hodnotám známých pro objemové keramiky *PZT*. Aby byla dodržena podmínka uvedeného limitního případu, muselo by dojít k extrémní redukci geometrických rozměrů systému *PZT* na substrátu. Pro tenké vrstvy s tloušťkou kolem jednoho mikrometru by bylo třeba zmenšit průměr vrchní elektrody alespoň na sto nanometrů. Uvedené teoretické předpoklady jsou potvrzeny experimentálně např. v [48, 49, 50], kde jsou prezentovány piezoelektrické koeficienty na elektrodách s průměrem pouhých stovek nanometrů (takové měření se provádí metodou *AFM* - *Atomic Force Microscopy* [12]).

Druhý limitní případ, který uvažuje zvětšení průměru vrchní elektrody na tenké piezoelektrické vrstvě upnuté k základnímu substrátu, vede ke snížení piezoelektrické odezvy. Limitní hodnota efektivního piezoelektrického koeficientu je v publikaci [51] numericky stanovena na $d_{33,eff} = 186$ pm/V pro tloušťku *PZT* vrstvy jeden mikrometr a průměr elektrody větší než dva milimetry. Splnění uvedeného limitního případu není technologicky obtížné. Avšak u větších průměrů vrchních elektrod často dochází k elektrickému zkratu mezi vrchní a spodní elektrodou.

2.2.2 Vliv tloušťky PZT vrstvy

Tloušťka aktivované piezoelektrické vrstvy hraje významnou roli ve velikosti indukovaného posunutí d_0 . Pro tenké vrstvy platí, že čím tenčí *PZT* vrstva, tím menší piezoelektrická odezva. Také jsou pozorovány menší hodnoty dielektrické permitivity. Naopak piezoelektrické posunutí saturuje při tloušťce vrstvy mezi 2-3 µm [52]. Přímý vliv tloušťky *PZT* vrstvy na velikost piezoelektrického posunutí d_0 potvrzují také naše experimenty. Důslednější experimentální ověření tohoto jevu nebylo prováděno. Potřebná sada vzorků s různou tloušťkou nebyla k dispozici. Experimentální výsledky měření piezoelektrických koeficientů dvoupaprskovým laserovým interferometrem tenkých vrstev s různou tloušťkou uvádí [53].

2.2.3 Numerická analýza vlivu velikosti vrchní elektrody

Numerická analýza metodou konečných prvků byla prováděna v programu *Ansys*[®] - *Engineering Analysis System* ve spolupráci s diplomantem Cédrikem Hubertem (*University of Valenciennes and Hainaut-Cambrésis, UVHC*, Francie). Zde je numerická analýza aplikována k simulování fyzikálních dějů idealizovaného systému feroelektrické tenké vrstvy perfektně připnuté ke křemíkovému substrátu. Získané charakteristiky ukazují vliv tloušťky *PZT* vrstvy a velikosti aktivované oblasti, tzn. velikosti vrchní elektrody, na piezoelektrickou odezvu. Hlavní pozornost je soustředěna na profilové charakteristiky posunutí vyvolané piezoelektrickým jevem a také vliv na mechanickém upnutí vzorku (výsledky uvádí kapitola 5).

Nejprve je vytvořen geometrický model charakterizující tenkou vrstvu aktivního materiálu na křemíkovém substrátu. Pak je rozdělen na jednotlivé elementy. Na základě počátečních a okrajových podmínek jsou metodou konečných prvků stanoveny hledané parametry v uzlových bodech. Geometrické rozměry modelu jsou přibližně shodné s dostupnými vzorky (viz podkapitola 2.4). Tloušťka spodní a vrchní elektrody je zanedbána. Mechanické okrajové podmínky definují perfektní uchycení piezoelektrického materiálu ke křemíkovému substrátu a také ideální upnutí spodní roviny substrátu. Elektrickými okrajovými podmínkami aplikujeme napětí jeden volt mezi spodní a vrchní elektrodu tenké vrstvy. Piezoelektrická tenká vrstva byla modelována elementem typu *SOLID5*. Základní křemíkový substrát je modelován elementem *SOLID45*. Jednotlivé elementy konečných prvků jsou síťovány (*meshed*) s větší hustotou v oblasti mezi křemíkem a *PZT*, ale také v oblasti mezi aktivní a pasivní piezoelektrickou vrstvou. Protože elastické a mechanické vlastnosti tenkých vrstev *PZT* nejsou charakterizovány, jsou použity hodnoty parametrů známých pro objemové krystaly materiálu *PZT* [54, 45].

Z teoretických výpočtů uvedených v odstavci 2.2.1 plyne, že pro zmenšující se plochu vrchní elektrody bychom v limitním případě měli pozorovat piezoelektrické posunutí blízké hodnotám objemových krystalů *PZT*. Jinými slovy na vzorcích s elektrodami s menším průměrem (prakticky mnohem menší než 100 μ m) pozorujeme větší piezoelektrickou odezvu [50]. Tento charakter je však pro průměry vrchních elektrod větších než 150 μ m opačný. Experimentální data ukazují, že čím je větší plocha vrchní elektrody, tím je větší efektivní hodnota piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$ Tuto skutečnost potvrzuje také numerická analýza. Graf na obrázku 2-5 ukazuje posunutí piezoelektrické vrstvy v závislosti na průměru vrchních elektrod. Odděleně jsou vyneseny závislosti posunutí vrchní a spodní roviny *PZT* a jejich rozdíl.



Obrázek 2-5: Numerická analýza deformace piezoelektrické tenké vrstvy v závislosti na průměru vrchní kruhové elektrody. Vyneseno je posunutí vrchní roviny *PZT*, spodní a jejich rozdíl.

Velice zajímavé je posunutí spodní roviny aktivované *PZT* vrstvy, které ukazuje významné pronikání piezoelektrického materiálu do základního křemíkového substrátu. Zde numerická analýza ukazuje zvyšující se pronikání spodní roviny *PZT* do substrátu se zmenšujícím se průměrem vrchní elektrody. Když spočítáme posunutí
pouze tenké piezoelektrické vrstvy *PZT*, tzn. odečteme posunutí spodní roviny od posunutí horní roviny vrstvy, pak zjistíme, že se piezoelektrické posunutí skutečně zvyšuje se zmenšující se plochou vrchní elektrody. Graf na obrázku 2-5 potvrzuje teoretické předpoklady. Samozřejmě toto nemůže být experimentálně ověřeno, protože experimentem měříme vždy posunutí pouze vrchní roviny piezoelektrické tenké vrstvy. Mezivrstevní deformace, pronikání *PZT* do křemíkového substrátu, může poodhalit pouze numerická analýza. Jak ukazuje [51, 55] se zmenšujícím se průměrem vrchních elektrod až do cca 100 µm piezoelektrická odezva klesá. Pro menší elektrody je trend opačný. Uvedená shoda teoretického výpočtu, reálných experimentů a numerické simulace napomáhá hlubšímu pochopení problému piezoelektrické aktivity *PZT* vrstvy na křemíkovém substrátu.

2.3 Vliv vnějších podmínek na piezoelektrické vlastnosti

Podkapitola 2.3 se věnuje vlivu vnějších podmínek na piezoelektrickou odezvu tenkých vrstev materiálu *PZT*. Hlavní pozornost je věnována působícímu elektrickému poli, které v tenké vrstvě vyvolá inverzní lineární a nelineární piezoelektrický jev. Je zde popsán vznik vibrací substrátu (*bending motion*). Okrajově jsou zmíněny závislosti efektivního piezoelektrického koeficientu na frekvenci elektrického pole a na jeho bipolárním působení.

2.3.1 Lineární a nelineární piezoelektrický jev v tenké vrstvě

Piezoelektrické materiály vykazují nelineární chování, jestliže jsou namáhány velkým elektrickým nebo mechanickým polem. Toto silně nelineární chování je indukováno lokálním překlápěním polarizace (tzn. změny směru vektoru polarizace). Tento odstavec se soustřeďuje na vysvětlení podstaty uvedeného jevu. Na základě jednoduchého modelu chování odvozuje ideální tvar křivky piezoelektrické odezvy v závislosti na elektrickém poli (hysterézní *butterfly* křivky).

Výchozí úvahy plynou z jednodoménového krystalu s ideální perovskitovou strukturou, která je ilustrována na obrázku 2-6. Tetragonální krystalová buňka obsahuje oddělené kladné a záporné náboje. Nesymetrie osmistěnů vytváří permanentní dipólové momenty, které se v celém objemu látky projeví jako spontánní polarizace. Zde existují čtyři možné směry vektoru spontánní polarizace: kladný nebo záporný směr podél osy *z* nebo *x* (uvažováno v lokálním souřadnicovém systému). Působením vnějšího elektrického pole dochází k vysunutí centrálního nabitého iontu o mikroskopickou vzdálenost. Při působení slabého vnějšího pole ve směru vektoru polarizace pozorujeme lineární deformaci krystalové struktury. Pokud se vnější pole zvětšuje v opačném směru, aniont se stává nestabilním a přechází do více stabilnější polohy. Pozorujeme překlopení vektoru polarizace o 180° a výrazně nelineární piezoelektrickou deformaci. Elektrické pole kolmé k vektoru polarizace způsobí natočení vektoru polarizace o 90°. Působící tlak může způsobit pouze 90°, tj. feroelastické překlopení.



Obrázek 2-6: Tetragonální perovskitová struktura krystalu *PZT*. Naznačen je pohyb středového iontu *Zr/Ti* při působení vnějšího elektrického pole.

Když aplikujeme velké kladné elektrické pole na feroelektrický materiál, který je multidoménový s mnoha antiparalelními doménami, negativně natočené domény k vnějšímu elektrickému poli se souběžně a nezávisle přeorientují. Proces překlápění si lze rozdělit do několika fází. Nejprve dochází k nukleaci, nehomogenní nukleaci na povrchu feroelektrické vrstvy. Doba nukleace je řádově jednotek nanosekund. Potom se domény začnou rychle roztahovat. Geometrie je podobná drobným jehličkám směřujícím do směru vnějšího pole. Tento režim se nazývá přímým růstem a časově se odehrává také během několika nanosekund. Když "jehličkové" domény překlenou tloušťku vrstvy, musí se také rozšířit do stran v objemu celé aktivované vrstvy. Pozorujeme boční růst, který trvá déle; v závislosti na velikosti vnějšího elektrického pole. Relativní hodnoty doby nukleace, přímého a bočního růstu jsou různé pro jiné feroelektrické materiály. Kinetika překlápění ve feroelektrických tenkých vrstvách není jednoduchá. První komplikací je, že koercitivní pole E_c není konstantní, ale silně závisí na tloušťce vrstvy (zejména pak pro velmi tenké vrstvy). Koercitivní pole a doba překlápění je menší pro domény uvnitř zrn, než pro domény na hranicích zrn. Dále fakt, že nukleace je nehomogenní (hlavně na povrchu) a doménové stěny se pohybují od vrchní elektrody ke spodní, nebo naopak [46, 56, 58].

Pro jednodoménové krystaly předpověděl Caspari a Merz [60] hysterézní *butterfly* chování na základě potenciálového pole, ve kterém se pohybuje středový iont perovskitové struktury. Potenciál ilustruje obrázek 2-7. Pohyb středového iontu mezi potenciálovými jámami, vlivem působení vnějšího pole, se projeví v celém objemu aktivované vrstvy piezoelektrického materiálu. Pak pozorujeme makroskopické piezoelektrické posunutí, které vytváří hysterézní butterfly křivku, viz obrázek 2-8. Bez působení vnějšího elektrického pole spočívá středový iont (*Zr* nebo *Ti*) v rovnovážné poloze (A). Zvětšující se vnější elektrické pole posouvá středový iont směrem k bodu (B). To zároveň způsobí prodloužení krystalu v ose z a smrštění v ose x. Tento popsaný jev je lineární, pokud je aplikované elektrické pole mnohem menší než vnitřní pole. Když elektrické pole působící podél osy z poklesne na nulu a pak vzrůstá v opačném směru, krystal se smrští podél přímky (B-C-D). Překlopení směru vektoru polarizace nastane v bodu (D), kde velikost vnějšího elektrického pole je právě rovna koercitivnímu poli E_c . Zde středový iont skočí z polohy (D) do (C') na opačné straně přes střed osmistěnu (také do protější potenciálové jámy). To způsobí náhlou expanzi struktury. Se záporně vzrůstajícím elektrickým polem následuje spojité protažení z (C') do (B'). Když je elektrické pole opět opačné polarity, tak se další domény začnou překlápět a zaujmou místo z bodu (D') do (C). Jestliže středový iont skočí z (A) do (A'), žádná změna v protažení nemůže být pozorována.



Obrázek 2-7: Tvar potenciálu, ve kterém se pohybuje středový iont Zr/Ti. Převzato z [60].



Obrázek 2-8: Ideální piezoelektrické posunutí PZTvrstvy ve směru osy z při aplikaci elektrického pole většího než je koercitivní pole E_{c^*}

Vnější elektrické pole, při kterém dochází k překlápění, se nazývá koercitivní pole (E_c) . Koercitivní pole rozlišujeme na kladné a záporné $(E_c^+ a E_c^-)$, také z důvodu nesymetrie experimentálních výsledků. Velikost koercitivních polí je značně závislá na tloušťce tenké vrstvy *PZT*, frekvenci působícího elektrického pole a na dalších vlivech spojených s bipolárním namáhání materiálu (např. únava, v odborné

literatuře *fatigue*). Aplikací velkého elektrického pole (větším než pole koercitivní), dosáhneme významného piezoelektrického posunutí v silně nelineárním chování materiálu. Avšak velké působící napětí přináší rychlé stárnutí (degradaci, poklesu piezoelektrické odezvy) piezoelektrického materiálu. Koercitivní pole je jedním z nejvýznamnějších parametrů studovaný pro aplikace feroelektrických pamětí *FeRAM* [61]. U velmi tenkých vrstev se sníží velikost koercitivní pole. To je obrovskou výhodou, protože můžeme snížit také vnější elektrické pole, které způsobí překlopení polarizace. Menší působící napětí má také podstatný vliv na životnost překlápěcího mechanismu. Výsledkem je pak významná redukce napájecích napětí paměťových bloků a snížení spotřeby celého integrovaného systému. Komplikací zůstávají nesymetrie koercitivních polí, které se posouvají právě při aplikaci bipolárních napětí.

V reálném krystalu, kde mohou koexistovat paralelní a antiparalelní domény, nepozorujeme skokovou změnu piezoelektrického posunutí, ale pozvolný přechod přes širší oblast změn intenzity elektrického pole. Také se zde projevují nesymetrie *butterfly* křivek a jejich parametrů. Naměřené křivky jsou uvedeny v kapitole 4.

2.3.2 Vznik vibrací substrátu

Znalosti piezoelektrického chování tenkých vrstev ovlivňují vývoj nových architektur *MEMS* zařízení. Mezi studované vlastnosti patří zejména skutečné materiálové konstanty *PZT* vrstev (d_{33}). Deformace aktivované piezoelektrické tenké vrstvy vyvolají také vedlejší vibrace substrátu. Pro kompletní charakterizaci systému tenkých vrstev *PZT* jsou důležitá piezoelektrická posunutí, ale také znalosti o chování kmitů substrátu. Obecně je amplituda kmitů substrátu řádově větší než amplituda piezoelektrického posunutí *PZT* vrstvy. Experimentálně jsou výrazné kmity překážkou a musí být alespoň částečně eliminovány vnějšími podmínkami.

Působením vnějšího elektrického pole se aktivovaná PZT vrstva deformuje. Tyto deformace se přenášejí mechanickou energií na substrát, protože piezoelektrická tenká vrstva je mechanicky dobře upnutá k základnímu křemíkovému substrátu. Proces vzniku vibrací ilustruje obrázek 2-9. Nejprve uvažujme případ a), kde je aplikováno kladné napětí ve směru vektoru polarizace vrstvy. PZT vrstva se deformuje v podélném směru (vzhledem k působícímu napětí) a pozorujeme posunutí d_o . Toto posunutí je přímo úměrné efektivní hodnotě piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$. Tloušťkové rozpínání je doprovázeno také příčným zúžením d_{1} . Piezoelektrická deformace se přenáší na substrát, který podléhá působení mechanické energie a prohýbá se s výchylkou $-s_0$. Pokud je aplikováno záporné elektrické pole (obr. 2-9b), pak pozorujeme analogické chování. V tomto případě dochází k tloušťkovému smrštění PZT vrstvy a tím pádem k příčnému rozpínání. Opět dobrá mechanická vazba mezi PZT vrstvou a křemíkovým substrátem přispěje k přenosu mechanické energie. Pozorujeme prohnutí substrátu s výchylkou +s_o. Působením bipolárního harmonického napětí na tenkou PZT vrstvu vznikají kmity substrátu jako vedlejší projev piezoelektrické deformace PZT vrstvy.



Obrázek 2-9: Deformace piezoelektrické tenké vrstvy pozorované při aplikaci statického elektrického napětí. *PZT* vrstva se deformuje v podélném směru d_o (vzhledem k působícímu napětí). Posunutí ve směru příčném d_1 způsobuje vznik vibrací substrátu s amplitudou posunutí s_0 . Posunutí d_o je s vibracemi s_o v protifázi. Ilustrace není v měřítku.

Obecně platí, že amplituda vibrací je řádově větší než amplituda piezoelektrického posunutí tenké vrstvy *PZT*. Na základě těchto jednoduchých úvah je jasné, že smysl posunutí tenké vrstvy a substrátu je vždy opačný, tj. v protifázi. V lokální oblasti aktivované piezoelektrické tenké vrstvy musí tedy platit následující nerovnost:

$$|d_0| \ll -|s_0| \tag{2-18}$$

Dále lze předpokládat, že chování vibrací substrátu bude podobné jako chování piezoelektrické tenké vrstvy, protože jsou tyto jevy vázány mechanickou energií. Aktivní piezoelektrickou vrstvou vyvolané kmity substrátu mají také hysterézní charakter a můžeme zde pozorovat stejné butterfly křivky, avšak s výrazně větší amplitudou posunutí. Pokud nejsou oba jevy odděleny, pak to může vést k nesprávné interpretaci chování piezoelektrických vrstev a definici velikosti posunutí *PZT*.

Výrazně odlišné velikosti posunutí přináší jisté komplikace pokud potřebujeme znát pouze posunutí tenké vrstvy d_0 a odpovídající piezoelektrický koeficient d_{33} , popř. $d_{33,eff}$. Při experimentálních měření je třeba uvedená dvě posunutí (d_0 a s_0) od sebe bezpodmínečně oddělit. V principu existují dvě základní řešení, mechanické a optické. První využívá pevného mechanického upnutí substrátu na masivnější podložku. Tím se výrazně potlačí vibrace substrátu. Pevné upnutí substrátu (přilepení na skleněnou destičku) se využívá u metody LDV (*Laser Doppler Vibrometer*), viz odstavec 3.3. Avšak zde eliminace vibrací křemíkového substrátu není úplná a je nutné dodržet další podmínky, které jsou blíže diskutovány v kapitolách 3, 4 a 5. Druhou možností jak oddělit piezoelektrické posunutí od vibrací substrátu je použití vhodné optické metody. Využívá se toho, že substrát se celý prohýbá aniž by měnil svojí tloušťku. Tloušťkové deformace celé struktury jsou dány pouze piezoelektrickým posunutím tenké vrstvy. Tento princip je aplikován dvoupaprskovou metodou, kde jeden paprsek sonduje posunutí vrchní roviny vzorku a druhý měří posunutí spodní strany substrátu. Samotnou optickou metodou jsou tato posunutí od sebe odečtena a výsledkem je měření pouze příčné deformace vrstev ve struktuře vzorku, tj. piezoelektrické posunutí d_0 . Optický princip eliminace substrátu je popsán v odstavci 3.2.2.

Cílem této práce není popis vibrací substrátu. Tomuto tématu se věnují např. [62, 63, 64]. Při experimentálních měření piezoelektrického posunutí je vždy nutné částečně kmity substrátu eliminovat. Zejména pak pro vyšší budící frekvence narůstá amplituda vibrací substrátu. Proto musí být vzorek dostatečně mechanicky upnut k masivnímu držáku. A to i v případě optické eliminace vibrací dvoupaprskovou metodou. Pro jednoparsková optická měření musí být splněny ještě další podmínky.

2.3.3 Vliv frekvence budícího elektrického pole a časová degradace

Piezoelektrické posunutí tenké vrstvy je přímo úměrné působícímu elektrickému poli. V reálných aplikacích se používá bipolárního elektrického pole (většího než pole koercitivní E_c) pro vybuzení dostatečného posunutí. Mechanismus překlápění dipólů v materiálu podléhá několika druhům degradace a změn. Hysterézní chování piezoelektrické tenké vrstvy se během napěťových cyklů mění a vznikají různé asymetrie. Bipolární pulsy působí na materiál destruktivně. Čím větší je působící elektrické pole opačné polarity, tím je degradace vlastností výraznější. První jev, který můžeme pozorovat ihned po několika prvních cyklech působícího bipolárního napětí je posun hysterézní smyčky ve směru vertikální osy. To je dáno vznikem povrchových nábojů na rozhraní Pt/PZT [8]. Hysterézní smyčka se také posouvá ve směru horizontální osy. Absolutní hodnoty kladného (E_c^+) a záporného (E_c^-) koercitivní pole se liší. Tento posun je dán geometrickou asymetrií vrchní a spodní elektrody (musí být vyrobeny ze stejného materiálu) a vznikem vnitřních lokálních polí uvnitř struktury. Problém asymetrie je například v paměťových modulech řešen komplikovanějším designem paměťových buněk, který na čipu zabírá větší prostor.

Celková odezva piezoelektrického chování se také snižuje vlivem únavy materiálu (v odborné literatuře *fatigue*). Únava je charakteristická pro feroelektrika. Je to množství náboje, který se překlápěním snižuje při působení cyklujícího bipolárního vnějšího elektrického pole. To je příčinou poklesu remanentní polarizace s počtem překlápěcích cyklů. Ve skutečnosti se polarizace základní krystalové buňky nemění s počtem cyklů. Místo toho se pomalu snižuje počet buněk a domén, které jsou schopné se překlápět. U materiálu *PZT* ve formě tenké vrstvy pozorujeme pokles přibližně o 20 % po 10⁷ bipolárních cyklech [65]. Příměs manganu do *PZT* napomáhá odbourat vliv únavy a to až do 10¹⁰ cyklů [66]. Snížení operativního napětí paměťových modulů z 5.0 V na 3.3 V a v blízké budoucnosti na 1.1 V podstatně redukuje únavu feroelektrika.

Parametry hysterézního chování jsou značně závislé na frekvenci. Fyzikální podstatou změny koercitivního pole s frekvencí je ta, že překlápění dipólů ve feroelektrikách zahrnuje pohyb doménových stěn. Pohybu doménových stěn uvnitř feroelektrika brání jistý odpor a viskozita, která obvykle vzrůstá s frekvencí. Závislost koercitivního pole na frekvenci je ekvivalentní k závislosti na šířce pulsu (je to pouze Fourierova transformace). Vyšší frekvence, nebo také kratší puls, způsobí větší koercitivní pole E_c . Při charakterizačních testech hraje také významnou roli relaxační čas překlápění dipólů, který může být až v desítkách sekund [40]. Nejvyšší přesnosti měření feroelektrického a piezoelektrického chování tenkých vrstev se dosahuje při nízkých frekvencích 50-60 Hz, nebo 1-10 kHz. Vznik asymetrií hysterézních smyček bude dále diskutován na naměřených charakteristikách v odstavci 4.4.5.

2.4 Parametry testovaných vzorků

Vzorky s tenkou piezoelektrickou vrstvou na křemíkovém substrátu byly dodány oddělení *MIMM (Matériaux et Intégration pour la Microélectronique et les Microsystemes)* na univerzitě *USTL (Université des Sciences et Technologies de Lille)* ve francouzském Lille. Všechny testované vzorky mají stejnou strukturu jednotlivých vrstev: $Si/SiO2/Ti/Pt/Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3/Pt$. Piezoelektrická tenká vrstva je kontinuální po celé ploše substrátu, nebo lokalizovaná v kruhových oblastech (tzv. ostrůvková struktura). Velikost substrátu je přibližně 15 x 20 mm². Schématické znázornění ilustruje obrázek 2-10, rozměry doplňuje tabulka 2-3.



Obrázek 2-10: Schématické znázornění kontinuální (a) a ostrůvkové (b) struktury vzorků s tenkou piezoelektrickou vrstvou. Význam geometrických parametrů: *p* - průměr vrchní platinové elektrody (v řadě 150-250-500-1000 μm), *n* - průměr lokální kruhové oblasti *PZT* vrstvy, *o* - tloušťka křemí-kového substrátu, *m* - tloušťka *PZT* vrstvy

Tabulka 2-3: Shrnutí geometrických rozměrů dostupných vzorků s piezoelektrickou tenkou vrstvou PZT na křemíkovém substrátu. Jednotlivé parametry ilustruje obrázek 2-10.

	struktura vrstvy PZT			
parametr	kontinuální	ostrůvková		
<i>m</i> [µm]	0.7 - 2.2	1.3 - 1.8		
<i>o</i> [µm]	360	360		
<i>n</i> [µm]	-	1000, 500, 250		
<i>p</i> [µm]	1000, 500, 250, 150	500, 250, 150		

Krystalová orientace byla testována X-paprskovým difraktometrem Siemens D5000. Orientace křemíkového substrátu je (1 0 0), platinových elektrod (1 1 1). Převládající krystalová orientace piezoelektrické vrstvy *PZT* je u všech vzorků (1 1 1). Poměr Zr/Ti je volen v blízkosti morfotropní fázové hranice, konkrétní hodnoty uvádí tabulka 2-4. Technologický postup výroby (*PZT* depozice probíhá vysokofrekvenčním magnetronovým naprašováním) a význam vrstev je popsán v odstavci 2.1. Tloušťka *PZT* vrstvy (700 až 2200 nm) a vrchní platinové elektrody (90 až 120 nm) byla měřena profilometrem *Tencor Alpha Step v371*. Polarizačním mikroskopem *Olympus* probíhá kontrola geometrických tvarů vrchních elektrod a čistoty vzorků. Na spodní stranu substrátu byla napařena vrstva zlata pro dosažení lepší odrazivosti laserového paprsku při testech dvoupaprskovým interferometrem DBLI.

Tabulka 2-4: Seznam parametrů testovaných vzorků. Význam veličin a symbolů: *p* - průměr vrchní platinové elektrody (v řadě 150-250-500-1000 μm), *n* - průměr lokální kruhové oblasti *PZT* vrstvy, ¢ - kontinuální struktura *PZT*, ¤ - lokální ostrůvková struktura *PZT* vrstvy.

označení	výrobní číslo	poměr <i>Zr/Ti</i>	tloušťka m [μm]	<i>PZT</i> film	<i>р</i> [µm]	<i>n</i> [μm]	rok/měsíc depozice
No.1	f061A	60/40	1.0	¢	150 - 1000	-	01/2003
No.2	f061B	60/40	1.9	¢	150 - 1000	-	01/2003
No.3	f061C	60/40	2.2	¢	150 - 1000	-	01/2003
No.4	f073A	60/40	1.3	¤	150 - 500	250-1000	03/2005
No.5	f073D	60/40	1.3	¤	150 - 500	250-1000	03/2005
No.6	f492A	54/46	0.7	¢	250 - 1000	-	10/2005
No.7	-	54/46	1.1	¢	150 - 1000	-	-/2002



Obrázek 2-11: Fotografie vzorku (No.5) s ostrůvkovou strukturou (a). Detail krystalových zrn tenké vrstvy *PZT* v blízkosti vrchní platinové elektrody (b).

Kapitola 3

Standardní měřící metody piezoelektrického posunutí tenkých vrstev

V úvodu této kapitoly bych rád připomenul, že v současné době neexistuje universální norma (či standard) pro testování vlastností tenkých vrstev. A to jak v oblasti feroelektrických měření (např. křivky P(E), C(U), atd.), tak ani pro nejrůznější testy spojené s dnes již rozšířenými aplikacemi feroelektrických pamětí [8]. Pro měření feroelektrických vlastností tenkých vrstev se často využívá modulární měřící systém *Aixacct*[®] [67] (též použitý v této práci). V oblasti měření piezoelektrických vlastností nejsou světové laboratoře jednotné a to ani v metodách měření. I když metod se nabízí několik, stále není rozhodnuto, která z nich dokáže poskytnout správné a potřebné parametry. Prezentované výsledky se také značně liší [68, 69, 70]. V této kapitole jsou předvedeny dvě optické metody: dvoupaprskový laserový interferometr (DBLI) a komerčně rozšířený jednopaprskový vibrometr firmy *Polytec*[®] (LDV). Obě metody jsou vhodné pro měření inverzního piezoelektrického jevu v tenkých vrstvách za předpokladu, že jsou dodrženy určité sofistikované postupy a podmínky. Tyto postupy jsou diskutovány v této kapitole a následně pak doplněny a předvedeny na konkrétních výsledcích v kapitolách 4 a 5.

3.1 Stručný přehled měřících metod

Pro charakterizaci piezoelektrických vlastností tenkých vrstev se používá především podélný piezoelektrický koeficient d_{33} . Měření tohoto koeficientu využívá přímého, nebo inverzního piezoelektrického jevu. V prvním případě působící tlak tenkého hrotu v *PZT* vrstvě indukuje napětí, které je detekováno (*charge integration method* [74, 75, 76, 77]). Elektroakustická sonda realizuje měření d_{33} také přímým piezoe-lektrickým jevem [78]. Více rozšířené jsou však metody, které detekují malé posunu-tí vyvolané inverzním piezoelektrickým jevem. Ty můžeme rozdělit do dvou skupin podle velikosti plochy, na které je posunutí měřeno. První skupina pracuje na principu mikroskopie atomárních sil (*Atomic Force Microscopy - AFM* [79,12, 80]), nebo tunelového mikroskopu (*Scanning Tunneling Microscopy - STM* [82, 83]). Měřící hrot je o průměru 150 až 300 nm, který může skenovat oblast o velikosti typicky 10 x 10 µm². Můžeme pozorovat pohyb jednotlivých zrn piezoelektrické vrstvy. Proto jsou tyto metody vhodné především z hlediska materiálového inženýrství. Jejich obrovskou výhodou je extrémní rozlišovací schopnost a dobré grafické zob-

razení povrchu. Druhá skupina detekuje malé posunutí vyvolané inverzním piezoelektrickým jevem na ploše řádu desítek mikrometrů. Tyto optické metody pracují na principu laserových interferometrů [84]. Optická sonda je prakticky definována průměrem laserového paprsku, který je fokusován na vzorek. Pro měření piezoelektrického posunutí tenkých vrstev je upřednostňován dvoupaprskový interferometr, který eliminuje vibrace substrátu [85, 87]. Dvoupaprskové schéma laserového Mach-Zehnderova interferometru se stalo měřícím standardem pouze s drobnými úpravami, které uvádí např. [88, 89, 91, 92, 93].

3.2 Dvoupaprskový laserový interferometr (DBLI)

Měření piezoelektrických koeficientů metodou laserové interferometrie je založeno na detekci optického signálu. Elektrickým polem vyvolané kmity vrchní elektrody vzorku, na které dopadá měřící laserový paprsek, způsobí změnu fázového rozdílu optických elektromagnetických vln měřící a referenční větve interferometru. Při správném nastavení je amplituda změn fázového rozdílu úměrná amplitudě mechanického posunutí d_0 tenké vrstvy *PZT*. Výsledný fázový rozdíl se podle základních rovnic interference [96, 95] projeví ve změně intenzity složených paprsků (superpozice měřícího a referenčního). Intenzita je vyhodnocena pomocí přístrojové měřící soustavy. Zjednodušeně můžeme uvedenou závislost zapsat následující relací:

$$\delta I(t) \sim \delta \varphi(t) = \frac{4\pi}{\lambda} \cdot \delta d_0(t) \tag{3-1}$$

kde δI je relativní časová změna intenzity, která odpovídá změně fázového posuvu $\delta \varphi$. Fázový posuv je nepřímo úměrný vlnové délce λ použitého laserového paprsku a přímo úměrný relativní amplitudě piezoelektrického posunutí tenké vrstvy δd_o . Na základě detekce relativních změn intenzity v pracovním bodě optické soustavy můžeme stanovit amplitudu posunutí. Přesný postup výpočtu je uveden v [15, 97].

3.2.1 Optická část měřícího interferometru

Měřící soustava interferometru je sestavena ve dvou oddělených místnostech. Optická část se nachází v zatemněné místnosti a je umístěna na masivním žulovém stole, který zajišťuje dostatečnou mechanickou stabilitu interferometru. Měřící přístroje jsou umístěny ve vedlejší místnosti, kde se nastavují, zaznamenávají a zpracovávají požadované veličiny.

Blokové schéma celého dvoupaprskového interferometru je na obrázku 3-1. Zdrojem světelných paprsků je He-Ne laser. Vystupující jednomódový paprsek je lineárně polarizován. Intenzita světla je stabilizována pomocí zpětné vazby laseru. Laserový paprsek nejprve prochází Faradayovou celou FC, která zabraňuje zpětným odrazům vniknout do laseru. Po průchodu půlvlnovou destičkou PP1 vznikají dvě ortogonální polarizace světla [95]. Na polarizačním děliči BS1 se paprsek rozdělí do dvou větví, a to tak, že každý směr polarizace putuje do jiné větve. Referenční



strana | 35

paprsek se odráží od pevně umístěného zrcátka M3, piezoaktuátoru PA a pokračuje přímo na dělič paprsků BS3. Piezoaktuátor je součástí zpětnovazebního obvodu, který nastavuje pracovní bod měřící soustavy. Převod mezi intenzitou a posunutím je v pracovním bodu lineární a interferometr zde dosahuje největší citlivosti.

Měřící paprsek je spojnou čočkou L1 zaostřen na vrchní elektrodu vzorku s tenkou *PZT* vrstvou. Zde se odráží zpět na dělič BS1. Čtvrtvlnová destička PP2 (podobně i PP3) plní funkci optického izolátoru. Nejprve změní polarizaci přímého paprsku z lineární na kruhovou. Po odrazu od vrchní elektrody se posune fáze paprsku o 2π . Dalším průchodem přes čtvrtvlnovou destičku se opět polarizace paprsku linearizuje, avšak do směru kolmého oproti původnímu. Tím je zachována ortogonalita přímého i odraženého paprsku a zabrání se jejich vzájemné interferenci. Zrcadly M1 a M2 je měřící paprsek přiveden na dělič paprsků BS2. Spojnou čočkou L2 je fokusován na zadní stěnu vzorku, tedy na substrát. Přímý měřící paprsek (dopadající na vrchní elektrodu) a lomený měřící paprsek (dopadající na zadní stěnu, substrát) vytvářejí v rovině vzorku optickou sondu. Přesnějšímu popisu optické sondy a jejím parametrům je věnován odstavec 3.2.3.

Měřící paprsek je odrazem na zrcátku M4 přiveden na dělič paprsků BS3. Na diagonální stěně děliče BS3 se setkává s referenčním paprskem. Společně jsou pak zrcátkem M5 přivedeny na fotodetektor PD. Po průchodu polarizátorem PL získávají oba paprsky stejný směr polarizace a již spolu interferují. Čočka L3 zvětší průřez paprsků. Na fotodetektoru pozorujeme interferenční soustředné kružnice. Kontrast interferenčního obrazce je závislý na nastavení optické soustavy, především správný úhel natočení všech fázových destiček. Dále na reflexivitě vrchní elektrody vzorku a substrátu. Kontrast také ovlivňuje kvalita odrazových ploch jednotlivých zrcadel a optických děličů a průchodnost ostatních optických prvků, popř. kvalita jejich antireflexních vrstev.

Měřící paprsek urazil optickou dráhu relativně delší o dvojnásobek piezoelektrického posunutí tenké vrstvy d_0 , v porovnání s referenčním paprskem. Relativní rozdíl optických drah paprsků způsobí změnu fázového rozdílu obou interferujících složek. Tím se relativně změní intenzita výsledného interferenčního obrazce. Změna intenzity optického paprsku je fotodetektorem převedena na elektrický signál, který je vyhodnocen měřícími přístroji (viz níže odstavec 3.2.4).

3.2.2 Princip eliminace vibrací substrátu

Při vyvolání piezoelektrického jevu v tenké vrstvě dochází k různým mechanickým jevům. Prvním z nich je deformace samotné tenké vrstvy *PZT*. Tato deformace je základní vlastností, kterou chceme metodou DBLI měřit. Protože mechanická deformace piezoelektrického materiálu *PZT* v podobě tenké vrstvy působí také na další vrstvy ve struktuře vzorku, dochází ke vzniku vibrací křemíkového substrátu (viz 2.3.2). Chvění substrátu je z hlediska měření vlastností tenké piezoelektrické vrstvy nežádoucí. Správným nastavením optické sondy (viz 3.2.3) dochází k úplné eliminaci těchto vibrací přímo měřící aparaturou.

Měřené piezoelektrické posunutí tenké vrstvy si můžeme představit jako zvětšování tloušťky v řezu vzorkem v místě optické sondy. Naproti tomu nežádoucí vibrace substrátu fiktivní element vzorku posouvají, jak naznačuje obrázek 3-2.

Kapitola 3 | Standardní měřící metody piezoelektrického posunutí tenkých vrstev

Na obrázku 3-2a vidíme, že pozorovaný element vzorku se pohybuje vlivem vibrací směrem proti přímému měřícímu paprsku. Relativní optická dráha přímého měřícího paprsku se zmenší o vzdálenost s_0 . Avšak o stejnou vzdálenost se zvýší optická dráha zadního (lomeného) měřícího paprsku. V místě spojení měřícího a referenčního paprsku není optická dráha měřícího paprsku ovlivněna posunutím o vzdálenost s_0 . Tímto principem metody DBLI jsou nežádoucí vibrace substrátu eliminovány a měřené posunutí odpovídá deformacím d_0 pouze tenké vrstvy *PZT*.



Obrázek 3-2: Eliminace vibrací substrátu principem dvoupaprskového laserového interferometru.

Je nutné poznamenat, že k úplné eliminaci vibrací substrátu dochází pouze u přesného nastavení optické sondy. Významným parametrem je především nastavení přímého a lomeného měřícího paprsku do jedné osy s přesností řádu desítek mikrometrů. Postupu nastavení se věnuje níže odstavec 3.2.3.

Dále je dobré si uvědomit, že ve struktuře vzorku (*Si/SiO2/Ti/Pt/PZT/Pt*, blíže odstavec 2.1.1, kapitola 2) může docházet k vedlejším podélným (ve smyslu působícího elektrického pole) tloušťkovým deformacím. Piezoelektrickým jevem vyvolaná deformace, kterou chceme měřit (d_0), se projeví nejen posunem vrchní elektrody, ale také posunem spodní elektrody směrem do základního substrátu. Tyto vnitřní deformace nelze žádnou z dostupných metod pozorovat a jejich význam je numericky simulován (viz odstavec 2.2.3 v kapitole 2 a podkapitola 5.2 kapitola 5).

3.2.3 Parametry a postup nastavení optické sondy

Dvoupaprskový laserový interferometr vytváří v měřící větvi optickou sondu. Ta je složena z přímého paprsku dopadajícího na vrchní elektrodu vzorku a paprsku lomeného, který je fokusován na zadní stranu substrátu vzorku (viz obr. 3-3). V tomto odstavci je popsán postup nastavení optických prvků tak, aby optická sonda splňovala potřebné parametry. Mezi základní parametry sondy patří poloměr příčného průřezu optického svazku v rovině vzorku, hloubka ostrosti a souosost protijdoucích měřících paprsků (přímý a lomený). S dostatečnou přesností jsou tyto parametry nastaveny pomocí pasivní mikrooptické metody využívající difrakčních jevů na kalibračním terčíku.



Obrázek 3-3: Důležité parametry nastavení optické sondy, kde $2w_i$ je průměr přímého měřícího paprsku v rovině vzorku, *a* souosost přímého a lomeného měřícího paprsku a *h* hloubka ostrosti (bližší definice následuje níže).

Divergenční úhel laserového paprsku

Nejprve je třeba zjistit parametry laserového paprsku He-Ne laseru. Lineárně polarizovaný koherentní paprsek vystupující z laseru má profil intenzity gaussovského charakteru v TEM_{00} módu (v každém příčném průřezu dosahuje intenzita největší hodnoty v optické ose šíření). Se zvětšující se vzdáleností od laseru průměr paprsku narůstá (od jisté vzdálenosti lineárně). K popisu tohoto rozšiřování svazku stačí znát divergenční úhel. Ten určíme na základě měření velikosti stopy v daleké vzdálenosti od laseru. Z geometrie plyne následující vztah:

$$\theta = \operatorname{arctg} \frac{w}{z},\tag{3-2}$$

kde θ je divergenční úhel, *w* poloměr stopy laserového paprsku ve vzdálenosti *z*. He-Ne laser, používaný v optickém interferometru, má na základě uvedeného měře-

ní divergenční úhel θ = 1.132·10⁻³ rad (tj. 3′50′′).

Protože budeme nastavovat průměr optického paprsku v rovině vzorku, je nutné nejprve zjistit průměr svazku před optickou sondou, přesněji před čočkou L1 (viz obr. 3-1). V našem konkrétním případě je spojná čočka L1 s ohniskovou vzdáleností $f_1 = 40$ mm umístěná ve vzdálenosti z = 365 mm od laseru. Na základě znalosti divergenčního úhlu, lze stanovit poloměr svazku v této vzdálenosti od laseru, který je $w_0 = 413 \mu$ m. Velikost průměru svazku lze ověřit pomocí jevu difrakce na tenké struktuře (průhledná kruhová destička s jemnými ryskami ve tvaru kříže, viz obr. 3-4), který je posouván do cesty optického paprsku pomocí mikroposuvného stolku. Pokud laserový paprsek protíná rysku kalibračního terčíku pozorujeme difrakční strukturu na stínítku. Touto metodou byl stanoven průměr optického svazku měřící větve v rovině těsně před spojnou čočkou L1 na $2w_0 = (830 \pm 20) \mu$ m.

Průměr paprsku optické sondy

Do cesty přímého měřícího paprsku vložíme spojnou čočku L1. Ta má za úkol fokusovat přímý měřící paprsek na vrchní elektrodu vzorku. V rovině vzorku, nebo také v ohniskové vzdálenosti čočky, pak poloměr optického svazku dosahuje svého minima. Otáčení objektivu s čočkou umožňuje zaostření ohniska do správné roviny. Z tohoto důvodu musí být čočka L1, ale také čočka L2 (ohnisková vzdálenost $f_2 = 50$ mm), nastavená v optické ose měřícího paprsku (při zaostřování nesmí docházek k jeho odklánění). Opět pomocí jednoduché geometrie stanovíme poloměr kružnice opisované laserovým paprskem při zaostřování čoček L1 a L2. Přesnosti nastavení ±20 µm v rovině optické sondy je dosaženo, když ve vzdálenosti z = 800 mm (okraj optického stolu, kam umístíme stínítko) opisuje laserový paprsek kružnici o poloměru menší než 0.5 mm. Měřící laserový paprsek se po průchodu čočkou L1 fokusuje do ohniska a tím se také zmenšuje jeho příčný poloměr podle vztahu (3-3). Čočka L1 leží dostatečně mimo ohniskovou hloubku dopadajícího svazku, který můžeme aproximovat sférickou vlnou a tak použít vztahy odvozené na základě paprskové optiky [95].

$$w_1 = \frac{\lambda \cdot f_1}{\pi \cdot w_0},\tag{3-3}$$

kde w_1 je poloměr fokusované stopy čočkou s ohniskovou vzdáleností f_1 . Optický paprsek vlnové délky λ má před čočkou poloměr w_0 . Dosazením do vztahu (3-3) získáme velikost příčného poloměru svazku v ohnisku čočky L1, který lze teoreticky dosáhnout. Přibližně je $w_1 = 20 \ \mu\text{m}$. Tento důležitý parametr optické sondy byl ověřen pomocí difrakce a stanoven na hodnotu $2w_1 = (40 \pm 20) \ \mu\text{m}$. V odborné literatuře je velikost bodu - *spot size*.

Hloubka ostrosti optické sondy

Ohnisko čočky L1 určuje rovinu vzorku, protože zde má paprsek nejmenší příčný průměr. Na obě strany od ohniska se průměr optického svazku postupně rozšiřuje. Pro umístění vzorku je důležité znát velikost tohoto rozšíření. Axiální vzdálenost, podél které je poloměr svazku menší než 105 % hodnoty w_i , je označována jako

ohnisková hloubka. Stanovíme ji na základě výpočtu hloubky ostrosti gaussovského svazku za spojnou čočkou podle vztahu:

$$h = \frac{\pi \cdot w_1^2}{\lambda} \cdot \left[\left(\frac{w_z}{w_1} \right)^2 - 1 \right]^{1/2}, \qquad (3-4)$$

kde *h* je ohnisková hloubka (na jednu stranu od ohniska), w_1 je příčný poloměr svazku v ohnisku čočky L1 (výpočet viz výše). Poměr $w_z/w_1 = 1.05$ odpovídá právě 5% zvětšení poloměru ve vzdálenosti *h* od ohniska. Dosazením výše uvedených parametrů zjistíme, že poloměr paprsku se zvětší o 5 % ve vzdálenosti přibližně $z = 600 \mu m$ od ohniska. Z těchto výpočtů vidíme, že nastavením vzorku do ohniskové roviny čočky L1 s přesností ±0.6 mm, bude mít stopa optické sondy poloměr maximálně o 5 % větší, než je poloměr w_1 .

Setkáváme se také s definicí ohniskové hloubky jako axiální vzdálenost pro příčné zvětšení poloměru svazku na hodnotu $\sqrt{2w_i}$. Volbou této podmínky by se ohnisková hloubka protáhla až do vzdálenosti ±1.8 mm od ohniska čočky L1. Hloubka ostrosti tedy není kritickým parametrem optické sondy.

Z výše uvedeného je zřejmé, že přesná poloha spojných čoček L1 a L2 se významně podílí na nastavení optické sondy. Proto byl navržen a mechanikem zkonstruován speciální rám pro uchycení zmíněných čoček a čtvrtvlnových destiček PP1 a PP2. Precizního nastavení je docíleno jemným nezávislým posunem obou čoček ve směru optických os. Nastavení středů čoček do jedné optické osy umožňuje uchycení celého rámu v precizním naklápěcím stolku firmy *Ealing*[®]. Doladění souososti čoček je docíleno nezávislým posunem čočky L2 ve dvou směrech kolmých na optickou osu. Těchto mechanických předností je vhodně využito při postupu nastavení optické sondy.



Obrázek 3-4: Nastavení optické sondy. a) Kalibrační terčík. b) Difrakční obrazec pozorovaný na stínítku po průchodu laserového paprsku křížem kalibračního terče.

Postup nastavení optické sondy

V předchozích odstavcích byly popsány parametry přímého měřícího optického

paprsku. Aby bylo nastavení optické sondy úplné a samotným principem dvoupaprskového interferometru docházelo k eliminaci chvění substrátu od piezoelektrického posunutí (viz 3.2.2), je třeba nastavit přímý a lomený měřící paprsek do jedné osy. K nastavení souososti protijdoucích paprsků měřící větve interferometru se používá průhledný kalibrační terčík kruhového tvaru s tenkými ryskami ve tvaru kříže, jak je naznačeno na obrázku 3-4.

- a) Přímý měřící optický svazek nastavíme do horizontální roviny pomocí clony s malým otvorem za ústím z laseru a na druhém konci optického stolu. Výšku clony nad rovinou stolu si ponecháme pro další nastavení.
- b) Na mikroposuvný stolek umístíme vzorek a kalibrační terčík, tak aby rysky terčíku byly ve stejné rovině jako vrchní plocha vzorku. Vzorek nastavíme do ohniska čočky L1. Otáčením objektivu s čočkou L1 zaostřujeme přímý měřící paprsek na čelní plochu vzorku. Pomocí kalibračního terčíku, který je umístěn také v rovině vzorku, kontrolujeme příčný poloměr optického paprsku (optické sondy). Tímto nastavíme vzorek do ohniska čočky L1, kde je příčný poloměr optického paprsku minimální. Přesnost nastavení vzorku v axiální rovině je omezena hloubkou ostrosti optické sondy.
- c) Vzorek posuneme mimo optickou osu měřícího paprsku. Přímý měřící paprsek prochází pouze kalibračním terčíkem. Na stínítku vloženém za fázovou destičkou PP3 pozorujeme difrakční obrazec vzniklý průchodem paprsku kalibračním terčíkem. Pohybem posuvného stolku s terčíkem, a již upevněným vzorkem, nastavíme difrakční obrazec v horizontální a vertikální ose (difrakcí vzniká na stínítku kříž). Čočky L1 a L2 jsou nastavené v optické ose (viz výše), aby nedocházelo k odklonu paprsku při jejich zaostřování. Do roviny srovnáme také polarizační dělič paprsků BS2.
- d) Posunem polohovacího stolku se vzorkem a kalibračním terčíkem v horizontální rovině musí být viditelný difrakční vertikální čára po celé délce posuvu. Kalibrační terčík je v tom případě nastaven vodorovně s kolmými posuvy polohovacího stolku. Terčík nastavíme do takové pozice (pomocí mikroposuvného stolku), abychom pozorovali kompletní difrakční kříž.
- e) Protože kalibrační terčík se skládá ze dvou křížků vzdálených o 3.12mm, posuneme stolek se vzorkem o tuto vzdálenost. Tím zasuneme vzorek do dráhy měřícího paprsku. Na čelní straně vzorku (vrchní elektroda) se přímý měřící paprsek odráží a prochází zpět čtvrtvlnovou destičkou PP2 a čočkou L1 na dělič BS1. Kolmost odrazu paprsku kontrolujeme na zadní stěně čočky L1 (blíže ke vzorku) a nastavujeme ji naklápěním mikroposuvného stolku.



Obrázek 3-5: Nastavení přímého a lomeného měřícího paprsku do jedné osy. Vzorek je společně s kalibračním terčíkem upevněn k mikroposuvnému stolku se šesti stupni volnosti směru pohybu (přesnost nastavení ±20 μm). a) přímý paprsek prochází kalibračním terčem a vytváří difrakční obrazec. b) vzorek společně se vzorkem posuneme o vzdálenost *q*, odraz lomeného parsku BPB vytváří na stínítku difrakční kříž.

- f) Protože i malou rotací polohovacího stolku dochází k mírnému rozladění, je třeba se vrátit a zopakovat nastavení popsané v bodech ad c) až ad e).
- g) Nyní nastavíme výšku lomeného měřícího paprsku. Nejprve umístíme pinhol mezi zrcátka M1 a M2. Natáčením zrcátka M1 nastavíme výšku odraženého paprsku. Obdobně pomocí zrcátka M2 nastavíme výšku paprsku dopadajícího na zadní stranu vzorku (substrát), tzn. že mezi dělič BS2 a čočku L2 vložíme pinhol.
- h) Lomený měřící paprsek, po odrazu od zadní strany vzorku, necháme procházet děličem BS2. Přesnou polohu protijdoucích měřících paprsků doladíme jemným pohybem zrcátka M2. Přesné nastavení je docíleno, pokud na stínítku za děličem BS2 pozorujeme kompletní difrakční křížek.
- Citlivým natočením kalibrační terčík odkloníme od dráhy laserových paprsků. Nyní je měřící větev nastavena. Pomocí zrcátka M4 je paprsek měřící větve přiveden na dělič BS3, kde se setkává s referenčním optickým svazkem.

Uvedeným postupem lze docílit dostatečně přesného nastavení. Následující tabulka 3-1 shrnuje seznam hodnot důležitých parametrů:

Tabulka 3-1: Nejvýznamnější parametry optické sondy a jejich hodnoty nastavené postupem uvedeným v tomto odstavci. Průměr paprsku je stanoven teoretickým výpočtem (vzorec 3-3) a experimentálně. Souosost přímého a lomeného paprsku je stanovena experimentálně. Hloubka ostrosti je dána vztahem 3-4 a také ověřena experimentálně.

parametr	význam	velikost [µm]
$2w_1$	průměr paprsku	40 ± 20
а	souosost	50 ± 20
2h	hloubka ostrostri	1200

Před každým měřením je třeba provádět kontrolu nastavení optické sondy. Při výměně, nebo manipulaci se vzorkem je provedení výše popsaného postupu nutnou samozřejmostí.



Obrázek 3-6: Fotografie uchycení vzorku a speciální držák čoček. 1 - rám speciálního držáku, 2 - objektiv s čočkou L2, 3 - směr zadního lomeného paprsku, 4 - čtvrtvlnová destička PP3, 5 - plastický rámeček pro upnutí vzorku, 6 - posuvný stolek se šesti stupni volnosti, 7 - kontaktní elektroda (spodní), 8 - směr přímého měřícího paprsku, 9 - objektiv s čočkou L1, 10 - vzorek, 11 - kontaktní elektroda (vrchní)

3.2.4 Přístrojová část laserového interferometru

Propojení optické a přístrojové části zajišťují tři signály: zesílený elektrický signál z fotodiody, zpětnovazební napětí řídící piezoaktuátor a budící napětí piezoelektrického vzorku. Převod intenzity světla na měřitelnou veličinu (elektrické napětí) zajišťuje fotocitlivý detektor, polovodičová fotodioda. Výstupní napětí fotodiody je v třístupňovém předzesilovači zesíleno s nastavitelným ziskem a ofsetem. Použitý zesilovač je frekvenčně nezávislý do frekvencí 20 kHz. Pro zlepšení elektrických parametrů (šum, nastavení, napájení) byla jeho konstrukce inovována. Při měření musí na aktivní plochu diody (1 x 1 mm²) dopadat maximálně jedna hranice světlé a tmavé oblasti interferenčního obrazce. Proto je obrazec, resp. svazek laserových paprsků, rozšířen rozptylkou. Zesílený signál z fotodiody je zobrazován pomocí digitálního osciloskopu *Hewlett Packard HP54600B* [98]. Osciloskopem jsou měřena elektrická napětí odpovídající kontrastu interferenčního obrazce. Hodnoty napětí u_{MAX} a u_{MIN} jsou zaznamenány pro výpočet piezoelektrického posunutí.

Výstupní napětí z fotodiody je také přiváděno na fázově citlivý zesilovač Lock-In SR830 [99]. Lock-in zesilovače jsou obecně používány k detekci a měření malých střídavých signálů; a to až do jednotek nanovoltů. Přesného měření je docíleno i tehdy, pokud je malý měřený signál součástí i tisíckrát většího šumového signálu. Lock-in zesilovače používají techniku fázově citlivé detekce k vybrání komponenty signálu dané frekvence a fáze. Signály na jiných frekvencích, než je referenční, jsou potlačeny a nemají vliv na měření. Zesilovačem je měřena amplituda napětí u_{out} , která odpovídá relativním změnám intenzity interferenčního obrazce a také piezoelektrickému posunutí (viz relace 3-1). Pro typické hodnoty piezoelektrického posunutí tenkých vrstev je měřené napětí řádově desítek mikrovoltů. Frekvenční rozsah je omezen horní mezní frekvencí Lock-In zesilovače a to hodnotou 100 kHz. Při frekvencích nad 20 kHz dochází k útlumu přenosu předzesilovačem fotodiody. Přesto je i z experimentálních důvodů nejvýhodnější realizovat měření v rozsahu pod 10 kHz. Spodní frekvenční mez není omezena. Pro velmi nízké frekvence, řádově desetin až jednotek hertzů, se úměrně prodlužuje doba měření. Časová integrační konstanta Lock-In zesilovače je nastavována na alespoň sto násobek převrácené hodnoty referenční frekvence. Lock-In zesilovačem je detekována také fáze mezi měřeným a referenčním signálem. Nastavení přístroje a sběr dat zajišťují ovládací programy (viz odstavec 3.2.3). Výpočet piezoelektrického posunutí probíhá podle následujícího vztahu:

$$d_0 = \frac{\lambda}{\sqrt{2} \cdot \pi} \cdot \frac{u_{OUT}}{u_{MAX} - u_{MIN}}, \qquad (3-5)$$

kde d_o je piezoelektrické posunutí, λ vlnová délka laserového paprsku, $u_{_{OUT}}$ amplituda detekovaného napětí Lock-In zesilovačem, $u_{_{MAX}}$ a $u_{_{MIN}}$ napětí odpovídající kontrastu interferenčního obrazce.

Nastavení pracovního bodu laserového interferometru probíhá přes obvod analogové zpětné vazby, stejnosměrný zesilovač (*Physics Instrument P-263*) a piezoelektrický aktuátor v optické soustavě. K buzení vzorků piezoelektrických tenkých vrstev se využívá digitální funkční generátor *Hewlett Packard 33120A* [100], vnitřní referenční zdroj signálu z Lock-In zesilovače a speciálně zkonstruovaný signálový slučovač, který je popsán v následujícím odstavci 3.2.5. Budící napětí je měřeno digitálním multimetrem *Metex*, který je přes sériové rozhraní *RS232* propojen s osobním počítačem. Přístrojová část je přes *GPIB* rozhraní řízena také osobním počítačem. V prostředí *Agilent VEE Pro*[®] jsou vytvořeny ovládacími programy (popis viz odstavec 3.2.6).

3.2.5 Popis funkce a ovládání signálového součtového zesilovače

Inverzní piezoelektrický jev je v tenkých vrstvách vyvolán elektrickým napětím, které se v mnoha případech skládá ze dvou napětí různé amplitudy, frekvence i tvaru průběhu. Podobný signál nelze generovat dostupnými přístroji. Proto byl zkonstruován signálový součtový zesilovač, který umožňuje sčítat dva libovolné nezávislé průběhy napětí. Jeho konstrukce, parametry a ovládání jsou přizpůsobeny požadovaným výstupním signálům, možnostem vstupních signálů, automatizovanému řízení a sběru dat. První vstupní signál (harmonický s malou amplitudou) je přiváděn z výstupu vnitřního generátoru Lock-In zesilovače. Druhý vstupní signál (DC bias) je připojen z funkčního generátoru *HP 33120A*, které může mít libovolný průběh. Základní zapojení všech přístrojů je uvedeno na obrázku 3-1.

Přední panel je na obrázku 3-7a, zadní panel na obrázku 3-7b. Přístroj součtového zesilovače se zapíná přepínačem v pravé části předního panelu. Zapnutí signalizuje kontrolní LED dioda. Čelní panel je dále rozdělen na vstupní a výstupní část.

Popis vstupní části

Do vstupní části čelního panelu přístroje se přivádí oba signály, které chceme sečíst. K tomu slouží BNC vstupy označené CH1 a CH2. Na vstup CH1 přivádíme napětí s malou amplitudou, jehož amplituda se zachová i na výstupu (resp. vstup je násoben koeficientem jedna). Pro DC bias slouží vstup s označením CH2. Tento vstup je násoben koeficientem čtyři, tzn. že pokud požadujeme bias s amplitudou $u_{DCbias} = 20$ V, na vstup CH2 přivádíme signál s amplitudou $u_{CH2} = 5$ V. To umožňuje generovat DC bias s amplitudou do 40 V, přičemž výstup funkčního generátoru *HP33120A* je omezen napětím 10 V.



Obrázek 3-7: Fotografie signálového součtového zesilovače. Čelní (a) a zadní (b) panel.

V některých případech se používá pouze stejnosměrné podložení signálu vstupu CH1. Tento stejnosměrný bias lze nastavit přímo na čelním panelu ve vstupní části. Přepínač označený *Bias Source* přepneme do horní pozice, tím odpojíme vstup CH2, a potenciometrem nastavíme požadovanou úroveň stejnosměrného biasu v rozsahu $u_{DCbias} = \pm 40$ V. Přesné nastavení měříme připojeným voltmetrem na výstupu zesilovače.

Pro správnou funkci zesilovače musí být splněna podmínka 3-6. Součet maximálních hodnot skládaných napětí do vstupů CH1 a CH2 nesmí překročit hodnotu 40 V, tedy:

$$u_{maxCH1} + 4 \cdot u_{maxCH2} < 40, \tag{3-6}$$

kde u_{maxCH1} a u_{maxCH2} jsou amplitudy sčítaných vstupních napěťových signálů kanálu CH1, resp. CH2. Průběh výstupního sečteného signálu lze sledovat osciloskopem, avšak pouze na BNC výstupu s označením *Test Signal* na zadním panelu přístroje (viz popis zadního panelu).

Popis výstupní části

Na levé straně čelního panelu je umístěna výstupní část zesilovače *Output*. Výstupní signál je vyveden přes BNC konektor a také přes banánkové svorky. Banánkové svorky umožňují připojení digitálního multimetru, který měří amplitudu výstupního napětí, resp. výstupního biasu. Hodnota pomalu proměnného biasu je pomocí sériového rozhraní mezi multimetrem a počítačem synchronně zaznamenávána. Výstupní část dále obsahuje přepínač *On/Off.* Přepnutím do dolní polohy *Off* se odpojí výstupní svorky a kontrolní LED dioda (umístěná vedle přepínače) zhasne. Výstup lze odpojit také pomocí vstupního signálu *External Trigger*, který je umístěn na zadním panelu (viz níže). Pro výstup platí následující omezení. Vnitřní zapojení výstupu je diferenciální, tzn. záporná svorka není spojena se "zemí". Proto se nesmí na výstup připojit uzemněné měřící přístroje, např. osciloskop. Došlo by ke zkratu a tím k poškození přístroje. Výstup není chráněn proti zkratu, avšak koncové obvody dovolují krátký zkrat při malém výstupním napětí. Po připojení vzorku, ještě před zapnutím přístroje, nebo výstupu, je nutné zkontrolovat elektrický odpor vzorku.

Popis zadního panelu

Na zadním panelu přístroje (viz obr. 3-7b) je umístěn konektor pro připojení síťového napájecího napětí 220 V/50 Hz. Dále jsou zde umístěny dva BNC konektory. Výstupní *Test Signal* slouží ke sledování průběhu sečtených napětí na osciloskopu. Avšak amplituda testovacího výstupu neodpovídá výstupním hodnotám na čelním panelu. Zde naměříme poloviční amplitudu přiváděného signálu vstupu CH1 a stejnou amplitudu signálu jako na vstupu CH2. Zapsáno následující rovnicí:

$$u_{\text{TestSignal}} = \frac{1}{2}u_{CH1} + u_{CH2}, \tag{3-7}$$

kde $u_{TestSignal}$ je výstupní napětí na zadním panelu přístroje, u_{CH1} a u_{CH2} jsou vstupní napětí jednotlivých kanálů. Další BNC konektor označený *External Trigger* slouží

k řízení výstupu. Pokud je na tento vstup přivedena logická úroveň *L* (úroveň napětí je kompatibilní s *TTL* logikou), pak je výstup na čelním panelu přístroje odpojen. Toto je také signalizováno zhasnutím kontrolní LED diody ve výstupní části čelního panelu. Priorita odpojení výstupu je však přepínače na čelním panelu. Vnější řízení ovládá kontakty relé, proto by frekvence vypínání výstupu neměla být větší než cca 0.5 Hz.

3.2.6 Programy pro automatizovaná měření a sběr dat

Ovládací programy pro měření piezoelektrického posunutí tenkých vrstev nastavují parametry měřících přístroj, realizují sběr dat, jejich vykreslení v reálném čase a ukládání do textového souboru. Tím se nejen zjednodušila obsluha laserového interferometru, ale také eliminovaly chyby způsobené špatným nastavením přístrojů (například časová konstanta Lock-In zesilovače), nebo špatným odečtením naměřených hodnot. Automatizace umožňuje opakovaná měření a následné průměrování získaných dat v reálné čase.

Programy jsou vytvořeny v prostředí *Agilent VEE Pro*[®]. Zde uvedeme popis dvou ovládacích programů na měření frekvenčních závislostí piezoelektrického posunutí a piezoelektrických hysterézních smyček (experimentální výsledky měření uvádí odstavce 4.2.2 a 4.4.1 v kapitole 4). Uživatelské prostředí programu pro měření frekvenčních charakteristik je na obrázku 3-8. V levé části okna se zadávají vstupní informace. Spodní část informuje o aktuálních měřených veličinách. Do grafu je v reálném čase vykreslováno piezoelektrické posunutí v závislosti na frekvenci. Po zapsání všech potřebných údajů se program spustí tlačítkem Start.



Obrázek 3-8: Ovládácí prostředí pro řízení a sběr dat při měření frekvenčních charakteristik piezoelektrického posunutí.

Nastavení budícího signálu, resp. výstupu funkčního generátoru s parametry proměnné frekvence, amplitudy a offsetu. Z experimentálních dat při vývoji programu vyšlo najevo, že je vhodné generovat frekvenci od vyšších hodnot postupně k nižším. V tomto prostředí lze frekvence v logaritmických krocích a obráceném pořadí generovat pouze výpočtem, který je uveden pod oknem frekvence dekády. Do příslušného okénka se zadává dekáda frekvence, nikoliv přímo požadovaný frekvenční rozsah. Při jedné nastavené frekvenci je provedeno více opakovaných měření a výsledek je průměrem z těchto hodnot. Počet opakovaných měření se zadává v okně *měření/1frekv*. Integrační konstanta Lock-In zesilovače je vypočtena pro každou frekvenci a automaticky nastavena.

Pro správný výpočet piezoelektrického posunutí je třeba zadat hodnoty napětí u_{MAX} a u_{MIN} odečtené na osciloskopu. Původně bylo také snahou měření těchto veličin automatizovat. To si však vyžaduje zásah do zapojení přístrojů a generování speciálního signálu. Nakonec se experimentálně ukázalo, že manuální odečet těchto napětí je rychlejší, ba dokonce přesnější.

Data se ukládají do textového souboru po řádcích. Jednotlivé naměřené veličiny jsou odděleny čárkou a jsou v pořadí uvedeném v dolní části ovládacího panelu. Uživatelské prostředí pro měření hysterézních smyček je na obrázku 3-9. Zadávání vstupních dat je obdobné jako v prostředí pro měření frekvenčních charakteristik. Zde je však jiné zapojení přístrojů a postačuje nastavovat pouze parametry generátoru, viz obrázek 3-1. Výstup generátoru je přiveden do kanálu CH2 signálového součtového zesilovače (viz odstavec 3.2.5). Amplituda kanálu CH2 je zesilovačem násobena čtyřmi. Jeho výstupní napětí má trojúhelníkovitý průběh. Napětí DC bias je měřeno digitálním multimetrem *Metex*. Přes sériové rozhraní *RS232* se naměřené hodnoty vykreslují do grafu a zapisují do souboru.



Obrázek 3-9: Ovládácí prostředí pro řízení a sběr dat při měření hysterézních piezoelektrických charakteristik tenkých vrstev.

3.3 Laserový dopplerovský vibrometr (LDV) firmy Polytec®

Dopplerovský laserový vibrometr firmy *Polytec*^{*} (LDV) je založen na principu heterodyního interferometru. Optický signál z modifikovaného Mach-Zehnderova interferometru je frekvenčně modulován a zpracován digitálním signálovým procesorem. Technologie signálového procesoru umožňuje měření posunutí, rychlosti pohybu a akceleraci zkoumaného objektu s vysokou přesností. Dekódování dopplerovského signálu je realizováno analyzátorem, který pracuje na principu rychlé Fourierovy transformace *FFT*.

Fáze heterodyního světelného paprsku, který vzniká superpozicí paprsků měřící a referenční větve, je závislá na relativním rozdílu optických drah. To znamená, že výsledná intenzita interferenčního obrazce je přímo úměrná piezoelektrickému posunutí, stejně jako u homodyního interferometru. U heterodyního interferometru se ale využívá frekvenční modulace referenčního paprsku. Pro detekovanou intenzitu platí následující relace:

$$\delta I(t) \sim 2 \cdot \pi \cdot f_0 \cdot t + \delta \varphi(t), \qquad (3-8)$$

kde δI je relativní změna detekované intenzity. f_0 je frekvence modulující referenční paprsek (obvykle 40 MHz), t je čas. Relativní změna fázového posuvu $\delta \varphi$ odpovídá měřenému piezoelektrickému posunutí uvedeného v relaci 3-1. Pokud je piezoelektrický vzorek v klidu, detekujeme optický signál právě s frekvencí f_0 . Časovou změnu fáze lze vyjádřit také úhlovou frekvencí $\partial \varphi / \partial t = 2\pi f$. Dosazením do 3-1 získáme vztah pro dopplerovský frekvenční posun:

$$\Delta f(t) = \frac{2}{\lambda} \cdot \frac{\partial d_0}{\partial t}, \qquad (3-9)$$

kde Δf je dopplerovský frekvenční posun, λ vlnová délka laserového paprsku, d_0 měřené posunutí, resp. druhý člen na pravé straně vyjadřuje rychlost posunutí. Piezoelektrické posunutí je zahrnuto ve změně frekvence detekovaného signálu. Frekvenční dopplerovský posun nastává právě v okolí frekvence f_0 , protože touto frekvencí je modulován referenční signál. Úkolem signálového procesoru je provedení rychlé Fourierovy transformace detekovaného signálu. Ze spektra je pak nalezeno dopplerovský posunuté maximum, jehož frekvence je odečtena právě od f_0 . Z tohoto rozdílu lze pak určit měřené piezoelektrické posunutí d_0 (viz rovnice 3-9).

3.3.1 Popis optické části

Základní schéma LDV vychází z modifikovaného Mach-Zehnderova interferometru, viz obrázek 3-10. Zdrojem optického paprsku je He-Ne laser o výkonu asi 5 mW. Laserový paprsek je na děliči paprsků BS1 rozdělen do dvou větví. Referenční paprsek prochází děličem BS4 a optickým vláknem OF1 se čtvrtvlnovou destičkou PP1. Od pevně umístěného zrcátka M1 se odráží zpět. Polarizační dělič BS4 pak láme tento paprsek na akustooptický modulátor, tzv. Braggovu celu. Braggova cela BC se skládá z piezoelektrického měniče, který je buzen akustickým signálem $f_0 = 40$ MHz. Akus-



strana | 50

tické vlny postupují materiálem cely, nejčastěji křemíkem. Na druhém konci jsou absorbovány. Akustické vlny jsou pro optický signál prakticky nehybné (frekvence optických vln je přibližně 5·10¹⁴ Hz). Dochází tak k vychýlení optického paprsku od své osy a zároveň ke změně intenzity odkloněného paprsku, která je modulována právě frekvencí f_0 . Po průchodu paprsku Braggovou celou dochází ke změně jeho fáze. Může se změnit také polarizace světelného paprsku.

Měřící paprsek nejprve prochází přímo děličem BS2 a optickým vláknem OF2 se čtvrtvlnovou destičkou PP2. Dále je přiveden na skenovací jednotkou (OFV 071), která slouží k nasměrování měřícího paprsku na vrchní plochu zkoumaného vzorku. Nastavení lze provádět pomocí mikroposuvů ve dvou horizontálních osách. Na skenovací jednotce je také umístěn otočný kroužek, kterým se zaostřuje paprsek na vzorku. Měřící paprsek prochází objektivem mikroskopu MK a je fokusován na vzorek. Od vzorku je paprsek reflektován a stejnou cestou prochází až na dělič BS2. Na tomto děliči se paprsek láme na dělič BS3, kde se setkává s referenčním modulovaným paprskem. Již interferující paprsky jsou fokusovány na detektor PD.

K mikroskopu je připojen adaptér OFV 074 s *CCD* kamerou (černobílá s velikostí čipu 2/3", režim videa *CCIR/PAL*), její výstup je zobrazován analogovou obrazovkou SC. Efektivní velikost obrazu je 1.76 x 1.32 mm². Skenovací oblast pomocí jednotky OFV-074 je přibližně 1.3 mm v obou osách. V rovině vzorku vzniká jednopaprsková optická sonda s průměrem přibližně 10 μ m a hloubkou ostrosti 250 μ m [20]. Uvedené parametry platí pro použitý objektiv mikroskopu se zvětšením 5x. Pro snížení průměru paprsku na vzorku se nabízí možnost využití většího zvětšení objektivu mikroskopu. To ale předpokládá větší přiblížení ke vzorku a tím zamezení přístupu kontaktních elektrod.

Zobrazovací systém má několik významných předností, kterých se nedá využít u nynější aparatury DBLI (viz podkapitola 3.2). Výhodou je přímé pozorování nastavení experimentu na obrazovce, popř. okulárem mikroskopu, před a během měření. Snadno můžeme kontrolovat především tyto vlastnosti: geometrii a kvalitu vzorku, přivedení kontaktních elektrod, polohu a průměr měřícího paprsku. Pouhým posuvem stolku mikroskopu se vzorkem je nejmenší krok pro měření profilových charakteristik roven 100 µm. S využitím zobrazovacího systému se dosahuje snížení kroku až na 35 µm. Takto malý krok posunutí vzorku je dostačující v porovnání s velikostí průměru měřícího paprsku (experimentálně nebylo dosaženo tak malého průměru paprsku jak uvádí dokumentace firmy *Polytec*[®] [20]). Samozřejmě jsou uvedené přednosti zobrazení podmíněny heterodyní detekcí, tzn. že měřící aparatura nemusí být umístěná v zatemněné místnosti.

3.3.2 Popis přístrojové části

Především je třeba říci, že celý měřící systém LDV je plně uzavřený do jednotlivých přístrojových skříní. Není tedy možný vnější zásah do nastavení aparatury (v porovnání s blokovou strukturou DBLI). Jak je patrné z obrázku 3-10 je hlavní část interferometru umístěna ve zdroji optických signálů OFV 512. Zde jsou vyvedena dvě optická vlákna měřící a referenční větve. Na čelním panelu je zobrazována intenzita detekovaného signálu stupnicí z LED diod. Výstup detektoru s dopplerovským signálem je propojen s předřadníkem DFE 650, který elektronicky (analogově) převá-

dí vstupní signál na tzv. I&Q signál kvadraturní fázové detekce. Napětí I a Q jsou schopna přenést kompletní pásmo dopplerovského signálu a jejich zpracování je digitálně mnohem snadnější. Vzájemný fázový posuv mezi oběma napětí odpovídá posunutí pozorovaného objektu. Pomocí propojovacího rozvaděče VDDZ 011 je I&Q signál přiveden do osobního počítače. Analogově digitálním převodníkem je signál digitalizován. Dekódování měřeného posunutí je založeno na extra rychlém arkustangens algoritmu, který je schopen vypočítat data v reálném čase. Zobrazování měřených dat probíhá v prostředí *VibSoft 1000* firmy *Polytec*[®]. Zde je možné nastavení, které se týká především signálového procesu a analýzy (průměrování, funkce *Peak Hold*, volba okénkové funkce, apod.).

Při automatizovaném sběru dat je spouštěcí signál vytvářen funkčním generátorem *HP 33120A* [100]. Budící napětí pro piezoelektrický vzorek je přiváděno z impedančního analyzátoru *HP 4192* [107]. Měřící proces je řízen osobním počítačem. Komunikace mezi počítačem a měřící aparaturou probíhá v prostředí *LabView 7*.

Je třeba upozornit, že měřící systém LDV je jednopaprskový. Můžeme připojit druhou sondu (referenční paprsek, viz obrázek 3-10) a změřit kmity substrátu těsně vedle vrchní elektrody a ty potom odečíst. V praxi toto řešení není ale dostatečně přesné. Měření posunutí vyvolaným elektrickým polem v piezoelektrických tenkých vrstvách doprovází významné vibrace substrátu. Například z hlediska integrace *PZT* vrstev do *MEMS* je nutné znát vlastnosti těchto vedlejších vibrací. Avšak v některých případech jsou kmity substrátu tak velké, že mnohonásobně (řádově) převyšují amplitudu kmitů piezoelektrické tenké vrstvy. Takové vibrace objektivně nevypovídají o chování piezoelektrických tenkých vrstev na křemíkovém substrátu. Z tohoto důvodu je nutné vibrace substrátu pro měření LDV eliminovat na minimum. Mezi hlavní způsoby potlačení vibrací patří a) mechanické: pevné přilepení vzorku na masivní skleněný substrát, b) elektrické: použití malého budící napětí, c) geometrické: měření vlastností na vzorcích s menší plochou vrchních elektrod. Tento problém je detailně diskutován níže v kapitolách 4 a 5.

3.4 Možnosti, výhody a nevýhody dostupných metod DBLI a LDV

Měřící metody DBLI (viz podkapitola 3.2) a LDV (viz podkapitola 3.3) využívají modifikované schéma Mach-Zehnderova optického interferometru. Vysokého rozlišení metody LDV je dosaženo heterodynní detekcí a je přibližně dva pikometry. Podobného rozlišení se dosahuje u metody DBLI fázově citlivou detekcí, která je realizována zesilovačem Lock-In. Přesnost měřící aparatury piezoelektrického posunutí je 3-5 % [97].

První nespornou výhodou heterodynní detekce metody LDV je nezávislost na vnějších světelných podmínkách. Celá měřící aparatura je umístěna v laboratoři s vnějším přirozeným okolním světlem. Měření nevyžaduje speciální nastavení optických prvků a měřících přístrojů, pouze se provede počáteční automatický test. Metoda DBLI je rozdělena do dvou místností. Optická část je umístěna na optickém stole v zatemněné místnosti. Při drobném zásahu do optické aparatury je třeba deak-

tivovat měřící přístroje (obvody zpětné vazby, fotodetektor). Pak změřit potřebné veličiny a opět nastavit měřící soustavu. Konkrétně to znamená změřit maximální a minimální napětí (u_{MAX} , u_{MIN}) a pomocí zpětné vazby nastavit nový pracovní bod aparatury. Například měření profilových charakteristik, které uvádí kapitola 5, je metodou DBLI velice zdlouhavé. Automatizovat měření profilových charakteristik je možné pomocí mikroposuvného stolku řízeného pomocí počítače (zde ale působí rušivé vibrace při přesunu vzorku). Toho se dá využít jen u metody LDV, kde nastavení aparatury nezávisí na lokální reflexivitě vzorku. U metody DBLI při zaostření optické sondy na jiné lokální místo vzorku je vždy nutné vyhodnotit nový pracovní bod soustavy, který závisí na reflexivitě vrchní a spodní roviny vzorku. Do jisté míry to může být ovlivněno intenzitou laserových měřících paprsků. DBLI využívá stabilizovaný He-Ne laser 0.5 mW, jehož výstupní optická intenzita je desetkrát menší než laseru LDV.

Jednotlivé optické prvky metody DBLI jsou umístěny na optickém stole. To umožňuje flexibilně modifikovat cesty laserových paprsků. Podle potřeby také jednoduše obměnit princip interferometru, např. dvoupaprskový systém změnit na jednopaprskový. Možnosti snadné modifikace jsou významnou výhodou DBLI metody, pokud chceme měřit podélné posunutí tenké vrstvy ($d_{33,eff}$), ale zároveň také nezávisle vyhodnotit vibrace substrátu (s_0). LDV firmy *Polytec*[®] je uzavřený systém do jednotlivých skříní bez možnosti minimálního zásahu. V rovině vzorku je laserovými paprsky vytvořena optická sonda. Optická sonda je definována průměrem laserového paprsku (bodu, *beam spot*) a hloubkou ostrosti. Hodnoty těchto parametrů jsou vyneseny v následující tabulce 3-2:

Tabulka 3-2: Parametry optické sondy měřících metod. Pro metodu DBLI jsou teoreticky počítány a experimentálně ověřeny (viz odstavec 3.2.3). Hodnoty pro LDV udává výrobce pro použitý objektiv mikroskopu [20].

metoda	průměr paprsku [µm]	hloubka ostrosti [µm]
DBLI	40 ± 20	1200
LDV	10	250

Experimentálně u LVD nebylo průměru měřícího paprsku v rovině vzorku 10 μ m dosaženo. Pro získání dostatečné optické odezvy (zobrazováno zdrojem paprsků se senzorem OFV-512, viz obrázek 3-10) byl průměr paprsku zvětšen na 20-30 μ m. Průměr paprsku je důležitý zejména při měření profilových charakteristik vzorků s malým průměrem vrchních elektrod (tj. 150 μ m). Hloubka ostrosti je v obou případech dostatečná a není kritickým parametrem optické sondy.

U dvoupaprskové metody DBLI je ještě jeden velice důležitý parametr optické sondy. K eliminaci vibrací substrátu principem DBLI (viz odstavec 3.2.2) je bezpodmínečně nutné, aby přímý měřící paprsek byl v jedné ose s protijdoucím lomeným měřícím paprskem. Pasivní opticko-mikromechanickou metodou využívající difrakčního jevu (viz odstavec 3.2.3) je nastavení souososti paprsků lepší než $(50 \pm 20) \mu$ m. Před každým měřením a manipulací se vzorkem je nutné provézt kontrolu nastavení optické sondy. Nastavení optické sondy může být řádově o několik desítek minut delší než triviální nastavení LDV metody.

Výraznou předností LDV metody je včlenění zobrazovacího systému s mikroskopem. Jak již bylo uvedeno v předchozím odstavci 3.3.1 přináší detailní zobrazení několik výhod. Rychlou a jednoduchou kontrolu geometrie a kvality vzorku, snadné přivedení kontaktních elektrod na správné místo a přímé pozorování pozice sondujícího paprsku. Konkrétně u tohoto uspořádání LDV také snížení mechanického posunutí vzorku, které se používá při měření profilových charakteristik. Zobrazující systém s mikroskopem v současné době není součástí DBLI metody.

Z hlediska přípravy vzorků pro měření DBLI je nutné, aby byla dostatečná reflexivita vrchní i spodní roviny vzorku. To znamená, že vrchní platinová elektroda musí mít dostatečnou tloušťku (se vzorky s elektrodou kolem 100 nm nebyly problémy). Na spodní ploše substrátu musí být nanesena vrstva zlata. V průběhu manipulace nesmí být její reflexivita porušena (např. rýhou od hrany kovové pinzety, zbytky lepidla a jinými nečistotami). Mechanické upnutí vzorků je odlišné pro obě metody. Detailní popis uvádí odstavec 4.2.1. Pro testování metodou LDV jsou vzorky přilepeny na masivní skleněnou destičku. Následné testy metodou DBLI vyžadují odlepení vzorků (máčením v acetonu). Manipulace zvyšuje riziko mechanického poškození reflexivity povrchů vzorků.

Obě uvedené metody jsou subrezonanční. To znamená, že pracují na frekvencích nižších, než je rezonanční frekvence tenké piezoelektrické vrstvy. Ta je ovšem řádu 10⁹ Hz. Frekvenční rozsah obou metod je odlišný. Laserový interferometr pracuje nejlépe při budící frekvenci vzorku 1 kHz. Prakticky využívaný rozsah je od 1 Hz do 10-20 kHz. Vibrometr LDV má široké frekvenční pásmo od přibližně 5 kHz do 2 MHz. To značně zvýhodňuje tuto metodu, zejména pak pro testování *MEMS* struktur (mikronosníků, membrán, atd.), které pracují při rezonančních frekvencích řádu desítek až stovek kilohertz.

Automatizace měřících procesů a sběru dat je u metody LDV komplikovaná, v porovnání s DBLI. Ovládací programy dodávané firmou *Polytec*[®] nenabízí potřebné funkce. Software v jazyce *Visual Basic* není implementován do jiných prostředí, např. *LabView*, *Agilent VEE Pro*. Komunikace je proto ovlivněna převody mezi jednotlivými aplikacemi a programovacími jazyky.

Závěrem lze konstatovat, že obě uvedené metody jsou vhodné pro charakterizaci posunutí vyvolané elektrickým polem v tenkých vrstvách v makroskopickém měřítku. Rozlišení obou metod je dostatečné. DBLI svojí flexibilitou nabízí více možností, mezi které patří testování dvoupaprskovou a jednopaprskovou metodou. To přináší komplikované nastavení a nutnou zručnost experimentátora. Naopak LDV umožňuje pouze jednopaprskové měření. Zobrazovací systém a snadná obsluha jsou výraznými přednostmi této metody. Z hlediska velikosti vrchních elektrod vzorků můžeme konstatovat, že metoda DBLI je vhodná pro testování vzorků s průměrem od 500 μm. Důvodem je špatná kontrola přivedených kontaktních elektrod a fokusace laserového paprsku na menší elektrody bez zvětšovacího zobrazovacího systému. Naopak metoda LDV je vhodná pro testování vzorků s průměrem vrchních elektrod menším nebo rovným 500 μm. Důvodem jsou výrazné kmity substrátu při buzení větších elektrod, které nelze potlačit mechanickým upnutím.

Uvedené výhody a nevýhody obou metod jsou do jisté míry obecné. Konkrétní problémy jsou diskutované v dalším textu kapitol 4 a 5.

Kapitola 4

Nelineární lokální piezoelektrické charakteristiky

Při měření elektromechanických vlastností tenkých vrstev je hlavní podstatou, aby výsledky testů a jejich publikování bylo prováděno pro stejné vzorky a stejné měřící podmínky. Souhrnná statistika obdržených výsledků je jinou otázkou. Parametry pro více vzorků se mohou značně lišit. Průměrné, nebo nízké hodnoty, které jsou většinou způsobeny ne vnitřními vlastnostmi, ale např. špatným kontaktem, nejsou podstatné. Hodnoty fyzikálního zájmu jsou ty nejlepší, právě ty, které nejlépe charakterizují vnitřní (*intrinsic*) vlastnosti materiálu. Proto je často vhodné citovat nejlepší, nikoli průměrné hodnoty [8, 10]. Tímto stanoviskem se řídí také experimentální výsledky prezentované v této práci.

Jak již bylo zmíněno v předchozí kapitole 2, vzorky s tenkými vrstvami piezoelektrického *PZT* materiálu byly vyrobeny depoziční technikou vysokofrekvenčního magnetronového naprašování. Konkrétní parametry struktury všech vzorků shrnuje podkapitola 2.4. Mezi spodní a vrchní elektrodu bylo přivedeno elektrické napětí. Převrácený piezoelektrický jev vyvolal mechanickou deformaci tenké vrstvy materiálu *PZT*. Toto velice malé posunutí, řádově desítek pikometrů, bylo měřeno laserovým dvoupaprskovým interferometrem DBLI (viz podkapitola 3.2) a komerčně dodávaným vibrometrem firmy *Polytec*° LDV (viz podkapitola 3.3). Piezoelektrické posunutí bylo sledováno v různých závislostech na budícím elektrickém napětí a také, jak se ukázalo velice důležité, na různých místech vrchní elektrody a substrátu. Hodnoty efektivního piezoelektrického koeficientu se liší na různých lokálních místech vrchní elektrody. Pojem "lokální charakteristiky" upřednostňuje obecné charakteristiky měřené přibližně uprostřed vrchní elektrody, závislosti na poloze zde neuvažujeme. Tzv. skenovaní se blíže věnuje kapitola 5.

Elektrickým polem vyvolané posunutí označujeme d_0 [m]. Efektivní hodnotu podélného (ve smyslu působícího elektrického pole) piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$ [m/V, nebo C/N] získáme vydělením posunutí d_0 příslušnou amplitudou budícího signálu u_{AC} tedy:

$$d_{33,eff} = d_0 / u_{AC}.$$
 (4-1)

V záhlaví jednotlivých grafů jsou uvedeny podmínky měření (číslo vzorku, působící napětí, datum měření, popř. další experimentální upřesnění). Pozorované lokální charakteristiky jsou uvedeny v následující tabulce 4-1:

Tab.4-1: Přehled základních lokálních charakteristik. Sleduje se závislost první uvedené veličiny na proměnné, která je v závorce. Veličiny za závorkou jsou při měření konstantní. Význam jednotlivých veličin: d_0 -piezoelektrické posunutí, u_{AC} , f_{AC} -parametry harmonického budícího signálu, u_{DCbias} -stejnosměrné podložení budícího signálu, *i*-průchozí proud, ε -permitivita, *P*-polarizace

lokální charakteristiky	zápis charakteristiky	odstavec
piezoelektrická frekvenční	$d_{0}(f_{AC})u_{AC}u_{DCbias}$	4.2
piezoelektrická napětová - harmonická	$d_0(u_{AC})f_{AC}u_{DCbias}$	4.3
piezoelektrická napěťová - stejnosměrná	$d_0(u_{DCbias})u_{AC}f_{AC}$	4.4
proudová	$i(u_{DCbias})u_{AC}f_{AC}$	4.5
dielektrická	$\varepsilon(u_{DCbias})u_{AC}f_{AC}$	4.6
feroelektrická	$P(u_{DCbias})$	4.7

Než uvedeme jednotlivé charakteristiky, definujeme parametry elektrického signálu, kterým v tenkých vrstvách piezoelektrické posunutí vybudíme.

4.1 Parametry budícího elektrického napětí

Po přivedení harmonického signálu na tenkou vrstvu, vyvoláme velice malé posunutí. Toto posunutí se může výrazně zvýšit, pokud je harmonický signál podložen stejnosměrným elektrickým polem (viz odstavec 2.3.1). Proto se při měření piezoelektrických vlastností používá kombinace dvou napětí. Harmonický signál má obvykle malou amplitudu, řádově stovky milivoltů. V odborné literatuře se nazývá "signál s malou amplitudou" (*small amplitude signal*), nebo harmonický signál. Stejnosměrné elektrické pole je označováno jako stejnosměrný "DC bias". Aplikované elektrické pole pak můžeme zapsat následujícím vztahem:

$$u_A = u_{DCbias} + u_{AC} \cdot \sin(2 \cdot \pi \cdot f_{AC} \cdot t), \qquad (4-2)$$

kde u_A je výstupní elektrické napětí složené ze stejnosměrného biasového napětí u_{DCbias} a harmonického signálu s malou amplitudou u_{AC} a frekvencí f_{AC} .

4.1.1 Průběh budícího napětí pro automatizovaná měření

Pro automatizovaná měření je velice vhodné generovat budící signál nejen s proměnnou amplitudou malého signálu, ale také s proměnným stejnosměrným bipolárním biasem. Během jednoho měřícího cyklu získáme celou hysterézní smyčku piezoelektrické odezvy. Stejnosměrné napětí DC bias, můžeme řídit dvěma způsoby. Jednak po krocích, jak je znázorněno na obrázku 4-1. Tuto variantu volíme pokud chceme znát piezoelektrickou odezvu při konkrétních stejných hodnotách stejnosměrného biasu z měření různých hysterézních smyček. Druhou možností je generovat stejnosměrný bias s trojúhelníkovitým průběhem velice nízké frekvence (řádově jednotek až desítek milihertzů), jak je znázorněno na obrázku 4-2.



Obrázek 4-1: Budící signál se skokovým DC biasem pro měření piezoelektrických hysterézních smyček.



Obrázek 4-2: Budící signál s trojúhelníkovitým průběhem DC biasu pro automatizovaná měření piezoelektrických hysterézních smyček.

Z výše uvedeného plyne, že generovaný signál se skládá ze dvou různých signálů s jinou amplitudou a frekvencí, ale také s odlišným průběhem. Z dostupných přístrojů nebylo možné podobný signál s požadovanými parametry generovat. Proto byl zkonstruován dvoukanálový součtový zesilovač (viz odstavec 3.2.5). Zesilovač umožňuje sčítat dva nezávislé libovolné signály. Konstrukce zesilovače je přizpůsobena požadovaným parametrům výstupního budícího signálu, automatizovanému řízení výstupu a jeho měření, ale také možnostem vstupních signálů. Harmonický vstupní signál s malou amplitudou je přiváděn z vnitřního generátoru Lock-In zesilovače (*Stanford Research System SR830* [99]). Trojúhelníkovitý nebo skokový vstupní signál součtového zesilovače je přiváděn z funkčního generátoru *HP 33120A* [100]. Konkrétní zapojení a parametry vstupních signálů jsou odvozeny od měřené charakteristiky. Základní blokové zapojení přístrojů uvádí obrázek 4-3. Maximální amplituda výstupního napětí pro buzení piezoelektrických tenkých vrstev je $u_A = \pm 40$ V.



Obrázek 4-3: Zapojení přístrojů pro interferometrická měření s aplikovaným stejnosměrným napětím. a) DC bias je potenciometrem nastaven na konstantní hodnotu v rozsahu ±40 V. b) DC bias odpovídá vstupnímu signálu kanálu CH2 (viz 3.2.5), který je definován funkčním generátorem.

Při měření charakteristik tenkých vrstev je nutné uvádět amplitudu a frekvenci malého harmonického signálu a amplitudu a frekvenci, popř. tvar průběhu biasového signálu. Tím je definováno aplikované elektrické napětí a jemu pak odpovídají měřené piezoelektrické vlastnosti vzorků.

4.2 Frekvenční charakteristiky piezoelektrického posunutí

Frekvenční charakteristiky piezoelektrických tenkých vrstev mají informovat o jejich chování při frekvencích, které odpovídají jejich aplikacím. Například pro feroelektrické paměti jsou to frekvence řádu stovek megahertz [8]. Parametry tenkých vrstev *PZT*, jako je koercitivní pole a remanentní polarizace, jsou značně frekvenčně závislé (viz odstavec 2.3.3, kapitola 2).

Měření piezoelektrického posunutí je možné realizovat pouze na subrezonančních frekvencích. Frekvenční rozsahy dostupných měřících metod jsou odlišné. Pro metodu DBLI je to rozsah od 1 Hz do 20 kHz, pro metodu LDV od 1 kHz do 2 MHz. Největší přesnost měření piezoelektrických koeficientů je dosažena v okolí 1 kHz (DBLI) a 10 kHz (LDV). Frekvenční charakteristiky ovlivňuje více parametrů. Největší podíl na vyrovnanosti charakteristiky má upnutí vzorku. Proto nejprve ukážeme, jak jsou vzorky upnuty pro jednotlivé měřící metody. Charakteristiky pak pozorujeme v závislosti na frekvenci přiloženého napětí při konstantní amplitudě a DC biasu $d_0(f_{AC})u_{AC}u_{DChias}$.

4.2.1 Upnutí substrátu se vzorkem tenké vrstvy

Samotné upnutí vzorku do stabilní pozice je významným a důležitým aspektem. Důvodem pevného mechanického upnutí je potlačení negativních vibrací substrátu, které vznikají při vyvolání piezoelektrického jevu v tenké *PZT* vrstvě (viz odstavec 2.3.2, kapitola 2). Tyto vibrace, nebo také chvění (v odborné literatuře *bending motion*) substrátu jsou velice komplikované, závisí na mnoha parametrech [63, 64]. Významná je závislost zejména na velikosti budícího elektrického napětí, na ploše elektrickým polem aktivované vrchní elektrody a na upnutí substrátu.



Obrázek 4-4: Mechanické upnutí vzorků pro meření jednoparskovou metodou LDV (a) a dvouparskovou DBLI (b).

Při měření lokálních charakteristik je bezpodmínečně nutné vibrace substrátu potlačit. Substrát by měl být připevněn dostatečnou silou k držáku. Když je chvění substrátu správně potlačeno, frekvenční charakteristika je v měřitelném rozsahu frekvencí vyrovnaná, tedy bez rušivých špiček. Asi nejjednodušší metodou upnutí substrátu je přilepení vzorku na masivnější skleněnou destičku (obrázek 4-4a). Toto
upnutí se osvědčilo zejména pro jednoparskový měřící systém LDV. Zde je pouze nutné, aby bylo lepidlo po celé ploše substrátu. V opačném případě není mechanické upnutí dostatečné. Pro dvoupaprskový optický interferometr toto jednoduché upnutí použít nelze. Vzorek musí být opticky přístupný jak z vrchní strany, tak i ze strany substrátu. Proto se upíná pomocí pinů s pružinkami k plastovému rámečku (obrázek 4-4b). Upínací síla je při použití alespoň dvou pinů dostatečná a rušivé vibrace potlačeny.

Přívodní kontaktní elektrody jsou u obou měřících aparatur odlišné. Metoda DBLI využívá tenkého zlatého drátku o průměru 110 μm. Tímto drátkem je přiveden kontakt na vrchní platinovou elektrodu vzorku (viz podkapitola 2.4 v kapitole 2). Metoda LDV používá kontaktní elektrody se zlatým pinem, který je nasměrován do správné pozice mikroposuvy. Byl sledován vliv pozice těchto kontaktů na piezoelektrickou odezvu tenké vrstvy. Avšak nebyla prokázána významnější závislost, nebo jakékoliv utlumení pohybu vlivem mechanické přítlačné síly na vrchní elektrodu vzorku.

4.2.2 Frekvenční charakteristiky měřené optickým interferometrem DBLI

Měřené frekvenční odezvy piezoelektrického posunutí optickým interferometrem DBLI mají informovat o stabilitě měřící soustavy v daném frekvenčním rozsahu. Stabilitu především ovlivňuje samotné upnutí vzorku, jak můžeme pozorovat na starších měřeních. Upínací síla vzorku nebyla dostatečná a na frekvenční odezvě se vyskytovaly výrazné nerovnosti, špičky. Dalším vnějším vlivem jsou rušivé signály elektrického charakteru (síťové napětí 50 Hz), nebo optického charakteru (optický šum, rušivé vibrace přenášené z okolí).



Obrázek 4-5: Závislost piezoelektrického posunutí na frekvenci pro různé amplitudy budícího signálu.

Na obrázku 4-5 jsou vyneseny frekvenční charakteristiky piezoelektrické odezvy. Tenká vrstva byla buzena elektrickým napětím ve frekvenčním rozsahu 10 Hz až 10 kHz s konstantní amplitudou harmonického napětí u_{AC} postupně od 0.1 V do 1.0 V, bez stejnosměrného podložení ($u_{DCbias} = 0$ V). Z grafu na obrázku 4-5 je patrné, že piezoelektrické posunutí se úměrně zvyšuje s rostoucí amplitudou působícího elektrického napětí. Pozorujeme typické hodnoty posunutí $d_0 = 5 \cdot 10^{-12}$ až 47 $\cdot 10^{-12}$ m bez DC biasu. Pro frekvence $f_{AC} < 400$ Hz pozorujeme výrazné rušení napětím sítě. Na rozsahu frekvencí od 500 Hz do 2000 Hz je charakteristika vyrovnaná, odchylka naměřených dat je v rozsahu přesnosti interferometru (3-5 %). Proto se ostatní měření provádějí na frekvenci $f_{AC} = 1$ kHz. Pro větší frekvence se uplatňují rušivé vlivy související s mechanickým upnutím vzorku. Při novém upnutí vzorku se vždy měří frekvenční charakteristika. Tím se ověřuje, že v okolí frekvence $f_{AC} = 1$ kHz není rušivá špička a nedochází tak ke zkreslení naměřených dat.

Na následujícím grafu je vynesena frekvenční charakteristika pro stejnou budící amplitudu, avšak podloženou různě velkým stejnosměrným biasem.



Obrázek 4-6: Závislost piezoelektrického posunutí d_0 na frekvenci f_{AC} při konstantní amplitudě budícího napětí u_{AC} = 400 mV podloženého statickým DC biasem u_{DCbias} = 5 V a 15 V.

Naměřený piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$ odpovídá standardním hodnotám pro tenké *PZT* vrstvy [68, 85], resp. je v rozmezí 60 až 120 pm/V. Pozorujeme nárust hodnot posunutí d_0 pro větší stejnosměrné podložení (DC bias) harmonického malého signálu. Piezoelektrická odezva se zvyšuje při snižování budící frekvence přibližně o 5 pm/dekádu.

Elektrickým polem vyvolané posunutí *PZT* vrstvy pod elektrodou s větší plochou způsobuje výraznější vibrace substrátu. Jelikož samotným principem DBLI jsou vibrace substrátu dobře eliminovány, nebyly pozorovány výrazné odchylky ve frekvenčním spektru při buzení elektrod s různě velkou plochou.

4.2.3 Frekvenční charakteristiky měřené vibrometrem Polytec[®] (LDV) Měření piezoelektrického posunutí vibrometrem LDV pracuje na principu popsaném v podkapitole 3.3. Na nízkých frekvencích je zde aktivován digitální dolnofrekvenční filtr. Horní hranice filtru byla experimentálně testována a nastavena na hodnotu 5 kHz. Z tohoto důvodu byl LDV metodou využíván frekvenční rozsah f_{AC} = 8 kHz až 2 MHz.



Obrázek 4-7: Frekvenční charakteristika piezoelektrického posunutí měřená metodou LDV. Amplituda budícího signálu a stejnosměrný DC bias jsou konstantní. Průměr vrchní platinové elektrody vzorku s ostrůvkovou strukturou je *p*=250 μm.

Naměřená charakteristika ukazuje, že stabilní hodnoty piezoelektrického posunutí jsou v okolí frekvence 10 kHz budícího harmonického signálu. Od frekvence 30 kHz se začínají projevovat rezonanční špičky celého mechanického systému, tzn. aktivní *PZT* vrstvy na křemíkovém substrátu přilepené na skleněné destičce (viz obr . 4-4a). Celého frekvenčního rozsahu metody LDV se vhodně využívá při testech *MEMS* zařízení (*pMUT* membrány, mikronosníky, atd.), které pracují na své rezonanční frekvenci. Ta je obvykle řádu desítek až stovek kilohertz. Předností metody LDV je universální využití v širokém rozsahu frekvencí.

Z numerických výpočtů prováděných v programu *Ansys*[®] vyplývá, že rezonanční frekvence tenké *PZT* vrstvy na *Si* substrátu (jednotlivé tloušťky a rozměry viz podkapitola 2.4) jsou přibližně $f_r \approx 80$ kHz. Při experimentech na elektrodách průměru $p \ge 500$ µm, byla zaznamenána rezonanční frekvence výrazně nižší. Tato neshoda poukázala na kmity substrátu a jak se později ukázalo, také na kmity nosné skleněné destičky. Toto je jeden ze základních problémů měření jednopaprskovým systémem. Pokud se přehlédne nedostatečné potlačení vibrací substrátu, pak to vede ke špatné identifikaci posunutí a nesprávné, nebo částečné interpretaci materiálových vlastností piezoelektrických tenkých vrstev. Měření lokálních charakteristik je pak výrazně ovlivněno a piezoelektrické posunutí nabývá větších hodnot. Z tohoto důvodu bylo při buzení vzorků s elektrodami větších průměrů (p = 500 až 1000 µm) prováděno skenování kmitů substrátu. Na základě těchto údajů pak mohla být správně stanovena hodnota piezoelektrického posunutí a efektivního koeficientu $d_{33,eff}$ Přesnější postup je popsán v kapitole 5.

4.3 Piezoelektrické posunutí v závislosti na amplitudě harmonického budícího signálu a unipolárním DC biasu

V tomto odstavci uvedeme charakteristiky piezoelektrického posunutí d_0 a efektivního piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$ měřených v závislosti na amplitudě budícího harmonického signálu $d_0(u_{AC})f_{AC}u_{DCbias}$. Aplikované elektrické napětí na piezoelektrickou tenkou vrstvu je popsáno vztahem 4-2. Uvedené charakteristiky nás informují o tom, jaké amplitudy posunutí je dosaženo při aplikování konkrétního harmonického napětí s podloženým stejnosměrným napětím. Dozvíme se nejen charakter uvedené závislosti, ale také významný vliv stejnosměrného unipolárního DC biasu na velikost piezoelektrického posunutí.



Obrázek 4-8: Lineární piezoelektrický jev vyvolaný harmonickým napětím s malou amplitudou, které působí na tenkou vrstvu *PZT*. Efektivní piezoelektrický koeficient odpovídá směrnici pozorovaného posunutí (viz relace 4-1).

První zkoumanou charakteristikou (graf na obrázku 4-8) je závislost piezoelektrického posunutí na malé amplitudě harmonického působícího napětí, které vyvolá lineární piezoelektrický jev v tenké vrstvě *PZT*. Piezoelektrické posunutí je vypočteno podle vztahu 3-5, viz metoda DBLI odstavec 3.2.4, kapitola 3. Pozorujeme lineárně rostoucí posunutí d_0 při zvyšování amplitudy harmonického signálu. Podélný efektivní piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$ (stanoven z měřeného posunutí na základě vztahu 4-1) je v daném rozsahu u_{AC} konstantní s hodnotou (73.8 ± 2.5) pm/V. Měření je realizováno při stejné frekvenci $f_{AC} = 1$ kHz.

Na obrázku 4-9 je vynesena naměřená závislost piezoelektrického posunutí na amplitudě harmonického signálu. Amplituda harmonického signálu u_{AC} byla zvyšována od 0.1 do 10 V při konstatní frekvenci. Tento signál byl stejnosměrně podložen napětím u_{DCbias} postupně od 0 do 5 V. Při zvyšování celkového elektrického napětí dochází ke zvětšení posunutí *PZT* vrstvy. Další zvyšování stejnosměrného napěťového podložení $u_{DCbias} > 5$ V, již nezvýšilo piezoelektrickou odezvu u zkoumaného vzorku. Na této charakteristice je patrné, že posunutí vrstvy *PZT* činí přibližně $d_o = 1040$ pm při amplitudě 10 V s DC biasem 5V.



Obrázek 4-9: Graf závislosti piezoelektrického posunutí na amplitudě harmonického signálu při různých napětí stejnosměrného DC biasu.

Směrnicím těchto křivek odpovídá efektivní piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$ jehož závislost na stejném budícím napětí je vynesena do grafu na obrázku 4-10. Pokud na vzorek aplikujeme pouze harmonický signál v uvedeném rozsahu napětí, pozorujeme téměř lineární mírně rostoucí charakteristiku podélného efektivního piezoelektrického koeficientu (směrnice 1.4 pm/V²). Při současném podložení harmonického signálu stejnosměrným DC biasem pozorujeme nelineární chování. Efektivní koeficient dosahuje saturovaných hodnot $d_{33,eff} = 105$ pm/V.



Obrázek 4-10: Podélný efektivní piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$ tenké vrstvy *PZT* v závislosti na amplitudě harmonického napětí, které je podloženo různým stejnosměrným DC biasem.

Na základě uvedených charakteristik můžeme konstatovat, že malým harmonickým napětím vyvoláme pouze lineární piezoelektrickou odezvu v *PZT* vrstvě. Stejnosměrné napětí, neboli unipolární DC bias, vede k nelineárním jevům v piezoelektrickém materiálu (viz odstavec 2.3.1, kapitola 2). Větší působící napětí také způsobí výrazně vyšší piezoelektrickou odezvu a to až o 60 %. Stejnosměrné napětí DC bias je důležitou součástí budícího signálu. V následujícím odstavci se zabýváme charakteristikami s bipolárním DC biasem.

4.4 Hysterézní charakteristiky při bipolárním DC biasu

Piezoelektrické materiály vykazují nelineární chování, jestliže jsou namáhány velkým elektrickým nebo mechanickým polem. Toto silně nelineární chování je indukováno lokálním překlápěním polarizace (tzn. změny směru vektoru polarizace) na úrovni zrn (viz odstavec 2.3.1, kapitola 2). Překlápění směru polarizace vede také k větší piezoelektrické odezvě. Při aplikování bipolárního DC biasu získáme nelineární chování s výraznou piezoelektrickou odezvou. Pozorované charakteristiky odpovídají hysterézním smyčkám feroelektrických materiálů.

4.4.1 Postup měření hysterézních smyček

Hysterézní charakteristiky $d_0(u_{DCbias})u_{AC}f_{AC}$ se měří tímto postupem. Na tenkou vrstvu aplikujeme harmonický signál s malou amplitudou u_{AC} a frekvencí vhodnou pro měřící aparaturu (viz podkapitola 4.2). Tento harmonický signál je po dobu měření konstantní. Protože DC bias je zatím nulový, pozorujeme jen malou odezvu, malé posunutí *PZT* vrstvy. Nyní zvýšíme stejnosměrné napětí DC bias. Zákonitě se zvětší posunutí, jak je patrné z charakteristik v podkapitole 4.3. Toto stejnosměrné napětí zvyšujeme do kladných hodnot, dokud nedojde k saturaci a piezoelektrické posunutí se již nezvětšuje. Zaznamenávaná data posunutí opisují tvar prvotní křivky hysterézní smyčky. Nyní začneme DC bias snižovat k nule. Posunutí se zmenšuje, i když překročíme nulové napětí do záporných hodnot. Po překročení koercitivního pole E_c^- dojde k překlopení vektoru polarizace vrstvy a její tloušťka se začne zmenšovat (oproti výchozí klidové pozici). Smrštění vrstvy dosáhne svého minima při záporném saturačním DC napětí. Napětí DC bias opět zvětšujeme a celý cyklus opakujeme. Ideální tvar získané křivky posunutí je na obrázku 2-8, odstavec 2.3.1, kapitola 2. Průběh stejnosměrného DC napětí může mít skokový charakter, nebo trojúhelníkovitý s nízkou frekvencí (viz obrázek 4-1 a 4-2, odstavec 4.1.1). Při měření lokálních charakteristik metodou DBLI používáme automatizované měření s trojúhelníkovitým tvarem DC biasu a frekvencí $f_{DCbias} = 1$ až 10 mHz. Metoda LDV aplikuje na vzorek skokový DC bias.

4.4.2 Základní parametry hysterézních smyček

Hysterézní smyčka piezoelektrického posunutí poskytuje mnoho důležitých informací o chování tenkých vrstev. Ukazuje velikosti posunutí piezoelektrické vrstvy při působícím napětí opačné polarity. Obrázek 4-11 shrnuje důležité parametry na reálné charakteristice.



Obrázek 4-11: Parametry piezoelektrické hysterézní smyčky. d_{MAX} -maximální saturované hodnoty piezoelektrického posunutí, d_R -remanentní posunutí, d_S -maximální dosažené posunutí s překlopením vektoru polarizace, d_N -posunutí bez překlopení

Elektrickým polem vyvolané posunutí piezoelektrické tenké vrstvy dosahuje saturovaných hodnot $d_{_{MAX+}}(d_{_{MAX-}})$ při kladném (záporném) působícím napětí DC bias. Pro zkoumané vzorky tenkých vrstev materiálu *PZT* se maximální hodnoty efektivního piezoelektrického koeficientu, které odpovídají maximálnímu posunutí, pohy-

bují v rozsahu $d_{_{33,eff}}$ = 70 až 120 pm/V. Tyto hodnoty jsou v dobrém souladu s publikovanými odbornými prácemi světových laboratoří [85, 88, 89]. Kladné remanentní posunutí d_{R+} pozorujeme při snížení napětí DC bias z kladného maxima na nulu. Analogicky je definováno také záporné remanentní posunutí $d_{p_{e}}$. Pokud zvětšíme stejnosměrné napětí z nulové hodnoty do maxima, může pozorovat dvojí změnu v posunutí. Vyvolaná změna posunutí je závislá na výchozí pozici natočení jednotlivých dipólů v materiálu (uplatňuje se princip hystereze). Při stejném směru působícího elektrického pole jako je směr vektoru polarizace, pozorujeme změnu posunutí bez překlopení $d_{N_{\mu}}$, resp. $d_{N_{\mu}}$. V opačném případě se dipóly překlopí do směru vnějšího elektrického pole. Překlopení vede k výraznější změně posunutí, hodnoty d_{s+} a $d_{s_{+}}$. Platí tedy $d_{s_{+}} > d_{s_{+}} > d_{s_{-}} > d_{s_{-}}$. Mezi těmito veličinami platí tyto vztahy:

$$d_{N+} = |d_{MAX+} - d_{R+}| \tag{4-2}$$

$$\begin{aligned} u_{N+} &= |u_{MAX+} - u_{R+}| \\ d_{N-} &= |d_{MAX-} - d_{R-}| \\ d_{S+} &= |d_{MAX+} - d_{R_{-}}| \end{aligned}$$
(4-3)

$$d_{S+} = |d_{MAX+} - d_{R-}|$$
(4-4)

$$d_{S_{-}} = |d_{MAX_{-}} - d_{R_{+}}| \tag{4-5}$$

Vlivem nesymetrie hysterézní křivky (bližší popis viz níže 4.4.5) se všechny reálné hodnoty od sebe liší, tzn. že $d_{MAX+} \neq -d_{MAX-}, d_{R+} \neq -d_{R-}$, atd.

Další důležité parametry hysterézních piezoelektrických křivek se nacházejí na horizontální napěťové ose. Velikost vnějšího elektrického pole, které způsobí překlopení vektoru polarizace v piezoelektrickém materiálu, se označuje jako koercitivní pole (E_{c}^{+} a E_{c}^{-} , viz odstavec 2.3.1, kapitola 2). Tato veličina je závislá zejména na tloušťce vrstvy PZT vzorku, ale také na dalších materiálových parametrech. Pozorované hodnoty dostupných vzorků jsou $E_c = 50$ až 100 kV/cm.

Odborná literatura není jednotná v prezentaci piezoelektrických hysterézních smyček tenkých vrstev. Setkáváme se s klasickými smyčkami, kde posunutí dosahuje záporných hodnot odpovídajících smrštění vrstvy (viz obr. 4-11). Na druhou stranu se také setkáme s experimentálními výsledky v podobě tzv. butterfly smyček, podobně jak jsou ve větší míře uvedeny v této práci. Tato neshoda je pravděpodobně způsobena formátem experimentálních dat, které potřebují další zpracování pro vyhodnocení směru posunutí. Metody DBLI a LDV dokáží rozeznat smysl posunutí (kladné a záporné) na základě měření fáze mezi referenčním a detekovaným optickým signálem. Pokud je fázový úhel mezi oběma signály v intervalu od 90 do 270°, je detekované posunutí záporné. Příklad je uveden na obrázku 4-12.

Záznam fáze probíhá u DBLI automatizovaně (fáze je detekována Lock-In fázově citlivým zesilovačem). V současné době je u metody LDV fázi potřeba odečítat manuálně. Pokud si to experiment vyžaduje, je fáze měřena a směr posunutí je uvažován v obou směrech. Avšak u měření piezoelektrického posunutí se přikláníme k prezentaci formou butterfly křivek. Informace jsou zachovány a přehlednost je pouze otázkou vkusu a zvyku.

Kapitola 4 | Nelineární lokální piezoelektrické charakteristiky



Obrázek 4-12: Piezoelektrická hysterézní smyčka se záznamem detekované fáze. Na základě velikosti fáze se určuje směr posunutí (kladný, nebo záporný).

4.4.3 Piezoelektrické hysterézní charakteristiky tenkých vrstev PZT

Tento odstavec uvádí základní hysterézní smyčky pozorované na dostupných vzorcích. Typická hysterézní smyčka s prvotní křivkou je uvedena na obrázku 4-13.



Obrázek 4-13: Typická hysterézní smyčka piezoelektrické tenké vrstvy s prvotní křivkou.

Tato *butterfly* smyčka byla zaznamenána dvoupaprskovým laserovým interferometrem DBLI na novém (*virgin*) vzorku. Piezoelektrická odezva byla detekována při pomalé změně stejnosměrného DC biasu se směrnicí 0.12 V/s. Měření takové smyčky probíhalo po dobu přibližně 20-ti minut. Při prvních bipolárních cyklech pozorujeme výraznou aktivitu piezoelektrického materiálu ($d_{33,effMAX} \approx 130$ pm/V). Koercitivní elektrické pole je přibližně $E_c^+ \approx 100$ kV/cm. Při zvyšování amplitudy harmonického signálu u_{AC} působícího na tenkou vrstvu *PZT* úměrně narůstá také piezoelektrické posunutí (viz obr. 4-8, podkapitola 4.3). Podobný charakter musí platit také u hysteréznícho chování. To ilustruje graf na obrázku 4-14.



Obrázek 4-14: Piezoelektrické hysterézní smyčky při různých amplitudách harmonického signálu.

Kdybychom spočítali hodnoty efektivního piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$ pro všechny body uvedených křivek na obrázku 4-14 a vynesli je do grafu, tak se jednotlivé křivky $d_{33,eff}(u_{DCbias})u_{AC}f_{AC}$ musí překrývat. Při změně amplitudy harmonického signálu se nemění hodnota elektrického pole, při kterém dochází k saturaci posunutí. Koercitivní elektrické pole je nezávislé na aplikovaném elektrické napětí. Je závislé zejména na tloušťce tenké piezoelektrické vrstvy, jak dokazuje graf na obrázku 4-15. Zde jsou vyneseny hysterézní smyčky dvou vzorků s různou tloušťkou vrstvy *PZT*. Pozorujeme rozdílné koercitivní pole, ale také větší piezoelektrickou odezvu pro vzorek se silnější *PZT* vrstvou.



Obrázek 4-15: Piezoelektrické hysterézní smyčky dvou vzorků s různou tloušťkou PZT vrstvy.

4.4.4 Porovnání hysterézních smyček měřených metodou DBLI a LDV

Obě dostupné metody, dvoupaprskový laserový interferometr (DBLI) a laserový dopplerovský vibrometr (LDV), pracují na odlišném principu. Porovnání naměřených dat je velice zajímavé z hlediska standardizace měřících metod pro charakterizaci tenkých vrstev. Kritéria pro porovnání jsou hodnoty piezoelektrického posunutí a parametry hysterézních smyček. Z experimentálních údajů lze obecně říci, že shoda obou metod je velice dobrá. Přesto je třeba dodržet jiné měřící podmínky, které znemožňují přímé porovnání konkrétních velikostí posunutí na stejném vzorku.

Piezoelektrické posunutí vyvolané elektrickým polem je velice malé. Proto se provádí vhodné kalibrace měřící aparatury a porovnání naměřených dat s jinými experimentálními metodami. Nejprve bylo provedeno ověření měřených hodnot piezoelektrického posunutí metodou DBLI na vzorku křemene (*x*-cut). Tabulková hodnota piezoelektrického koeficientu je $d_{11} = 2.31$ pm/V. Naměřené hodnoty $d_{11} = (2.4 \pm 0.1)$ pm/V jsou ve velice dobrém souladu. Frekvenční charakteristika je uvedena na obrázku 4-16. Tímto měřením bylo ověřeno, že měřené posunutí laserovým dvouparskovým interferometrem poskytuje přesné hodnoty. Kalibrace byla provedena na objemovém vzorku. Je zřejmé, že při správném nastavení optické sondy metoda DBLI dává správné hodnoty piezoelektrického posunutí také u tenkých vrstev. Mezi nejdůležitější nastavení DBLI pro měření lokálních charakteristik patří parametry optické sondy (viz odstavec 3.2.3).



Obrázek 4-16: Frekvenční charakteristika piezoelektrického koeficientu $d_{_{11}}$ měřená na vzorku křemene. Ověření měřených hodnot posunutí metodou DBLI.

Dalším testem dvoupaprskového interferometru DBLI je ověření dostatečné eliminace vibrací substrátu (princip eliminace je uveden v odstavci 3.2.2, kapitola 3). Nastavení optické sondy je pro tento účel hlavním aspektem (postup nastavení je uveden v odstavci 3.2.3, kapitola 3). Při testech byla hysterézní smyčka nejprve měřena dvouparskovou sondou. Pak byl zadní měřící paprsek reflektován od pevně umístěného zrcátka (tzn. že není fokusován na substrát vzorku, viz obrázek 3-1, odstavec 3.2.1, kapitola 3). Tato jednoduchá modifikace optické soustavy převedla dvouparskový systém na jednopaprskový. Jednoparskovým měřícím systémem měříme celkové posunutí vrchní elektrody vzorku zahrnující piezoelektrickou deformaci, ale také chvění substrátu. Výsledné křivky jsou uvedené na obrázku 4-17. Zde pozorujeme, že vibrace substrátu mají stejný charakter jako piezoelektrické hysterézní smyčky PZT vrstvy. To plyne z principu vzniku vibrací substrátu (viz odstavec 2.3.2, kapitola 2). Avšak chvění substrátu je v tomto konkrétním případě skoro o 200 % větší než piezoelektrická deformace samotné PZT vrstvy. Kdybychom zanedbali nastavení optické sondy a tedy vliv vibrací by nebyl dostatečně eliminován, pak mohou být naměřená data nesprávně interpretována. Pro charakterizaci materiálových vlastností tenkých piezoelektrických vrstev metodou DBLI musí být vibrace substrátu opticky eliminovány. Jednoduchým a rychlým ověření dostatečné eliminace je tento test: optickou sondu zaostříme na substrát vedle elektrickým polem aktivované oblasti PZT vrstvy. V tomto případě bychom neměli zaznamenat žádné posunutí (prakticky menší než 2 až 4 pm).



Obrázek 4-17: Ukázka eliminace vibrací substrátu. Měření je realizován metodou DBLI. Při jednoparskovém testu je zadní měřící paprsek reflektován od pevně umístěného zrcátka.

Porovnání hysterézních smyček měřených metodami DBLI a LDV je vyneseno do grafu na obrázku 4-18. Tvar hysterézních smyček je prakticky totožný. Koercitivní pole se shodují a strmost křivek je také shodná. Měření probíhalo na stejném vzorku, ale při odlišných vnějších podmínkách. Proto jsou hodnoty posunutí relativní. Piezoelektrická deformace měřená metodou DBLI byla pozorována na elektrodě s průměrem $p = 500 \,\mu\text{m}$. Z důvodů potlačení vibrací substrátu bylo měření metodou LDV prováděno na elektrodě s průměrem $p = 250 \,\mu\text{m}$. Frekvence harmonického signálu jsou také odlišné (10 kHz pro LDV a 1 kHz pro DBLI).



Obrázek 4-18: Porovnání hysterézních smyček měřených metodami DBLI a LDV.

Hysterézní charakteristiky naměřené dostupnými metodami jsou v dobrém souladu. Tvar křivek je totožný. Přesto obě metody vyžadují dodržení jistých podmínek, které nedovolují provádět měření při stejných parametrech. Odlišným parametrem je frekvence budícího harmonického napětí $f_{\rm AC}$ (viz frekvenční charakteristiky v odstavcích 4.2.2 a 4.2.3). To může mít vliv např. na velikost koercitivního pole. Metodou LDV není možné naměřit správné hodnoty lokálních piezoelektrických charakteristik na elektrodách větších než 250 µm bez tzv. skenování. Důvodem jsou značné vibrace substrátu, které zkreslují naměřená data. (Konkrétní důvody budou objasněny v kapitole 5.) Naproti tomu je měření metodou DBLI obtížné realizovat na elektrodách menších než 250 µm bez zvětšovacího zobrazovacího systému. Jak víme z odstavce 2.2.3, piezoelektrické posunutí tenké vrstvy je závislé na velikosti budící elektrody. Dále je stejnosměrný DC bias generován různými způsoby. Při měření metodou LDV je generován po skocích (viz obr. 4-1, odstavec 4.1.1) se strmostí přibližně 0.4 V/s. Automatizované měření metodou DBLI probíhá při trojúhelníkovitém DC biasu (viz obr. 4-2, odstavec 4.1.1) se strmostí 0.8 V/s. Vliv tvaru stejnosměrného podložení na hysterézní charakteristiky nebyl pozorován.

Pozorované hysterézní charakteristiky tenkých vrstev *PZT* jsou v dobrém souladu s výsledky, které publikují světové laboratoře. Vzorky testované v této práci byly také měřeny dvoupaprskovým laserovým interferometrem firmy *AixAcct* v německém Aachen [záznam z měření M. Šulc a P. Gerber, 16.12.2004]. Úspěšné porovnání bylo provedeno také metodou *AFM* [A. Kholkin, 8.12.2004]. Uvedené naměřené piezoelektrické hysterézní smyčky jsou ve shodě s experimenty prováděnými metodou DBLI na katedře fyziky v Liberci. Z pozorovaných charakteristik můžeme také usoudit, že kontinuální a lokální struktury (viz popis vzorků v podkapitole 2.4, kapitola 2) piezoelektrického materiálu *PZT* na křemíkovém substrátu nemají výrazný vliv na hysterézní chování.

4.4.5 Nesymetrie piezoelektrických hysterézních smyček

Pozorované hysterézní charakteristiky se značně odlišují od ideálního tvaru. To je dáno polykrystalickou strukturou materiálu *PZT*. Jednotlivé domény se například nenatočí přesně při hodnotě koercitivního elektrického pole (srovnání obrázků 2-8 a 4-13 v odstavcích 2.3.1 a 4.4.4). V reálném krystalu dosahuje piezoelektrická deformace saturace. Pozorujeme také různé nesymetrie hysterézních křivek.

První takovou nesymetrií je posunutí celé hysterézní smyčky ve směru napěťové horizontální osy. V literatuře se označuje pojmem *imprint* a má význam preferovaného polarizačního stavu. Je způsobena nesymetrickým tvarem vrchní a spodní elektrody, nebo také vznikem vnitřních statických polí uvnitř struktury vzorku během bipolárních cyklů. Spodní elektroda *Pt* je po celé ploše substrátu pod vrstvou *PZT*, zatímco vrchní elektrodu tvoří lokální oblasti kruhového tvaru s různým poloměrem na piezoelektrické vrstvě (viz obrázek 2-10, podkapitola 2.4, kapitola 2). Elektrody musí být také ze stejného materiálu, aby se tato nesymetrie eliminovala. Horizontální nesymetrie se projevuje změnou velikosti kladného (E_C^+) a záporného (E_C^-) koercitivního pole. Tento jev neumožňuje přesně určit napětí, při kterém začíná docházet k překlápění směru vektoru polarizace. To se ukázalo jako velký problém zejména u feroelektrických pamětí, protože vnitřní elektrická pole vznikají právě při bipolárních cyklech [102].

Další nesymetrií pozorovanou na tvaru hysterézních smyček je posun ve směru vertikální osy. Na *butterfly* křivkách tak pozorujeme menší odezvu piezoelektrického posunutí při jedné z polarit stejnosměrného DC biasu. A to při záporných hodnotách DC biasu, pokud připojíme záporný pól budícího elektrického napětí na vrchní elektrodu. Po prvních bipolárních napěťových cyklech dochází k výraznějšímu snížení hodnot d_{MAX} a d_{R} oproti kladným veličinám d_{MAX+} a d_{R+} . Tato nesymetrie je v odborné literatuře vysvětlena na základě vzniku povrchových nábojů na rozhraní elektrod a piezoelektrické vrstvy *Pt/PZT* [8]. Vznik vertikální nesymetrie byl pozorován metodou DBLI na kontinuálních nových vzorcích (*virgin*). Prvotní bipolární cykly se vznikem vertikální nesymetrie ukazuje graf na obrázku 4-19, který je doplněn časovým rozvojem jednotlivých dat na obrázku 4-20.

Výrazné nesymetrie hysterézního chování vznikají při dalším bipolárním namáhání piezoelektrického materiálu. Projevuje se únava (*fatigue*), která je definována poklesem remanentních polarizací, resp. snížením hodnot veličin d_{R+} a d_{R-} (viz obrázek 4-11). Únava materiálu se testuje bipolárním působením nejméně 10⁶ cyklů. Únavě materiálu nebyla v této práci věnována větší pozornost.



Obrázek 4-19: Vznik vertikální nesymetrie hysterézní smyčky po prvních bipolárních cyklech působícího elektrického napětí.



Obrázek 4-20: Časový vývoj naměřených bodů charakteristiky uvedené na obrázku 4-19. Naznačen je pokles hodnot d_{MAX+} a d_{MAX-} po prvních bipolárních cyklech. Zde pozorujeme pokles d_{MAX+} o 16 % a d_{MAX-} o 50 % po deseti cyklech.

Elektrickým polem vyvolané posunutí v tenké vrstvě zahrnuje více jevů. Celkové posunutí můžeme zapsat rovnicí 4-6 [80]:

$$d_0 = QP_s^2 + 2Q\varepsilon_0 P_s E + Q\varepsilon_0^2 \varepsilon^2 E^2, \qquad (4-6)$$

kde Q je efektivní elektrostrikční koeficient, P_s vlastní polarizace, ε_0 permitivita vakua, ε relativní permitivita a *E* je vnější elektrické pole. První člen na pravé straně odpovídá posunutí vyvolané vlastní polarizací. Druhý a třetí člen pak piezoelektrickému a elektrostatickému posunutí. Ve výjimečných případech se může stát, že v materiálu převládá elektrostatický jev. Hysterézní smyčka získá parabolický tvar, který je dán druhou mocninou elektrického pole (elektrostatický člen rovnice 4-6). V tomto případě nepozorujeme překlápění vektoru polarizace. Převládající elektrostatický jev je vynesen do grafu na obrázku 4-21 a 4-22. Překlápění po několika bipolárních cyklech elektrického napětí degraduje a posunutí pak probíhá pouze v kladných hodnotách. Ojedinělé chování bylo pozorováno metodou *AFM* na atomárním rozměru [80], ale také dvoupaprskovým interferometrem DBLI na mikroskopickém rozměru. Po polarizaci *PZT* materiálu elektrickým polem (20 V po dobu 20 minut) bylo opět zaznamenáno klasické hysterézní chování.



Obrázek 4-21: Piezoelektrická hysterézní smyčka po několika bipolárních cyklech elektrického napětí degraduje do parabolického tvaru. V materiálu *PZT* převládá elektrostatický jev.



Obrázek 4-22: Časový rozvoj naměřených bodů hysterézní křivky (měření koresponduje s výsledky vynesenými do grafu na obrázku 4-21).

4.5 Proudové charakteristiky

Proudové charakteristiky jsou velice důležité z několika hledisek. V oblasti materiálového inženýrství odhalují vodivostní principy a mechanismy v jednotlivých vrstvách struktury. Proudové charakteristiky jsou důležité pro integraci piezoelektrických tenkých vrstev do mikroelektromechanických systému (*MEMS*). Vysoká integrace spojuje velké množství prvků, které jsou napájeny omezenými zdroji energie (např. baterie v přenosných zařízeních). Průchozí proud je zdrojem tepla a tím dochází k celkovému zahřívání integrovaného čipu. Změna teploty pak může významně ovlivnit parametry ostatních prvků na společném čipu. Proudová hustota je tedy jedním z důležitých parametrů při návrhu integrovaných struktur.

Obecně feroelektrické kondenzátory s kovovými elektrodami tvoří velmi komplikovanou strukturu, ve které elektrony, díry a ionty přispívají k vodivosti. Proud ve feroelektrických tenkých vrstvách je popsán různými mechanismy zahrnující povrchové a objemové procesy, funkčnosti elektrod a další parametry struktury v jednotlivých mezivrstevních rozhraní. Typicky jsou všechny tyto procesy uskutečňovány v jeden stejný čas a jsou příčinou nelineárních integrálních charakteristik [8]. Významný podíl relaxačních časů na strukturální změny ovlivňuje hodnoty průchozího proudu při různých podmínkách měření (zejména pak při jiných frekvencích).

Průchozí proud vzorkem byl měřen pomocí dvou rozdílných aparatur. S využitím fázově citlivého zesilovače Lock-In (v Optické laboratoři na *TUL*) a měřící aparaturou *AixAcct* [67] na oddělení *MIMM* univerzity *USTL*. Proudové charakteristiky jsou porovnávány s piezoelektrickými, které byli měřeny na stejných vzorcích při přibližně stejných podmínkách. Zapojení s Lock-In zesilovačem je blokově znázorněno na obrázku 4-23. Na vzorek bylo ze součtového zesilovače přiváděno harmonické napětí se stejnosměrným DC biasem přes sériový rezistor (*R* = 100 Ω). Fázově citlivým zesilovačem Lock-In byl zaznamenáván úbytek napětí. Touto metodou byl měřen proud harmonického signálu procházejícího přes vzorek. Charakteristiky *i*(u_{DCbias}) $u_{AC}f_{AC}$ absolutních hodnot jsou vyneseny do grafu na obrázku 4-24, kde je k porovnání zároveň měřená piezoelektrická *butterfly* křivka (metodou DBLI).



Obrázek 4-23: Zapojení měřících přístrojů pro měření průchozího proudu vzorkem.

Měření průchozího proudu vzorkem je také realizováno měřící aparaturou *AixAc-ct*. Naměřené charakteristiky jsou porovnány s piezoelektrickou křivkou, která je měřena metodou LDV. Při měřené proudové charakteristice není aplikováno harmonické napětí u_{AC} . Stejnosměrný DC bias je generován s trojúhelníkovitým průbě-

hem o frekvenci 12 mHz. Skokový DC bias s frekvencí 6 mHz byl použit při měření piezoelektrické křivky metodou LDV. Obě charakteristiky jsou vynesené v grafu na obrázku 4-25.



Obrázek 4-24: Průchozí proud harmonického napětí v porovnání s *butterfly* křivkou piezoelektrického posunutí při bipolárním DC biasu.



Obrázek 4-25: Proudová a piezoelektrická smyčka měřené systémem AixAcct a LDV metodou.

Z proudových charakteristik je patrné, že průchozí proud dosahuje maximálních hodnot při koercitivním elektrickém poli. Při saturaci piezoelektrického posunutí proud vzorkem výrazně klesá. Rozdíly v charakteristikách (obrázek 4-24 a 4-25) mohou být dány různou frekvencí generovaného DC biasu (1 mHz a 12 mHz).

4.6 Dielektrické charakteristiky

Dielektrickými vlastnostmi tenkých vrstev se v této práci zaobíráme jen okrajově. Námi měřené charakteristiky $\varepsilon(u_{DCbias})u_{AC}f_{AC}$ měly pouze porovnávací charakter s jinými *PZT* vrstvami. Bylo tedy prováděno několik měření na vzorcích s různě velkou plochou vrchní elektrody pomocí impedančního analyzátoru *HP 4192A* [107]. Naměřené charakteristiky se dobře shodují s publikovanými výsledky jiných autorů [81].

Typické charakteristiky dielektrické permitivity v závislosti na stejnosměrném DC biasu jsou vyneseny na obrázku 4-26. Zde pozorujeme větší hodnoty relativní permitivity materiálu s menším průměrem vrchní platinové elektrody. Jinými slovy čím menší objem aktivovaného *PZT* materiálu, tím větší hodnoty dielektrické konstanty. Toto chování potvrzuje teoretické předpoklady odvozené v odstavci 2.2.1, kapitola 2. V limitním případě, při zmenšování průměru vrchní elektrody, bychom měli obdržet hodnoty známé pro objemové krystaly *PZT* materiálu.



Obrázek 4-26: Závislost relativní permitivity na bipolárním DC biasu. Jednotlivé křivky jsou pro různě velké poloměry vrchních kruhových elektrod.

Hodnoty relativní permitivity pro různé průměry vrchních elektrod shrnuje tabulka 4-2:

Tabulka 4-2: Hodnoty dielektrických veličin při nulovém stejnosměrném napětí $u_{_{DCbias}} = 0$ V. Význam: p - průměr vrchní elektrody, $\varepsilon_{_{33,eff}}$ - efektivní dielektrická permitivita, C - kapacita, δ - ztrátový činitel dielektrika

<i>p</i> [µm]	ε _{33,eff} [-]	<i>C</i> [nF]	δ[-]
1000	257	1.78	0.025
500	295	0.53	0.025
250	322	0.14	0.023

4.7 Feroelektrické charakteristiky tenkých vrstev PZT

Vnější elektrické pole působící na tenkou piezoelektrickou vrstvu vyvolá změnu celkové polarizace materiálu *PZT*. Vychýlení dipólů v krystalové struktuře je doprovázeno mechanickou deformací vrstvy. Příčinou obou jevů je vnější elektrické pole. Charakteristiky těchto vnitřních jevů by měly být shodné. Feroelektrické charakteristiky jsou v této práci zahrnuty pouze okrajově. Zde se opět porovnává tvar křivek P(V) v relaci s křivkami piezoelektrickými. Resp. porovnáváme křivky $d_0(u_{DCbias})u_{AC}f_{AC}$ a $P(u_{DCbias})$. Piezoelektrické posunutí bylo měřeno metodou LDV. Polarizace byla zaznamenána systémem *AixAcct*.

Na obrázku 4-27 jsou vyneseny feroelektrické smyčky při různých frekvencích generovaného bipolárního *DC biasu* s trojúhelníkovitým průběhem. Při frekvenci 1 kHz lze pozorovat nárust koercitivních elektrických polí E_c^+ a E_c^- . Při nižších frekvencích se natáčí větší počet domén a pozorujeme větší hodnoty polarizace ($P = 27.3 \ \mu\text{C/cm}^2$). Porovnání feroelektrické a piezoelektrické křivky je na obrázku 4-28. Pozorujeme dobrou shodu tvarů obou křivek. Rozdíl v hodnotách koercitivních polí může být způsoben pomalejším měřením piezoelektrické smyčky (2x pomalejší, $f_{DCbias} = 6 \text{ mHz}$). V tomto případě je evidentní také saturace piezoelektrického posunutí. Feroelektrická smyčka nedosahuje saturovaných hodnot.



Obrázek 4-27: Feroelektrická smyčka tenkých vrstev *PZT* při různých frekvencích generovaného DC biasu.



Obrázek 4-28: Porovnání feroelektrické a piezoelektrické smyčky. Měřeno na stejné vrchní elektrodě o průměru $p = 250 \mu m$.

4.8 Shrnutí důležitých vlastností

V úvodu kapitoly 4 je definováno působící elektrické napětí, které je složeno ze dvou různých průběhů. Generovaný signál je přiveden na tenkou vrstvu *PZT*, která se vlivem inverzního piezoelektrického jevu deformuje. Deformace je zaznamenána na lokálních místech aktivní oblasti při různém působícím napětí.

Frekvenční charakteristiky ukazují, že nejpřesnější měření piezoelektrických koeficientů je docíleno v úzké frekvenční oblasti budících napětí. Obě použité optické metody využívají jiné frekvenční pásmo. Metoda DBLI detekuje piezoelektrické posunutí nejpřesněji (tj. s chybou 2-5 %) při aplikovaném harmonickém napětí s frekvencí 1 kHz. Při měření laserovým vibrometrem LDV se využívá úzké frekvenční pásmo kolem 10 kHz.

Při zvyšování amlitudy působícího harmonického napětí se úměrně zvyšuje také piezoelektrická deformace tenké vrstvy. Pokud s harmonickým napětím u_{AC} aplikujeme také stejnosměrné napětí u_{DCbias} , pozorujeme větší a nelineární piezoelektrickou odezvu. Saturace efektivního piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$ je v rozsahu 100 až 120 pm/V.

Při působení bipolárního napětí u_{DCbais} pozorujeme piezoelektrické hysterézní smyčky, které jsou typické pro feroelektrické materiály. Závislosti absolutní hodnoty posunutí tenké vrstvy d_o na působícím napětí znázorňují tzv. *butterfly* smyčky. Zde můžeme odečíst důležité parametry (koercitivní elektrické pole, maximální a remanentní posunutí, atd.). Koercitivní pole E_c závisí zejména na tloušťce tenké vrstvy (typické pozorované hodnoty 50 až 100 kV/cm pro vrstvy *PZT* s tloušťkou 1-2 µm). Piezoelektrické hysterézní smyčky pozorované metodami DBLI a LDV jsou totožné při dodržení měřících podmínek. Hodnoty efektivního piezoelektrického koeficien-

tu $d_{_{\rm 33,eff}}$ jsou v dobrém souladu s publikovanými výsledky světových laboratoří.

Při působení bipolárních napěťových cyklů na tenkou vrstvu dochází k několika jevům, které mají vliv na symetrii hysterézního chování. Pozorujeme vertikální a horizontální nesymetrie hysterézních smyček. Tyto nesymetrie jsou způsobeny nesymetrií vrchní a spodní elektrody, vznikem povrchových nábojů na rozhraní vrstev *Pt/PZT*, atd. Zvyšováním počtu působících bipolárních cyklů se mění hodnoty koercitivních polí E_c^+ a E_c^- . Menší amplituda působícího napětí má menší vliv na vznik nesymetrií hysterézních smyček a na degradaci piezoelektrických vlastností materiálu *PZT*.

Porovnání piezoelektrických hysterézních smyček s proudovými charakteristikami ukazuje, že největší proud prochází vzorkem při koercitivním působícím elektrickém poli (zde dochází k překlopení vektoru polarizace v materiálu *PZT*). Efektivní permitivita $\varepsilon_{33,eff}$ se zvětšuje při aktivaci menšího objemu piezoelektrického materiálu *PZT* vrstvy. Piezoelektrické a feroelektrické charakteristiky jsou v dobrém souladu. Na křivkách pozorujeme, že piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$, na rozdíl od polarizace *P*, dosahuje saturovaných hodnot.

Kapitola 5

Profilové charakteristiky

Profilové charakteristiky přinášejí nové poznatky o piezoelektrickém chování tenkých vrstev. Popisují charakter deformací celé struktury, které nejsou omezeny pouze na oblast desítek mikrometrů (jak je tomu u lokálních charakteristik v kapitole 4). V aktivní vrstvě se transformuje elektrická energie na mechanickou. Mechanická energie se přenáší z aktivní vrstvy a dochází tak k deformacím pasivních vrstev a substrátu (viz obrázek 5-1). Na profilových charakteristikách pozorujeme mechanické posunutí aktivních a pasivních vrstev, ale také základní křemíkové destičky (substrátu). Elektrickým polem vyvolané deformace příčné struktury jsou důležité vlastnosti, které lze využít například pro aktuátory v *MEMS* zařízeních. Profilové charakteristiky ukazují závislosti piezoelektrického posunutí na různých místech vzorku. Piezoelektrická deformace d_o , která je přímo úměrná efektivnímu piezoelektrickému koeficientu $d_{33,eff}$ je měřena na vrchní elektrodě. Pod ní je *PZT* vrstva aktivní. Na okolních pasivních vrstvách pozorujeme vibrace substrátu s_o , které jsou obecně až 10x větší.



Obrázek 5-1: Ilustrace aktivních a pasivních vrstev. Laserové měřící paprsky postupně skenují vrchní plochu vzorku u metody LDV. Dvoupaprsková metoda DBLI využívá protijdoucí paprsky při skenování vrchní elektrody vzorku.

Pro vyhodnocení materiálových vlastností tenkých vrstev (zejména koeficientu $d_{33,eff}$) je nutné posunutí d_0 a s_0 od sebe oddělit. Pro separaci těchto proměnných, popř. pro eliminaci s_0 se používají tyto metody: optická, mechanická, geometrická

a elektrická. Optickou eliminaci vibrací substrátu využívá dvoupaprsková metoda DBLI (viz odstavec 3.2.2, kapitola 3). Ostatní jsou vhodně kombinovány při experimentech jednopaprskovou metodou LDV.

Jednotlivé hodnoty piezoelektrického posunutí jsou získávány tzv. skenováním, při kterém se postupně přemísťuje měřící laserový paprsek po vzorku. Stanovení správných hodnot efektivního piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$ vyžaduje dodržení jistých podmínek nastavení měřících optických metod DBLI a LDV. Při zanedbání těchto experimentálních postupů je měření výrazně nepřesné a mohou vznikat nesprávné interpretace piezoelektrických vlastností tenkých vrstev *PZT*.

Experimentální výsledky jsou porovnány s křivkami simulovanými numerickou analýzou konečných prvků v programu *Ansys*[®]. Numerická analýza zkoumá vliv uchycení vzorků na piezoelektrické profilové charakteristiky, které je používáno při měření optickými metodami. Dále se pozorují deformace pasivních a aktivních vrstev při působení elektrického napětí opačné polarity. Tyto simulace odhalují také mezivrstevní deformace spodní elektrody. Přesněji posunutí roviny mezi vrstvou *PZT* a křemíkovým substrátem (tloušťka spodní elektrody je zanedbána). Mezivrstevní deformace nelze pozorovat experimentálně. Přesto jsou důležitým faktorem při výzkumu piezoelektrických vlastností tenkých vrstev, např. z hlediska geometrických rozměrů elektrod (viz odstavec 2.2.3, kapitola 2).

5.1 Postup měření profilových charakteristik optickými metodami

Dostupné optické metody DBLI a LDV pracují na jiném principu. Celé uspořádání měřících aparatur je odlišné a samotné měření předpokládá jiné specifické postupy. Průběh měření profilových charakteristik tenkých vrstev je přesto v základním principu stejný. Po zaznamenání piezoelektrické deformace tenké vrstvy přemístíme laserový měřící paprsek do nové pozice na vzorku a opět změříme deformaci. Pak tento postup měření opakujeme. Měřící laserové paprsky dopadající na vzorek jsou naznačeny na obrázku 5-1. U obou metod se ukázalo výhodnější přemístit vzorek pomocí mikroposuvného stolku, na kterém je uchycen, než zasahovat do nastavení optické soustavy. Metoda DBLI je soustředěna na skenování vrchní elektrody, tj. na aktivní piezoelektrickou vrstvu. Efektivní hodnota piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$ je přímo zaznamenána měřící aparaturou. Metodou LDV se tento koeficient musí vyhodnotit analýzou naměřených charakteristik. Tento problém je řešen níže v odstavci 5.3.2. Nepřímou optickou metodou LDV je měření profilových charakteristik rychlejší oproti metodě DBLI, kde je nutné při každém posunutí vzorku nastavit nový pracovní bod aparatury.

5.1.1 Měření profilových charakteristik metodou DBLI

Vzorek s piezoelektrickou tenkou vrstvou je upnutý k mikroposuvnému stolku. Nastavení pozice ve dvou osách vertikální roviny je možné s přesností $\pm 20 \ \mu\text{m}$. Tento nejmenší krok je zcela dostačující, protože průměr laserového paprsku v rovině vzorku je přibližně $2w_1 = 40 \ \mu\text{m}$ (viz odstavec 3.2.3, kapitola 3). Přímý měřící paprsek

nejprve nastavíme přibližně doprostřed vrchní platinové elektrody vzorku. Změříme frekvenční charakteristiku, abychom se přesvědčili o její vyrovnanosti v okolí frekvencí budícího napětí. Zaznamenáme piezoelektrickou hysterézní smyčku. Tvar generovaného signálu DC bias použijeme skokový (obrázek 4-1, podkapitola 4.1, kapitola 4), abychom později mohli vyhodnotit naměřené piezoelektrické posunutí při stejných hodnotách napětí u_{DCbias} . Pak posuneme vzorkem o předem stanovený krok. Lokální reflexivita vrchní elektrody, nebo spodní plochy substrátu, se může změnit. Tím se ovlivní kontrast interferenčního obrazce. Proto je nutné znovu změřit napětí u_{MIN} a u_{MAX} (viz vztah 3-5, odstavec 3.2.4, kapitola 3) a nastavit nový pracovní bod měřícího interferometru. Tento postup je zdlouhavý, ale bezpodmínečně nutný.

V každé měřené lokální oblasti máme zaznamenánu piezoelektrickou hysterézní smyčku. Výsledky neměřených dat pro vyhodnocení profilových charakteristik jsou vyneseny do grafu na obrázku 5-2. Lokální posunutí pro konkrétní hodnotu napětí u_{DChias} odečteme z těchto dat.



Obrázek 5-2: Naměřená data metodou DBLI pro vyhodnocení profilových charakteristik. Piezoelektrická hysterézní smyčka je zaznamenána v každém měřené lokální oblasti aktivní *PZT* vrstvy.

Kontaktní elektrody se pohybují současně se vzorkem. To je velkou předností mechanického upnutí vzorku. Při skenovaní je posunutí mikrotranslačního stolku jediným zásahem do optické soustavy. Pouze musíme kontrolovat, jestli zlatý drátek vrchní kontaktní elektrody neprotíná měřící laserový paprsek (viz obrázek 4-4, odstavec 4.2.1, kapitola 4). Přesná pozice laserového měřícího paprsku na vrchní elektrodě se špatně sleduje bez zvětšovacího zobrazovacího systému, který není v současné době součástí metody DBLI. Při zaostření laserového paprsku na hrany *PZT/Pt* pozorujeme deformovaný interferenční obrazec. Tím máme výchozí krajní polohu definovanou. Při dalším postupu můžeme vycházet z rozměrů vrchních elektrod.

Dvoupaprskovým měřícím systémem detekujeme příčnou piezoelektrickou

deformaci struktury. Vibrace substrátu jsou opticky eliminovány (odstavec 3.2.2, kapitola 3). Proto detekované posunutí vedle aktivované *PZT* vrstvy rapidně klesá k nule. Z těchto důvodů je skenovaní metodou DBLI soustředěno pouze na oblast vrchních platinových elektrod vzorků. *PZT* vrstva není také dobře reflexivní, aby-chom mohli dosáhnout dostačujícího kontrastu interferenčního obrazce pro přesné měření.

5.1.2 Měření profilových charakteristik metodou LDV

Skenování piezoelektrického posunutí jednopaprskovým vibrometrem LDV je mnohem snadnější a také rychlejší než metodou DBLI. Měřené posunutí není závislé na lokální reflexivitě vzorku. Proto není nutné při změně pozice měřícího paprsku nastavovat nový pracovní bod aparatury. Počítačem řízený mikroposuvný stolek s upnutým vzorkem by výrazně přispěl k automatizaci měření profilových charakteristik [103]. Přesná poloha měřícího paprsku je jednoduše kontrolována na obrazovce (viz obrázek 3-10, odstavec 3.3.1, kapitola 3). Jednopaprskový systém však přináší jisté komplikace při vyhodnocení přesných hodnot piezoelektrického efektivního koeficientu $d_{33,eff}$ Ten může být určen pouze analýzou naměřených profilových charakteristik. Musíme zde také uvažovat více podmínek pro eliminaci vibrací substrátu.

Detekované posunutí, vyvolané inverzním piezoelektrickým jevem aktivované *PZT* vrstvy, je zaznamenáváno na různých místech vrchní elektrody. Metodou LDV také měříme posunutí pasivních vrstev a vibrací substrátu (viz obrázek 5-1). Při každé nově nastavené pozici se přímo odečte lokální posunutí. Přitom se také měří fáze optického signálu, která určuje směr posunutí. Pokud je fáze v intervalu 90 až 270° detekujeme záporné posunutí. To je velice důležité při měření profilových charakteristik a pro vyhodnocení posunutí aktivní vrstvy *PZT* materiálu. Jednotlivé pozice měřícího paprsku se nastavují pomocí skenovací jednotky OFV-074. Přesněji však posunutím vzorku, který je umístěn na mikroposuvném stolku mikroskopu (viz obrázek 3-10, odstavec 3.3.1, kapitola 3). S využitím zobrazovacího systému je nejmenší skenovací krok 35 µm.

LDV je systém jednopaprskový, proto měříme celkové posunutí zahrnující také vibrace substrátu. Výrazné chvění substrátu musí být potlačeno. Možné metody potlačení vibrací substrátu jsou:

- mechanické: pevné mechanické upnutí substrátu zajišťuje přilepení na skleněnou destičku (lepidlo musí být naneseno po celé spodní ploše křemíkového substrátu)
- elektrické: nižší přivedené elektrické napětí vyvolá menší deformace aktivní vrstvy, které přímo působí na prohýbání substrátu
- geometrické: obsah plochy mezi aktivní vrstvou PZT a substrátem přímo ovlivňuje přenos mechanické energie, tzn. že čím menší je plocha vrchní elektrody, tím menší jsou vibrace křemíkové destičky (viz odstavec 2.2.3, kapitola 2)

Uvedené postupy jsou blíže diskutovány v této kapitole. Přestože dodržíme uvedené postupy je chvění substrátu stále významné. Pro stanovení správných hodnot efektivního piezoelektrického koeficientu provádíme další výpočty, které separují deformace tenké vrstvy materiálu *PZT* od vibrací substrátu.

5.2 Numerická analýza profilových deformací metodou konečných prvků

Při simulování profilových deformací tenkovrstvé struktury byla pozornost zaměřena na piezoelektrickou odezvu při různém upnutí vzorku, které odpovídají experimentálnímu uspořádání metod DBLI a LDV. Také byl sledován vliv různé polarity působícího elektrického pole. Prezentovány jsou posunutí vrchní elektrody, posunutí okolního substrátu a mezivrstevní deformace, tzn. posunutí spodní roviny *PZT* vrstvy. Simulace byla provedena ve spolupráci s diplomantem Cédrikem Hubertem (*University of Valenciennes and Hainaut-Cambrésis, UVHC*, Francie).

V programu *Ansys*[®] byly postupně vytvořeny tři modely (obrázek 5-3). První (5-3a) předpokládá ideální mechanické upnutí celé spodní roviny substrátu. Reálně tento model odpovídá lepení vzorků na skleněnou destičku při měření metodou LDV. Druhý a třetí model (5-3b, 5-3c) simulují částečné upnutí substrátu na jeho stranách (podobné upnutí jako pro měření metodu DBLI, viz obrázek 4-4, odstavec 4.2.1, kapitola 4). Třetí model představuje nesymetrické uspořádání, tzn. že vrchní aktivovaná elektroda není symetricky umístěna na substrátu. Parametry modelu jsou blíže specifikovány v odstavci 2.2.3, kapitole 2.





Graf na obrázku 5-4a znázorňuje numericky simulované posunutí piezoelektrické tenké vrstvy (model I). Průměr vrchní elektrody je $p = 500 \,\mu$ m, aplikované elektrické napětí +1 V. Zde je patrné mírné konkávní prohnutí vrchní elektrody. Na hranách aktivní a pasivní *PZT* vrstvy jsou pozorovány výrazné špičky. Ty jsou způsobeny extrémním mechanickým napětím v této lokální oblasti. Dále můžeme pozorovat, že piezoelektricky aktivní materiál deformuje také své blízké okolí. Pasivní *PZT* je deformováno s amplitudou posunutí maximálně 10 % z posunutí, které je numericky vypočítáno uprostřed aktivní oblasti. Tato analýza modelu I odpovídá uspořádání při měření metodou LDV. Experimenty toto chování potvrzují.



Obrázek 5-4: Numerická simulace profilových charakteristik metodou konečných prvků (model I). Upnutí odpovídá uspořádání metody LDV. a) Relativní posunutí aktivované *PZT* vrstvy. b) Mezivrstevní deformace spodní roviny *PZT*. c) Posunutí v podélném směru piezoelektrické vrstvy.



Obrázek 5-5: Numerická simulace piezoelektrické deformace nesymetrického modelu III. Upnutí odpovídá nesymetrickému uchycení vzorku k plastovému rámečku u metody DBLI. Posunutí vrchní (a) a spodní (b) roviny vrstvy *PZT*. Prohnutí spodní roviny křemíkového substrátu (c).

strana 89

Obrázek 5-4b znázorňuje mezivrstevní deformace, tj. posunutí spodní roviny piezoelektrické vrstvy *PZT*. Amplituda posunutí spodní roviny *PZT* je přibližně 10x menší než amplituda posunutí vrchní roviny. Pronikání materiálu *PZT* do křemíkového substrátu nelze experimentálně ověřit. Numerická simulace je jediným možným postupem pro zachycení tohoto mezivrstevního jevu. Posunutí spodní i vrchní roviny piezoelektrické vrstvy závisejí na velikosti plochy aktivované vrchní elektrody, blíže diskutováno v odstavci 2.2.3, kapitole 2. Podobné charakteristiky zkoumá také [51].

Existenci výrazných mechanických napětí na hranách aktivní a pasivní *PZT* vrstvy (tj. na rozhraní vrchní elektrody a piezoelektrického materiálu *Pt/PZT*) dokazuje graf na obrázku 5-4c. Zde je vyneseno posunutí ve směru příčném na působící elektrické pole. Příčné deformace jsou významné pouze na lokálních rozhraních pasivní a aktivní vrstvy. Nebylo prokázáno, že by mohli způsobit konkávní, popř. konvexní prohnutí vrchní elektrody. Experimentálně bylo pozorováno pouze výraznějších posunutí na rozhraní aktivní a pasivní vrstvy *PZT*. Podstatu vzniku tohoto jevu blíže vysvětluje odstavec 2.3.2 v kapitole 2 (obrázek 2-9, posunutí d_1).

Reálnému uspořádání experimentu metodou DBLI odpovídá nesymetrický model III. Zde simulujeme piezoelektrické profilové charakteristiky při částečně upnutém vzorku. Předpokládáme situaci, kde je substrát mechanicky přichycen k držáku ve tvaru rámečku (viz obrázek 4-4, odstavec 4.2.1, kapitola 4). Výsledky na obrázku 5-5a nám ukazují výrazné prohnutí substrátu s amplitudou s_o (tato veličina je definována na ilustraci obrázku 2-9, odstavec 2.3.2, kapitola 2). Prohnutí křemíkové destičky ovlivní také tvar piezoelektrické vrstvy, protože PZT vrstva je mechanicky pevně upnutá k substrátu. V oblasti vrchní elektrody můžeme pozorovat výrazné naklonění profilové charakteristiky. Tento jev dokazují starší měření prováděné metodou DBLI, když souosost měřících paprsků nebyla dostatečně přesná. Opakovaná měření profilových charakteristik kopírovala výrazně strmou křivku. Přestože simulovaná profilová charakteristika nesymetrického modelu ukazuje na značné naklonění aktivní vrstvy PZT, tak experimentální výsledky (měřené při přesném nastavení optické sondy metody DBLI) to nesmí neovlivnit. Metodou DBLI musíme obdržet přibližně vyrovnané posunutí PZT vrstvy, protože prohnutí vrchní a spodní roviny substrátu je paralelní, viz porovnání obrázků 5-5c a 5-5a. Chvění substrátu, principem dvoupaprskového Mach-Zehnderova interferometru, musí být dobře eliminováno, protože deformace piezoeletrické tenké vrstvy se neprojeví na spodní rovině křemíkového substrátu (obr. 5-5c). Piezoelektrické posunutí tenké vrstvy $PZT(d_0)$ opticky separujeme od amplitudy vibrací substrátu (s_0) . Efektivní piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$ může být přímo vyhodnocen měřící aparaturou. Výrazné prohnutí substrátu při tomto nesymetrickém částečném upnutí je opticky eliminováno za předpokladu, že je optická sonda dvoupaprskového laserového interferometru přesně nastavena.

Simulace symetrického uspořádání (model II, viz obrázek 5-3b) je dále prováděna při působícím elektrickém napětí opačné polarity. Profilové charakteristiky jsou vyneseny do grafu na obrázku 5-6. Zde je aplikováno elektrické napětí +1 V a -1 V. Prohýbání substrátu a deformace tenké vrstvy *PZT* dokazuje předpoklady odvozené na základě jednoduchých úvah v odstavci 2.3.2, kapitoly 2. Při působení kladného napětí se piezoelektrická tenká vrstva tloušťkově rozpíná a příčně zkracuje. Příčná deformace (ve smyslu působícího elektrického pole) je příčinou prohnutí substrátu. Posunutí aktivní *PZT* vrstvy a prohnutí substrátu je vždy v protifázi. Poznatky získané numerickou analýzou v programu *Ansys*[®] shrnuje ilustrace na obrázku 5-7.



Obrázek 5-6: Numerická analýza profilových charakteristik při působícím elektrickém napětí opačné polarity. Symetrický model II.



Obrázek 5-7: Ilustrace příčných deformací tenkovrstvé struktury při působení stejnosměrného napětí v kladném (a) a záporném (b) směru vzhledem k vektoru polarizace aktivní *PZT* vrstvy. Animace pohybu příčné struktury je přiložena v digitální podobě.

5.3 Skenování aktivních a pasivních vrstev metodou LDV

Při charakterizaci piezoelektrických jevů tenkých vrstev *PZT* je důležité znát také chování pasivních vrstev, resp. vibrací křemíkového substrátu. Amplitudy vibra-

cí substrátu mohou být značně velké a tak mohou zakrýt potřebné měřené veličiny. Chvění základní destičky ovlivňuje více parametrů (upnutí vzorku, amplituda a frekvence budícího harmonického signálu, objem aktivované *PZT* vrstvy, apod.). Mechanickým upnutím vzorku jsou vibrace základní destičky částečně potlačeny a pozorovány jednopaprskovým měřícím systémem metodou LDV. V této práci jsou zkoumány vibrace substrátu v blízkém okolí aktivní vrstvy, resp. v blízkém okolí vrchní platinové elektrody. Skenování posunutí vrchní roviny substrátu bylo pozorováno při různých frekvencí budícího elektrického napětí f_{AC} , pro různé průměry vrchních kruhových elektrod a při působení napětí u_{DCbias} opačné polarity.

5.3.1 Profilové deformace pasivních vrstev

Na obrázku 5-8 jsou vyneseny amplitudy příčných vibrací substrátu v okolí elektrickým polem aktivované vrchní elektrody. V tomto případě byla buzena kruhová elektroda o průměru $p = 1000 \ \mu\text{m}$. Skenování měřícím laserovým paprskem probíhalo po vrchní ploše vzorku od jedné hrany ke druhé. Přitom se měřilo posunutí také na vrchní elektrodě. V každé nastavené pozici se zaznamenalo posunutí při jiné frekvenci budícího harmonického signálu f_{AC} . První rezonanční frekvence pozorovaná na aktivní *PZT* vrstvě je $f_{AC} = 47 \ \text{kHz}$.



Obrázek 5-8: Skenování vibrací substrátu a vrchní elektrody při různých frekvencích budícího harmonického napětí. Rezonanční frekvence f_{AC} = 47 kHz.

Větší amplituda harmonického napětí u_{AC} vybudí výraznější piezoelektrickou aktivitu *PZT* vrstvy. Mechanická energie se přenáší do pasivních vrstev, které potom také kmitají s větší amplitudou posunutí. Vibrace substrátu jsou závislé na frekvenci elektrického napětí f_{AC} , které v *PZT* materiálu vyvolá inverzní piezoelektrický jev [63, 64]. Experimentálně bylo ověřeno, že mód kmitů závisí také na pozici aktivované vrchní elektrody na substrátu. Při měření jednopaprskovým systémem LDV je vzorek přilepen na skleněnou destičku (viz obr. 4-4, odstavec 4.2.1, kapitola 4). Samotná mechanická síla upnutí se významně podílí na potlačení vibrací substrátu.

Z tohoto důvodu musí být lepidlo naneseno po celé spodní ploše substrátu.

Naměřené výsledky na obrázku 5-8 jsou pro vzorek s kontinuální piezoelektrickou vrstvou *PZT*, která je nanesena na celé ploše substrátu. Při skenování vzorků s ostrůvkovou strukturou *PZT* dopadá měřící laserový paprsek na vrchní plochu různých materiálů. Tzn. na spodní platinovou elektrodu, pasivní vrstvu *PZT* a vrchní platinovou elektrodu, která je umístěna na aktivní *PZT* vrstvě (viz obr. 2-10, podkapitola 2.4, kapitola 2). Můžeme předpokládat, že deformace na pasivních vrstvách různých materiálů budou odlišné. Přesto na rozhraní mezi pasivní *PZT* vrstvou a spodní platinovou elektrodou nebyly zaznamenány žádné výrazné rozdíly v piezoelektrickém posunutí (profilové charakteristiky zde navazují bez výrazných nelinearit). To dokazuje graf na obrázku 5-9. Větší piezoelektrickou odezvu pozorujeme na rozhraní pasivní a aktivní *PZT* vrstvy. Tvar naměřené profilové charakteristiky odpovídá křivkám získaných numerickou analýzou, viz obrázek 5-6 v předchozí podkapitole 5.2 (kladné polarita napětí u_{DCbias}). Strmost profilových křivek posunutí asivních vrstev v blízkosti vrchní elektrody je stejná pro vzorky s lokální i kontinuální strukturou.



Obrázek 5-9: Profilová charakteristika amplitudy posunutí vrstev různých materiálů. Struktura *PZT* vrstvy je lokální kruhová, tzv. ostrůvková struktura.

5.3.2 Profilové charakteristiky při buzení elektrod s různým průměrem

Objem piezoelektricky aktivního *PZT* materiálu je dán tloušťkou tenké vrstvy a průměrem vrchní elektrody. Prakticky to znamená, že elektrické napětí přivádíme na elektrody s různým průměrem (150 až 1000 µm, viz tabulka 2-3, podkapitola 2.4, kapitola 2) a zkoumáme profilové charakteristiky. Podle teoretických předpokladů (odvozených v podkapitole 2.2) závisí piezoelektrická odezva na geometrických rozměrech tenkovrstvé struktury. Zde je ukázáno, že pozorovaná deformace *PZT* vrstvy závisí na objemu piezoelektrického materiálu, který aktivuje elektrické pole. Větší piezoelektrickou odezvu bychom měli pozorovat při přivedení elektrického napětí na elektrody s větším průměrem.

Výraznější piezoelektrická aktivita také způsobí větší amplitudu vibrací substrátu, které musí být podrobně zkoumány. Měřené posunutí jednopaprskovým systémem LDV se skládá ze dvou složek: posunutí piezoelektrické vrstvy *PZT* (d_0) a amplitudy vibrací substrátu (s_0). Z posunutí d_0 je stanoven podélný efektivní piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$. Podmínky pro správné určení koeficientu $d_{33,eff}$ tenkých vrstev jsou nově definovány pro jednopaprskovou metodou LDV v tomto odstavci.

Graf na obrázku 5-10 znázorňuje profilové charakteristiky vzorku s kontinuální piezoelektrickou vrstvou materiálu *PZT*. Skenování metodou LDV bylo provedeno pro všechny dostupné velikosti vrchních elektrod (p = 150 až 1000 µm). Pozice laserového paprsku byla nastavována s krokem 35 µm. Posunutí bylo měřeno na vrchní elektrodě a na okolní pasivní *PZT* vrstvě. Směr posunutí je rozlišen na základě měření fáze optického signálu [105].

Při buzení elektrody s nejmenším průměrem pozorujeme ideální deformaci. Aktivní *PZT* vrstva koná prakticky "pístový" pohyb. Deformace okolní pasivní vrstvy a substrátu jsou zanedbatelně malé, $s_0 < 2$ pm. Při aktivaci větších elektrod s průměrem p = 250 až 500 µm se začíná projevovat prohýbání křemíkové destičky, které dosahuje hodnoty $s_0 = 10$ až 15 pm v blízkosti vrchní elektrody.



Obrázek 5-10: Profilové charakteristiky vzorku s kontinuální strukturou a s různým průměrem vrchní platinové elektrody. Měřeno jednopaprskovou metodou LDV.

Při aktivaci největšího objemu *PZT* vrstvy, tj. elektrod s největším průměrem $p = 1000 \ \mu\text{m}$, je tvar profilové charakteristiky značně odlišný. Aktivní vrstva *PZT* materiálu je významně deformována a ovlivněna značnými vibracemi substrátu. Podélné (ve smyslu působícího elektrického pole) roztahování a smršťování aktivního materiálu *PZT* je doprovázeno také příčnou deformací, která je příčinou vzniku prohýbání křemíkového substrátu (viz odstavec 2.3.2, kapitola 2). Přestože jsou vib-

race substrátu mechanicky potlačeny upnutím vzorku, pozorujeme výrazné amplitudy $s_0 > 30$ pm. Z měření je také patrné, že tvar profilové charakteristiky na vrchní elektrodě je výrazně ovlivněn tvarem prohnutí substrátu. To také dokazují simulace, viz např. obrázek 5-3a.

Profilové charakteristiky přinášejí mnoho nových poznatků o chování reálných piezoelektrických tenkých vrstev. Na základě těchto měření jsou zřejmé některé podmínky LDV metody, které je nutné dodržet pro správné určení materiálových koeficientů, zejména $d_{33,eff}$. Optická metoda LDV je jednopaprsková, tzn. že do celkového měřeného posunutí jsou zahrnuty deformace *PZT* vrstvy (d_0) a vibrace substrátu (s_0). U jednopaprskové metody je jednou z možností mechanická eliminace vibrací substrátu, která není ve všech případech dokonalá. (Optická eliminace je možná pouze u dvoupaprskové metody DBLI. Geometrická a elektrická eliminace bude diskutována níže.) Veličiny d_0 a s_0 je nutné od sebe oddělit. Oddělení obou posunutí můžeme provádět pouze tak, že od posunutí vrchní roviny aktivní vrstvy odečteme posunutí naměřené na okolní pasivní vrstvě. Na reálných profilových charakteristikách je schématicky naznačeno v obrázku 5-11. Tak získáme posunutí pouze *PZT* vrstvy, které odpovídá efektivnímu piezoelektrickému koeficientu $d_{33,eff}$

$$d_{33,eff} = \frac{d_0}{u_{AC}} = \frac{d_0' - s_0}{u_{AC}} , \qquad (5-1)$$

kde $d_{33,eff}$ je efektivní piezoelektrický koeficient, d_0 je skutečné posunutí piezoelektrické tenké vrstvy *PZT*, d_0' posunutí měřené na vrchní elektrodě, s_0 amplituda vibrací substrátu a u_{AC} je amplituda budícího harmonického napětí. Pro malé průměry vrchních elektrod ($p < 500 \ \mu\text{m}$) odečítáme od celkového posunutí amplitudu s_0 , která je řádu jednotek pikometrů. Pro určení $d_{33,eff}$ při buzení elektrod s průměrem $p > 500 \ \mu\text{m}$ nelze tento postup použít s dostatečnou přesností. Aproximace křivky vibrací substrátu v místě aktivní *PZT* vrstvy není přesná. Stanovení hodnoty s_0 je tak zatíženo velkou chybou.

Z výše uvedeného je také zřejmé, že bez skenování nemůžeme jednopaprskovým systémem správně určit efektivní piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$ a to při aktivaci elektrod s průměrem větším než 150 µm. Bez znalosti velikosti amplitudy vibrací substrátu bychom nesprávně uvažovali pouze posunutí d_0 . Může se také stát, že skutečné posunutí d_0 piezoelektrické vrstvy *PZT* bude přibližně stejné jako amplituda vibrací substrátu s_0 . V tomto případě naměříme na vrchní elektrodě přibližně nulové posunutí a vzorek pak považujeme za vadný.

Pro stanovení správných hodnot efektivního koeficientu $d_{_{33,eff}}$ jednopaprskovou metodou LDV je nutné při měření dodržet tento postup:

a) efektivně potlačíme vibrace substrátu s použitím vhodné kombinace následujících metod:

- mechanická: pevně přílepíme vzorek celou spodní plochu substrátu na masivní skleněnou destičku. Větší přítlačná síla eliminuje chvění křemíkové destičky.
- geometrická: aktivujeme malý objem *PZT* vrstvy. Prakticky měříme piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$ na elektrodách s průměrem 150 µm. Zde není měření výrazně ovlivněno vibracemi substrátu. Při měření na elektrodách s průměrem p = 150 až 500 µm dodržujeme postupy viz ad b) až d)
- elektrická: používáme dostatečně malé elektrické napětí, které nevybudí výrazné chvění křemíkové destičky (vhodné a experimentálně ověřené působící elektrické napětí je $u_{AC} = 0.5$ V při frekvenci $f_{AC} = 10$ kHz, $u_{DCbias} = 5$ až 10 V)

b) zaznamenáme profilovou charakteristiku na aktivní vrstvě *PZT* a okolním pasivním materiálu

c) současně stanovíme směr posunutí na základě měření fáze. Je-li fáze v intervalu od 90 do 270° detekujeme záporné posunutí.

d) z profilových charakteristik určíme veličiny d_0^{\prime} a s_0

e) podle vztahu 5-1 vypočítáme efektivní hodnotu piezoelektrického koeficientu $d_{_{33,eff}}$ tenké vrstvy PZT



Obrázek 5-11: Určení efektivního piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$ na základě měření profilových charakteristik jednopaprskovou metodou LDV. Zde je v obou případech $d_{33,eff} = 64$ pm/V.
5.3.3 Profilové charakteristiky při působení stejnosměrného napětí opačné polarity

Výrazné deformace v piezoelektrickém materiálu vyvoláme při působení elektrického stejnosměrného napětí u_{DCbias} opačné polarity. Profilové charakteristiky naměřené na vzorku s kontinuální strukturou byly sledovány při aplikovaném elektrickém napětí $u_{DCbias} = +10$ V a -10 V s konstantní amplitudou harmonického signálu $u_{AC} = 0.5$ V. Měření bylo prováděno na elektrodách s průměrem p = 150, 250 a 500 µm. Jednotlivé profilové charakteristiky jsou vyneseny do grafů na obrázku 5-12.

Na těchto profilových charakteristikách můžeme pozorovat příčné rozpínání a smrštění aktivní *PZT* vrstvy. Vrchní platinová elektroda se kontinuálně posouvá (přibližně o ±30 pm, viz 5-12c), přičemž koná vertikální "pístový" pohyb. Tato charakteristická a téměř ideální deformace je nezávislá na velikosti plochy testovaných elektrod. Přesto pozorujeme také posunutí okolní pasivní vrstvy, neboli prohnutí substrátu, které se projevuje více u větších průměrů elektrod. Pro průměr elektrod p = 150 a 250 µm jsou vibrace substrátu menší než 5 pm (viz grafy na obrázcích 5-12b a 5-12c). Můžeme říci, že dobrá eliminace vibrací substrátu je způsobena mechanickým a geometrickým principem. Graf na obrázku 5-12a ukazuje mnohem větší prohnutí pasivních vrstev, které dosahuje hodnoty 13 pm. V tomto případě není eliminace vibrací substrátu dostatečná. Při výpočtu piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$ musíme vycházet ze vztahu 5-1. Konkrétní hodnoty jednotlivých veličin charakterizující profilové charakteristiky na obrázku 5-12 shrnuje následující tabulka 5-1:

Tabulka 5-1: Hotnoty piezoelektrických veličin profilových charakteristik. Význam veličin: p - průměr vrchní elektrody, u_{DCbias} - stejnosměrné napětí, $d_0^{/}$ - posunutí měřené uprostřed aktivní PZT vrstvy, d_0^{-} - piezoelektrické posunutí tenké vrstvy PZT, $d_{33,eff}$ - podélný efektivní piezoelektrický koeficient

	$u_{DCbias} = +10 \text{V}$			$u_{DCbias} = -10 \mathrm{V}$		
<i>p</i> [µm]	d_0^{\prime} [pm]	d_0 [pm]	$d_{_{33,eff}}$ [pm/V]	d_0^{\prime} [pm]	$d_0 [\mathrm{pm}]$	$d_{_{33,eff}}[\text{pm/V}]$
500	17	30	60	16	32	64
250	29	33	66	25	28	56
150	34	36	72	35	38	76

Hodnoty v tabulce 5-1 potvrzují, že pouhým měřením posunutí d_0' uprostřed vrchní elektrody jednopaprskovou metodou LDV nezískáme správné hodnoty piezoelektrické deformace d_0 tenké vrstvy *PZT*. Musíme uvažovat posunutí pasivních vrstev a vibrace substrátu, které jsou dány z profilových charakteristik rozdílem $s_0 = d_0' - d_0$ (viz relace 5-1). Pro menší průměr vrchních elektrod, tj. pro menší objem aktivní vrstvy *PZT*, pozorujeme v tomto případě nepatrný nárust efektivního piezoelektrického koeficientu $d_{33.eff}$.



Obrázek 5-12: Profilové charakteristiky při působení stejnosměrného napětí opačné polarity. Průměr vrchní kruhové elektrody $p = 500 \ \mu m$ (a), 250 μm (b) a 150 μm (c). Charakteristické hodnoty piezoelektrických veličin shrnuje tabulka 5-1.

strana | 98

5.4 Profilové charakteristiky měřené metodou DBLI

Profilové charakteristiky měřené dvoupaprskovým laserovým interferometrem se soustřeďují na skenování aktivní piezoelektrické vrstvy *PZT*, prakticky na skenování vrchní platinové elektrody. Na pasivní piezoelektrické vrstvě není možné měřit příčné deformace struktury. Vibrace substrátu jsou optickým principem dvoupaprskového Mach-Zehnderova interferometru zcela eliminovány. Z těchto dvou důvodů jsou měřené hodnoty posunutí v oblastech pasivních vrstev téměř nulové. Při správném nastavení optické sondy přímo obdržíme hodnoty efektivního piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$ tenké vrstvy materiálu *PZT*.

Profilové charakteristiky aktivní *PZT* vrstvy naměřené metodou DBLI jsou vyneseny do grafů na obrázku 5-13. Testované vzorky mají kruhově lokalizovanou strukturu piezoelektrické vrstvy (viz obr. 2-10, podkapitola 2.4, kapitola 2). V každé pozici optické sondy na vzorku byla zaznamenána hysterézní smyčka se skokovým průběhem generovaného stejnosměrného napětí u_{DCbias} . Z naměřených dat byly vyhodnoceny profilové charakteristiky při různých působících napětích. Vyhodnocení probíhalo z jednotlivých hysterézních smyček při klesajícím elektrickém napětí. To znamená, že hodnoty profilové křivky při napětí $u_{DCbias} = 0$ V odpovídají remanentnímu posunutí d_{R+} (definováno na obrázku 4-11, odstavec 4.4.2, kapitola 4).

Na obrázku 5-13a je vynesen graf profilových křivek, které znázorňují deformaci aktivní piezoelektrické vrstvy pod elektrodou s průměrem $p = 500 \ \mu m$. Zde pozorujeme mírný sklon jednotlivých křivek, zejména při větším působícím napětí. Odchylky efektivního piezoelektrického koeficientu $d_{_{33,eff}}$ na různých lokálních místech vrchní elektrody jsou maximálně 22 % (pro $u_{DCbias} = +5$ V). Vyrovnané charakteristiky byly zaznamenány při buzení elektrod s průměrem $p = 250 \mu m$, viz obrázek 5-13b. Skenování elektrod s menším průměrem je metodou DBLI velice obtížné. Kontrola přivedených kontaktních elektrod a pozice přímého laserového paprsku není snadná bez zvětšovacího systému. Přesto byla zaznamenána profilová charakteristika pro elektrodu s průměrem pouhých $p = 150 \mu m$, viz graf na obrázku 5-13c. Pozorované křivky mají více konvexní tvar. Zde je třeba upozornit, že optická sonda při přemístění do nové pozice zakrývala část původní oblasti na vzorku. Průměr měřícího paprsku je značně velký pro skenování takto malých elektrod $(2w_1 = 40 \pm 20 \ \mu\text{m})$. Navýšení piezoelektrické odezvy na hranách vrchní elektrody může být způsobeno optickou chybou, tzn. že přímý měřící paprsek překrývá vrchní elektrodu a zároveň také okolní pasivní PZT vrstvu. Měřené posunutí může být pak nesprávně vyhodonoceno. Přesto jsou tyto charakteristiky velice důležité pro další porovnání, zejména pak při porovnání piezoelektrických vlastností uprostřed vrchní elektrody.

Následující tabulka 5-2 shrnuje hodnoty piezoelektrických veličin naměřených přibližně uprostřed vrchní elektrody:



Obrázek 5-13: Profilové charakteristiky měřené dvouparskovým interferometrem DBLI. Průměr skenované vrchní elektrody je $p = 500 \ \mu m$ (a), 250 μm (b) a 150 μm (c). Šipky naznačují okraje vrchní platinové elektrody (resp. aktivní *PZT* vrstvy).

strana | 100

<i>p</i> [µm]	d_0 [pm]	$d_{_{33,eff}}[\text{pm/V}]$
500	32	81
250	30	74
150	19	47

Tabulka 5-2: Hodnoty piezoelektrického posunutí d_0 a efektivního koeficientu $d_{33,eff}$ pro různé průměry vrchních elektrod p. Data jsou naměřena přibližně uprostřed aktivní oblasti *PZT* vrstvy při působícím stejnosměrném napětí $u_{DCbias} = +5$ V.

Dvoupaprskovým laserovým interferometrem DBLI byly zaznamenány typické hodnoty piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$ Jedinou nutnou podmínkou pro zaznamenání správných hodnot piezoelektrické deformace a koeficientu $d_{33,eff}$ tenké vrstvy *PZT* metodou DBLI je přesné nastavení optické sondy. Při zachování postupu popsaného v odstavci 3.2.3 (kapitola 3) jsou všechny parametry nastaveny dostatečně přesně. Pozorované hodnoty piezoelektrických veličin měřených metodami DBLI a LDV jsou v dobrém souladu. Konkrétní měřící podmínky jsou různé, přesto se piezoelektrické koeficienty liší maximálně o 12 % (srovnání naměřených hodnot na elektrodě s průměrem 250 µm uvedených v tabulkách 5-1 a 5-2). Hodnoty souhlasí také s výsledky publikovanými světovými laboratořemi [85, 88, 89, 104].

5.5 Shrnutí důležitých profilových vlastností

Z pozorování profilových charakteristik plynou důležité vlastnosti chování tenkých piezoelektrických vrstev, ale také nové poznatky o nutných experimentálních podmínkách. Piezoelektrické koeficienty mohou být správně vyhodnoceny pouze při zachování popsaných měřících postupů. Posunutí tenké vrstvy PZT musí být separováno od vibrací substrátu. Toho docílíme optickou eliminací (u dvoupaprskového interferometru DBLI), nebo úpravou vnějších podmínek (u jednopaprskové metody LDV). Mezi vnější podmínky výrazně ovlivňující vibrace substrátu patří mechanická (upnutí substrátu), geometrická (velikost aktivní oblasti PZT vrstvy) a elektrická (velikost působícího elektrického napětí). Při měření jednoparskovou metodou LDV musíme uvažovat kombinaci všech uvedených podmínek. Pro vyhodnocení správných hodnot efektivního piezoelektrického koeficientu $d_{_{33,eff}}$ provedeme analýzu profilových charakteristik, které obdržíme měřením při aktivaci vrchní elektrody s průměrem menším než 500 µm. Tento koeficient je přesně naměřen metodou DBLI v případě, že dvoupaprsková optická sonda interferometru je správně nastavena (postup nastavení je podrobně popsán níže). Metoda DBLI je vhodná pro měření piezoelektrického posunutí na elektrodách s průměrem větším než 500 µm, metoda LDV naopak.

Jednotlivé tenké vrstvy celé struktury vzorků je třeba chápat jako komplexní systém. Piezoelektrická vrstva, společně s křemíkovým substrátem, zahrnuje specifické vlastnosti a chování. Vlivem inverzního piezoelektrického jevu se tenká vrstva PZT deformuje. Její vrchní rovina se kontinuálně posouvá ve vertikálním směru. Působící stejnosměrné napětí opačné polarity ($u_{DCbias} = \pm 10$ V) posune vrchní rovinu PZT vrstvy přibližně o 60 až 80 pm. Posunutí lze ovládat velikostí přivedeného elektrického napětí na základě znalosti efektivního piezoelektrického koeficientu $d_{_{33,eff}}$ [pm/V]. Mechanická energie se přenáší také do pasivních vrstev celé struktury. Pozorujeme výrazné vibrace základní křemíkové destičky. Posunutí aktivní vrstvy PZT a okolních pasivních vrstev je vždy v protifázi. Při buzení elektrod s průměrem 1000 µm jsou vibrace přiliš výrazné. V tomto případě metodou LDV nelze posunutí d_o od těchto vibrací separovat a nemůžeme tak správně určit hodnotu koeficientu $d_{_{33\,eff}}$. Rezonanční frekvence ohybových kmitů substrátu je obvykle vyšší než 40 kHz. Závisí zejména na mechanickém upnutí vzorku. Vibrace substrátu jsou zanedbatelně malé (menší než 2 pm) při buzení elektrod s průměrem 150 µm. Kontinuální nebo kruhově lokalizovaná struktura PZT materiálu na křemíkovém substrátu výrazně neovlivňuje profilové charakteristiky. Profilové charakteristiky spolu s lokálními hysterézními smyčkami vytváří komplexní systém popisující piezoelektrické vlastnosti tenkých vrstev.

Kapitola 6

Závěr

Piezoelektrické materiály ve formě tenkých vrstev jsou velice perspektivní a studovanou oblastí pro mnoho nových aplikací. Tenké vrstvy z materiálu *PZT* na křemíkovém substrátu jsou současným trendem v oboru piezoelektrických mikrosystémů. Výzkum se soustřeďuje na vývoj nových materiálů a různých struktur jednotlivých vrstev. Různé technologie (*CMOS, MEMS*, apod.) se kombinují pro dosažení požadovaných a hlavně přesnějších výsledků. Integrace piezoelektrických tenkých vrstev *PZT* do mikroelektromechanických systémů a následně do průmyslové výroby není možná bez kompletní charakterizace jejich vlastností. Měření piezoelektrických koeficientů tenkých vrstev *PZT* a popis jejich nelineárních vlastností jsou hlavními tématy této práce.

Deponované tenké vrstvy je třeba chápat jako komplexní systém. Jednotlivé vrstvy společně se substrátem zahrnují specifické vlastnosti a chování. Samotné tenké vrstvy mají na rozdíl od objemových materiálů rozdílné vlastnosti. A to nejen z důvodů svojí extrémně malé tloušťky, ale i následkem depozičních procesů, které lze označit jako nerovnovážné a iniciující vznik metastabilních fází. Pro zajištění požadovaných vlastností je nutné věnovat pozornost všem složkám daného systému, který je zde tvořen piezoelektricky aktivními a pasivními vrstvami.

Problémy řešené v disertační práci jsou převážně experimentálního charakteru. Měření piezoelektrických vlastností tenkých vrstev nepřímými optickými metodami je obecně komplikované. Optická a měřící aparatura musí být přesně nastavená. Správné vyhodnocení výsledků je možné pouze při zachování sofistikovaných postupů měření. Tyto postupy nastavení a vyhodnocení dat jsou nově definovány pro dostupné metody.

Nejdůležitějším kritériem správného měření dvouparskovým laserovým interferometrem (DBLI) jsou parametry optické sondy. Dostatečně přesného nastavení je docíleno pomocí pasivní opticko-mikromechanické metody, která využívá difrakčních jevů na kalibračním terči.

Hlavním problémem při měření piezoelektrických jevů na tenkých vrstvách jednoparskovým laserovým vibrometrem (LDV) je vliv vibrací substrátu. Piezoelektrickým jevem vyvolané posunutí tenké vrstvy *PZT* musí být separováno od vibrací křemíkové destičky. Vibrace substrátu je nutné eliminovat mechanicky, nebo změnou elektrických a geometrických podmínek. Přesto mají tyto vibrace vliv na naměřené hodnoty. Správné hodnoty piezoelektrických koeficientů jsou stanoveny pouze na základě analýzy naměřených profilových charakteristik. Obě použité metody měření jsou vhodné pro stanovení piezoelektrických koeficientů tenkých vrstev. Metoda DBLI je vhodnější pro měření piezoelektrických vlastností při buzení elektrod s průměrem větším než 500 µm. Začlenění zvětšovacího zobrazovacího systému (mikroskopu) do optické soustavy dvoupaprskového interferometru by výrazně rozšířilo možnosti využití této metody. Naopak metodu LDV použijeme v případě buzení elektrod s průměrem menším než 500 µm. V těchto případech jsou negativní vibrace substrátu dostatečně eliminovány vnějšími podmínkami.

Piezoelektrický koeficient d_{33} je základním parametrem, který je zkoumán optickými metodami. Tato materiálová konstanta přestává platit pro *PZT* ve formě tenkých vrstev, protože pozorujeme jeho závislost na objemu piezoelektricky aktivovaného materiálu (tzn. na velikosti plochy vrchní elektrody vzorku). Zde používáme zavedený efektivní piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$ který dosahuje o 50 až 70 % menších hodnot, než koeficient d_{33} stejného materiálu ve formě objemových krystalů. Efektivní piezoelektrický koeficient je stanoven na základě měření posunutí, které je v tenké vrstvě vyvoláno inverzním piezoelektrickým jevem při působení elektrického pole. *PZT* materiál ve formě tenkých vrstev s tloušťkou přibližně 1 µm má koeficient $d_{33,eff} = 60$ až 100 pm/V.

Typické charakteristiky závislosti koeficientu $d_{33,eff}$ na působícím elektrickém napětí popisují silně nelineární chování. Piezoelektrické charakteristiky jsou zde prezentovány při bipolárním působení elektrického pole, které je větší než koercitivní pole. Pozorujeme piezoelektrické hysterézní smyčky. Nesymetrie hysterézních charakteristik vznikajících při bipolárních napěťových cyklech jsou podrobně popsány. Nelineární piezoelektrické hysterézní smyčky jsou porovnány s dielektrickými, feroelektrickými a proudovými charakteristikami. Charakteristiky tenkých vrstev *PZT* pozorované optickými metodami DBLI a LDV jsou v dobrém souladu.

Významná část práce je věnována profilovým deformacím, resp. profilovým piezoelektrickým charakteristikám. Piezoelektrické posunutí se sleduje na různých místech aktivní *PZT* vrstvy. Jednoparskovým systémem jsou pozorovány také deformace pasivních vrstev, které jsou způsobeny přenosem mechanické energie z aktivní oblasti. Uvedené charakteristiky popisují vertikální posunutí vrchních elektrod (průměry kruhových elektrod jsou 150 μ m až 1000 μ m) a také deformace okolních pasivních vrstev. Naměřené charakteristiky jsou porovnávány s křivkami získanými numerickou analýzou, která odhaluje také mezivrstevní deformace (tj. pronikání aktivní vrstvy *PZT* do křemíkového substrátu). Elektrickým polem opačné polarity lze vrchní rovinu aktivní vrstvy posouvat o desítky pikometrů.

Profilové charakteristiky spolu s lokálními hysterézními smyčkami vytváří komplexní systém popisující piezoelektrické vlastnosti tenkých vrstev. Významně tak přispívají k základním znalostem pro realizaci nových praktických aplikací a integraci *PZT* vrstev do *MEMS*. Tenké vrstvy *PZT* materiálu na křemíkovém substrátu jsou základem pro rozvoj mnoha mikroelektromechanických zařízení (např. *pMUT* převodníky). Popis vlastností základní struktury je proto nezbytný.

Přínosem disertační práce jsou důležité a nové příspěvky ke standardizaci optických měřících metod piezoelektrických vlastností tenkých vrstev. Měřící postupy a nutné podmínky pro správné vyhodnocení potřebných materiálových parametrů jsou prezentovány pro dvě odlišné metody, které jsou používány také světovými laboratořemi. Přesné analyzační metody přinášejí správné výsledky, které vytvářejí komplexní charakteristiku piezoelektrických vlastností tenkých vrstev. Získané znalosti o chování systému *PZT* vrstev na křemíkovém substrátu tak podpoří další kroky ve vývoji nových *MEMS*. Výzkum v tomto oboru se dále soustředí na vrstvy nových piezoelektrických a bezolovnatých materiálů. Realizují se experimenty se strukturou kompozitů, které mají příznivější vlastnosti pro nově vznikající aplikace moderních technologií.

Seznam odborné literatury

- [1] Intelligent Systems, *IEEE Computer Society Publications*, vol. **19**, No 1, 2004, 2-89, ISSN 1094-7167
- [2] ITRS, International Technology Roadmap for Semiconductors, [online PDF file], http://www.itrs.net>, 2005, 101 p.
- [3] Analog Dialogue, technical magazine of Analog Devices [PDF file online], <http://www.analog.com/analogdialogue>, ISSN 0161-3626
- [4] Hubálek J., Adámek M., Mikrosenzory a mikroelektromechanické systémy, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, VUT Brno, skriptum, 127 p.
- [5] Andrew A.B., Kaigham J.G., Distributed MEMS: new challenges for computation, *IEEE Computational Science and Engineering*, vol. 4, 1997, p. 12-16
- [6] Karen W.M., Developing infrastructure to mass-produce MEMS, *IEEE Computational Science and Engineering*, vol. 4, 1997, p. 49-54
- [7] Setter N., Waser R., Electroceramic materials, *Acta Materialia*, vol. 48, 2000, p. 151-178
- [8] Scott J.F., Ferroelectric memories, Spring series in Advanced Microelectronics, Spring-Verlag Berlin Heidelberg, 2000, 248 p.
- Kingon I.A., Streiffer S.K., Ferroelectric films and devices, Current Opinion in Solid State & Materials Science, vol. 4, 1999, p. 39-44
- [10] Ramesh R., Thin ferroelectric materials and devices, *Kluwer Academic Publisher*, London, 1997, 249 p.
- [11] Spearing S.M., Materials issues in microelectromechanical systems (MEMS), *Acta Materialia*, vol. 48, 2000, p. 179-196
- [12] Waser R., Nanoelectronics and information technology (Advenced electronic materials and novel devices), Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KGaA Weinheim, 2003, 1001 p.
- [13] Zhu T.J., Lu L., Lai M.O., Pulsed laser deposition of lead-zirconate-titanate thin films and multilayered heterostructures, *Applied Physics A*, vol. 81, 2005, p. 701-714
- [14] Wang Z.J., Kokawa H., Maeda R., In situ growth of lead zirconate titanate thin films by hybrid process: sol-gel method and pulsed-laser deposition, *Acta Materialia*, vol. 53, 2005, p. 593-600
- [15] Šulc M., Burianová L., Studium piezoelektrických dějů pomocí laserové interferometrie, *Jemná mechanika a optika*, vol. **10**, 2001, p. 338-343
- [16] Šulc M., Barošová D., Laser interferometry for piezoelectric material study
 possibilities and limits, *Ferroelectrics*, vol. 224, 1999, p. 129-136

- [17] Burianová L., Šulc M., Prokopová M., Determination of the piezoelectric coefficients dij of PZT ceramics and composites by laser interferometry, *Journal of European Ceramic Society*, vol. 21, 2001, p. 1387-1390
- [18] Šulc M., Burianová L., Nosek J., On the precision of a new laser interferometer in a wide temperature range, *Annales de Chimie Science des Matériaux*, vol. 26, 2001, p. 43-48
- [19] Nosek J., Burianová L., Šulc M., Soyer C., Cattan E., Remiens D., About the measurements of the d_{33} piezoelectric coefficient of the PZT film Si/SiO2/Ti/Pt substrates using an optical cryostat, *Ferroelectrics*, vol. 292, 2003, p. 103-109
- [20] Vibrometer with Digital Demodulation, Software, hardware and theory manual, Polytec[®] <http://www.polytec.com>
- [21] Hendrickson M., Su T., Trolier-McKinstry S., Rod J.B., Zeto R.J., Processing of PZT piezoelectric thin films for microelectromechanical systems, ISAF '96: Proceedings of the Tenth IEEE International Symposium on Applications of Ferroelectrics, 18-21 Aug. 1996, p. 683-686
- [22] Wasa K., Hayakawa S., Handbook of sputter deposition technology (principles, technology and applications), *NOYES Publications New Jersey*, 1992, p. 304, ISBN: 0-8155-1280-5
- [23] Muralt P., Ferroelectric thin films for micro-sensors and actuators: a review, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. **10**, 2000, p. 136-146
- [24] Lu D.X., Pun E.Y.B., Zhang Y.L., Wong E.M.W., PZT thin films preparation on Pt/Ti electrode by RF magnetron sputtering, Ferroelectrics, ISAF '96: Proceedings of the Tenth IEEE International Symposium on Applications of Ferroelectrics, 18-21 Aug. 1996, p. 451-454
- [25] Ikeda T., Fundamentals of Piezoelectricity, Oxford University Press, 1990
- [26] Kim D.J., Maria J.P., Kingon A.I., Evaluation of intrinsic and extrinsic contribution to the piezoelectric properties of Pb(Zr_{1-x}T_x)O₃ thin films as a function of composition, *Journal of Applied Physics*, vol. 93, 2003, p. 5568-5575
- [27] Velu G., Remiens D., Electrical properties of sputtered PZT films on stabilized platinum electrode, *Journal of the Eurepean Ceramic Society*, vol. 19, 1999, p. 2005-2013
- [28] Remiens D., Cattan E., Soyer C., Haccart T., Piezoelectric properties of sputtered PZT films: influence of structure, micro structure, film thickness, (Zr, Ti) ratio and Nb substitution, *Materials Science in Semiconductor Processing*, vol. 5, 2003, p. 123-127
- [29] Lefort-Courtois V., Remiens D., Descamps M., Thierry B., Control of the composition of (Pb,Ti)O₃ and Pb(Zr,Ti)O₃ thin films obtained by RF magnetron sputtering using a new design of target, *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 19, 1999, p. 1373-1377

- [30] Wang C., Fang Q.F., Zhu Z.G., Jiang A.Q., Wang S.Y., Cheng B.L., Chen Z.H., Dielectric properties of Pb(Zr₂₀Ti₈₀)O₃/Pb(Zr₈₀Ti₂₀)O₃ multilayered thin films prepared by RF magnetron sputtering, *Applied Physics Letters*, vol. 82, 2003, p. 2880-2883
- [31] Vélu G., Remiens D., Dielectric and ferroelectric properties of Perovskite Pb(Zr,Ti)O3 films deposited by sputtering on Si substrate, *Microelectronics Reliability*, vol. 39, 1999, p. 241-250
- [32] Maeder T., Muralt P., Sagalowicz L., Reaney I., Kohli M., Kholkin A., Setter N., Pb(Zr,Ti)O₃ thin films on zirconium membranes for micromechanical applications, *Applied Physics Letters*, vol. 68, 1996, p. 776-778
- [33] Muralt P., Kholkin A., Kohli M., Maeder T., Setter N., Characterization of PZT thin films for micromotors, *Microelectronic Engineering*, vol. 29, 1995, p. 67-70
- [34] Remiens D., Cattan E., Soyer C., Haccart T., Piezoelectric properties of sputtered PZT films: influence of structure, micro structure, film thickness, (Zr,Ti) ratio and Nb substitution, *Materials Science in Semiconductor Processing*, vol. 5, 2003, p. 123-127
- [35] Clemens B.M., Bain J.A., Stress determination in textured thin films using X-ray diffraction, *Material Research Society Bulletin*, vol. 17, 1992, p. 46-51
- [36] Zhu H., Miao J., Chen B., Wang Z., Zhu W., Membrane microcantilever arrays fabrication with PZT thin films for nanorange movement, *Microsystem Technologies*, vol. 11, 2005, p. 1121-1126
- [37] Chang C.C., Chen K.H., Characterization of lead zirconate titanate thin film deposition onto Pt/Ti/SiO₂/Si substrates, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, vol. 10, 1999, p. 551-556
- [38] Taylor D.V., Damjanovic D., Piezoelectric properties of rhombohedral Pb(Zr,Ti)O₃ thin films with (100), (111), and "random" crystalographic orientation, *Applied Physics Letters*, vol. 76, 2000, p. 1615-1617
- [39] Bolten D., Böttger U., Waser R., Reversible and irreversible piezoelectric and ferroelectric response in ferroelectric ceramics and thin films, *Journal of European Ceramic Society*, vol. 24, 2004, p. 725-732
- [40] Jullian Ch., Li J.F., Viehland D., Investigation of polarization switching in (001)_c, (110)_c and (111)_c oriented Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃-4.5%PbTiO₃ crystals, *Journal of Applied Physics*, vol. 95, 2004, p. 5671-5678
- [41] IEEE Standart on Piezoelectricity, An American National Standard ANSI/ IEEE Std 176-1987, The Institute of Electrical and Electronics Engineers Inc, New York, 1988
- [42] Wolf R.A., Trolier-McKinstry S., Temperature dependence of the piezoelectric response in lead zirconate titanate films, *Journal of Applied Physics*, vol. 95, 2004, p. 1397-1406

- [43] Maiwa H., Kim S.H., Ichinose N., Temperature dependence of the electrical and electromechanical properties of lead zirconate titanate thin films, *Applied Physics Letters*, vol. 83, 2003, p. 4396-4398
- [44] Robert G., Damjanovic D., Setter N., Piezoelectric hysteresis analysis and loss separation, *Journal of Applied Physics*, vol. **90**, 2001, p. 4668-4675
- [45] Wang Q.M., Yang Z., Li F., Smolinski P., Analysis of thin film piezoelectric microaccelerometer using analytical and finite element modeling, *Sensors* and Actuators A, vol. 113, 2004, p. 1-11
- [46] Robels U., Calderwood H., Arlt G., Shift and deformation of the hysteresis curve of ferroelectrics by defects: an electrostatic model, *Journal of Applied Physics*, vol. 77, 1995, p. 4002-4008
- [47] Baturin I., Menou N., Shur V., Muller C., Kuznetsov D., Hodeau J.-L., Sternberg A., Influence of irradiation on the switching behavior in PZT thin films, *Materials Science and Engineering B*, vol. **120**, 2005, p. 141-145
- [48] Nagarajan V., Scaling of the piezoelectric response in ferroelectric nanostructures: an effective clamping stress model, *Applied Physics Letters*, vol. 87, 2005, p. 242905:1-242905:3
- [49] Bühlmann S., Dwir B., Baborowski J., Muralt P., Size effect in mesoscopic epitaxial ferroelectric structures: increase of piezoelectric response with decreasing feature size, *Applied Physics Letters*, vol. 80, 2002, p. 3195-3197
- [50] Ganpule C.S., Stanishevsky A., Su Q., Aggarwal S., Melngailis J., Williams E., Scaling of ferroelectric properties in thin films, *Applied Physics Letters*, vol. 75, 1999, p. 409-411
- [51] Wang Z., Lau G.K., Zhu W., Chao Ch., Influence of test capacitor features on piezoelectric and dielectric measurement of ferroelectric films, *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 53, 2006, p. 15-22
- [52] Udayakumar K.R., Schuele P.J., Chen J., Krupanidhi S.B., Cross L.E., Thickness-dependent electrical characteristics of lead zirconate titanate thin films, *Journal of Applied Physics*, vol. 77, 1995, p. 3981-3986
- [53] Lian L., Sottos N.R., Effects of thickness on the piezoelectric and dielectric properties of lead zirconate titanate thin films, *Journal of Applied Physics*, vol. 87, 2000, p. 3941-3949
- [54] Wu D.H., Chien W.T., Yang Ch.J., Yen Y.T., Coupled-field analysis of piezoelectric beam actuator using FEM, *Sensors and Actuators A*, vol. 118, 2005, p. 171-176
- [55] Gerber P., Roelofs A., Kügeler C., Böttger U., Waser R., Effects of the topelectrode size on the piezoelectric properties (d_{33} and S) of lead zirconate titanate thin films, *Journal of Applied Physics*, vol. **96**, 2004, p. 2800-2804
- [56] Fotinich Y., Carman P.G., Stresses in piezoceramics undergoing polarization switching, *Journal of Applied Physics*, vol. **88**, 2000, p. 6715-6725

- [57] Kanno I., Fujii S., Kamada T., Takayama R., Piezoelectric properties of *c*-axis oriented Pb(Zr,Ti)O₃ thin films, *Applied Physics Letters* vol. 70, 1997, p. 1378-1380
- [58] Fu D., Ishikawa K., Yoshimi Y., Suzuki H., Long-time piezoelectric relaxation in lead zirconate titanate thin film, *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 41, 2002, p. 580-582
- [59] Nagarajan V., Ganpule C.S., Nagaraj B., Aggarwal S., Alpay S.P., Roytburd A.L., Effect of mechanical constraint of the dielectric and piezoelectric behavior of epitaxial Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O₃(90%)-PbTiO₃(10%) relaxor thin films, *Applied Physics Letters*, vol. 75, 1999, p. 4183-4185
- [60] Caspari M.E., Merz W.J., The electromechanical behavior of BaTiO₃ single-domain crystals, *Physical Review*, 1950, vol. 88, p. 1082-1088
- [61] Waser R., Modeling of electroceramics applications and prospects, *Journal of the European Ceramic Society*, vol. **19**, 1999, p. 655-664
- [62] Li Y.Y., Cheng L., Li P., Modeling and vibration control of a plate coupled with piezoelectric material, *Composite Structures*, vol. **62**, p. 155-162
- [63] Ma Ch., Huang Ch., Experimental whole-field interferometry for transverse vibration of plates, *Journal of Sound and Vibration*, vol. 271, 2004, p. 493-506
- [64] Ma Ch., Lin H., Experimental measurements on transverse vibration characteristics of piezoceramic rectangular plates by optical method, *Journal of Sound and Vibration*, vol. 286, 2005, p. 587-600
- [65] Colla E.L., Kholkin A., Taylor D., Tagentsev A.K., Brooks K.G., Setter N., Characterisation of the fatigued state of ferroelectric PZT thin-film capacitors, *Microelectronic Engeneering*, vol. 29, 1995, p. 145-148
- [66] Zhang Q., Whatmore R.R., Hysteretic properties of Mn-doped Pb(Zr,Ti)O₃ thin films, *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 24, 2004, p. 277-282
- [67] TF Analyzer 2000, Product manual, aixACCT systems GmbH, Aachen Germany, <http://www.aixacct.com>
- [68] Barzegar A., Damjanovic D., Leadermann N., Muralt P., Piezoelectric response of thin films determined by charge integration technique: substrate bending effects, *Journal of Applied Physics*, vol. 93, 2003, p. 4756-4760
- [69] Fu D., Suzuki H., Ogawa T., Ishikawa K., High-piezoelectric behavior of *c*-axis-oriented lead zirconate titanate thin films with composition near the morphotropic phase boundary, *Applied Physics Letters*, vol. 80, 2002, p. 3572-3574
- [70] Snitka V., Ulcinas A., Nemciauskas K., Lendraitis V., AFM based polarization nanolithography on PZT sol-gel films, *Microelectronic Engineering*, vol. 83, 2006, p. 1456-1459

- [71] Nosek J., Sulc M., Burianova L., Soyer C., Cattan E., Remiens D., Non-linear piezoelectric properties of the thin Pb(Zr_xTi_{1-x})O₃ (PZT) films deposited on the Si-substrate, *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 25, 2005, p. 2257-2261
- [72] Cho C.R., Francis L.F., Electromechanical properties and acoustic response of integrated PZT thin films, *Journal of Materials Science Letter*, vol. 19, 2000, p. 1477-1479
- [73] Nagarajan V., Stanishevsky A., Chen L., Zhao T., Liu B.T., Melngailis J., Realizing intrinsic piezoresponse in epitaxial submicron lead zirconate titanate capacitors on Si, *Applied Physics Letters*, vol. 81, p. 4215-4217
- [74] Lefki K., Dormans G.J.M., Measurement of piezoelectric coefficients of ferroelectric thin films, *Journal of Applied Physics*, vol. 76, 1994, p. 1764-1767
- [75] Park G.T., Choi J.J., Ryu J., Fan H., Kim H.E., Measurement of piezoelectric coefficients of lead zirconate titanate thin films by strain-monitoring pneumatic loading method, *Applied Physics Letters*, vol. 80, 2002, p. 4606-4608
- [76] Koval V., Reece M.J., Bushby A.J., Ferroelectric/ferroelastic behavior and piezoelectric response of lead zirconate titanate thin films under nanoindentation, *Journal of Applied Physics*, vol. 97, 2005, p. 074301:1-074301:7
- [77] Fu D., Ishikawa K., Minakata M., Suzuki H., Observation of piezoelectric relaxation in ferroelectric thin films by continuous charge integration, *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 40, 2001, p. 5683-5686
- [78] Verardi P., Craciun F., Acoustoelectric probe for $d_{_{33}}$ measurement on piezoelectric thin films, *Review of Scientific Instruments*, vol. 74, 2003, p. 4453-4457
- [79] Christman J.A., Woolcott R.R., Kingon A.I., Nemanich R.J., Piezoelectric measurements with atomic force microscopy, *Applied Physics Letters*, vol. 73, 1998, p. 3851-3853
- [80] Zeng H.R., Yu H.F., Tang X.G., Chu R.Q., Li G.R., Yin Q.R., Piezoresponse force microscopy studies of nanoscale domain structures in ferroelectric thin film, *Materials Science and Engineering*, vol. B120, 2004, p. 104-108
- [81] Legrand C., Haccart T., Velu G., Chambonnet D., Remiens D., Burgnies L., Mehri F., Carru J.C., Dielectric characterization of ferroelectric thin films deposited on silicon, *Microelectronics Reliability*, vol. 39, 1999, p. 251-256
- [82] Kuffer O., Maggio-Aprile I., Tiscone J.M., Fischer Ø., Piezoelectric response of epitaxial Pb(Zr_{0.2}Ti_{0.8})O₃ films measured by scanning tunneling microscopy, *Applied Physics Letters*, vol. 77, 2000, 1701-1703
- [83] Zavala G., Fendler J.H., Trolier-McKinstry S., Characterization of ferroelectric lead zirconate titanate films by scanning force microscopy, *Journal* of Applied Physics, vol. 81, 1997, p. 7480-7491

- [84] Zhang Q.M., Pan W.Y., Cross L.E., Laser inerferometer for the study of piezoelectric and electrostrictive strains, *Journal of Applied Physics*, vol. 63, 1988, p.2492-2496
- [85] Kholkin A., Wutchrich Ch., Taylor D.V., Setter N., Interferometric measurements of electric field-induced displacements in piezoelectric thin films, *Review of Scientific Instruments*, vol. 67, 1996, p. 1935-1941
- [86] Kholkin A., Colla E., Brooks K., Muralt P., Kohli M., Maeder T., Taylor D., Setter N., Interferometric study of piezoelectric degradation in ferroelectric thin films, *Microelectronic Engineering*, vol. 29, 1995, p. 261-264
- [87] Pan W.Y., Cross L.E., A sensitive double beam laser interferometer for studying high-frequency piezoelectric and electrostrictive strain, *Review* of Scientific Instruments, vol. 60, 1989, p. 2701-2705
- [88] Gerber P., Roelofs A., Lohse O., Kugeler C., Tiedke S., Bottger U., Waser R., Short-time piezoelectric measurements in ferroelectric thin films using double-beam laser interferometer, *Review of Scientific Instruments*, vol. 74, 2002, p. 2613-2615
- [89] Spirin V.V., Sokolov I.A., No K., Determination of piezoelectric coefficients of ferroelectric thin films using GaAs:Cr adaptive interferometer, *Optics* and Laser Technology, vol. 36, 2004, p. 337-340
- [90] Kanno I., Kotera H., Wasa K., Measurement of transverse piezoelectric properties of PZT thin films, *Sensors and Actuators*, vol. A107, 2003, p. 68-74
- [91] Huang Z., Whatmore R.W., A double-beam common path laser interferometer for the measurement of electric field-induced strain of piezoelectric thin films, *Review of Scientific Instruments*, vol. 76, 2005, p. 123906:1-123906:4
- [92] Lian L., Sottos N.R., Stress effects in sol-gel derived ferroelectric thin films, *Journal of Applied Physics*, vol. 95, 2004, p. 629-634
- [93] Chao Ch., Wang Z., Zhu W., Modulated laser interferometer with picometer resolution for piezoelectric characterization, *Review of Scientific Instruments*, vol. 75, 2004, p. 4641-4645
- [94] Li J.F., Viehland D.D., Tani T., Lakeman C.D.E., Payne D.A., Piezoelectric properties of sol-gel-derived ferroelectric and antiferroelectric thin layers, *Journal of Applied Physics*, vol. 75, 1994, p. 442-448
- [95] Saleh B.A., Teich M.C., Fundamentals of photonic, John Wiley and Sons, New York 1991, český překlad Základy fotoniky, Matfyzpress, Praha 1994
- [96] Bass M., van Stryland E.W., Williams D.R., The handbook of optics, *Belfast University Press*, 1995
- [97] Pokorný M., Studium piezoelektrických koeficientů krystalů PMN-PT a PZN-PT v širokém teplotním rozsahu, Diplomová práce, Technická univerzita, Fakulta mechatroniky a mezioborových inženýrských studií, Liberec 2003, vedoucí DP Šulc M.

- [98] HP54600B series Oscilloscopes, User and service guide, Publication number 54600-97021, 1998, 182 p. <www.agilent.com>
- [99] DSP Lock-In Amplifier model SR830, Stanford Research Systems, User and service guide, 1999, 174 p.
- [100] HP33120A Function Generator / Arbitrary Waveform Generator, User's guide, Part Number 33120-90005, 1997, 304 p. <www.agilent.com>
- [101] HP54600B oscilloscopes series, User and service guide, 1997, publication number 54600-97021, 183 p. <www.agilent.com>
- [102] Ricinschi D., Okuyama M., Relationships between macroscopic polarization hysteresis and local piezoresponse of fatigued Pb(Zr,Ti)O₃ films within a Landau theory-based lattice model, *Applied Physics Letters*, vol. 81, 2002, p. 4040-4042
- [103] Chao Ch., Wang Z., Zhu W., Tan O., Scanning homodyne interferometer for characterization of piezoelectric films and microelectromechanical systems devices, *Review of Scientific Instruments*, vol. 76, 2005, p. 063906:1-063906:4
- [104] Chao Ch., Wang Z., Zhu W., Measurement of longitudinal piezoelectric coefficient of lead zirconate titanate thin/thick films using a novel scanning Mach-Zehnder interferometer, *Thin Solid Films*, vol. 493, 2005, p. 313-318
- [105] Wang Z., Zhu W., Chao Ch., Zhao Ch., Chen X., Characterization of composite piezoelectric thick film for MEMS application, *Surface & Coating Technology*, vol. 198, 2005, p. 384-388
- [106] Chen L., Nagarajan V., Ramesh R., Roytburd A.L., Nonlinear electric field dependence of piezoresponse in epitaxial ferroelectric lead zirconate titanate thin films, *Journal of Applied Physics*, vol. **94**, 2003, p. 5147-5152
- [107] HP4192A, LF impedance analyzer, User's guide, Part Number 04192-90011, 2000, 469 p. <www.agilent.com>

Marek Pokorný

Osobní informace:					
Příjmení, jméno	Pokorný, Marek				
Adresa	Jelínkova 1048 29306 Kosmonosy Česká Republika				
Telefon (mobilní)	+420 605 353094				
E-mail (pracovní)	marek.pokorny@tul.cz				
E-mail (osobní)	popoind@longfingers.cz				
Datum narození	2. únor 1978				
Místo narození	Mladá Boleslav				
Národnost	česká				
Pohlaví	mužské				
Vzdělání					
2003 – současnost	Academický titul Ph.D.				
2000 0000000000	Studiiní obor: Aplikované vědy v inženýrství				
	Téma disertační práce: Nelineární piezoelektrické charakteristiky tenkých vrstev <i>PZT</i> (Standardizační měřící metody a integrace <i>PZT</i> vrstev do <i>MEMS</i>)				
	Technická univerzita v Liberci				
	Fakulta pedagogická				
	Katedra fyziky				
1996 - 2003	Akademický titul Ing.				
	Studijní obor: Přírodovědné inženýrství				
	Téma diplomové práce: Studium piezoelektrických koeficientů krystalů <i>PMN-PT</i> a <i>PZN-PT</i> v širokém teplotním rozsahu				
	Technická univerzita v Liberci				
	Fakulta mechatroniky a mezioborových inženýrských studií				
1992 - 1996	Střední škola				
	Studijní obor: Mechanik elektronik pro řídící a číslicovou techniku				
	Střední odborné učiliště strojírenské Škoda a.s.				
	Mladá Boleslav				
Zkušenosti:	 doktorská stáž: University of Technology and Science of Lille, Francie (3 měsíce) 5 semestrů asistent předmětu Laboratorních cvičení z fyziky na fakultách Mechatroniky, Textilní a Strojní intenzivní kurs na téma Usage and Danger of Atomic Irradiation na University of Athens (Řecko), 3 týdny, 5 kreditů ECTS aktivní účast na konferenci EAPD7 (Česká republika) a sympozium PhD studentů (Polsko) 				

curriculum vitae aktualizace 21. května 2006

1. strana Curriculum Vitae Marka Pokorného

	 vývoj elektronických obvodů brigáda ve firmě Elfi electronic zkouška § 14 vyhl. ČUBP č.50/1978 Sb. o odborné způsobilosti v elektrotechnice řidičský průkaz skupiny B
Počítačové znalosti:	MS Office, Flash MX (programování v jazyce action script), Adobe Photoshop, Adobe Illustrator (vektorová grafika), Adobe InDesign, MathCAD, tvorba webových stránek v Html jazyce, VEE Pro Agilent Technologies (programovací prostředí pro řízení laboratorních přístrojů), Eagle CAD (vývojové prostředí pro návrh desek plošných spojů), OriginLab (grafický a analyzační vědecký software), začátečník v Ansys (software pro analýzu metodou konečných prvků)
Jazyk:	Angličtina (písmem a mluvou), Čeština (rodný jazyk)
Zahraniční cesty:	Poloostrov Krim na Ukrajině, Indie, Řecko, Slovensko, Rumunsko, Skotsko, Finsko, Švýcarsko a ostatní státy západní evropy
Zájmy:	cestování, fotografie (osobní stránky: www.popoind.com), cykoturistika, www design, elektronika a nanotechnologie, nová informační média

Publikace a spoluautorství odborných článků:

[1] Pokorný M., Study of *MEMS* applications material properties by laser interferometry, *The* 1th International Symposium of PhD students of the Euroregion Neisse, AE WGRiT, Jelenia Gora, Poland, 4th November 2004, abstract Treatise, ISBN 80-7083-966-X, XI, 2005

[2] Šulc M., Pokorný M., Temperature dependence of piezoelectric coefficients of
 0.71 *Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O₃-0.29PbTiO₃* piezoelectric single crystals, *Journal of Physics IV France*, **126**,
 2005, p. 77-80

[3] Nosek J., Šulc M., Burianová L., Pokorný M., Soyer C., Cattan E., Remiens D., Non-linear piezoelectric properties of the thin $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$ (*PZT*) films deposited on the *Si*-substrate, *Journal of the European Ceramic Society*, **25**, 2005, p. 2257-2261

Prezentace:

[4] Šulc M., Pokorný M., Suchardová K., Tryzna J., Piezoelectric coefficients of *PZT* ceramics in wide temperature range, poster 7th European conference on Applications of Polar Dielectrics, ECAPD7, Liberec, Czech republic, September 4-9, 2004

[5] Nosek J., Šulc M., Burianová L., Pokorný M., Soyer C., Cattan E., Remiens D., Thin $Pb(Zr_xTi_{1-x}O_3 (PZT)$ rhombohedral compositions deposited on the *Si*-substrate and its large piezoelectric response, *International Workshop on Integrated Electroceramics Functional Structures*, IEFS, Berchtesgaden, Germany, June 7-9, 2005

[6] Šulc M., Tryzna J., Pokorný M., Piezoelectric Coefficients of *PMT*-0.29*PT* Single Crystals at Temperature Range of Phase Transitions, *Polecer International Conference – Piezoelectricity for End-Users II*, Hafjell, Norway, March 6-8, 2006, přijato k publikaci v *Journal of Electroceramics*

[7] Pokorný M., Nonlinear piezoelectric behavior and the top electrode scanning of *PZT* thin films, public oral presentation, *MIMM* department, *University of Technology and Science of Lille*, France, 7.2.2006

[8] Pokorný M., Šulc M., Herdier R., Remiens D., Dogheche E., Comparisons of d_{33} measurement methods - advantages and disadvantages of double-beam laser interferometer (DBI) and single-beam laser vibrometer (LDV), registrována ústní prezentace na konferenci ECAPD8, Metz, Francie, 5.9.-8.9.2006

Ing. Marek Pokorný

© 2006 Technická univerzita v Liberci



www.tul.cz náklad: 5 výtisků (digitální verze na příloženém CD) celkový počet stran: 128 použitý font: Minion Pro