

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta mechatroniky a mezioborových inženýrských studií

Katedra: fyziky

Akademický rok: 2008/2009

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Jméno a příjmení: Tomáš Radoberský

studijní program: M 2612 – Elektrotechnika a informatika

obor: 3901T025

Vedoucí katedry Vám ve smyslu zákona o vysokých školách č.111/1998 Sb. určuje tuto diplomovou práci:

Název tématu:

Studium piezoelektrických tenkých vrstev

Zásady pro vypracování:

1. Seznamte se s problematikou piezoelektrických tenkých vrstev keramik PZT, relaxorů PZN-PT a PMN-PT.
2. Proveďte úpravy aparatury dvoupaprskového laserového interferometru pro přesná měření teplotních závislostí piezoelektrických koeficientů.
3. Změřte piezoelektrické koeficienty d_{33} a jejich závislosti na přiloženém elektrickém poli pro různé vzorky
4. Změřte elektrostrikční koeficienty a jejich závislost na přiloženém elektrickém poli.
5. Změřte frekvenční charakteristiky u daných vzorků.
6. Diskutujte získané experimentální výsledky.

Rozsah grafických prací: dle potřeby dokumentace

Rozsah průvodní zprávy: cca 40 až 50 stran

Seznam odborné literatury:

1. Šulc M., Burianová L., Studium piezoelektrických dějů pomocí laserové interferometrie, Jemná mechanika a optika 10/01, 338-343,
2. Nosek J., Sulc M., Burianova L., Soyer C., Cattani E., Remiens D., J. European Ceramic Society 25 (2005) 2257-2261
3. Pokorný M., Nelineární piezoelektrické charakteristiky tenkých vrstev PZT, doktorská práce, Technická univerzita v Liberci, 2006
4. Hillenbrand J. and Sessler G. M., J. Appl. Phys. 103 (2008) 074103
5. Sama N., Herdier R., Jenkins D., Soyer C., Remiens D., Detalle M., Bouregba R., Journal of Crystal Growth. 310 (2008) 3299– 3302
6. Herdier R., Detalle M., Jenkins D., Soyer C., Remiens D., Sensors and Actuators A, 148 (2008) 122–128
7. Wang Z. and Miao J., J. Phys. D: Appl. Phys. 41 (2008) 035306

Vedoucí diplomové práce: Doc. RNDr. Miroslav Šulc, Ph.D.

Konzultant: Doc. Mgr. Lidmila Burianová, CSc.

Zadání diplomové práce: 16.10.2008

Termín odevzdání diplomové práce: **29. 5. 2009**

L.S.

.....
Vedoucí katedry

.....
Děkan

V Liberci dne 16.10.2008

Prohlášení:

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

Beru na vědomí, že TUL má právo na uzavření licenční smlouvy o užití mé DP a prohlašuji, že **s o u h l a s í m** s případným užitím mé diplomové práce (prodej, zapůjčení apod.).

Jsem si vědom toho, že užití své diplomové práce či poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem TUL, která má právo ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, vynaložených univerzitou na vytvoření díla (až do jejich skutečné výše).

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

.....

Datum

.....

Podpis

Poděkování:

Rád bych poděkoval vedoucímu diplomové práce Doc. RNDr. Miroslavu Šulcovi, Ph.D. za odborné vedení, užitečné připomínky a pomoc při řešení mnoha technických problémů. Dále bych rád poděkoval Ing. Markovi Pokornému, Ph.D. za uvedení do problematiky tenkých vrstev. Jaroslavu Polákovi za pomoc při realizaci technických problémů. Doc. Mgr. Lidmile Burianové, CSc. za poskytnuté konzultace a rodině za všeobecnou podporu.

Abstrakt

Práce se zabývá studiem a měřením piezoelektrických tenkých vrstev na křemíkovém substrátu. Jsou popsány nejruznější úpravy a nahrazení jednotlivých vrstev stávající struktury $Si/SiO_2/Ti/Pt/PZT/Pt$ novými materiály. Měřené vzorky jsou s kontinuální a kruhově lokalizovanou piezoelektrickou tenkou vrstvou, která byla nanášena na křemíkový substrát vysokofrekvenční naprašovací metodou. Při různých signálech budicího elektrického napětí sledujeme deformace tenké vrstvy vyvolané inverzním piezoelektrickým jevem, které jsou v řádech pikometrů. Tyto deformace způsobují také o řád větší deformace substrátu. Substrátové deformace jsou nežádoucí z hlediska charakterizace piezoelektrických tenkých vrstev a jsou eliminované použitím dvoupaprskového laserového interferometru.

Jsou měřeny frekvenční závislosti efektivního elektrostričního a piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$ v širokém rozsahu frekvencí pro několik amplitud budicího signálu a nelineární závislosti efektivního piezoelektrického koeficientu na přiloženém stejnosměrném poli. Nelineární charakteristiky mají typický tvar hysterezních smyček. Dále jsou měřeny elektrostriční koeficienty pro nejruznější hodnoty stejnosměrného předpětí. V závěru jsou naměřené charakteristiky diskutovány.

Klíčová slova: piezoelektrické tenké vrstvy, dvoupaprskový laserový interferometr, piezoelektrický jev, elektrostriční jev

Abstract

The diploma thesis deals with study and measurement of piezoelectric thin films on silicon substrate. There are descriptions of various modifications and replacement of *Si/SiO₂/Ti/Pt/PZT/Pt* structures. Measurement is carried out on samples with continual and circle localized PZT thin film. PZT thin film is deposited by RF magnetron sputtering method.

Deformations of thin film induced by inverse piezoelectric effect, with is in order of picometers, are observed when different waveform of electric voltage is applied. These deformations caused substrate vibrations with a much large amplitude than the amplitude of displacement of the thin film. Use of **Double Beam Laser Interferometer (DBLI)** has allowed to measure piezoelectric displacement independent from the substrate vibrations.

Frequency characteristics of piezoelectric and electrostrictive coefficient are measured in broad frequency range for several amplitude of applied signal as well as non-linear dependency of effective piezoelectric coefficient on applied DC voltage. Non-linear characteristics have typical hysteresis loop shape. Electrostrictive coefficients are measured for different levels of DC voltage. Results are mentioned in conclusion.

Keywords: piezoelectric thin films, double beam laser interferometer, piezoelectric effect, electrostriction effect

OBSAH

1 Úvod

2 Piezoelektrické tenké vrstvy na křemíkovém substrátu

2.1 Tenkovrstvé technologie – depozice vrstev napravovací metodou.....	11
2.2 Vznik vibrací substrátu.....	14
2.3 Vliv geometrie systému na piezoelektrické vlastnosti.....	16
2.3.1 Zavedení piezoelektrického efektivního koeficientu $d_{33,eff}$	16
2.3.2 Numerická analýza rozměrů horní elektrody a tloušťky tenkých vrstev.....	20
2.4 Modifikace vlastností tenkovrstvého systému.....	23
2.4.1 Piezoelektrické materiály <i>PZT</i> , <i>PMN-PT</i> ve formě tenkých filmů.....	23
2.4.2 Materiály horní a dolní elektrody.....	24
2.5 Měřené vzorky.....	26

3 Použitá měřicí metoda

3.1 Dvoupaprskový laserový interferometr (<i>DBLI</i>).....	29
3.1.1 Optická část interferometru.....	30
3.1.2 Přístrojová část interferometru.....	31
3.1.3 Eliminace substrátových vibrací.....	32
3.2 <i>DBLI</i> pro měření vzorků s malou plochou horní elektrody.....	35
3.3 <i>DBLI</i> pro měření teplotních závislostí koeficientů $d_{33,eff}$ a $M_{33,eff}$	36

4 Nelineární charakteristiky tenkých vrstev

4.1 Parametry budicího elektrického napětí.....	37
4.2 Závislost efektivního piezoelektrického koeficientu na přiloženém elektrickém poli.....	38
4.2.1 Parametry hysterezních smyček.....	39
4.2.2 Deformace měřených smyček.....	40
4.3 Závislost efektivního elektrostričního koeficientu na přiloženém elektrickém poli.....	41
4.4 Frekvenční závislost piezoelektrického a elektrostričního koeficientu.....	42

5 Naměřené charakteristiky

5.1 Závislosti $d_{33,eff}$ na přiloženém elektrickém poli.....	45
5.2 Závislosti $M_{33,eff}$ na přiloženém elektrickém poli.....	49
5.3 Frekvenční závislosti $d_{33,eff}$ a $M_{33,eff}$	51
5.4 Chyby měření.....	53

6 Závěr

Seznam odborné literatury

Příloha

Seznam použitých symbolů:

d_0	Posunutí horní elektrody
d_1	Piezoelektrické posunutí ve směru kolmém na působící elektrické pole
d_{33}	Piezoelektrický koeficient
$d_{33,eff}$	Efektivní piezoelektrický koeficient
DBLI	Dvoupaprskový laserový interferometr (<i>Double Beam Laser Interferometer</i>)
D_i	Vektor elektrické indukce
d_{kij}	Tenzor piezoelektrických koeficientů
d_{MAX+}	Maximální posunutí při kladném působícím elektrickém poli
d_{MAX-}	Maximální posunutí při záporném působícím elektrickém poli
d_R	Remanentní posunutí
E_k	Vektor vnějšího elektrického pole
E_{c+}, E_{c-}	Elektrické koercitivní pole
f_{ac}	Frekvence harmonického signálu
k_{ij}	Koeficient elektromechanické vazby
m	Tloušťka piezoelektrické tenké vrstvy
M_{33}	Elektrostrikční koeficient
$M_{33,eff}$	Efektivní elektrostrikční koeficient
P	Polarizace
p	Průměr horní elektrody
S	Relativní posunutí tenké vrstvy
S_0	Amplituda vibrací křemíkového substrátu
s_{ijkl}	Složky tenzoru elastických koeficientů
t	Čas
T_{kl}	Tenzor elastického napětí
u_A	Výsledný budicí signál
u_{AC}	Amplituda harmonického signálu
u_{DCbias}	Stejnoseměrné předpětí
u_{MAX}	Napěťová hodnota odpovídající maximální světelné intenzitě
u_{MIN}	Napěťová hodnota odpovídající minimální světelné intenzitě
u_{OUT}	Stejnoseměrné napětí na výstupu fázově citlivého zesilovače
$\epsilon_{33,eff}$	Efektivní permitivita tenké vrstvy
λ	Vlnová délka laseru

1 Úvod

Piezoelektrické materiály ve formě tenkých vrstev jsou velice perspektivní a studovanou oblastí pro mnoho nových aplikací v řídicí technice. Výzkum se soustřeďuje na vývoj nových materiálů a různých struktur jednotlivých vrstev. Integrace piezoelektrických tenkých vrstev do mikroeletromechanických systémů a následně do průmyslové výroby není možná bez kompletní charakterizace jejich vlastností. Měření frekvenčních charakteristik piezoelektrického a elektrostričního koeficientu při různých předpětích a popis naměřených hysterezních smyček jsou hlavní témata této práce.

V dnešní době, kdy se požaduje stále vyšší rychlost, přesnost a kompaktnost, tradiční technologie miniaturních senzorů a aktivních prvků začínají zaostávat za technologiemi integrovaných obvodů. Klasické senzory jsou příliš objemné a méně spolehlivé. Náklady na montáž, propojení a zapouzdrění modulárních systémů jsou vyšší, než náklady na výrobu monolitických integrovaných obvodů. Propojení vnějšího prostředí s již zaběhlými integrovanými obvody nabízí mikroeletromechanické systémy, zkráceně *MEMS*.

MEMS integrují senzorické a aktuační prvky s elektronikou na společný substrát pomocí mikroeletronických technologií. Monolitické řešení navíc nabízí vysoký stupeň miniaturizace celého systému. K výrobě těchto „inteligentních“ struktur se používají upravené postupy známé z výroby integrovaných obvodů. Integrace piezoelektrických tenkých vrstev do *MEMS* však není možná bez jejich kompletní charakterizace. Jedním ze základních parametrů vlastností tenkých vrstev je piezoelektrický koeficient. Ten je stanoven na základě měření posunutí vyvolaného inverzním piezoelektrickým jevem v tenké vrstvě. Zahrnutí piezoelektrických materiálů ve formě tenkých vrstev na křemíkovém substrátu přináší univerzálnost, jednoduchost a nové uplatnění takovýchto *MEMS*. Tenké vrstvy, v odborné literatuře *thin films*, mají tloušťku ve stovkách nanometrů a na malém rozměru nabízejí velmi vysokou hustotu energie a výkonu, a to i při vysokých pracovních frekvencích, které neodmyslitelně patří k *MEMS* zařízením.

Tato práce má přinést doplňující informace do rozsáhlé problematiky tenkých piezoelektrických vrstev. V současné době chybí v odborné literatuře experimentálně získaná data o chování elektrostriktce. Proto byla technická univerzita v Liberci

požádána skupinou kolem Denise Remiense z univerzity ve Valenciennes o spolupráci při měření elektrostričních koeficientů dvoupaprskovým laserovým interferometrem. Touto optickou metodou nebyly doposud elektrostriční koeficienty měřeny. Dvoupaprskový laserový interferometre (*DBLI*) dokáže měřit posunutí o velikosti jednotek pikometrů a zároveň eliminovat o řád větší deformace nosného substrátu. Měřené vzorky mají vrchní elektrody malého průměru ($< 200 \text{ um}$). Proto jsou nutné úpravy částí interferometru.

2 Piezoelektrické tenké vrstvy na křemíkovém substrátu

Tenké vrstvy jsou řadu let používány pro vytváření nejrůznějších miniaturních struktur, senzorických a aktuačních aplikací. K jejich nanesení jsou používány metody vysokofrekvenčního magnetronového naprašování (*RF magnetron sputtering*), vakuového napařování (*Molecular-beam epitaxy*), laserové depozice (*pulsed laser deposition*) [1, 2] a metody na chemickém principu (*Chemical-vapor deposition*) a (*sol-gel*) [3]. Metoda vysokofrekvenčního magnetronového naprašování (*RF magnetron sputtering*) je podrobněji popsána v kapitole 2.1. Tyto metody umožňují jemnou regulaci procedury nanášení vrstev.

Tenké piezoelektrické vrstvy jsou pomocí výše zmiňovaných metod nanášeny na substrát. Nejčastěji používaný substrát pro tenké vrstvy je křemík. Jeho výhody vycházejí přímo z jeho 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 výhody křemíkových technologií, a to nejen v *MEMS* aplikacích.

Aby se snížila zátěž a hustota dislokací v dalších vrstvách, je lepší preferovat materiály se stejnou, nebo podobnou strukturou krystalické mřížky s dále nanášenými vrstvami. V tomto ohledu je křemík osvědčeným materiálem.

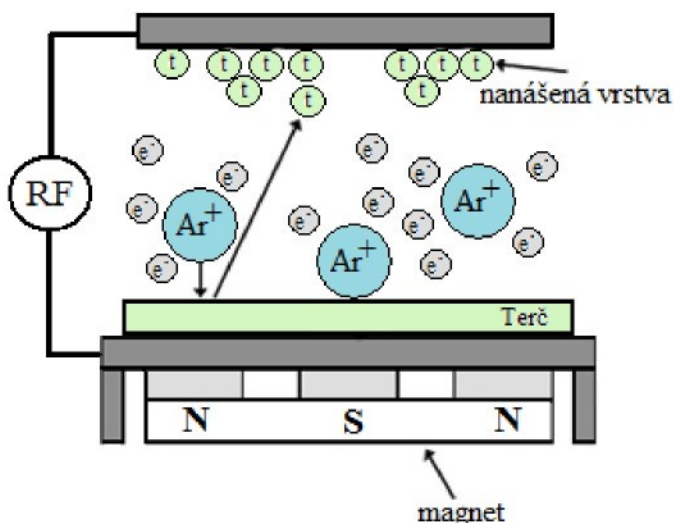
2.1 Tenkovrstvé technologie – depozice vrstev naprašovací metodou

Metoda magnetronového naprašování je běžně používaná při výrobě polovodičů a *MEMS* technologie. Postup této nanášecí metody by se dal přirovnat dle [4] k házení ocelových kuliček na betonovou zeď. Jak kuličky narážejí na zeď, odpadávají malé kousky betonu. Po chvíli bude celé okolí pokryto prachem. Kuličky v dané technologii představují ionizované atomy a zeď je disk z materiálu, který se má nanášet.

Nejjednodušší je stejnosměrné naprašování, které se používá pro depozici vodivých materiálů. Při naprašování nevodivých piezoelektrických materiálů [5, 6, 7, 8] se využívá střídavý vysokofrekvenční signál o frekvenci 13,6 MHz. Celá metoda naprašování začíná přípravou terče, jehož povrchové atomy budou naprašovány na křemíkový substrát. To znamená, že složení terče odpovídá složení materiálu na

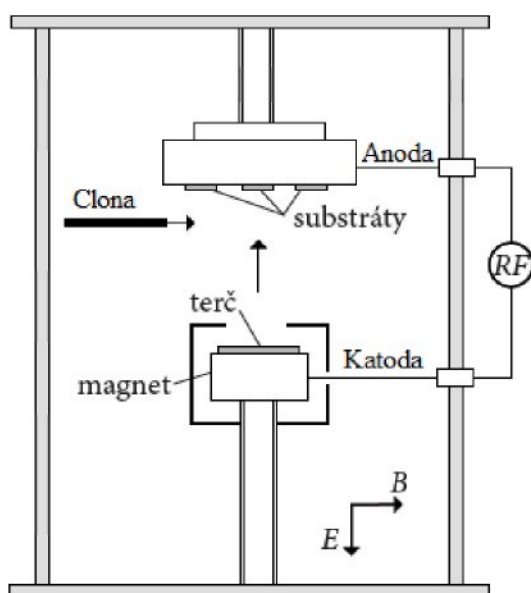
substrátu. Prášková směs $PbO + ZrO_2 + TiO_2$ je míchána několik hodin a poměr Zr/Ti je volen s ohledem na velice příznivé vlastnosti PZT v oblasti monotropní fázové hranice [9, 10], kde koexistence tetragonální a trigonální fáze dává k dispozici čtrnáct možných orientací spontánní polarizace. Směs je pak lisována do terčů o průměru 76,2 mm.

Do naprašovací komory je vháněn argon. Celý tento proces se odehrává při velice nízkých tlacích $0.13 \div 1.3$ Pa. Při naprašování stejnosměrným proudem je napětí přivedeno na dvě rovnoběžné elektrody. Tím se ionizuje argon, přičemž Ar^+ a e^- se urychlují navzájem opačným směrem. Srážky mezi takto vytvořenými nabitými částicemi a atomy s neutrálním nábojem způsobují další ionizaci. Tímto způsobem vzniká plazma a v té jsou obsaženy neutrální atomy, pozitivně nabitě ionty a volné elektrony. Ve stejnosměrném systému jsou částice urychlovány ke katodě. Katoda je v tomto případě zároveň terč. Ionty narazí do terče a vyrazí z terče atomy. Tyto atomy cestují plazmou jako pára, narážejí na povrch substrátu, tam se srazí a vytvářejí naprašovanou vrstvu. Tyto vyražené atomy se mohou usadit kdekoli v naprašovací komoře, proto je velice důležitá vzájemná poloha terčiku a substrátu. Vzdálenost terčiku od substrátu je 60 mm. V případě, že je terčik nevodivý, je použito vysokofrekvenční střídavé napětí. Tato metoda je známa jako vysokofrekvenční naprašování. Kmitočet je empiricky zvolen tak, aby byl dostatečně vysoký a aby se udržoval výboj v plazmě. Zavedená frekvence je 13.56 MHz. V obou uvedených metodách (stejnosměrné a vysokofrekvenční metodě naprašování) je ionizační účinnost nízká. Pro zvýšení účinnosti se do blízkosti terčiku přidávají magnety. Přidáním magnetického pole definovaného tvaru je tato metoda známá jako magnetronové naprašování. Magnet je za terčikem, takže magnetické siločáry jsou kolmé na elektrické pole. Elektrony, které při klasickém naprašování unikaly z prostoru před terčem, se v tomto případě v důsledku Lorentzovy síly pohybují po šroubovici. Tak se výrazně prodlužuje doba jejich setrvání v oblasti výboje a zvyšuje se pravděpodobnost ionizace dalších atomů argonu. Touto technikou se vytváří mnohem koncentrovanější depozice vlivem směrování částic magnetickým polem a zvýšení rychlosti naprašování tenkých vrstev.



Obrázek 2.1: Na zjednodušeném obrázku je znázorněn proces vysokofrekvenčního naprašování. Elektrony se srážejí s atomy plynu. Plyn je ionizován. Těmito ionizovanými atomy je bombardovaný terč a to způsobí uvolnění atomů, které cestují jako pára k substrátu nebo k jiným povrchům. Tyto páry na daném povrchu kondenzují a formují se do vrstev.

Dále je použito stínítko v naprašovacím procesu. Povrch terče je na začátku kontaminován a znečištěn drobnými nečistotami. Proto se nejprve spustí depozice, při které je substrát zakryt clonkou. Tato fáze procesu může trvat až několik hodin. Při této fázi se také celý systém nastaví na optimální parametry. Dále je třeba chladit terčík, neboť energie dopadajících iontů se přeměňuje na tepelnou energii. To může způsobit přehřívání terčíku.



Obrázek 2.2: Principiální schéma reaktoru pro vysokofrekvenční magnetronové naprašování.

Rychlost růstu metodou vysokofrekvenčního magnetronového naprašování je 100 nm/h. Takto nanesená vrstva *PZT* na spodní elektrodě má amorfni strukturu a pro získání krystalické struktury se musí temperovat při teplotě 625 °C po dobu 30 minut. Pro vrstvy *PMN-PT* je teplota 700 °C po stejnou dobu. Takto nanesená piezoelektrické vrstva na platinovou elektrodu vykazuje (1 1 1) krystalovou orientaci. Při použití materiálu *LNO* jako spodní elektrody má pak *PZT* výraznou (1 0 0) krystalovou orientaci [11]. To znamená, že na krystalovou orientaci má vliv materiál spodní elektrody, použitá metoda nanášení vrstev a tepelné žihání aktivní vrstvy. Orientace nanášených krystalů a tedy i jejich kvalita je zjišťována rozptylem rentgenového záření. Kvalita má vliv na pozdější piezoelektrické vlastnosti tenkých vrstev.

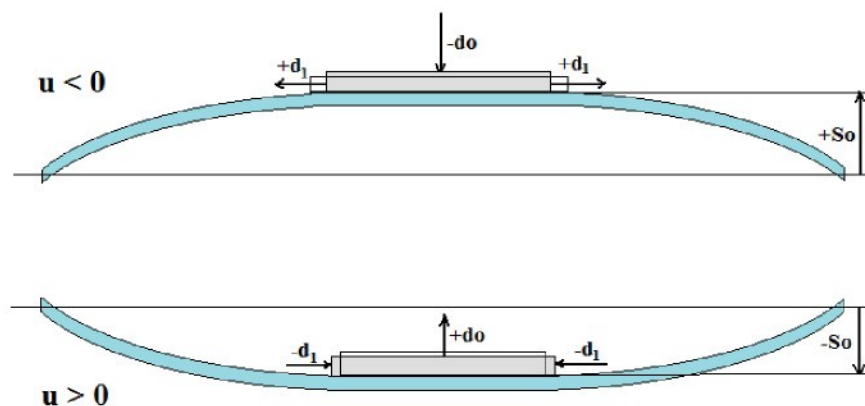
Aby mohl být ve vrstvě vyvolán piezoelektrický inverzní jev, je třeba na piezoelektrickou tenkou vrstvu nanést elektrodu. Nejčastěji se používá platina. Elektroda se nanáší metodou stejnosměrného naprašování o tloušťce 110 až 220 nm. Průměr elektrody pro piezoelektrická měření je mezi 150 až 1000 μm.

2.2 Vznik vibrací substrátu

Znalosti piezoelektrického chování tenkých vrstev ovlivňují vývoj nových architektur *MEMS* zařízení. Mezi studované vlastnosti patří zejména skutečné materiálové konstanty *PZT* vrstev zvláště pak d_{33} . Deformace aktivované piezoelektrické tenké vrstvy vyvolají také vedlejší vibrace substrátu. Pro kompletní charakterizaci systému piezoelektrických tenkých vrstev jsou důležitá piezoelektrická posunutí, ale také znalosti o chování kmitů substrátu. Obecně je amplituda kmitů substrátu řádově větší než amplituda piezoelektrického posunutí tenké vrstvy. Kmity substrátu jsou výraznou překážkou a jsou z větší části eliminovány vnějšími podmínkami.

Působením vnějšího elektrického pole se aktivovaná piezoelektrická vrstva deformuje. Tyto deformace se přenášejí mechanickou energií na substrát, protože piezoelektrická tenká vrstva je mechanicky dobře upnutá k základnímu substrátu. Proces vzniku vibrací ilustruje obrázek 2.3. Nejprve uvažujme případ a), kde je aplikováno kladné napětí ve směru vektoru polarizace vrstvy. Tenká vrstva se deformuje v podélném směru d_0 (vzhledem k působícímu napětí). Toto posunutí je přímo úměrné efektivní hodnotě piezoelektrického koeficientu d_{33eff} . Tloušťkové rozpinání 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, pak pozorujeme analogické chování. V tomto případě dochází k

tloušťkovému smrštění tenké vrstvy, a tím pádem k příčnému rozpínání. Opět dobrá mechanická vazba mezi aktivní vrstvou a substrátem přispěje k přenosu mechanické energie. Pozorujeme prohnutí substrátu s výchylkou $+s_0$. Působením harmonického napětí na tenkou vrstvu vznikají kmity substrátu jako vedlejší projev piezoelektrické deformace tenké vrstvy.



Obrázek 2.3: Na obrázku jsou znázorněny kmity substrátu v závislosti na deformaci tenké vrstvy vlivem elektrického napětí. Kde s_0 je posunutí substrátu, d_l je posunutí ve směru příčném, d_0 posunutí ve směru podélném (vzhledem k působícímu elektrickému napětí).

Výrazně odlišné velikosti posunutí přináší jisté komplikace, pokud potřebujeme znát pouze posunutí tenké vrstvy d_0 a odpovídající piezoelektrický efektivní koeficient d_{33eff} . Při 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 případ se realizuje upnutím vzorku k podložce. Tím se vibrace substrátu sníží. Lepšího efektu je pak navíc dosaženo při měření vzorků s malou plochou horní elektrody (menší jak 200 μm). Druhou možností, jak oddělit piezoelektrické posunutí od vibrací substrátu, je použití vhodné optické metody. Pro tato měření tenkých filmů na křemíkovém substrátu může být použit dvoupaprskový interferometr nebo dvojnásobný jednopaprskový interferometr. V obou případech se však využívá toho, že substrát se celý prohýbá, aniž by měnil svoji tloušťku. Tloušťkové deformace celé struktury jsou dány pouze piezoelektrickým posunutím tenké vrstvy d_0 . Měření piezoelektrického posunutí je docíleno dvěma paprsky. První paprsek dopadá na přední stranu vzorku a druhý na zadní stranu. Samotnou optickou metodou jsou tato posunutí substrátu od sebe odečtena a výsledkem je měření piezoelektrického posunutí d_0 . Tato optická metoda však

vyžaduje reflexní vrstvy měřeného vzorku a přesné nastavení optické sondy (viz. kapitola 3).

2.3 Vliv geometrie systému na piezoelektrické vlastnosti

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. Charakterizace *PZT* ve formě objemových keramik je nepoužitelná pro *PZT* ve formě tenkých vrstev. U tenkých filmů musíme uvažovat strukturu celého systému, tzn. tenkou vrstvu uzavřenou z obou stran elektrodami, umístěnou a upnutou na křemíkový substrát. A právě výskyt meziplošného napětí způsobuje rozdíl mezi hodnotami piezoelektrických koeficientů tenkých vrstev od koeficientů objemových keramik [12]. Při inverzním piezoelektrickém jevu navíc dochází k pronikání piezoelektrického materiálu do křemíkového substrátu. Toto pronikání nelze experimentálně měřit. Pro pochopení dějů uvnitř struktury je nezbytná numerická analýza (odstavec 2.3.2).

Mezi hlavní parametry, které ovlivňují piezoelektrickou odezvu, patří objem aktivovaného piezoelektrického materiálu *PZT*. Prakticky to znamená, že piezoelektrická odezva závisí na tloušťce vrstvy a na průměru vrchní kruhové elektrody. Uvedené rozměrové veličiny by však neměly mít vliv na materiálovou konstantu d_{33} . Proto u tenkých vrstev zavádíme efektivní piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$.

2.3.1 Zavedení piezoelektrického efektivního koeficientů $d_{33,eff}$

V tomto odstavci je provedeno odvození $d_{33,eff}$ dle [13]. 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:

$$S_{ij} = s_{ijkl}^E \cdot T_{kl} + d_{kij} \cdot E_k \quad (2-1)$$

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

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 elektrického pole. V rovnici 2-2 označuje D_i vektor elektrické indukce a ϵ_{ik}^T tenzor volné dielektrické permitivity.

Pro piezoelektrickou tenkou vrstvu umístěnou na substrátu volíme okrajové podmínky. 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:

$$S_1 = S_2 = (s_{11}^E + s_{12}^E) \cdot T + d_{31} \cdot E_3 \quad (2-3)$$

$$S_3 = 2 \cdot s_{13}^E \cdot T + d_{33} \cdot E_3 \quad (2-4)$$

$$D_3 = \epsilon_{33}^T \cdot E_3 + 2 \cdot d_{31} \cdot T \quad (2-5)$$

Nyní uvažujme pro ostrůvkovou strukturu vzorku 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 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 2-3, 2-4 a 2-5 pak získají tento tvar:

$$S_1 = S_2 = d_{31} \cdot E_3 \quad (2-6)$$

$$S_3 = d_{33} \cdot E_3 \quad (2-7)$$

$$D_3 = \epsilon_{33}^T \cdot E_3 \quad (2-8)$$

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 vázaným (upnutým) k substrátu. Proto zanedbáme mezivrstevní deformace a pokládáme: $S_1 = S_2 = 0$. Z rovnice 2-3 pak obdržíme následující vztah:

$$T = \frac{-d_{31}}{s_{11}^E + s_{12}^E} \cdot E_3 \quad (2-9)$$

Zde je opět elastické napětí $T = T_1 = T_2$. Dosazením 2-9 do 2-5 a 2-4 získáme:

$$D_3 = \epsilon_{33}^T \cdot E_3 - \frac{2 \cdot d_{31}^2}{s_{11}^E + s_{12}^E} \cdot E_3 = \epsilon_{33}^T \left[1 - \frac{2 \cdot d_{31}^2}{\epsilon_{33}^T \cdot s_{11}^E \left(1 + \frac{s_{12}^E}{s_{11}^E} \right)} \right] \cdot E_3 \quad (2-10)$$

$$S_3 = -2 \cdot s_{13}^E \cdot \frac{d_{31}}{s_{11}^E + s_{12}^E} \cdot E_3 + d_{33} \cdot E_3 = \left(d_{33} - \frac{2 \cdot d_{31} \cdot s_{13}^E}{s_{11}^E + s_{12}^E} \right) E_3 \quad (2-11)$$

Efektivní dielektrická permitivita je v druhém limitním případě z rovnice 2-10 rovna:

$$\epsilon_{33eff} = \epsilon_{33}^T \cdot \left(1 - \frac{2 \cdot k_{31}^2}{1 - \sigma} \right), \quad (2-12)$$

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

$$\sigma = \frac{-s_{12}^E}{s_{11}^E} \quad (2-13)$$

$$k_{31}^2 = \frac{d_{31}^2}{s_{11}^E \cdot \epsilon_{33}^T} \quad (2-14)$$

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

$$\epsilon_{33}^S = \epsilon_{33}^T (1 - k_{31}^2). \quad (2-15)$$

U destičky *PZT* je upnutá permitivita redukována o druhou mocninu koeficientu elektromechanické vazby násobený volnou permitivitou (2-15). Avšak rovnice 2-12 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 $\epsilon_{33,eff}$, než jaké jsou známé materiálové hodnoty pro *PZT*. Dále můžeme z rovnice 2-11 získat efektivní piezoelektrický koeficient pro systém tenké vrstvy *PZT* upnuté k základnímu substrátu:

$$d_{33,eff} = \frac{d_0}{u_{AC}} = \left(\frac{S_3}{E_3} \right)_T = d_{33} - \frac{2 \cdot d_{31} \cdot s_{13}^E}{s_{11}^E + s_{12}^E}, \quad (2-16)$$

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.

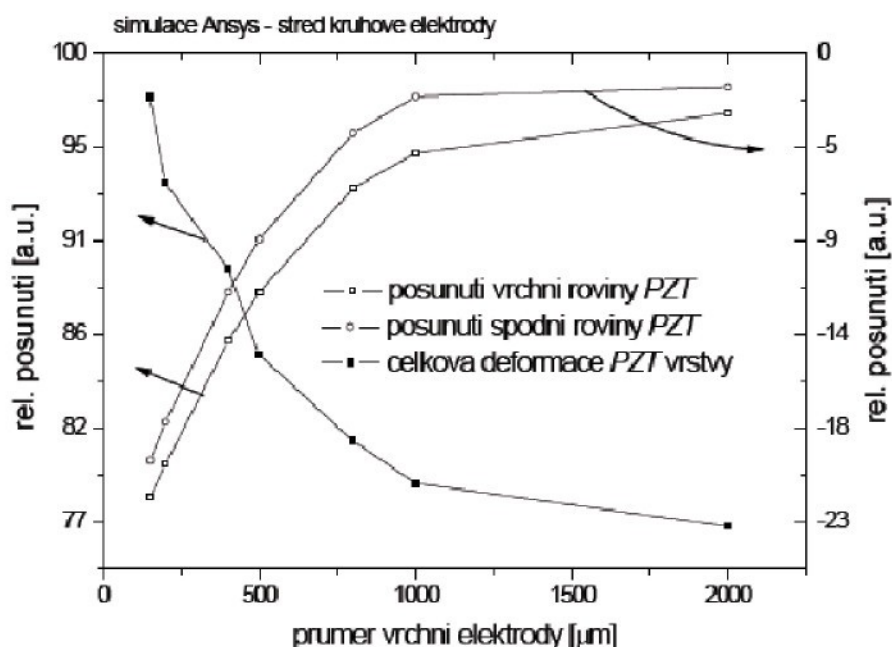
Byly zde odvozeny základní teoretické vztahy pro podélný piezoelektrický koeficient na základě dvou limitních případů. První z nich ukazuje, že zmenšení plochy aktivované *PZT* vrstvy vede k navýšení piezoelektrického posunutí a to až k hodnotám známých pro objemové keramiky *PZT*. Pro dodržení podmínky limitního případu tenké vrstvy s tloušťkou kolem jednoho mikrometru je třeba zmenšit průměr vrchní elektrody alespoň na sto nanometrů.

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 dle obrázku 2.5 (c) a (d) stanovena na $d_{33,eff} = 187$ pm/V pro tloušťku *PZT* vrstvy jeden mikrometr a průměr elektrody větší než dva milimetry.

2.3.2 Numerická analýza rozměrů horní elektrody a tloušťky tenkých vrstev

Z teoretických výpočtů uvedených v předchozím odstavci plyne, že pro zmenšující se plochu vrchní elektrody bychom v limitním případě měli pozorovat piezoelektrické posunutí blízké hodnotám objemových krystalů *PZT*. Tento vývoj je patrný na obrázku 2.5 (c) a (d). Experimentální data však na obrázcích 2.5 (a) a (b) ukazují, že čím je větší plocha vrchní elektrody, tím je větší efektivní hodnota piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$. Tuto skutečnost potvrzuje také numerická analýza na obrázku 2.4. Obrázek 2.4 ukazuje posunutí piezoelektrické vrstvy v závislosti na průměru vrchních elektrod. Odděleně jsou vyneseny závislosti posunutí vrchní a spodní roviny *PZT* a jejich rozdíl [14].

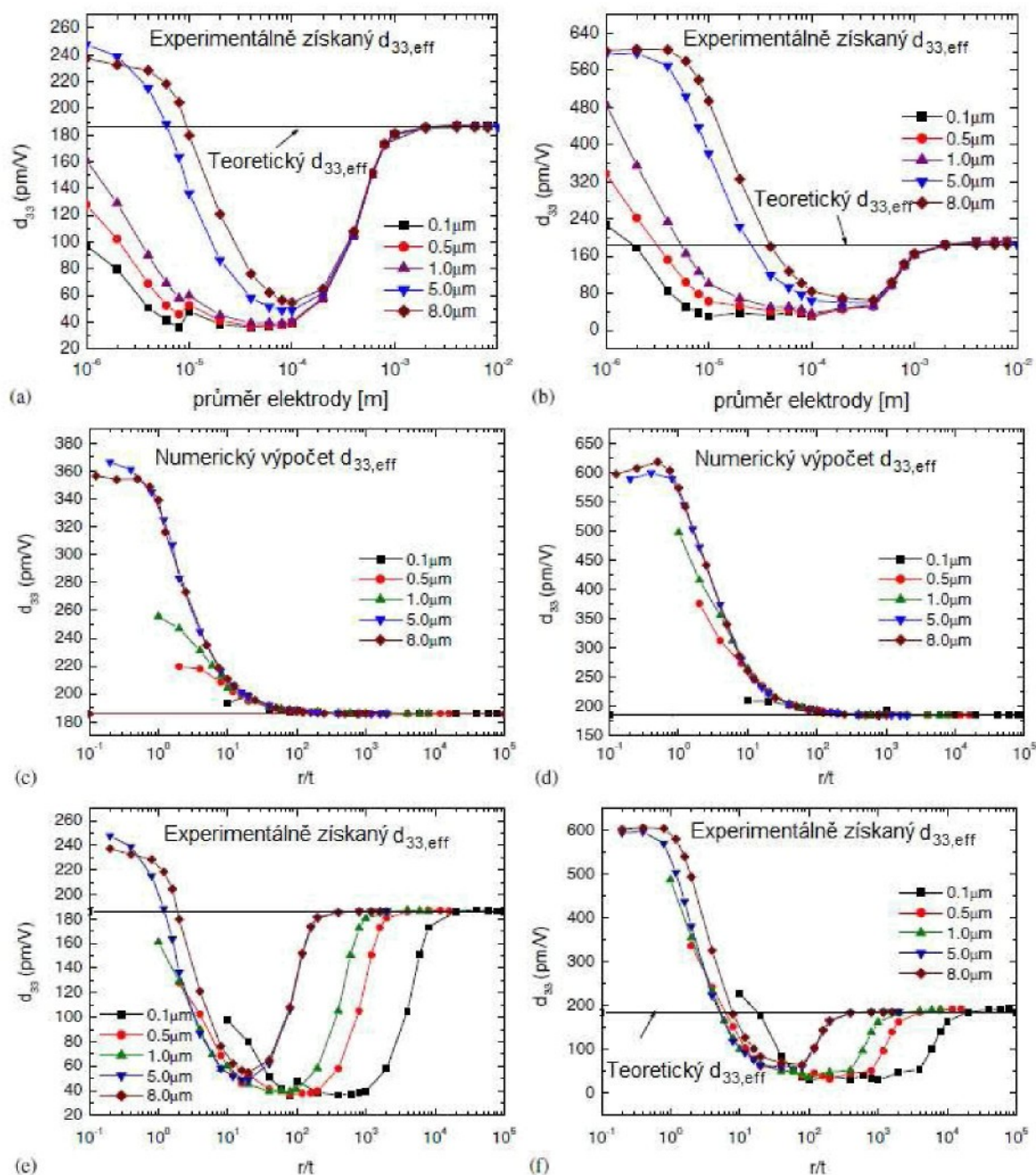


Obrázek 2.4: Simulace relativního pohybu vrchní a spodní roviny *PZT*. Převzato z [14].

Na obrázku 2.4 je vidět pronikání piezoelektrického materiálu do základního křemíkového substrátu. 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

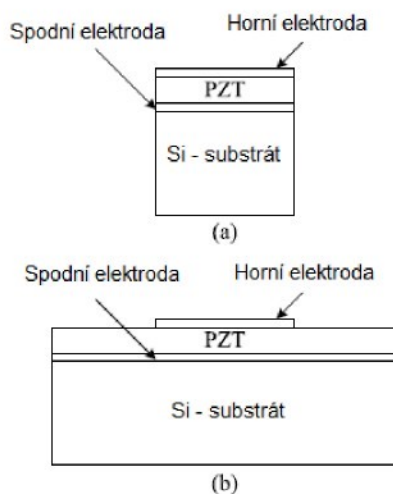
od posunutí horní roviny vrstvy, pak zjistíme, že se piezoelektrické posunutí skutečně zvyšuje se zmenšující se plochou vrchní elektrody. Graf na obrázku 2-5 potvrzuje teoretické předpoklady. Samozřejmě toto nemůže být experimentálně ověřeno, protože experimentem měříme vždy posunutí pouze vrchní roviny piezoelektrické tenké vrstvy. Mezivrstevní deformace, pronikání *PZT* do křemíkového substrátu, může podhalit pouze numerická analýza.

Jak se ukazuje v [15], se zmenšujícím se průměrem vrchní elektrody až do cca 100 μm experimentální 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.



Obrázek 2.5: Porovnání experimentálních, simulovaných a vypočtených hodnot z teoretického vztahu pro piezoelektrický efektivní koeficient (2-16). Experimentální hodnoty byly získány z posunutí horní elektrody a simulované hodnoty z rozdílu posunutí horní elektrody od spodní roviny PZT. Převzato z [15].

Charakteristiky (a), (c), a (e) byly naměřeny a simulovány na vzorcích soustředného tvaru. Zbylé (b), (d) a (f) byly naměřeny na vzorcích cylindrických viz. obrázek 2.6.



Obrázek 2.6: (a) cylindrický a (b) soustředný systém.

Z obrázku 2.5 (a) a (b) je zřetelné, že pro hodnoty horní elektrody větší jak 1 mm se experimentálně získané hodnoty $d_{33,eff}$ rovnají teoretickému $d_{33,eff}$. Dále je možné z obrázků 2.5 (c), (e) a (d), (f) potvrdit pronikání spodní roviny do křemíkového substrátu pro horní elektrody menší jak 1 mm. Pro hodnoty vyšší jak 1 mm se hodnoty simulovaného $d_{33,eff}$ a experimentálně získaného $d_{33,eff}$ neliší. Z obrázku 2.5 (c) a (d) vyplývá, že pro poměr poloměru horní elektrody k tloušťce aktivní vrstvy *PZT* rovnající se 100 a více, je teoretický efektivní piezoelektrický koeficient stejný s koeficientem simulovaným.

2.4 Modifikace vlastností tenkovrstvého systému

Jak už bylo řečeno v úvodu, cílem zkoumání tenkých vrstev je aplikace těchto tenkovrstvých systémů do *MEMS*. V současné době se hledají nejružnější materiály, které by vylepšily vlastnosti současných tenkovrstvých systémů. Cílem je zlepšení feroelektrických, dielektrických, piezoelektrických a únavových vlastností těchto vrstev. Je celá řada parametrů ovlivňujících tyto vlastnosti a velice často bývají na úkor ostatních vlastností. Tato kapitola se zabývá mapováním materiálů a struktur tenkovrstvého systému, které zlepšují výše zmiňované vlastnosti. V této kapitole se omezíme pouze na materiály aktivních tenkých filmů a materiály elektrod.

2.4.1 Piezoelektrické materiály *PZT*, *PMN-PT* ve formě tenkých filmů

Materiály *PMN-PT* ($Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3-PbTiO_3$) a *PZN-PT* ($Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3-PbTiO_3$) ve formě objemových krystalů byly v posledních letech vyšetřovány pro aplikace akčních členů a snímačů [16, 17, 18, 19]. Tyto materiály vykazují vysoký koeficient

elektromechanické vazby. Složení relaxorů *PMN-PT*, a tedy i veškeré vlastnosti těchto látek, lze přeměňovat přidáním *PT* $(1-x)PMN-xPT$. Pro významné materiálové vlastnosti je voleno u všech materiálů chemické složení v blízkosti morfotropní fázové hranice stavového diagramu.

Tyto excelentní vlastnosti relaxorů *PMN-PT* a *PZN-PT* by mohly být použity v *MEMS* ve formě aktuátorů. Nejprve je třeba znát piezoelektrické odezvy těchto materiálů ve formě tenkých vrstev. Pro objektivní porovnání byly v [20] měřeny tenké vrstvy o stejných tloušťkách 800 nm s krystalovou orientací (1 1 1) na platinové elektrodě s horní platinovou elektrodou o poloměru 150 μm .

Hysterezní charakteristiky materiálů *0.7PMN-PT*, *PZT (54/46)* a *0.9PMN-PT* jsou si velice podobné. Aktivní materiál *0.9PMN-PT* však vykazoval 1-2% ztráty oproti 4% ztrátám zbylých dvou materiálů. Maximální piezoelektrická odezva byla pozorována u *PZT*. Vzorek *0.9PMN-PT* vykazuje výrazně nejnižší remanentní a maximální $d_{33,eff}$.

	Remanentní $d_{33,eff}$ [pm/V]	Maximální $d_{33,eff}$ [pm/V]	Prům. koerc. pol. [kV/cm]
<i>0.7PMN-PT</i>	75	79	44
<i>0.9PMN-PT</i>	27	64	35
<i>PZT</i>	85	85	55

Tabulka 2.1: Hodnoty převzaté z [20].

Z tabulky je patrné, že materiály *0.7PMN-PT*, *PZT (54/46)* jsou výraznými kandidáty pro *MEMS* aktuátory. Ve prospěch *PZT* však hovoří snadnější příprava a možnost modifikovat chemické složení *PZT* keramiky malým množstvím dopujících látek. Tím lze docílit zlepšení daných materiálových vlastností keramiky. Naopak pro *0.9PMN-PT* hovoří nejnižší koerzivní pole.

2.4.2 Materiály horní a dolní elektrody

Charakterizace vlivu materiálu horní a spodní elektrody na piezoelektrický koeficient je důležitá pro aplikaci těchto vrstev do *MEMS*. Piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$ charakterizuje deformaci aktivní vrstvy při aplikování elektrického pole na elektrody.

Velice často je v aplikacích *PZT* tenkých filmů používána jako spodní elektroda platina. Ta má vynikající elektrickou vodivost a chemickou stálost, a to i při vysokých teplotách. Tyto filmy mají typicky husté a sloupkové struktury bez mezer. Využití platiny jako spodní elektrody je však limitováno špatnými spojovacími vlastnostmi pro

soudržnost substrátu a polykrystalických vrstev. Spodní elektrodová vrstva ovlivňuje nejenom mikrostrukturu tenkých filmů, ale i dielektrické a feroelektrické vlastnosti.

Mnoho vodivých perovskitových oxidů jako LaNiO_3 (LNO), SrRuO_3 (SRO), $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{IrO}_2$ a $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ má vynikající potenciál pro elektrody tenkých vrstev. Tyto materiály ve formě elektrod snižují charakteristické vlivy stárnutí těchto feroelektrických vrstev a také přispívají ke krystalografické kompatibilitě.

Velice perspektivním materiálem je LNO . V [11, 21] bylo zjištěno, že krystalografická orientace a morfologie PZT byla silně ovlivněná spodní vrstvou LNO . Tenké vrstvy nanášené na LNO/Si a $\text{LNO}/\text{Pt}/\text{Ti}/\text{SiO}_2/\text{Si}$ vykazují výraznou orientaci (0 0 1), zatímco vrstvy nanášené na substrát $\text{Pt}/\text{Ti}/\text{SiO}_2/\text{Si}$ vykazují orientaci náhodnou. Tenké vrstvy s elektrodami LNO vykazovaly výrazně vyšší piezoelektrickou odezvu a nižší průměrné koercitivní pole $E_a = (E_c^+ - E_c^-)/2$ než tenké vrstvy realizované na elektrodách Pt . Nižší koercitivní pole umožňuje menším elektrickým polem překlápět vektor polarizace, což vede k prodloužení životnosti PZT tenkých vrstev a k nižšímu napájení tenkých vrstev v paměťových aplikacích [22].

	$\text{Si}/\text{Pt}/\text{PZT}/\text{Pt}$	$\text{Si}/\text{Pt}/\text{PZT}/\text{LNO}$	$\text{Si}/\text{LNO}/\text{PZT}/\text{Pt}$	$\text{Si}/\text{LNO}/\text{PZT}/\text{LNO}$
$d_{33,\text{eff}}$ remanentní [pm/V]	63	102	63	114
$d_{33,\text{eff}}$ maximální [pm/V]	64	107	71	116
Rem. Pol. [$\mu\text{C}/\text{cm}^2$]	14,6	16	14,3	17
Max. Pol. [$\mu\text{C}/\text{cm}^2$]	24	28,7	28,3	33,4
Prům.koerc. pol. [kV/cm]	98,3	34,6	65,1	33,2

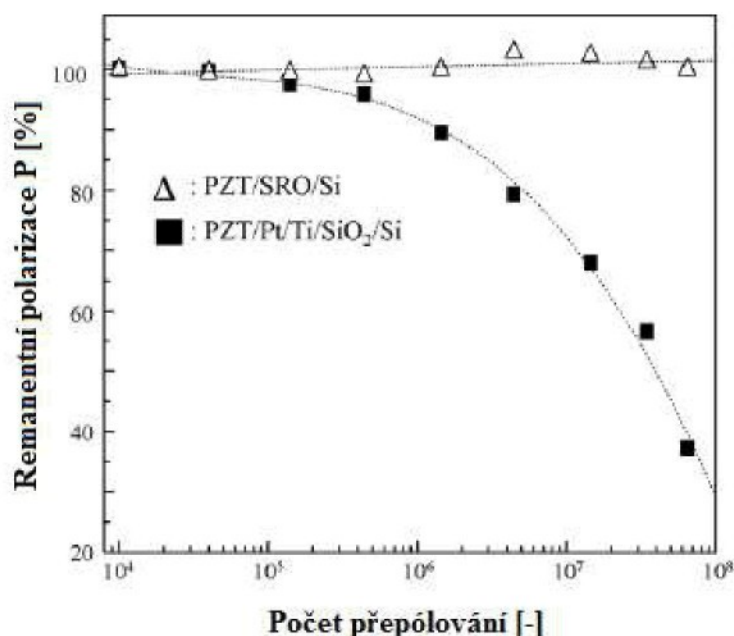
Tabulka 2.2: Hodnoty převzaté z [11]. Měřeno na vzorcích o tloušťce 600 nm.

Z tabulky je patrné, že změna spodní elektrody neměla vliv na remanentní polarizaci.

Piezoelektrické tenké vrstvy PZT jsou také studovány s velkým zájmem kvůli jejich možné použitelnosti ve formě paměťových zařízení. Platina je velice často používaným materiálem pro realizaci spodní elektrody feroelektrických vrstev. Nicméně platina nemůže být použita při více jak 10^6 cyklech. Potom se začne projevovat únava materiálu a remanentní polarizace se začíná výrazně snižovat. Pro zlepšení únavových vlastností piezoelektrických tenkých vrstev se spodní elektrody nahrazují materiálem SrRuO_3 (SRO) [21]. Z obrázku 2.7 je vidět, že se remanentní polarizace materiálů $\text{PZT}/\text{Pt}/\text{Ti}/\text{SiO}_2/\text{Si}$ a $\text{PZT}/\text{SRO}/\text{Si}$ liší. Zatímco remanentní polarizace $\text{PZT}/\text{SRO}/\text{Si}$ je stále stejná, materiál $\text{PZT}/\text{Pt}/\text{Ti}/\text{SiO}_2/\text{Si}$ vykazuje při 10^6 přepólování 10% snížení

remanentní polarizace. Při použití *PZT/SRO/Si* nedochází ke změně ani při 10^8 cyklů oproti *PZT/Pt/Ti/SiO₂/Si*, kdy zbylá polarizace dosahuje 30 % původní.

Použitím materiálu *SRO* vzniknou větší zrna *PZT* tenké vrstvy než v případě platinové elektrody. Velikost zrn příznivě ovlivňuje velikost remanentní polarizace a zvyšuje saturační polarizaci.

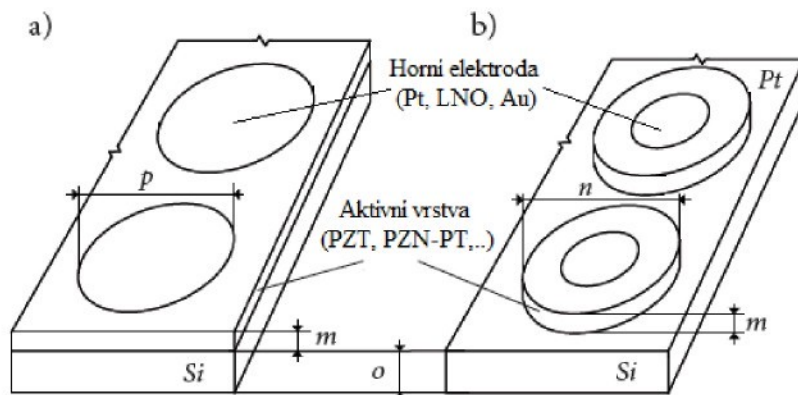


Obrázek 2.7: Závislost remanentní polarizace na počtu přepólování. Převzato z [21].

Pro paměťové aplikace je možno dále tenkou vrstvu *PZT* doplnit o vrstvu *SBT* (*SrBi₂Ta₂O₉*). Tato dvouvrstva disponuje vynikajícími vlastnostmi vycházejícími z obou materiálů. *PZT* vrstva přispívá vysokou remanentní polarizací a vrstva *SBT* poskytuje vysokou odolnost proti únavě materiálu. Takováto dvouvrstva vytvořená na platinové elektrodě je odolná vůči únavě i po 10^9 přepólování napětím 5 V [22].

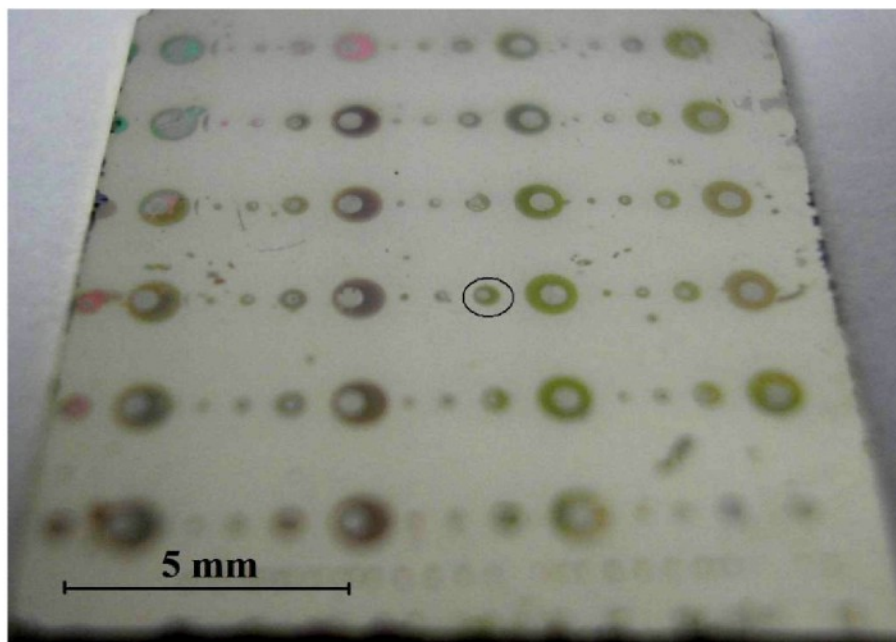
2.5 Měřené vzorky

Měřené vzorky tenkých filmů byly dodány několika zdroji. Aktivní vrstva vzorků PZT-1, 2 a 3 byla vyrobena z materiálu *PZT*. Poměr *Zr/Ti* byl volen v blízkosti morfotropní fázové hranice. Tyto vzorky zaslala čínská univerzita (*University of Electronic Science and Technology of Microelectronics and Solid state Electronic, Chengou 61054, PRC*). Ostatní vzorky byly zaslány francouzskou univerzitou (*Université de Valenciennes, IEMN – DOAE – MIMM, F-59600 Maubeuge, France*). U zaslaných vzorků byly pozorovány kontinuální i ostrůvkové struktury (viz obrázek 2.8).

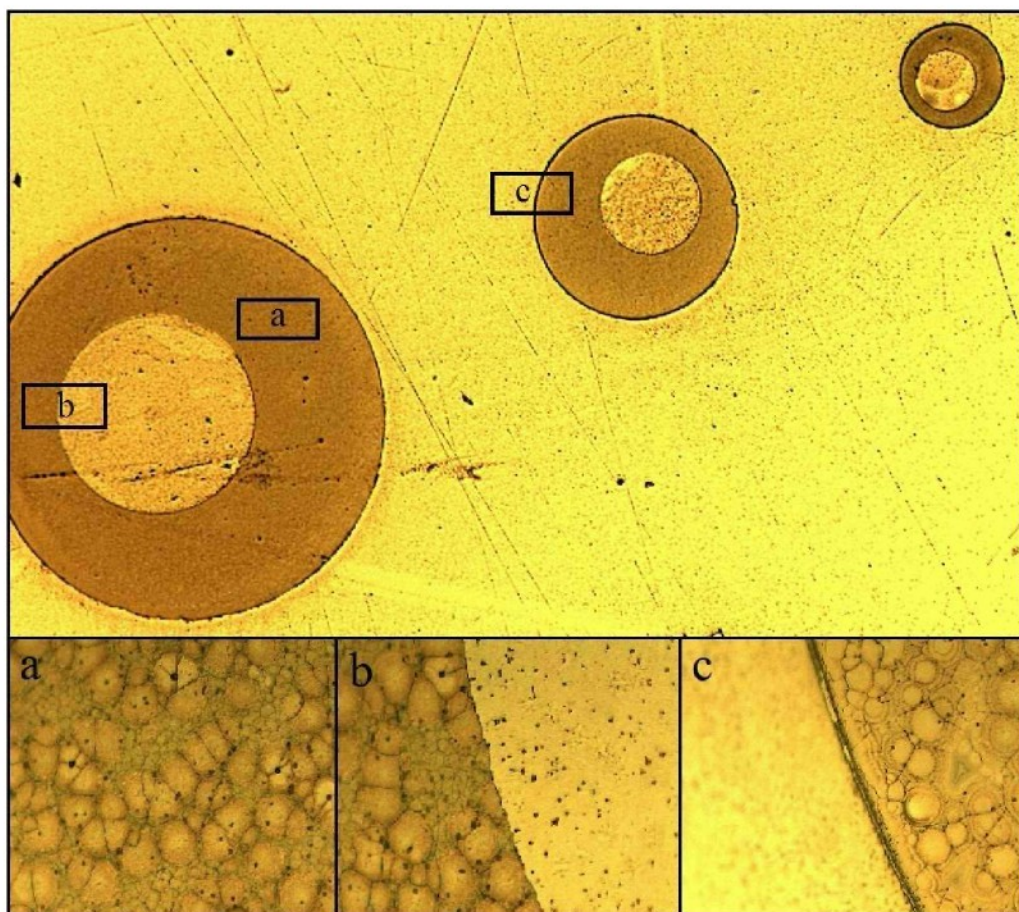


Obrázek 2.8: Znázornění kontinuální (a) a ostrůvkové (b) struktury tenké piezoelektrické vrstvy. Důležitými parametry jsou: p – průměr horní elektrody, n – průměr lokální kruhové oblasti aktivní vrstvy, o – tloušťka křemíkového substrátu, m – tloušťka piezoelektrické tenké vrstvy.

Pro měření pomocí dvoupaprskového interferometru (*DBLI*) je třeba na zadní strany vzorků nalepit zrcátko pro lepší odrazivost laserového paprsku.



Obrázek 2.9: Na vzorku jsou vidět aktivní vrstvy (tmavé plochy), na nichž jsou vytvořeny horní elektrody. V názvu všech naměřených charakteristik je uvedena pozice sady čtyř elektrod. Třetí souřadnice představuje elektrodu v rámci dané sady. Souřadnice [3,4,b] představuje zakroužkovanou elektrodu.



Obrázek 2.10: Na horním obrázku jsou mikroskopem pozorovány tři ostrůvkově nanesené vrstvy *PZT* o průměrech 250, 500 a 1000 μm . Na aktivním materiálu *PZT* jsou vytvořené platinové horní elektrody o velikostech 150, 250, 500 μm . Dolní obrázek přibližuje a) *PZT* materiál, b) rozhraní *PZT* a horní elektrody, c) rozhraní spodní platinové elektrody a *PZT*.

Označení vzorku	Poměr Zr/Ti	Tloušťka m [μm]	Struktura tenké vrstvy	p [μm]	n [μm]
PZTf073-a	60/40	1,3	ostrůvková	150-500	250-1000
PZTf073-d	60/40	1,3	ostrůvková	150-500	250-1000
No2	60/40	1,9	kontinuální	150-1000	-
No3	60/40	2,2	kontinuální	150-1000	-
PZT-1	-	-	kontinuální	150-500	-
PZT-2	-	-	kontinuální	150-500	-
PZT-3	-	-	kontinuální	150-500	-

Tabulka 2.3: Parametry měřených vzorků.

3 Použitá měřicí metoda

Cílem této práce je změřit piezoelektrický a elektrostriční koeficient. Měření je prováděno pomocí přímého nebo inverzního piezoelektrického jevu. V prvním případě působíme na tenký film tlakem a získáváme elektrické napětí, které je detekováno [23, 24, 25, 26]. V této metodě je důležité aplikovat mechanické napětí pouze v jedné ose bez dalších současně navozených složek napětí. V druhém případě jsou měřicí metody založeny na principu inverzního piezoelektrického jevu. To znamená, že je měřeno malé posunutí indukované působením elektrického pole na elektrodách. Tento případ lze dále rozdělit do dvou skupin podle velikosti plochy, na které je měřeno. Metoda *atomic force microscopy* [27, 10, 28] umožňuje měření ploch o velikosti stovek nanometrů. Druhá skupina detekuje posunutí na ploše o velikosti desítek mikrometrů. Tyto metody pracují na principu laserové interference [29, 30]. Měření menších ploch je limitováno průměrem laserového paprsku fokusovaného na vzorek. Pro měření tenkých filmů na křemíkovém substrátu je velice často používán dvoupaprskový interferometr (*DBLI*). Ten dokáže opticky eliminovat vzniklé vibrace substrátu [31, 32]. V případě dostatečně upnutého vzorku, tedy dostatečně potlačených vibrací, se používají jednopaprskové interferometry (*LDV*). V této práci jsou měření prováděna na dvoupaprskovém interferometru.

3.1 Dvoupaprskový laserový interferometr (*DBLI*)

K měření piezoelektrického koeficientu d_{33} při daných rozměrech vzorku postačuje změřit piezoelektrické posunutí d_0 , vyvolané přiloženým napětím na daný vzorek dle vztahu (3-1) [30].

$$d_{33} = \frac{d_0}{u_{ac}} \cdot \frac{m}{x}, \quad (3-1)$$

Kde d_0 je amplituda posunutí horní elektrody, u_{ac} je amplituda budicího střídavého napětí přivedeného na elektrody, x odpovídá délce vzorku ve směru deformace vzorku, m je tloušťka vzorku ve směru aplikovaného elektrického pole. V případě měření d_{33} se pak m a x zkrátí. Ke znalosti piezoelektrického koeficientů d_{33} stačí změřit pouze piezoelektrické posunutí d_0 .

Posunutí d_0 je měřeno dvoupaprskovým interferometrem (*DBLI*). Interferometr využívá k měření posunu vzorku dvě větve měřicí a referenční. Vlivem působení elektrického pole mezi elektrodami vzorku dochází ke kmitům horní elektrody. Jelikož na horní

elektrodu dopadá i laserový paprsek, dochází při kmitech ke změně fázového rozdílu optických elektromagnetických vln měřicí a referenční větve interferometru.

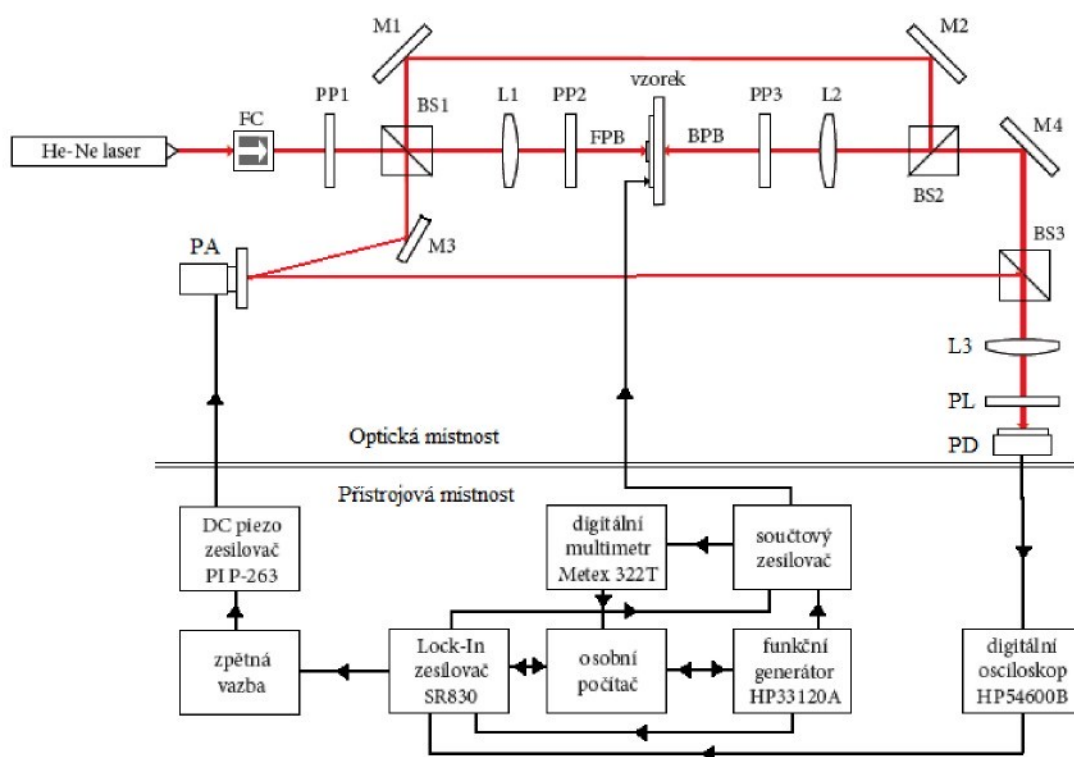
Při nastavení fázového rozdílu $\pi/2$ je amplituda změn fázového rozdílu úměrná amplitudě mechanického posunutí d_0 tenké vrstvy. Výsledný fázový rozdíl se podle základních rovnic interference projeví ve změně intenzity složených paprsků (superpozice měřicího a referenčního paprsku). Intenzita je vyhodnocena pomocí fotodiody, na kterou je přiveden interferenční obrazec.

3.1.1 Optická část interferometru

Interferometr se nalézá ve dvou místnostech. Optická část je velice náchylná na vibrace, proto jí byla vyhrazena samostatná zatemněná místnost. Optické prvky interferometru jsou umístěny na masivním žulovém stole, který zajišťuje dostatečnou stabilitu. Měřicí přístroje jsou umístěné ve vedlejší místnosti, kde se nastavují parametry měření a probíhá zde sběr a zpracování dat.

Blokové schéma celé interferometru je na obrázku 3.1. Zdrojem monochromatického světla je laser o vlnové délce $\lambda = 632,8$ nm. Paprsek dále prochází Faradayovým rotátorem *FC*, který vlivem magnetického pole stáčí rovinu polarizace průchozího paprsku na 45° . Při zpětném průchodu rotátorem je polarizace paprsku stočena o dalších 45° . Výsledná lineární polarizace paprsku je o 90° otočená oproti polarizaci laseru a zpětný paprsek je tak polarizačním děličem odkloněn. Tím se zabráňuje zpětným odrazům paprsku do laseru. Polarizační dělič *BS1* rozdělí paprsky do obou větví (měřicí a referenční) se stejnou intenzitou. Paprsek v referenční větvi dopadá na piezoelektrický aktuátor. Ten je součástí zpětné vazby a dovoluje nastavovat požadovaný pracovní bod $\pi/2$. Převod mezi posunutím a světelnou intenzitou je v pracovním bodu lineární a interferometr je v tomto pracovním bodě nejcitlivější. Paprsek v měřicí větvi prochází čtvrtvlnovou destičkou, která změní lineární polarizaci na kruhovou a po odrazu od čelní strany vzorku (horní elektroda) se změní směr kruhové polarizace. Po zpětném průchodu čtvrtvlnovou destičkou se kruhová polarizace změní na lineární, ale o 90 stupňů otočenou oproti původní lineární polarizaci. Paprsek této polarizace je polarizačním děličem odražen kolmo k původnímu směru paprsku. Paprsek se pomocí zrcátek *M1*, *M2* a děliče *BS2* odkloní na zadní stranu vzorku (křemíkový substrát). Čtvrtvlnová destička *PP3* opět stáčí rovinu polarizace o 90° a brání zpětnému odrazu k zrcátku *M2*. Zrcátkem *M4* je paprsek z měřicí větve přiveden

na dělič paprsků $BS3$, kde se setkává s referenčním paprskem. Po průchodu polarizátorem PL získávají paprsky stejný směr polarizace a interferují spolu. Interferenční obrazec je pak promítnut na fotodiodu PD . Interference je tvořena soustřednými kružnicemi. Kontrast interferenčního obrazce je pak dán stejnou intenzitou paprsků v obou větvích, ale také kvalitou odrazivých ploch a průchodností optických prvků.



Obrázek 3.1: Celé schéma dvoupaprskového interferometru včetně přístrojové části. $BS1-3$ - polarizační dělič, BPB - lomený měřicí paprsek, FC – Faradayův rotátor, FBP - přímý měřicí paprsek, $L1-3$ - čočka, $M1-4$ - zrcátka, PA - aktuátor, PD - fotodioda, PL - polarizátor, $PP2-3$ - čtvrtvlnová destička, $PP1$ - půlvlnová destička.

3.1.2 Přístrojová část interferometru

Optická místnost je propojena s přístrojovou místností pomocí tří vodičů. První vede z předzesilovače fotodiody, kde je intenzita světla převedena na elektrické napětí. Druhým vodičem dochází k buzení měřeného vzorku a třetím je realizována zpětná vazba. Signál z fotodiody je zobrazován na osciloskopu. Osciloskopem je měřeno elektrické napětí odpovídající kontrastu interferenčního obrazce. Zde se odečítá maximální napětí u_{max} , které odpovídá nulovému fázovému rozdílu. V případě 180° fázového rozdílu mezi referenční a měřicí větví, pozorujeme na osciloskopu u_{min} . Pracovní bod interferometru je pak dán aritmetickým průměrem hodnot u_{max} a u_{min} .

Signál z fotodiody je taky přiveden na fázově citlivý zesilovač *Lock-In*, který umožňuje měřit tisíckrát menší signály než samotný šum. *Lock-In* využívá techniku fázově citlivé detekce k signálu o dané frekvenci a fázi. Signály na jiné frekvenci než referenční jsou potlačeny a nemají vliv na měření. *Lock-In* tedy měří stejnosměrné napětí u_{OUT} odpovídající relativní změně intenzity interferenčního obrazce a tedy piezoelektrickému posunutí d_0 . Časová integrační konstanta je na *Lock-In* nastavena na stonásobek převrácené hodnoty referenční frekvence. Fázově citlivý zesilovač také měří fázi mezi signálem referenčním a měřicím. Výsledné piezoelektrické posunutí je pak dáno vztahem 3-2.

$$d_0 = \frac{\lambda}{\sqrt{2} \cdot \pi} \cdot \frac{u_{OUT}}{u_{max} - u_{min}}, \quad (3-2)$$

Kde d_0 je piezoelektrické posunutí, λ vlnová délka laseru, u_{OUT} je výstupní napětí fázově citlivého zesilovače, u_{max} a u_{min} odpovídají kontrastu interferenčního obrazce. K buzení vzorku je použit funkční generátor *Hewlett Packard 33120A*, vnitřní referenční zdroj *Lock-In* a signálový slučovač. Ten dokáže sčítat nejrůznější průběhy napětí o různých frekvencích, amplitudách a tvarech.

3.1.3 Eliminace substrátových vibrací

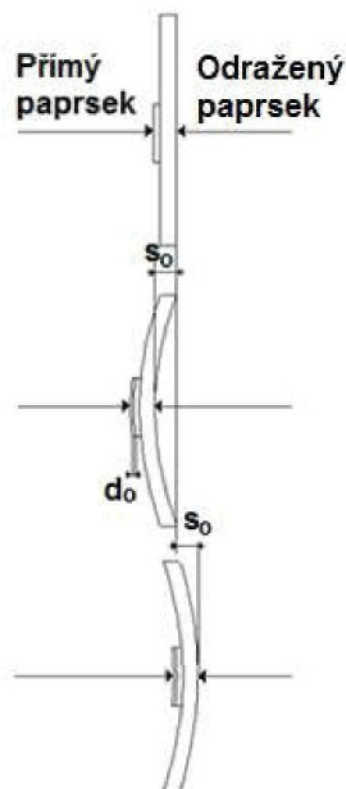
Působením elektrického pole na tenkou piezoelektrickou vrstvu dochází k mnoha mechanickým jevům. První z mnoha je deformace samotné tenké vrstvy. Tato deformace je důležitá pro stanovení piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$. Deformace v tenké vrstvě způsobují i deformace v ostatních vrstvách struktury vzorku a důsledkem toho vznikají vibrace substrátu, které jsou řádově větší než piezoelektrické posunutí tenké vrstvy. Tyto vibrace jsou z hlediska měření tenkých vrstev nežádoucí a správným nastavením optické sondy jsou dostatečně eliminovány.

Z obrázku 3.2 je zřejmé, že pohyb substrátu směrem k čelnímu paprsku zkrátí relativní dráhu paprsku o vzdálenost S_0 . Dráha odkloněného paprsku na zadní stranu vzorku se však o vzdálenost S_0 prodlouží. Optická metoda *DBLI* tedy neměří vibrace substrátu, ale pouze piezoelektrické posunutí d_0 . Pro měření pouze d_0 je třeba zajistit nastavení přímého a lomeného paprsku do jedné osy s přesností řádu desítek mikrometrů.

A) Počáteční stav bez přiloženého napětí u_{ac}

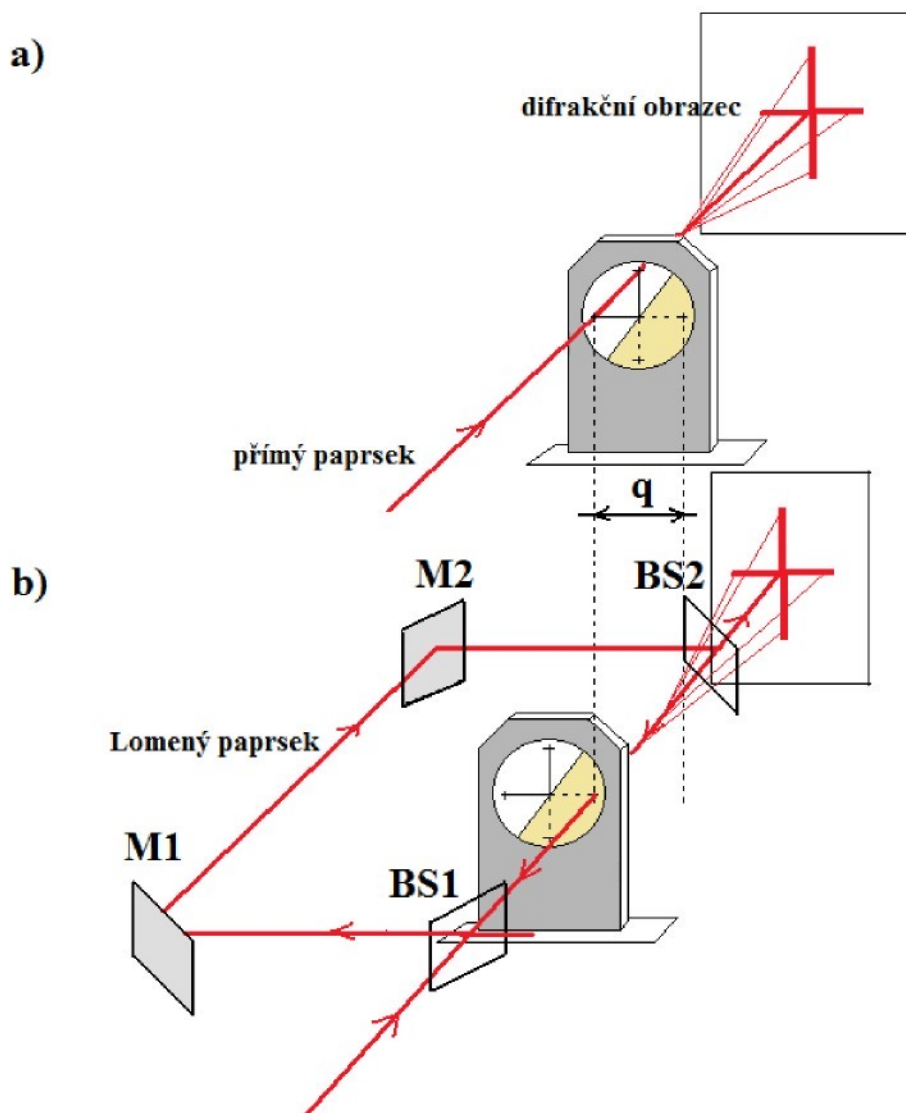
B) Působení záporného elektrického napětí

C) Působení elektrického pole kladné polarity



Obrázek 3.2: Vzniklé vibrace substrátu vlivem piezoelektrického inverzního jevu v tenké vrstvě. S_0 je amplituda vibrací substrátu, d_0 je měřené piezoelektrického posunutí. Převzato ze [14].

Nastavení souososti přímého a lomeného paprsku se provádí pomocí metody využívající difrakčních jevů na kalibračním terčíku. Celý proces nastavení je znázorněn na obrázku 3.4.



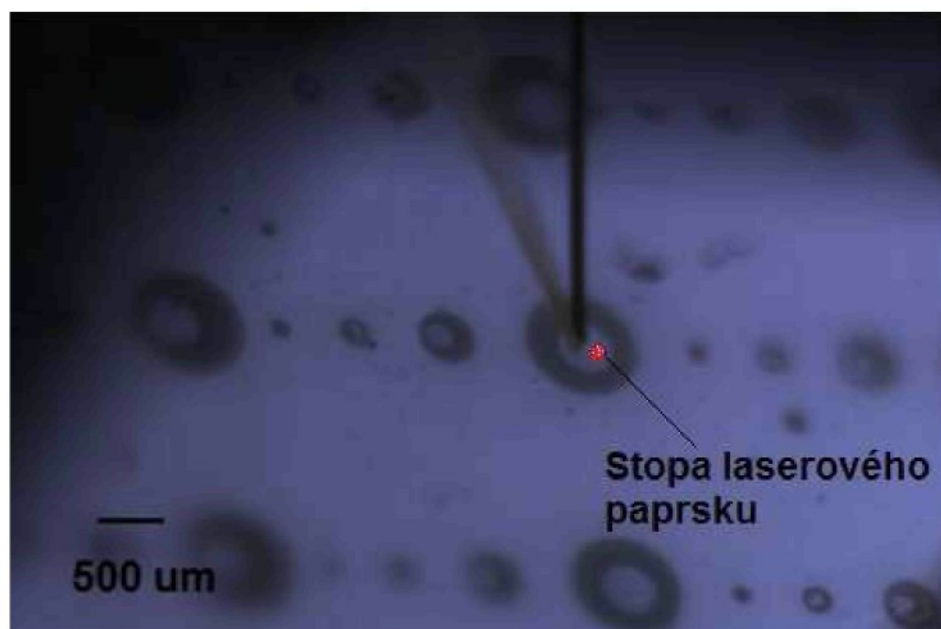
Obrázek 3.4: Postup nastavení souososti paprsků ve vodorovném směru ve dvou krocích.

Kalibrační terčík se stojánkem se vloží do roviny vzorku. Manipulačním stolek nastavíme terčík tak, aby přímý paprsek procházel levým křížkem difrakčního terčíku. Tak vznikne difrakční obrazec (obrázek 3.5 a). Při posunutí manipulačním stolek směrem k druhému křížku terčíku by měl difrakční obrazec zmizet díky stínění reflexní vrstvou. Po posunutí o vzdálenost q se při nastavení souososti opět objeví difrakční kříž. Reflexní vrstva na části přední strany terčíku způsobí zpětné odražení. Přes zrcátka $M1$, $M2$ a dělič paprsků $BS2$ je paprsek přiveden na zadní stranu vzorku, kde prochází pravým kalibračním křížkem. Obdobné nastavení se provádí i pro vertikální směr. Tímto způsobem je zajištěná souosost laserových paprsků s přesností $20\ \mu\text{m}$ ve vertikálním i horizontálním směru.

3.2 DBLI pro měření vzorků s malou plochou horní elektrody

Pro měření nelineárních charakteristik byl použit stávající dvoupaprskový laserový interferometr. Musel však být upraven pro měření tenkých vrstev s malou plochou horní elektrody (cca $p = 150 \text{ } \mu\text{m}$). Úprava spočívala ve zmenšení plochy dopadajícího laserového paprsku na horní elektrodu. Do měřicího procesu byla dále vložena mikroposuvná sonda *PH 100*, která dokáže nastavovat pozici budicího drátku na horní elektrodě s přesností $5 \text{ } \mu\text{m}$. Digitální kamera pak umožňuje pomocí makroobjektivu sledovat pozici drátku a laserového paprsku na elektrodě s dostatečným zvětšením. Tím je eliminována možná kolize laserového paprsku s budícím drátkem na horní elektrodě vzorku.

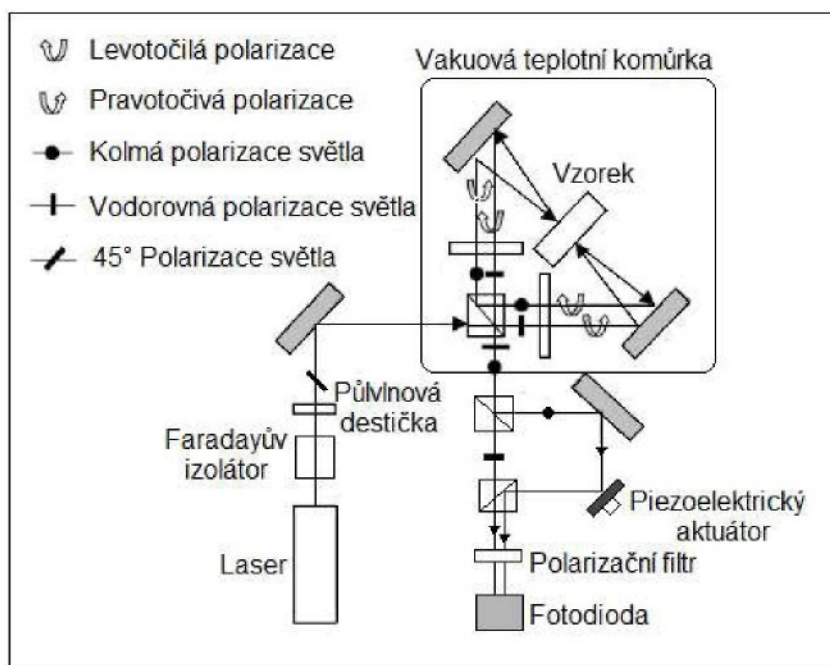
Na *CCD* čip kamery je obraz fokusován makroobjektivem od firmy *Carl Zeiss Jena DDR*. Ohnisková vzdálenost objektivu je 35 m . Poměr ohniskové vzdálenosti a průměru optiky je $1,9$. Tyto parametry jsou optimální pro požadovanou vzdálenost objektivu od vzorku. Korekce barev a vysoké rozlišení v celé zobrazované ploše je důkazem vysoké optické kvality použitého objektivu. Kamera je propojena s objektivem pomocí speciálně zkonstruované redukce.



Obrázek 3.5: Kamera vybavená makroobjektivem dokáže účinně přiblížit horní elektrodu vzorku. Takovéto přiblížení umožňuje nastavit polohu kontaktního drátku a laserového paprsku na horní elektrodě.

3.3 DBLI pro měření teplotních závislostí koeficientů $d_{33,eff}$ a $M_{33,eff}$

Pro měření teplotních závislostí tenkých vrstev byl modifikován dvoupaprskový laserový interferometr [36]. Interferometr, umístěný na ploše o poloměru 4 cm, je vložen do vakuové teplotní komůrky. Teplotní komůrka umožňuje nastavovat teploty od pokojových až do 275 °C. Teplotní komůrka má dva optické otvory. První je pro vstup lineárně polarizovaného laserového paprsku pod úhlem 45°. Druhým otvorem vystupují dva paprsky, jejichž polarizace jsou navzájem kolmé. Piezoelektrickým aktuátorem nastavujeme fázový rozdíl mezi výstupními paprsky na $\pi/2$. Za polarizačním filtrem vzniká interferenční struktura, která je snímána fotodiodou.



Obrázek 3.6: Modifikace DBLI pro měření teplotních závislostí elektrostrických a piezoelektrických koeficientů.

Interferometr uvnitř teplotní komůrky je navrhnut tak, aby eliminoval vzniklé vibrace křemíkového substrátu stejně jako u klasického DBLI. Držáčky zrcátek a další části v interferometru jsou realizovány symetricky, aby byla potlačena chyba vzniklá teplotní roztažností. Polarizační dělič musel být nahrazen polarizační destičkou, neboť hrozilo rozlepení děliče vlivem vysokých teplot. Pro buzení vzorku jsou použity izolované drátky, které jsou k horní a spodní elektrodě přilepeny elektricky vodivou pastou. Laboratoř laserové interferometrie je tak vybavena aparaturou pro měření teplotních závislostí tenkých filmů a ke zkoumání fázových přechodů materiálů *PMN-PT* a *PZN-PT* ve formě tenkých vrstev.

4 Nelineární charakteristiky tenkých vrstev

Charakteristiky byly měřeny na vzorkách z kapitoly 2.5. Mezi elektrody vzorků bylo přivedeno napětí o definovaných parametrech. Díky piezoelektrickému převrácenému jevu byla v tenké vrstvě vyvolána deformace o velikosti desítek pikometrů. Tato deformace je měřena dvoupaprskovým laserovým interferometrem (viz. kapitola 3.1). Piezoelektrické posunutí tenké vrstvy bylo měřeno při aplikování různých elektrických napětí.

Piezoelektrické posunutí d_0 je vyvolané elektrickým napětím u_{AC} . Efektivní hodnota piezoelektrického koeficientu $d_{33,eff}$ je pak vypočtena podílem posunutí d_0 a příslušnou amplitudou budicího signálu u_{AC} .

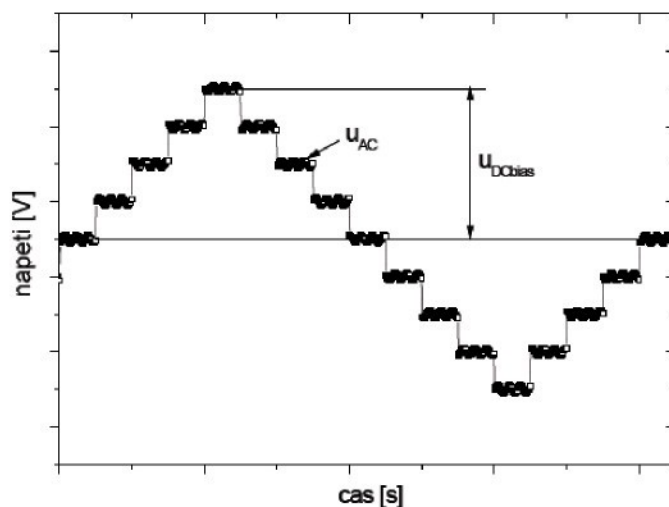
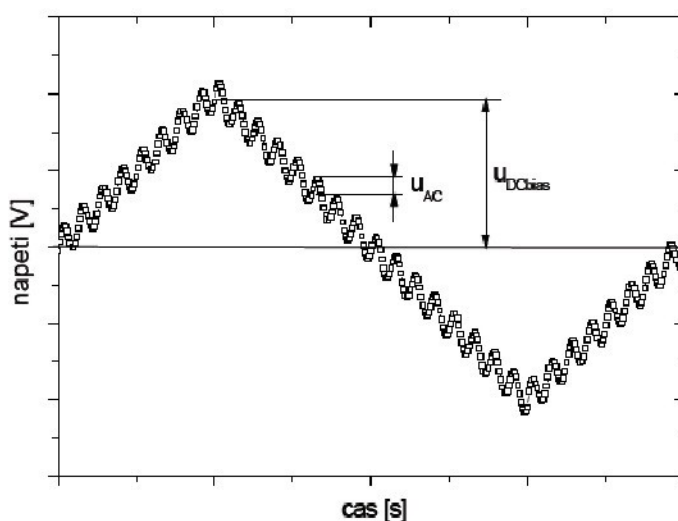
4.1 Parametry budicího elektrického napětí

Pokud přivedeme harmonický signál na elektrody vzorku, můžeme pozorovat deformace o malé amplitudě. Deformace podstatně zvýšíme, pokud tento harmonický signál podložíme stejnosměrným napětím. Proto se při měření piezoelektrických vlastností používá kombinace dvou napětí. Harmonický signál má amplitudu v jednotkách voltů. Toto harmonické napětí s malou amplitudou je mnohdy zanedbatelné oproti velikosti stejnosměrného napětí u_{DC} . Harmonické napětí u_{AC} však také plní roli měřicího signálu, neboť harmonický signál u_{AC} definuje referenční frekvenci (viz. kapitola 3.1.2). Aplikované elektrické napětí na vzorky se pak dá zapsat vztahem:

$$u_A = u_{DC} + u_{AC} \cdot \sin(2\pi \cdot f_{AC} \cdot t), \quad (4-1)$$

kde u_A je složené napětí ze stejnosměrné složky u_{DC} a harmonického signálu o malé amplitudě u_{AC} a frekvenci f_{AC} .

Při měření piezoelektrických závislostí na nejrůznějším elektrickém poli je vhodné použít signál u_A , který se skládá z proměnného signálu u_{AC} , ale také z proměnného u_{DC} . Tak během jedné periody u_{DC} získáme celou hysterezní smyčku piezoelektrického posunutí. Stejnosměrné napětí u_{DC} můžeme měnit dvěma způsoby. První způsob dovolu je nastavovat stejnosměrné napětí po krocích (obrázek 4.1). To je vhodné použít, pokud chceme měřit závislosti pro dané hodnoty u_{DC} . Druhý způsob umožňuje generovat signál o dvou frekvencích, amplitudách, ale i tvarech (obrázek 4.2).

Obrázek 4.1: Součtové napětí obsahující definované hodnoty u_{DC} .Obrázek 4.2: Součtové napětí obsahující u_{DC} a u_{AC} signály o různých tvarech, amplitudách a frekvencích.

Pro charakterizaci dodaných vzorků je u naměřených charakteristik uvedena frekvence a amplituda harmonického a předpětového signálu.

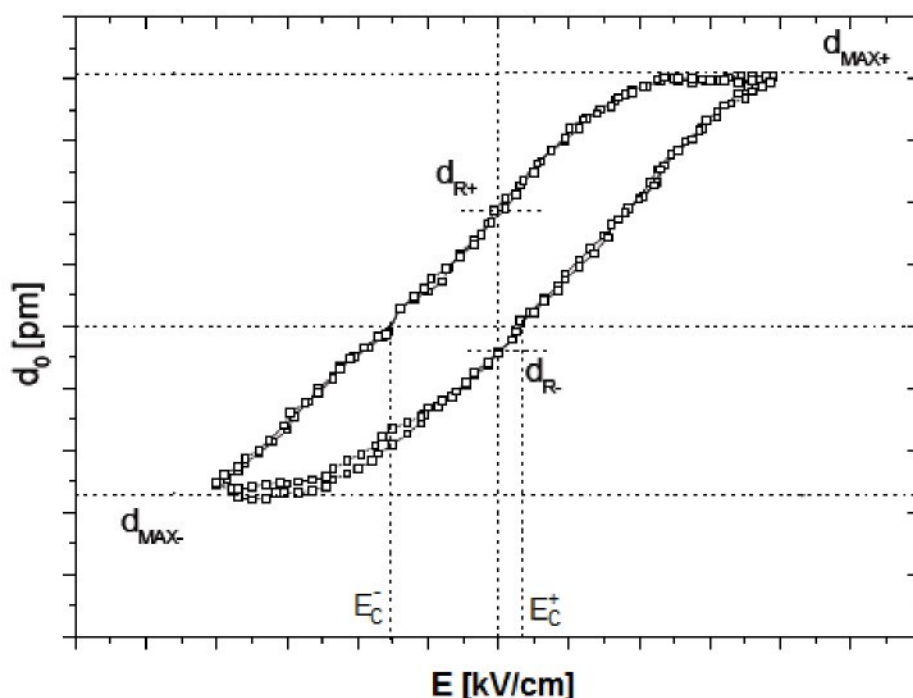
4.2 Závislost efektivního piezoelektrického koeficientu na přiloženém elektrickém poli

Piezoelektrické materiály vykazují nelineární chování, pokud je na ně působeno vysokým elektrickým polem nebo mechanickým napětím. Toto silně nelineární chování je způsobeno lokálním překlápěním polarizace vlivem působení vnějšího elektrického pole. V případě tenkých vrstev o tloušťce jeden mikrometr a aplikování stejnosměrného napětí o velikosti 10 V působíme na piezoelektrický materiál elektrickým polem

10^7 V/m. Měřené charakteristiky odpovídají hysterezním smyčkám feroelektrických materiálů.

4.2.1 Parametry hysterezních smyček

Piezoelektrická hysterezní smyčka přináší celou řadu informací o vzorku. Ukazují piezoelektrickou odezvu při aplikaci elektrického pole na elektrody. Informují nás o ztrátách ve vzorku, velikosti koercitivního pole, remanentním a maximálním posunutí.



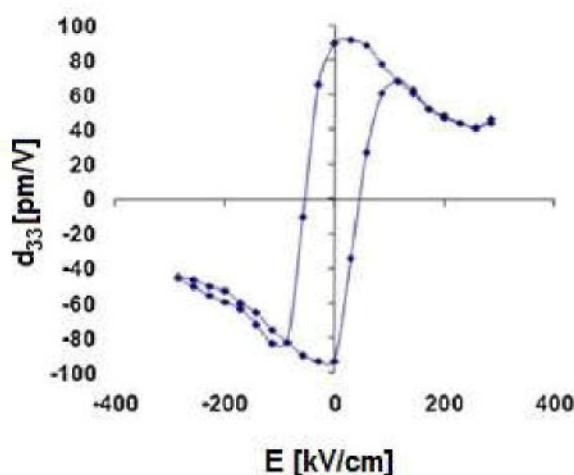
Obrázek 4.3: Hysterezní piezoelektrická smyčka. d_{MAX+} - maximální piezoelektrická odezva, d_{MAX-} - minimální piezoelektrická odezva, d_R - remanentní posunutí, E_C - koercitivní pole.

Kladné (záporné) elektrické pole vyvolá měřenou saturovanou deformaci d_{MAX+} (d_{MAX-}). Kladné remanentní napětí pozorujeme, pokud budeme snižovat elektrické napětí z kladných hodnot na nulu. Záporné remanentní napětí pak dostaneme obdobně, pokud budeme záporné napětí zvyšovat na nulu. Na horizontální ose je velice důležitý parametr koercitivní pole, které nám říká, při jakém elektrickém poli dochází k překlapaní vektoru polarizace v piezoelektrickém materiálu. Tato veličina je závislá na tloušťce tenké vrstvy, ale i na použitých materiálech pro elektrody (viz. kapitola 2.4.2) a parametrech budicího signálu. Plocha uvnitř hysterezní smyčky pak vypovídá o ztrátách ve vzorku.

4.2.2 Deformace měřených smyček

V některých případech se hysterezní smyčky liší od tvaru na obrázku 4.3. To může být způsobeno mnoha faktory. První odlišnost od teoretické smyčky je nesymetrie ve směru napěťové horizontální osy. Tato nesymetrie je způsobena odlišnou velikostí spodní a horní elektrody. Zatímco horní elektroda je kruhového tvaru o průměru desetin milimetru, spodní elektroda je po celé ploše substrátu. Také různost materiálů elektrod má vliv na tyto horizontální nesymetrie. Tyto nesymetrie způsobují změnu koercitivního pole. Další odklon od teoretické hysterezní smyčky může být dán výrazným sklonem celé smyčky. To může být vysvětleno přítomností pasivní vrstvy, která se vyskytuje na rozhraní spodní elektrody a piezoelektrické tenké vrstvy. Přítomnost vrstvy, v odborné literatuře označovanou jako *dead layer*, dále objasňuje rostoucí tendenci koercitivního pole v závislosti na klesající tloušťce piezoelektrického filmu. Elektrické pole uvnitř pasivní vrstvy je mnohem vyšší než průměrné pole v celém filmu, což je způsobeno špatnými dielektrickými vlastnostmi této vrstvy. Náboj je „vstřikován“ nad prahovým napětím, které je dané pasivní vrstvou, a tím dochází ke stínění nábojů pro polarizaci piezoelektrické vrstvy.

Další nesymetrie je dána posunem ve směru vertikální osy. Jsou pozorovány různé piezoelektrické odezvy pro opačné polarity stejnosměrného předpětí. To je též vysvětleno pomocí povrchových nábojů na rozhraní elektrody a tenké vrstvy [22]. Výrazných nesymetrií je také dosaženo při dlouhodobém působení bipolárního napětí na piezoelektrický materiál. Po mnoha přepólování dochází k únavě, a tedy k poklesu remanentní a maximální polarizace (viz. kapitola 2.4.2).



Obrázek 4.4: Hysterezní charakteristika piezoelektrického posunutí. Převzato z [11].

Na obrázku 4.4 je patrné lineární snížení piezoelektrické odezvy pro vyšší elektrická pole. Toto chování bylo v [20] vysvětleno závislostí P a dielektrické konstanty ε na elektrickém poli. Při vyšším napětí dochází k saturaci polarizace P a snížení permitivity ε . Piezoelektrický koeficient d_{33} lze pak vyjádřit pomocí lineárního elektrostričního vztahu:

$$d_{33} = 2Q_{eff} \cdot \varepsilon \cdot \varepsilon_0 \cdot P, \quad (4-2)$$

kde Q_{eff} představuje efektivní elektrostriční koeficient.

4.3 Závislost elektrostričního koeficientu na přiloženém elektrickém poli

Deformace vyvolaná aplikovaným elektrickým polem v tenké vrstvě je složena z několika jevů. Celkové posunutí je možno dle [28] zapsat takto:

$$S = Q_{eff} \cdot P^2 + 2 \cdot Q_{eff} \cdot \varepsilon \cdot \varepsilon_0 \cdot P \cdot E + Q_{eff} \cdot \varepsilon_0^2 \cdot \varepsilon^2 \cdot E^2, \quad (4-3)$$

kde P je vlastní polarizace, ε_0 permitivita vakua, ε relativní permitivita a E je vnější elektrické pole. První člen $Q_{eff} \cdot P^2$ představuje deformaci vlastní polarizací. Druhý člen pak představuje piezoelektrickou a třetí elektrostriční deformaci. Vztah 4-3 můžeme přepsat do následujícího vztahu:

$$d_0 = d_{33} \cdot E \cdot m + M_{33} \cdot E^2 \cdot m, \quad (4-4)$$

kde posunutí d_0 je vyjádřeno pomocí piezoelektrického a elektrostričního koeficientu a tloušťky tenké vrstvy m . Střídavé elektrické pole ve tvaru (4-5) aplikujeme na elektrody tenké vrstvy.

$$E = E_0 \cdot \sin(\omega t) \quad (4-5)$$

Dostáváme deformaci tenké vrstvy d_0 v následujícím tvaru:

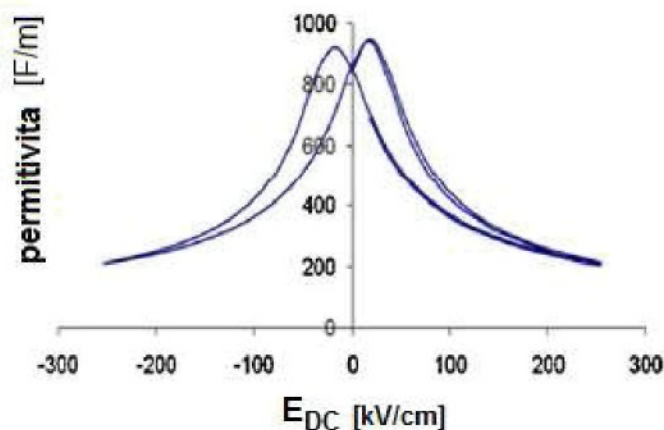
$$d_0 = d_{33} \cdot E_0 \cdot \sin(\omega t) \cdot m + M_{33} \cdot E_0^2 \cdot \sin^2(\omega t) \cdot m \quad (4-6)$$

$$d_0 = d_{33} \cdot E_0 \cdot \sin(\omega t) \cdot m + M_{33} \cdot E_0^2 \left[\frac{1}{2} - \frac{1}{2} \cos(2\omega t) \right] \cdot m \quad (4-7)$$

Piezoelektrické posunutí je dáno intenzitou první harmonické odezvy vzorku a druhá harmonická pak představuje elektrostriční odezvu. Měření jednotlivých harmonických odezev umožňuje fázově citlivý zesilovač *Lock-In*.

Elektrostriční koeficient $M_{33,eff}$ se dá vyjádřit dle (4-3) jako $Q_{eff} \cdot \epsilon_0^2 \cdot \epsilon^2$.

Jak bylo řečeno v odstavci 4.2.2, relativní permitivita klesá s rostoucím stejnosměrným elektrickým polem viz. obrázek 4.5.

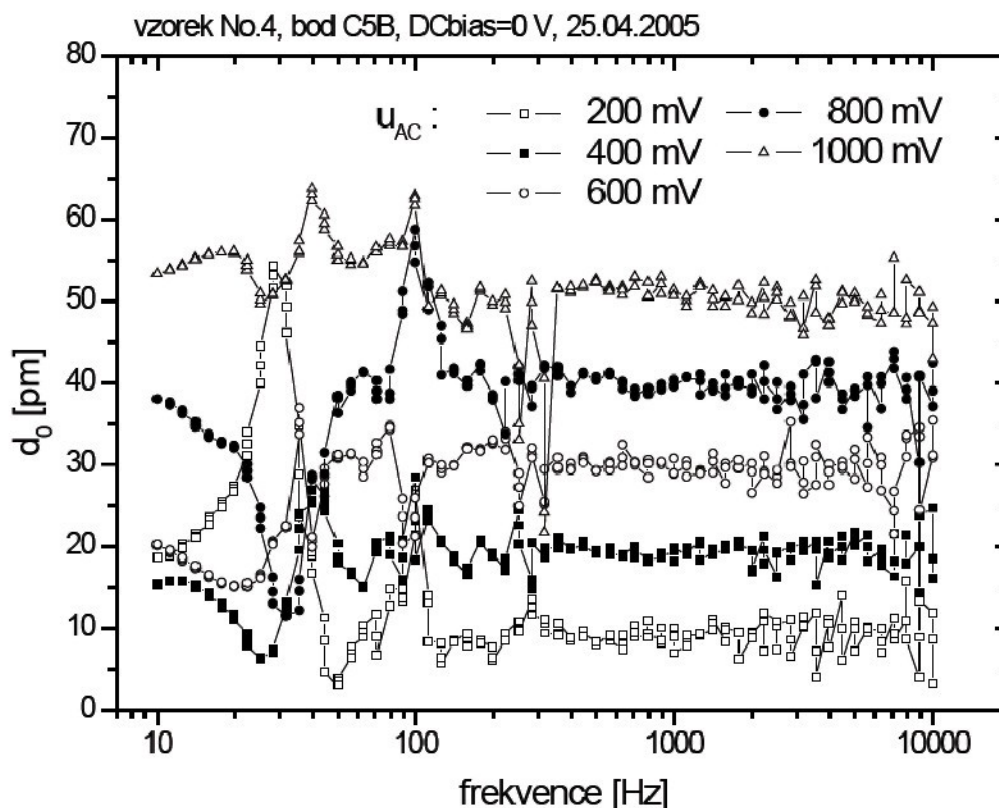


Obrázek 4.5: Závislost permitivity na stejnosměrném poli. Převzato z [11].

Po dosazení permitivity do vztahu pro výpočet elektrostričního koeficientu očekáváme pokles $M_{33,eff}$ s rostoucím stejnosměrným polem. Tento předpoklad je potvrzen experimentálními výsledky, které byly získány optickou metodou *DBLI* (viz. Obrázek 5.5). Nesymetrie podle svislé osy je způsobena rozdílností ploch horní a spodní elektrody viz. podkapitola 4.2.2.

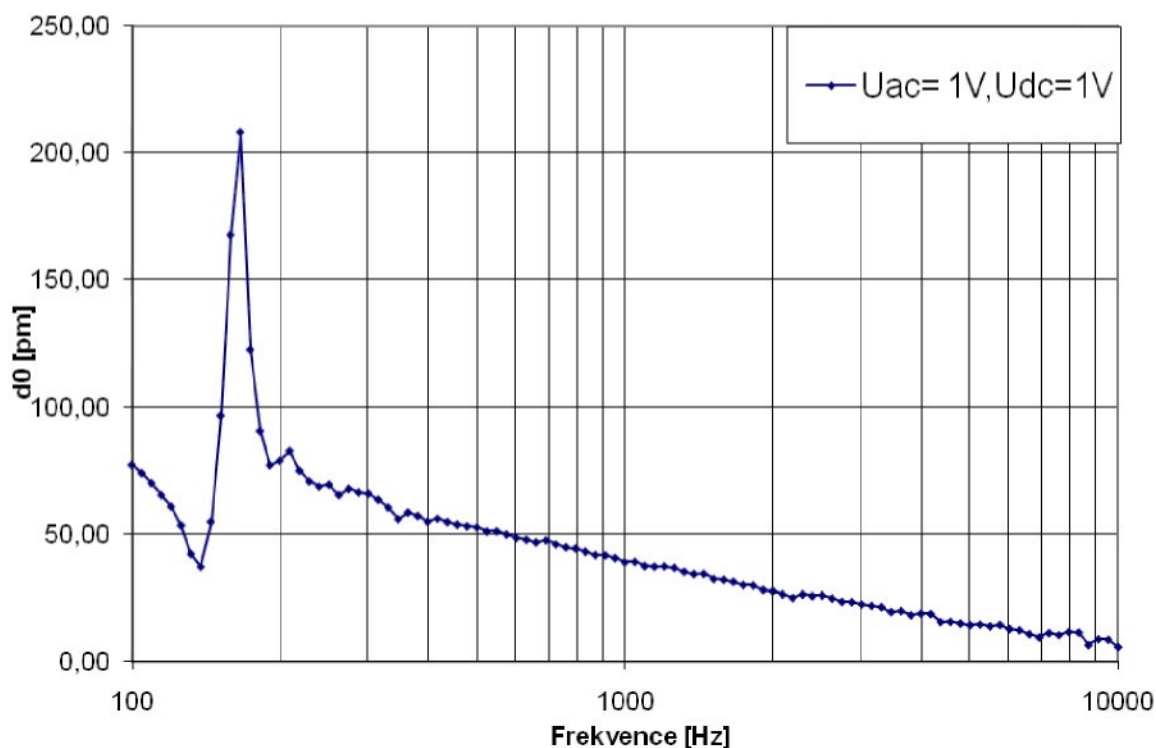
4.4 Frekvenční charakteristiky piezoelektrického a elektrostričního koeficientu

Frekvenční charakteristiky nás informují o chování tenkých filmů v širokém rozsahu frekvencí. Tyto frekvence odpovídají frekvencím v budoucích aplikacích. Frekvenční charakteristiky také poskytují informaci o stabilitě celé měřicí soustavy v daném frekvenčním rozsahu. V našem experimentu měříme ve frekvenčním rozsahu 100 až 10^4 Hz. Stabilitu nejvíce ovlivňuje upnutí samotného vzorku. O tom se můžeme přesvědčit na obrázku 4.6, kde upnutí vzorku nebylo dostatečné. V celém rozsahu frekvencí se pak vyskytují špičky a nerovnosti.



Obrázek 4.6: Frekvenční charakteristiky při nedostatečném upnutí vzorku. Převzato z [14].

Nestabilitu při daných frekvencích mohou způsobovat i další vlivy. Pro odstranění těchto špiček je nutno dále nastavit souosost paprsků v optické sondě (kapitola 3.1.4) a eliminovat vnější rušivé signály elektrického charakteru. Na obrázku 4.7 je patrné výrazné ovlivnění piezoelektrické odezvy elektrickým rušivým signálem. Elektrický signál pocházel ze sítě elektrického napětí. Signál se opakovaně objevoval ve frekvenčních charakteristikách na frekvenci 166 Hz [34]. Dalším rušivým vlivem může být optický šum nebo rušivé vibrace z okolí.



Obrázek 4.7: Rušivý elektrický signál na frekvenci 166 Hz.

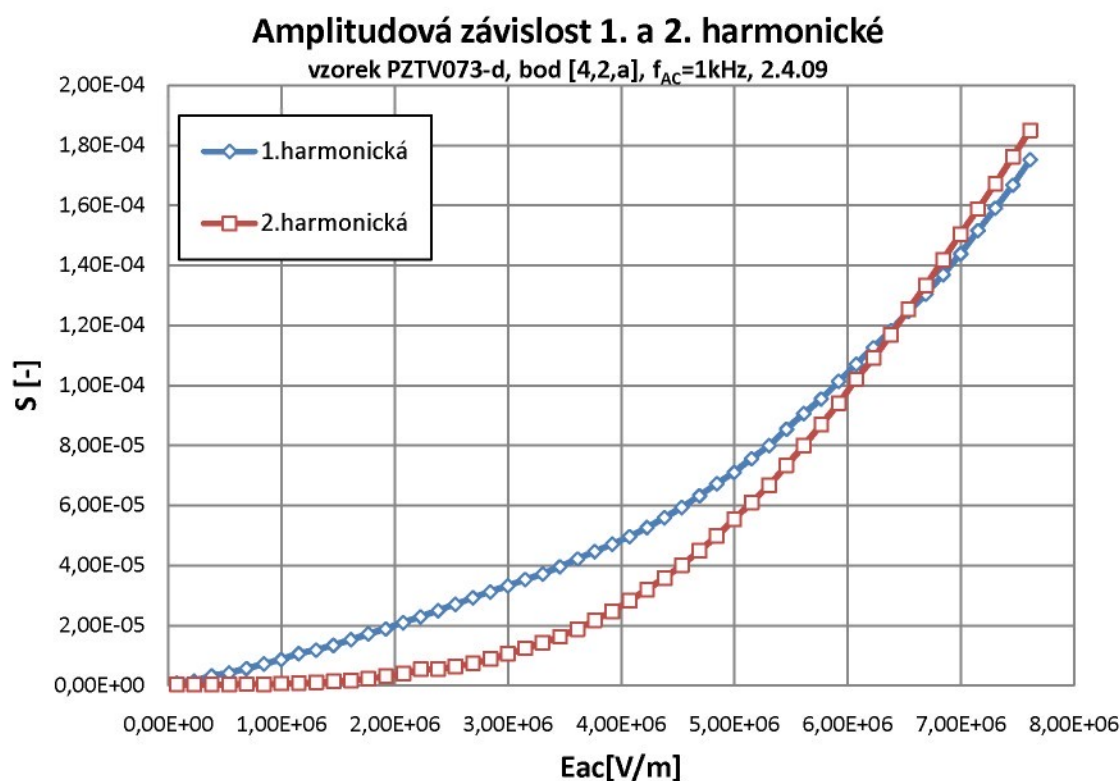
Správným nastavením interferometru *DBLI*, dostatečným upnutím vzorku a eliminací vnějších rušivých signálů se dá chyba měření piezoelektrické odezvy snížit na jednotky pikometrů.

Pro frekvence $f_{AC} < 400$ Hz pozorujeme výrazné rušení síťovým napětím. Na rozsahu frekvencí od 500 Hz do 2000 Hz je charakteristika vyrovnaná, odchylka naměřených dat je v rozsahu přesnosti interferometru viz. odstavec 5.4. 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 dalších měřených charakteristik.

5 Naměřené charakteristiky

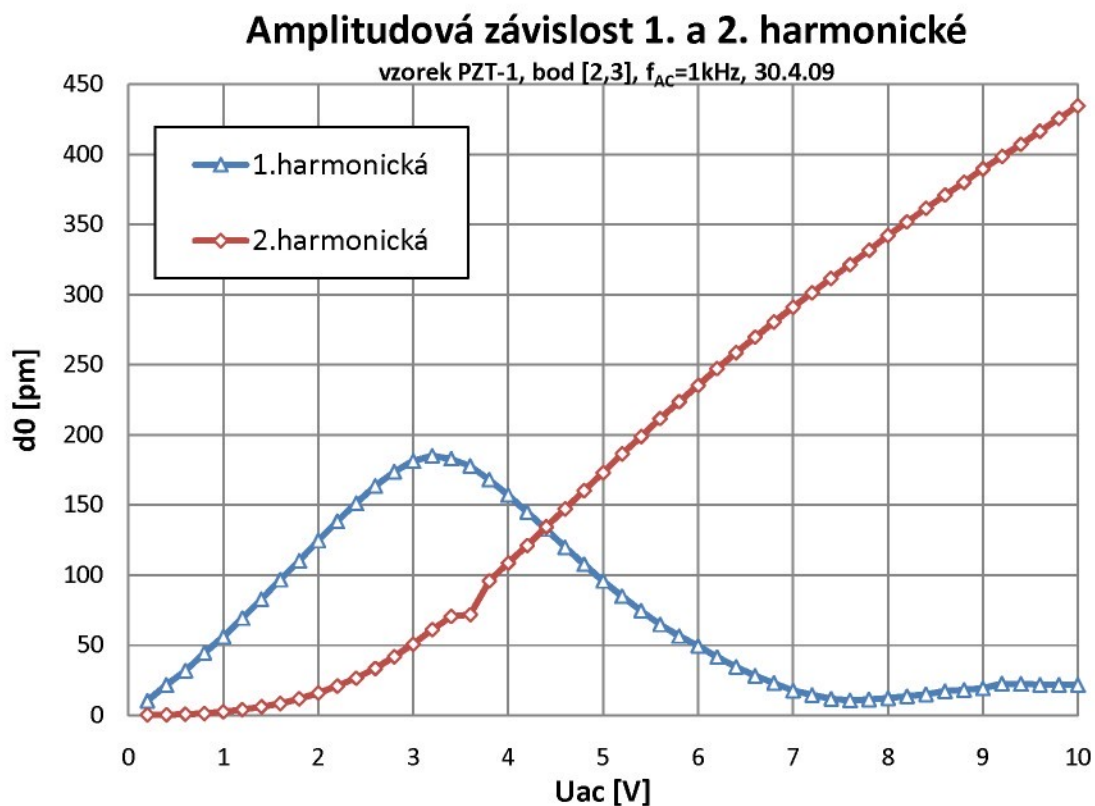
Tato kapitola shrnuje naměřené charakteristiky, které byly v rámci diplomové práce získány. Zbylé charakteristiky umístěné v příloze pak dokreslují chování všech měřených vzorků pro dané elektrické pole. V podnázvu naměřených charakteristik jsou vždy uvedeny informace o měřeném vzorku, měřené horní elektrodě, parametrech budícího napětí a datu měření. Na vodorovných osách bylo vynášeno elektrické pole, kterým bylo působeno na tenkou vrstvu, neboť nese informaci o tloušťce aktivní piezoelektrické vrstvy. V případě vzorků PZT - 1, 2, 3 tak nebylo učiněno, neboť tloušťka vzorků nebyla známa. Velikost maximálního elektrického pole byla volena s ohledem na opakovatelnost měření.

5.1 Závislosti $d_{33,eff}$ na přiloženém elektrickém poli



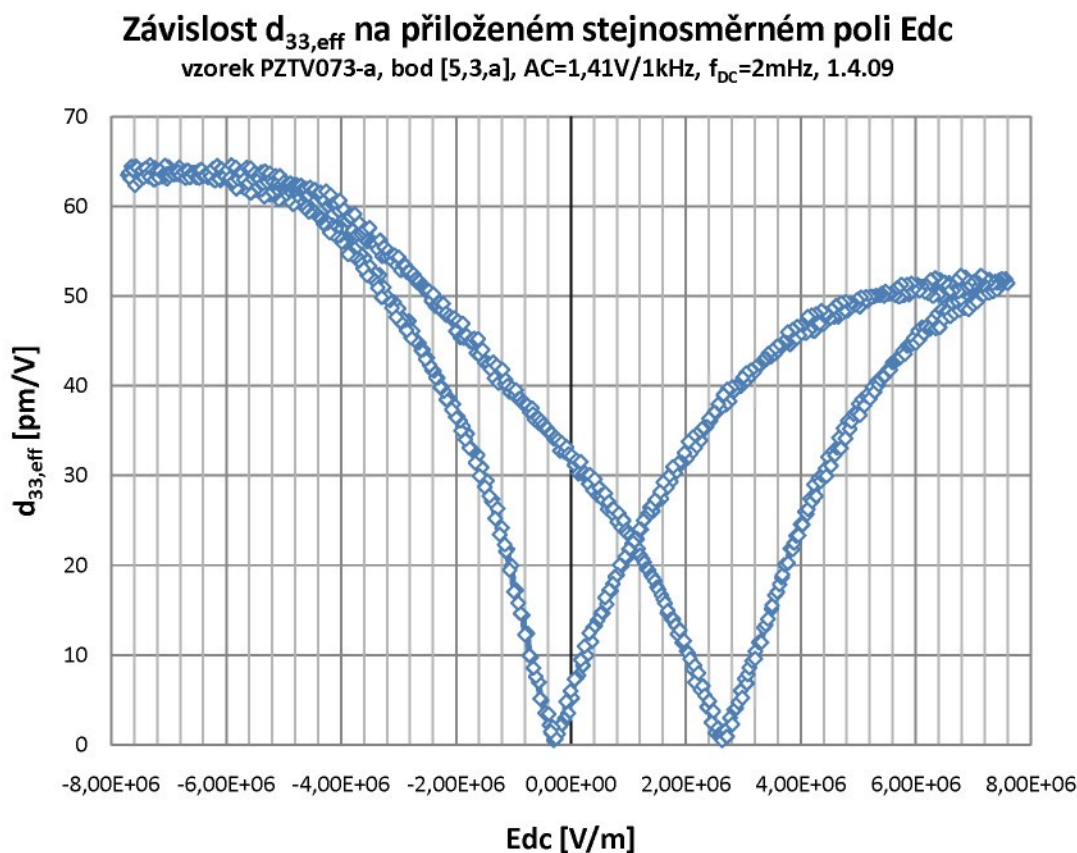
Obrázek 5.1

Amplitudová charakteristika popisuje velikost deformace tenké vrstvy v závislosti na amplitudě harmonického signálu. Naměřená charakteristika potvrzuje lineární chování piezoelektrické odezvy při aplikaci malých harmonických polí. Pro vyšší střídavá pole odezva první harmonické roste nelineárně. V případě vzorku PZT – 1 byla naměřena klesající odezva piezoelektrické deformace pro vyšší střídavé pole.



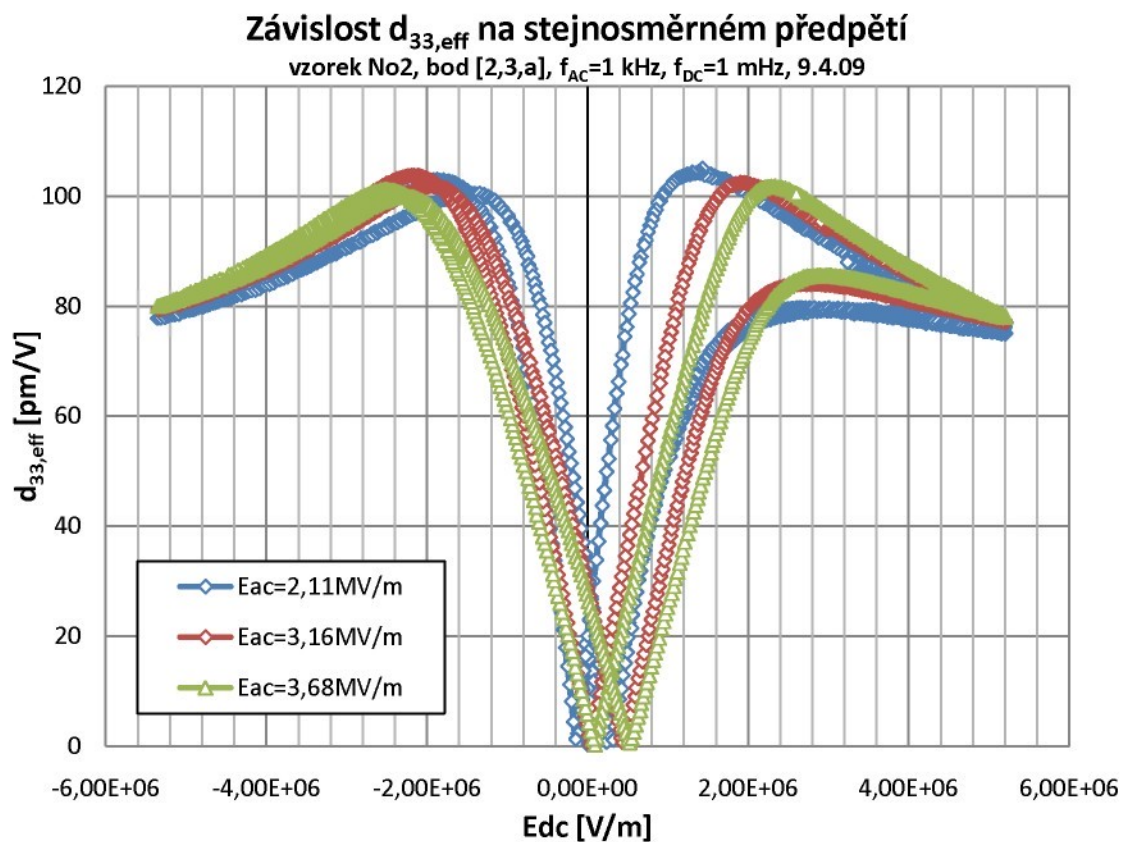
Obrázek 5.2

Stejné chování bylo prezentováno v publikaci [20], kde byly experimentální hodnoty získány jednopaprskovým interferometrem (*LDV*). Elektrostriční odezva roste nelineárně a pro vyšší pole překoná piezoelektrický jev (viz. obrázek 5.1). Elektrostriční deformace je dána dle vztahu 4-4 součinem druhé mocniny pole a elektrostričního koeficientu, který roste s velikostí střídavého pole (obrázek 5.6). Pro vypočtení piezoelektrického a elektrostričního koeficientu stačí dosadit hodnoty z naměřené charakteristiky do rovnice (4-4).



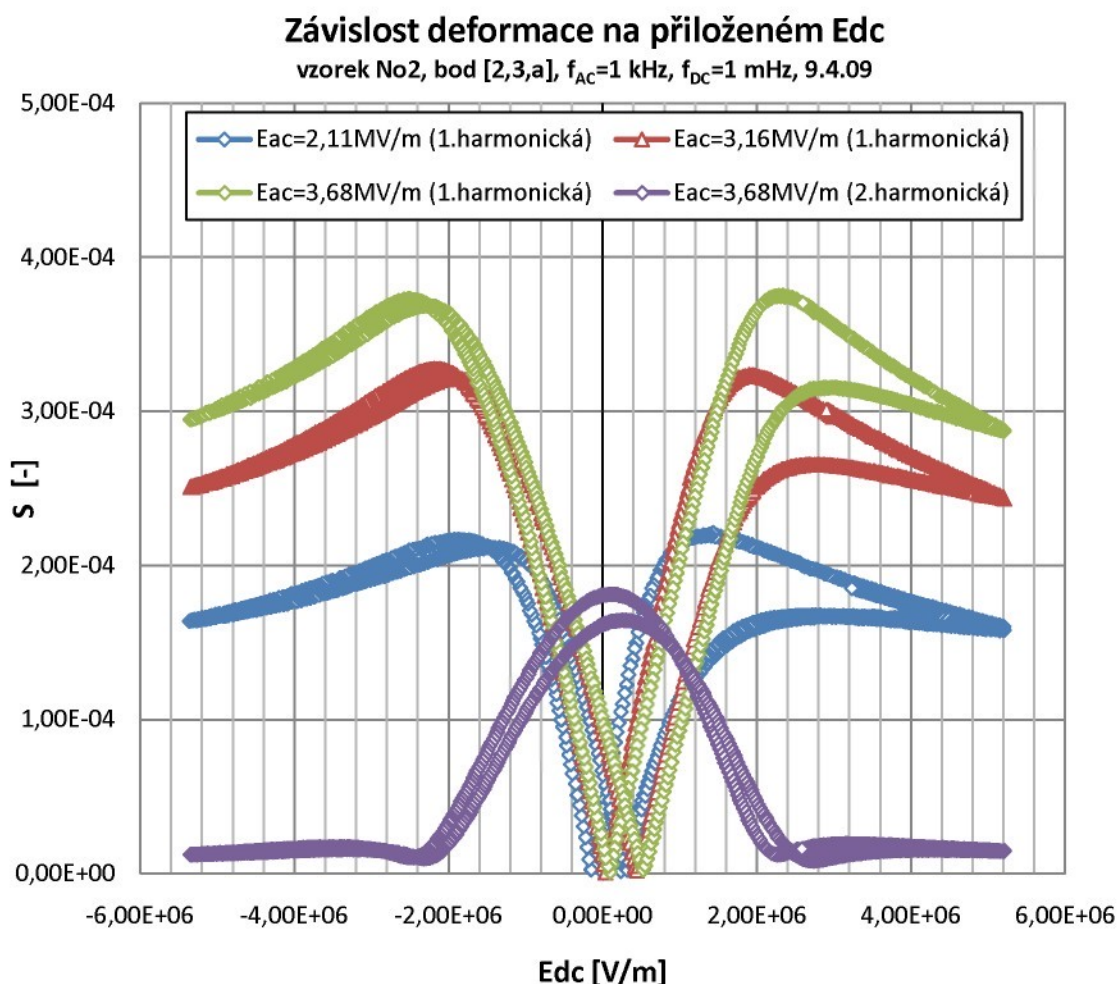
Obrázek 5.3

Pokud harmonické pole podložíme proměnným stejnosměrným polem, získáme nelineární chování piezoelektrické odezvy (obrázek 5.3). V saturaci dosahuje piezoelektrický koeficient hodnoty 64 pm/V, což je ve shodě s [11, 14]. Velikost koercitivního pole je závislá na velikosti střídavého pole. Naměřená koercitivní pole řádově odpovídají hodnotám v [20, 33]. Na obrázku 5.5 je názorně vidět, jak první harmonická odezvy lineárně roste se střídavým polem. V případě, že bychom první harmonickou podělili příslušným střídavým polem, hysterezní křivky koeficientu $d_{33,eff}$ by se překrývaly, viz. obrázek 5.4.



Obrázek 5.4

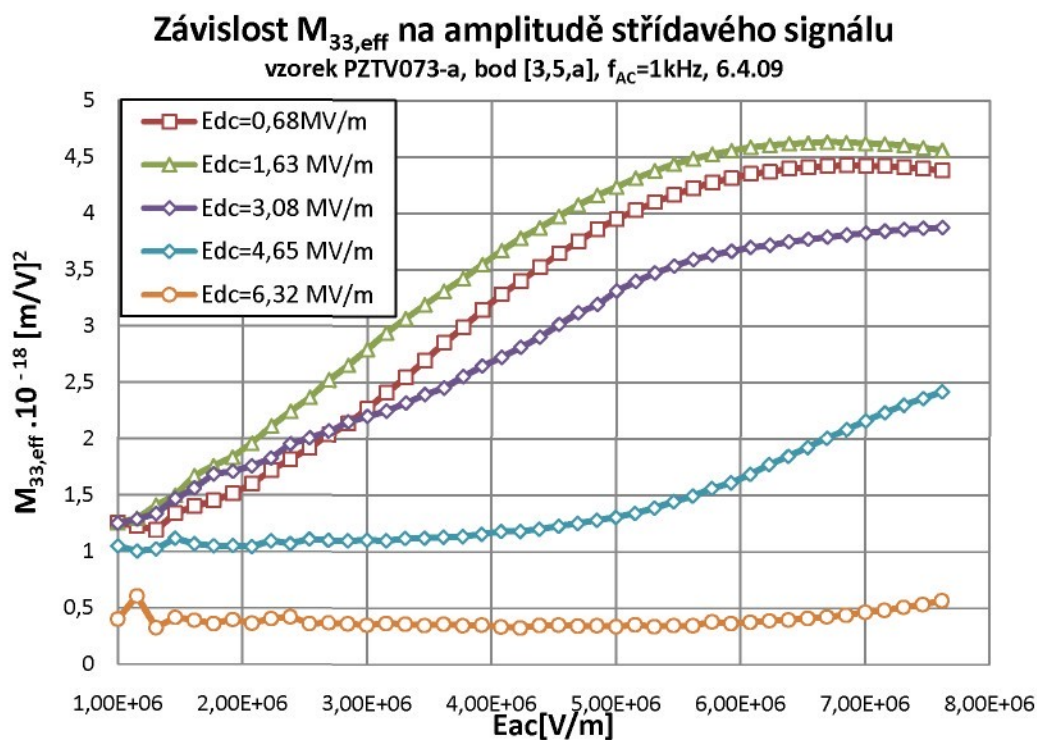
Obrázek 5.5 také ukazuje větší elektrostriční odezvu než piezoelektrickou pro vyšší střídavé a nulové stejnosměrné pole. To je ve shodě s naměřenou charakteristikou 5.1. Druhá harmonická (elektrostriční jev) roste nelineárně s rostoucím střídavým polem. Naopak klesá s rostoucím stejnosměrným polem. Pro vyšší stejnosměrná pole saturační deformace první harmonické lineárně klesá, což bylo vysvětleno v 4.2.2. Obrázek 5.5 porovnává průběhy piezoelektrického a elektrostričního jevu v závislosti na stejnosměrném poli pro různé hodnoty střídavých polí.



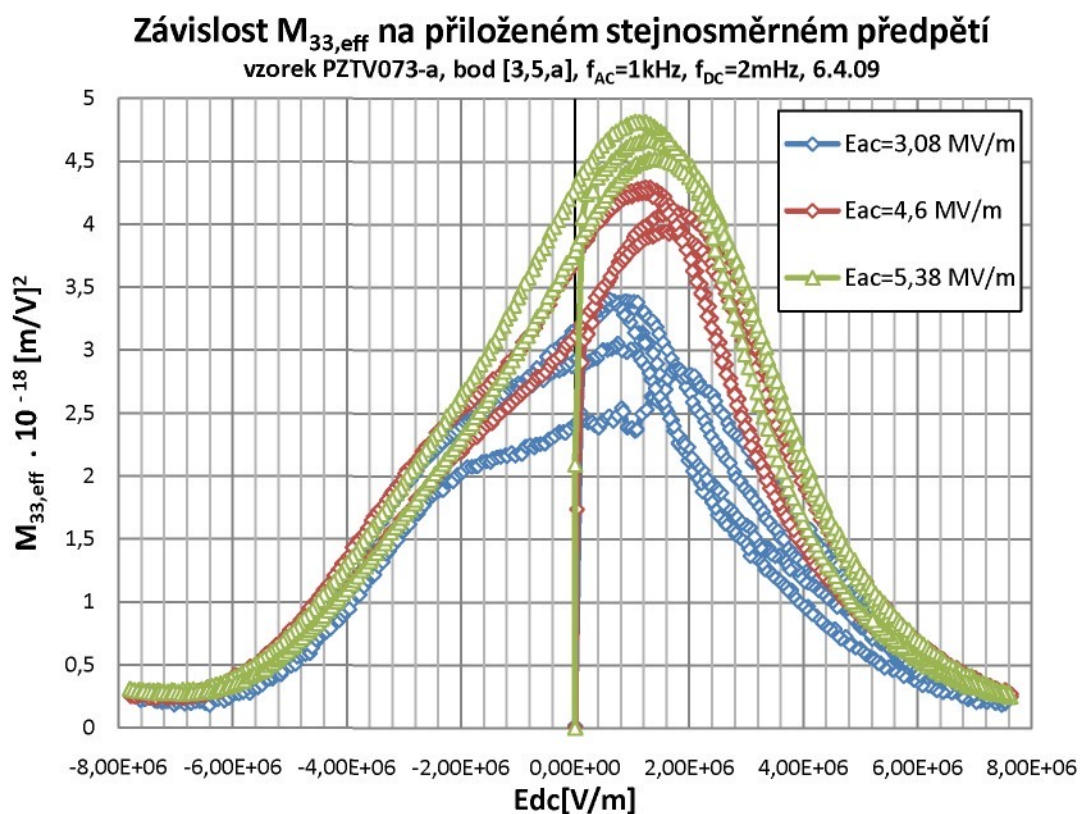
Obrázek 5.5

5.2 Závislosti $M_{33,eff}$ na přiloženém elektrickém poli

Charakteristiky na obrázku 5.6 ukazují závislost elektrostričního koeficientu na amplitudě budícího signálu pro dané stejnosměrné pole. Pro stejnosměrné pole s maximálním elektrostričním koeficientem (z obrázku 5.7) roste $M_{33,eff}$ s velikostí střídavého pole strměji než při ostatních stejnosměrných polích, což je opačné chování než v případě piezoelektrického koeficientu. V případě stejné velikosti horní a spodní elektrody by byl maximální růst $M_{33,eff}$ při nulovém stejnosměrném poli. Pokles elektrostričního koeficientu pro nenulová stejnosměrná pole byl vysvětlen v podkapitole 4.3.



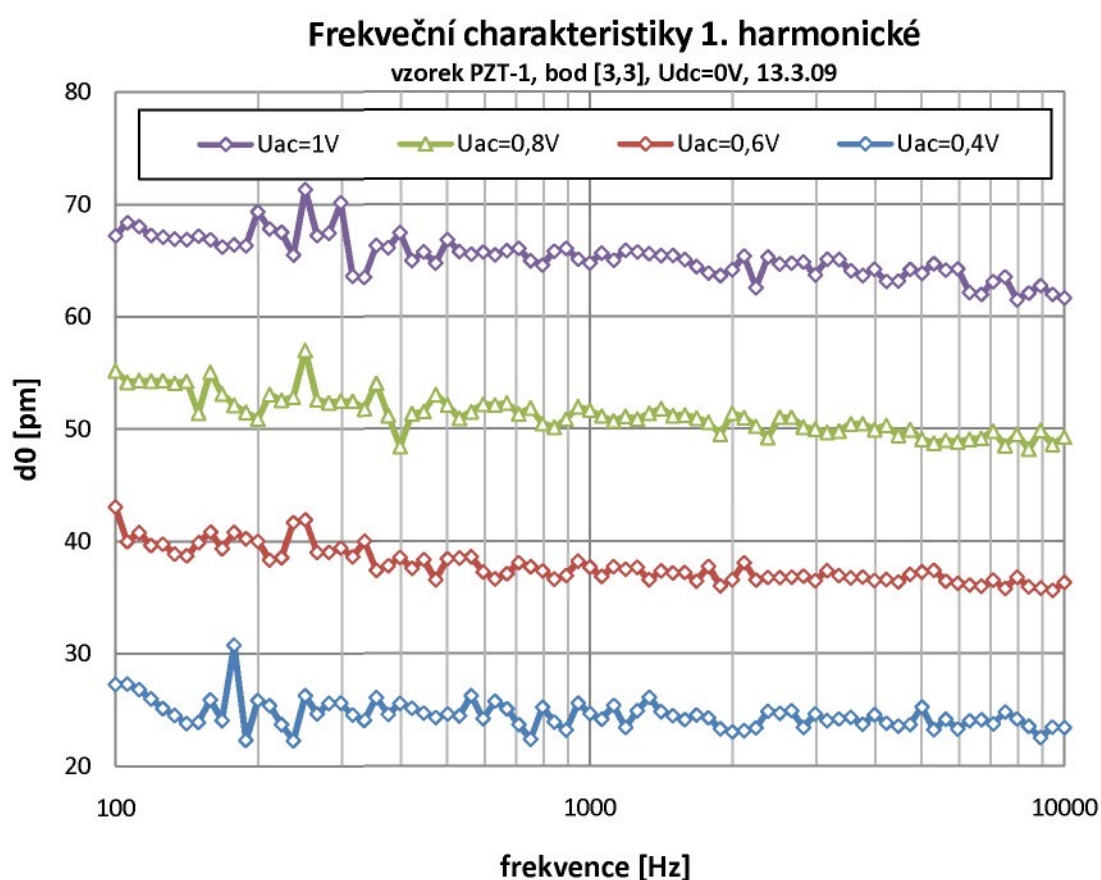
Obrázek 5.6



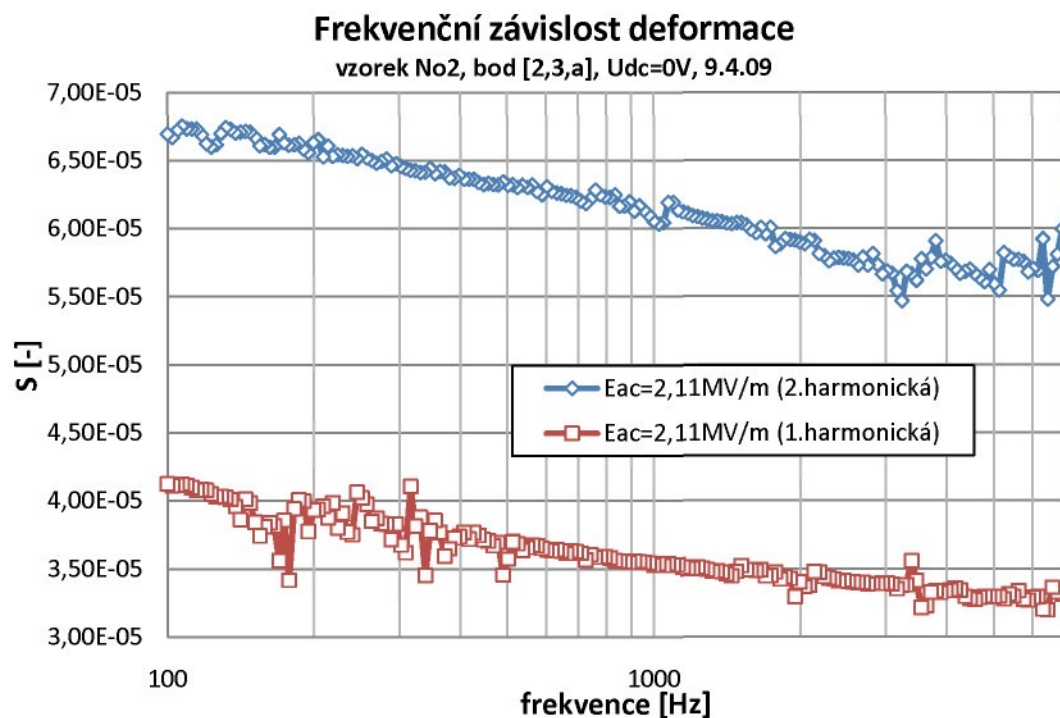
Obrázek 5.7

5.3 Frekvenční závislosti $d_{33,eff}$ a $M_{33,eff}$

Frekvenční charakteristiky nám ukazují frekvenční závislost piezoelektrické a elektrostrikční odezvy. V okolí 1 kHz jsou charakteristiky vyrovnané, a tak nehrozí zkreslení ostatních charakteristik. Pro malá elektrická pole piezoelektrická odezva lineárně roste s velikostí střídavého pole dle obrázku 5.1. Piezoelektrický koeficient $d_{33,eff}$ je roven 65 pm/V na frekvenci 1 kHz, což odpovídá hodnotám [35, 31]. Frekvenční závislost piezoelektrického koeficientu je 3 pm/V na dekádu. Tyto hodnoty jsou ve shodě s [11, 14].

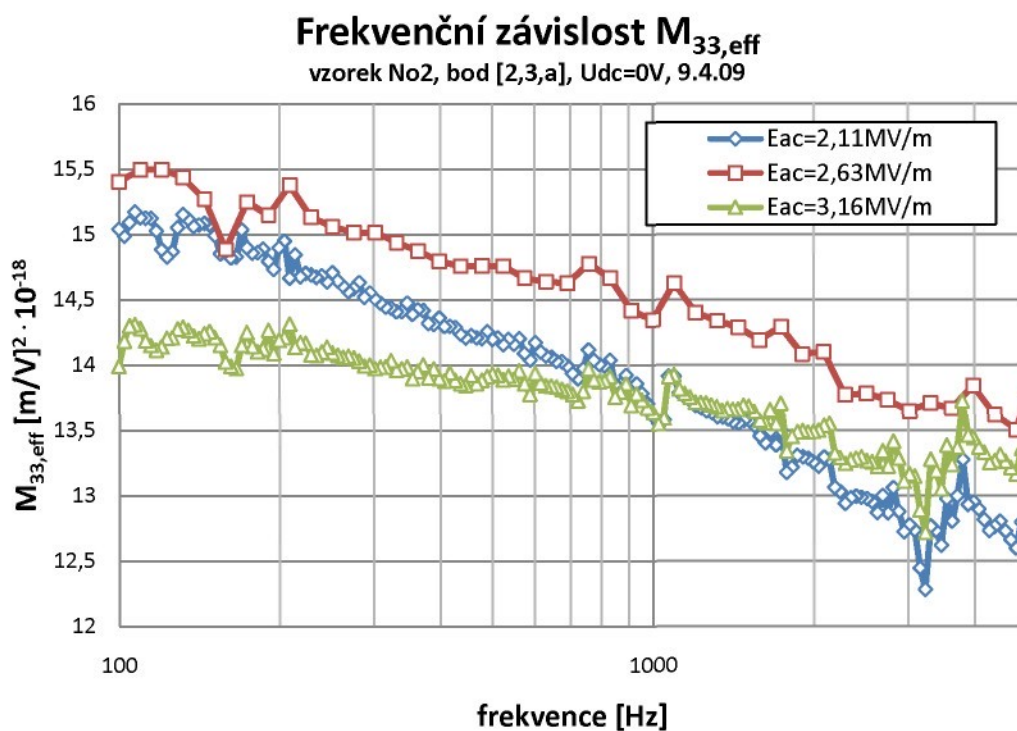


Obrázek 5.8



Obrázek 5.9

Frekvenční závislost elektrostrikčního koeficientu je přibližně $1 \cdot 10^{-18} [m/V]^2$ na dekádu, viz. obrázek 5.10.



Obrázek 5.10

Z obrázku 5.9 je vidět stejná frekvenční závislost první a druhé harmonické odezvy. Pokles elektrostrikční a piezoelektrické odezvy může být vysvětlen frekvenční závislostí permitivity, která vystupuje ve vztahu 4-3.

5.4 Chyby měření

Piezoelektrické a elektrostrikční koeficienty jsou počítány ze vztahů (3-2, 4-4). Výpočet těchto koeficientů je zatížen chybami přístrojů. Pro výpočet chyby měřicích přístrojů byl použit zákon kvadratického hromadění chyb.

$$(\Delta d_{33})^2 = \left[\frac{\partial d_{33}}{\partial U_{OUT}} \right]^2 \cdot (\Delta U_{OUT})^2 + \left[\frac{\partial d_{33}}{\partial U_{AC}} \right]^2 \cdot (\Delta U_{AC})^2 + \left[\frac{\partial d_{33}}{\partial u_{max}} \right]^2 \cdot (\Delta u_{max})^2 + \left[\frac{\partial d_{33}}{\partial u_{min}} \right]^2 \cdot (\Delta u_{min})^2 \quad (4-8)$$

Do vztahu (4-8) byly dosazeny relativní chyby z tabulky 5.1. V případě výpočtu elektrostrikčního koeficientu M_{33} je druhý člen pravé strany rovnice 4-8 dvojnásobný. Výsledná chyba elektrických přístrojů je v rozmezí 3-5 %.

	měřená veličina	relativní chyba [%]
Lock-In zesilovač SR830	U_{OUT}	1
Osciloskop HP54600B	u_{min}, u_{max}	1,9
Generátor HP33120A	u_{AC}	1

Tabulka 5.1

6 Závěr

Piezoelektrické materiály jsou velice často použity v senzorických a aktuačních aplikacích v mnoha oblastech techniky. Pro správnou aplikaci je nejprve nutné dokonale znát charakteristické vlastnosti a chování daného piezoelektrického materiálu při nejrůznějších vnějších podmínkách. Chování daného vzorku je také dáno technologií výroby a použitím specifických materiálů.

Strukturu nanesených vrstev je třeba chápat komplexně, neboť dochází k vzájemnému ovlivnění deponovaných vrstev. Tenké vrstvy mají odlišné vlastnosti než objemové materiály. Důvodem je extrémní tloušťka, ale také sevření samotné tenké vrstvy nosným substrátem a charakteristickým depozičním procesem tenké vrstvy. Pro zajištění požadovaných vlastností celého systému je nutné věnovat pozornost všem složkám daného systému. Systém je v našem případě tvořen aktivními a pasivními vrstvami.

Měření piezoelektrických a elektrostričních vlastností tenkých vrstev je obecně komplikované, neboť optická i měřicí aparatura musí být přesně nastavená. Správné vyhodnocení výsledků je možné jen v případě dodržení daných postupů měření. Nejdůležitějším kritériem správného měření dvoupaprskovým interferometrem je nastavení optické sondy. Pro tento účel byl používán speciálně zhotovený kalibrační terčík, který využívá difrakčního jevu.

V rámci diplomové práce byl adaptován dvoupaprskový laserový interferometr pro měření tenkých vrstev s malou plochou horní elektrody. Celý proces nastavování polohy budícího hrotu a stopy laserového parsku na horní elektrodě byl detailně sledován digitální kamerou s makroobjektivem. Interferometr byl také přizpůsoben pro měření teplotních závislostí piezoelektrických a elektrostričních koeficientů a měření fázových přechodů tenkých vrstev materiálů *PMN-PT* a *PZN-PT*.

Byly měřeny piezoelektrické a elektrostriční koeficienty vzorků s ostrůvkovou a kontinuální strukturou dodaných od dvou dodavatelů. Použitou metodou se podařilo od sebe oddělit piezoelektrický a elektrostriční příspěvek. Měření tohoto charakteru bylo prováděno poprvé pomocí *DBLI*. Získané výsledky korespondují s publikovanými výsledky z jiných metod.

Práce přispěla v dané oblasti piezoelektrických tenkých vrstev experimentálními výsledky. Získaná data popisují elektrostriční a piezoelektrické koeficienty pro

nejrůznější elektrická pole. Tyto výsledky napomáhají hlubšímu pochopení piezoelektrických tenkých filmů jako celku.

Seznam odborné literatury

- [1] ZHU, T. J.; LU, L.; LAI, M. O. Pulsed laser deposition of lead-zirconate-titanate thin films and multilayered heterostructures. *Applied Physics A*, 2005, vol. 81, p. 701-714.
- [2] 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*, 2005, vol. 53, p. 593-600.
- [3] 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*, 1996, Aug. 18-21, p. 683-686.
- [4] WEBER, J. R.; ZALAPALA, V. M. Characterization of piezoelectric ZnO thin films and the fabrication of piezoelectric micro-cantilevers [online]. Iowa State University Ames, Iowa 2005.
Dostupné na WWW:
<<http://archives.ece.iastate.edu/archive/00000179/01/ThesisFinal.pdf>>
- [5] VELU, G.; REMIENS, D. Electrical properties of sputtered PZT films on stabilized platinum electrode. *Journal of the European Ceramic Society*, 1999, vol. 19, p. 2005-2013.
- [6] WANG, C.; FANG, Q. F.; ZHU, Z. G.; JIANG, A.Q.; WANG, S. Y.; CHENG, B. L.; CHEN, Z. H. Dielectric properties of $\text{Pb}(\text{Zr}_{20}\text{Ti}_{80})\text{O}_3/\text{Pb}(\text{Zr}_{80}\text{Ti}_{20})\text{O}_3$ multilayered thin films prepared by RF magnetron sputtering. *Applied Physics Letters*, 2003, vol. 82, p. 2880-2883.
- [7] VÉLU, G.; REMIENS, D. Dielectric and ferroelectric properties of Perovskite $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ films deposited by sputtering on Si substrate. *Microelectronics Reliability*, 1999, vol. 39, p. 241-250.
- [8] 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*, 2003, vol. 5, p. 123-127.
- [9] IKEDA, T. Fundamentals of Piezoelectricity, *Oxford University Press*, 1990.
- [10] WASER, R. Nanoelectronics and information technology (Advanced electronic materials and novel devices). *Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KGaA Weinheim*, 2003, p 1001.
- [11] SAMA, N.; HERDIER, R.; JENKINS, D.; SOYER, C.; REMIENS, D.; DETALLE, M.; BOUREGBA, R. On the influence of the top and bottom electrodes - A comparative study between Pt and LNO electrodes for PZT thin films. *Journal of Crystal Growth*, 2008 vol. 310, p. 3299-3302.

- [12] KIM, D. J.; PARK, J. H.; SHEN, D.; LEE, J. W.; KINGON, A. I.; YOON, Y. S.; KIM, S. H. Thickness dependence of submicron thick $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$ films on piezoelectric properties. *Ceramics International*, 2008, vol 34, p. 1909-1915.
- [13] 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*, 2006 vol. 53, p. 15-22.
- [14] POKORNÝ, M. Nelineární piezoelektrické charakteristiky tenkých vrstev PZT. Doktorská práce, Liberec, TUL, 2006.
- [15] WANG, Z.; MIAO, J. Critical electrode size in measurement of d_{33} coefficient of films via spatial distribution of piezoelectric displacement. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2008 vol 41, 035306.
- [16] DAVIS, M. Picture the elephant: Giant piezoelectric activity and the monoclinic phases of relaxor – ferroelectric single crystals. *J Electroceram*, 2007, vol. 19, p. 23-45.
- [17] DOLEJŠÍ, M.; RADOBERSKÝ, T. Studium piezoelektrických koeficientů krystalů PZN-PT. Semestrální projekt, Liberec, TUL, 2008.
- [18] TRYZNA, J. Teplotní závislost piezoelektrických koeficientů krystalů PMN-PT, Diplomová práce, Liberec, TUL, 2005.
- [19] POKORNÝ, M. Studium piezoelektrických koeficientů krystalů PMN-PT a PZN-PT. Diplomová práce, Liberec, TUL, 2003.
- [20] HERDER, R.; DETALLE, M.; JENKINS, D.; SOYER, C.; REMIENS, D. Piezoelectric thin films for MEMS applications - A comparative study of PZT, 0.7PMN–0.3PT and 0.9PMN–0.1PT thin films grown on Si by r.f. magnetron sputtering. *Sensors and Actuators A*, 2008 vol. 148, p. 122-128.
- [21] JIANKANG, L.; XI, Y. Dependence of the properties of compositionally graded $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ ferroelectric films of the bottom electrode. *Ceramics International*, 2008, vol. 34, p. 1031-1034.
- [22] SCOTT, J. F. Ferroelectric memories. *Spring series in Advanced Microelectronics*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2000, p. 248.
- [21] MIYAZAKI, H.; MIWA, Y.; SUZUKI, H. Improvement in fatigue property for a PZT ferroelectric film device with SRO electrode film prepared by chemical solution deposition. *Materials Science and Engineering B*, 2007, vol 136, p. 203-206.
- [22] ZHANG, W. Q.; LI, A. D.; SHAO, Q. Y.; XIA, Y. D.; WU, D.; LIU, Z. G.; MING, N. B. Ferroelectric properties of bilayer structured $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3/\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ (PZT/SBT) thin films on $\text{Pt}/\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{Si}$ substrates. *Applied Surface Science*, 2008, vol. 254, p. 1583–1586.

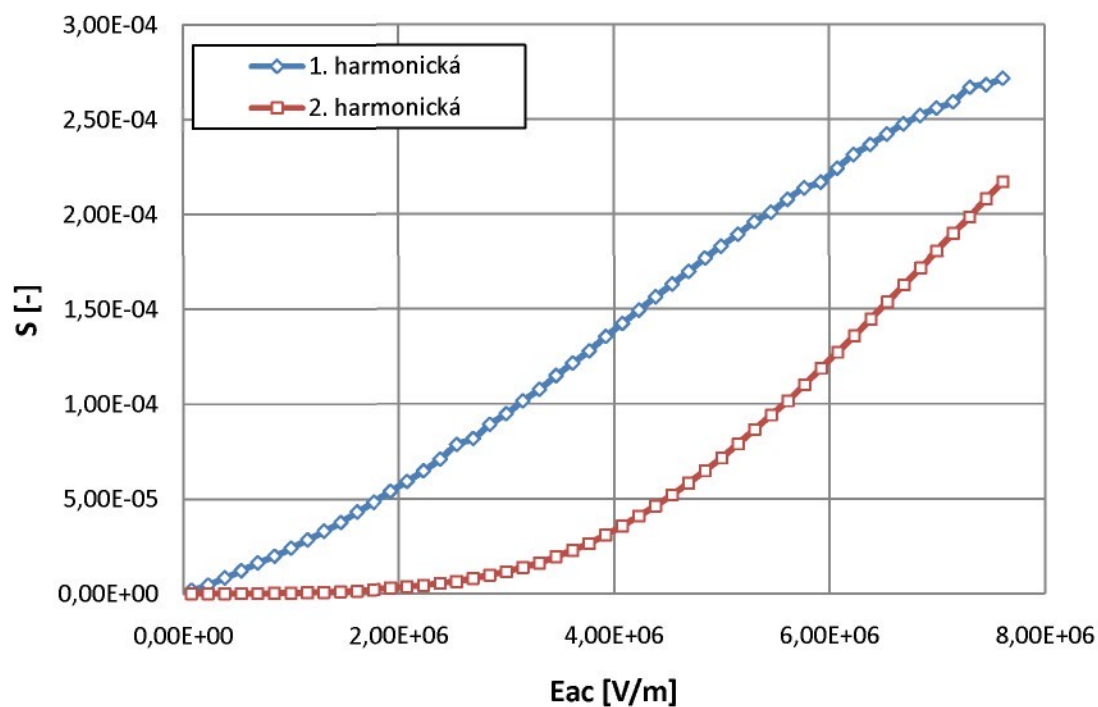
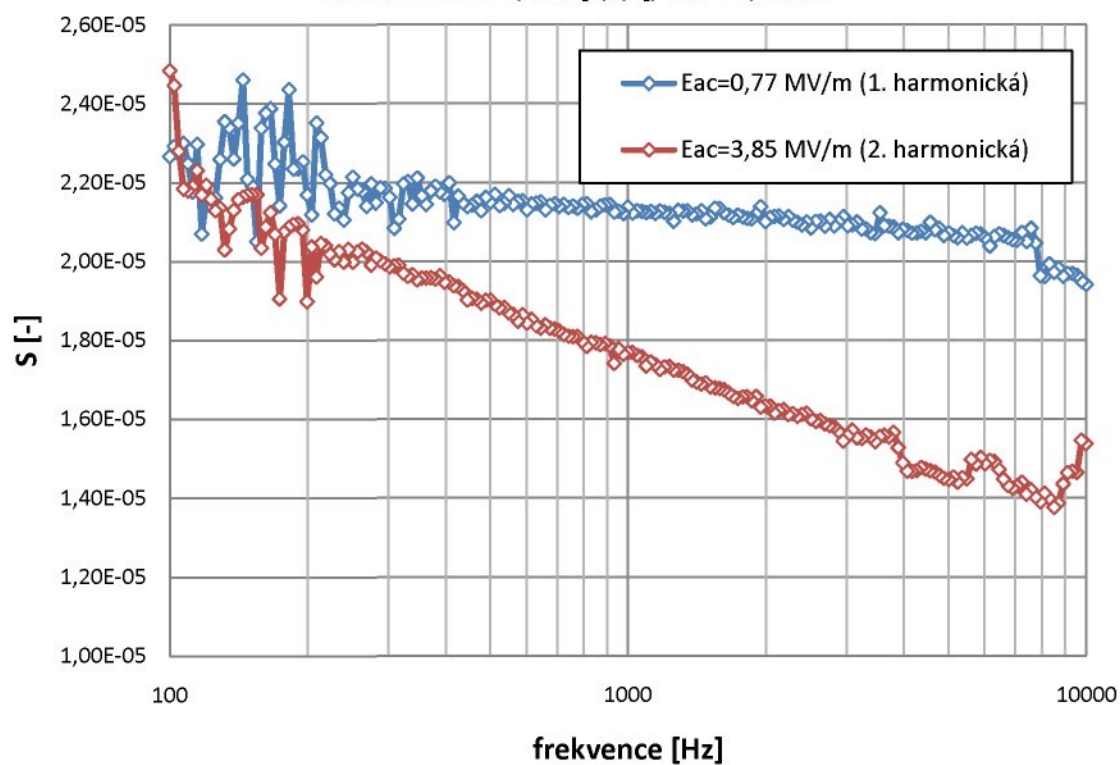
- [23] LEFKI, K.; DORMANS, G. J. M. Measurement of piezoelectric coefficients of ferroelectric thin films. *Journal of Applied Physics*, 1994, vol. 76, p. 1764-1767.
- [24] PARK, G. T.; CHOI, J. J.; RYU, J.; FAN, H.; KIM, H. E. Measurement of piezoelectric coefficients of lead zirconate titanate thin films by strain-monitoring pneumatic loading method. *Applied Physics Letters*, 2002, vol. 80, p. 4606-4608.
- [25] 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*, 2005, vol. 97, p. 074301: -074301:7.
- [26] 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*, 2001, vol. 40, p. 5683-5686.
- [27] CHRISTMAN, J. A.; WOOLCOTT, R. R.; KINGON, A. I. NEMAANICH, R. J. Piezoelectric measurements with atomic force microscopy. *Applied Physics Letters*, 1998, vol. 73, p. 3851-3853.
- [28] 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*, 2004, vol. B120, p. 104-108.
- [29] ZHANG, Q. M.; PAN, W. Y.; CROSS, L. E. Laser inerferometer for the study of piezoelectric and electrostrictive strains. *Journal of Applied Physics*, 1988 vol. 63, p.2492-2496.
- [30] ŠULC, M.; BURIANOVÁ, L. Studium piezoelektrických dějů pomocí laserové interferometrie. *Jemná mechanika a optika*, 2001, vol. 10, p. 338-343.
- [31] KHOLKIN, A.; WUTCHRIC, Ch.; TAYLOR, D. V.; SETTER, N. Interferometric measurements of electric field-induced displacements in piezoelectric thin films. *Review of Scientific Instruments*, 1996, vol. 67, p. 1935-1941.
- [32] PAN, W. Y.; CROSS, L. E. A sensitive double beam laser interferometer for studying high-frequency piezoelectric and electrostrictive strain. *Review of Scientific Instruments*, 1989, vol. 60, p. 2701-2705.
- [33] NOSEK, J.; ŠULC, M.; BURIANOVÁ, L.; SOYER, C.; CATTAN, E.; REMIENS, D. Non-linear piezoelectric properties of the thin $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ (PZT) films deposited on the Si-substrate, *Journal of the European Ceramic Society*, 2005, vol. 25, p. 2257-2261.
- [34] RADOBERSKÝ T. Nelineární charakteristiky tenkých piezoelektrických vrstev. Bakalářská práce, Liberec, TUL, 2007.

- [35] 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*, 2003, vol. 93, p. 4756-4760.
- [36] ŠULC, M. Způsob měření piezoelektrických posunutí pomocí laserového interferometru a laserový interferometr k provedení tohoto způsobu. EP CZ296137 (2006).

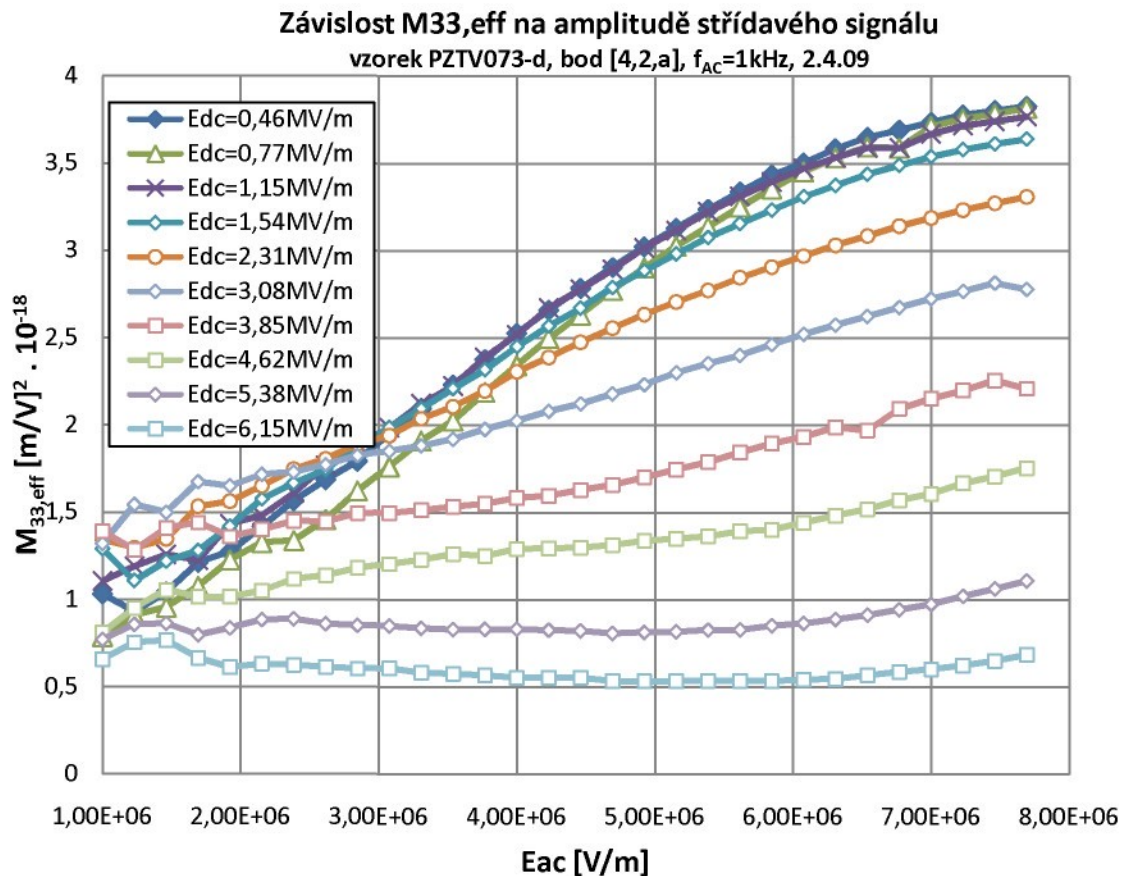
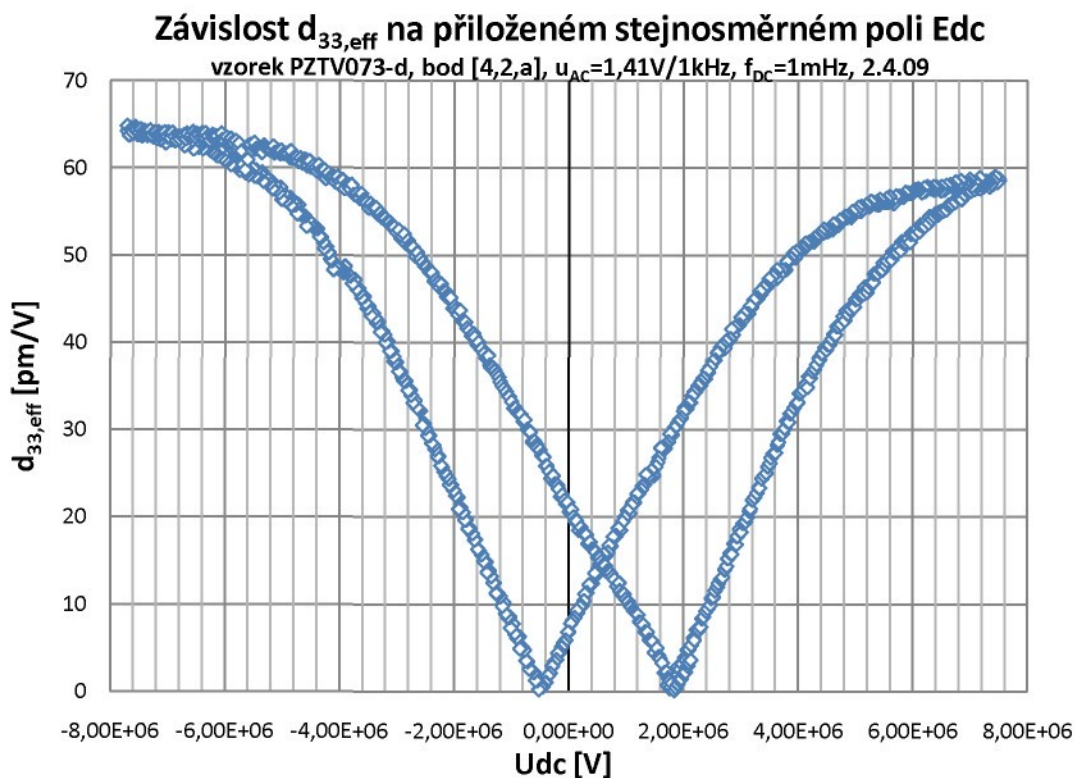
Příloha

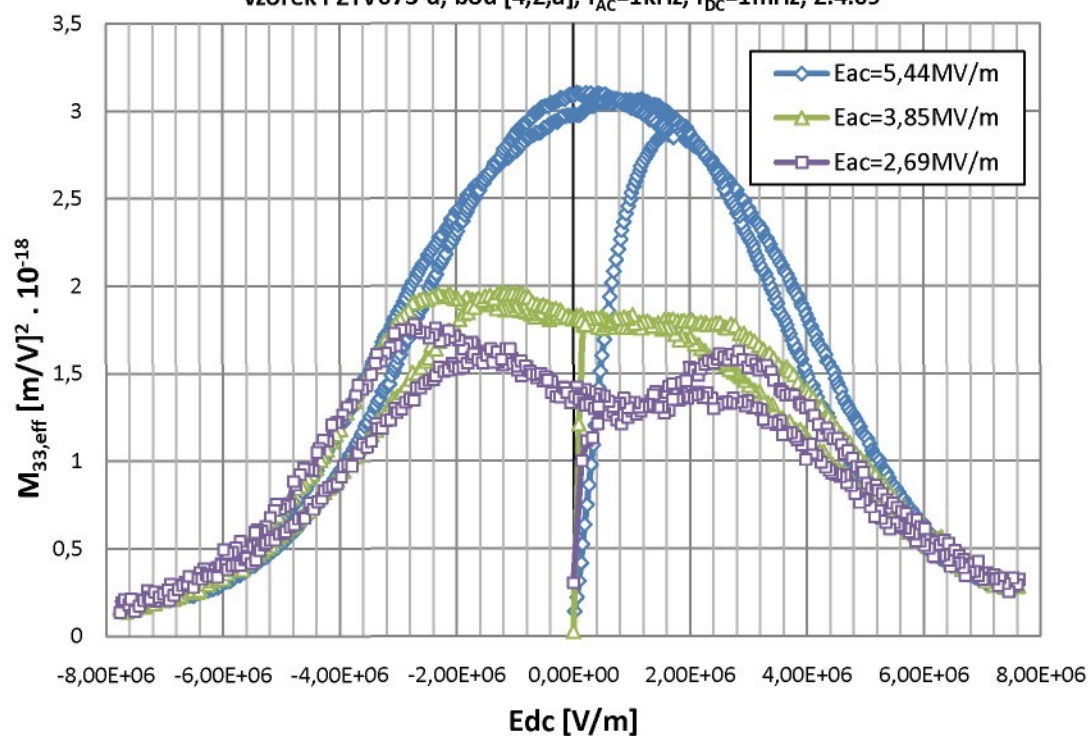
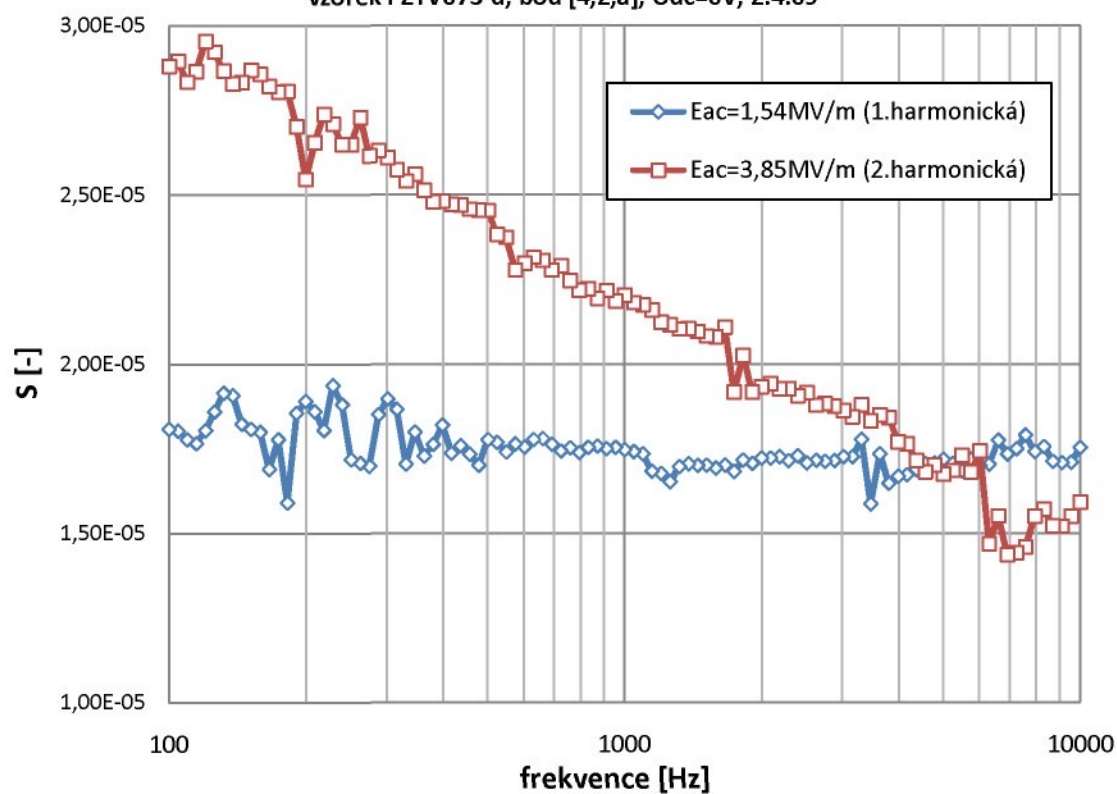
Naměřené závislosti vzorků:

Vzorek PZTf073-a	...	...	...	...	...	...	...	II
Vzorek PZTf073-d	...	...	...	...	...	...	...	III
Vzorek No2	...	...	...	...	...	...	...	V
Vzorek No3	...	...	...	...	...	...	...	VI
Vzorek PZT-1	...	...	...	...	...	...	...	VIII
Vzorek PZT-2	...	...	...	...	...	...	...	IX
Vzorek PZT-3	...	...	...	...	...	...	...	X

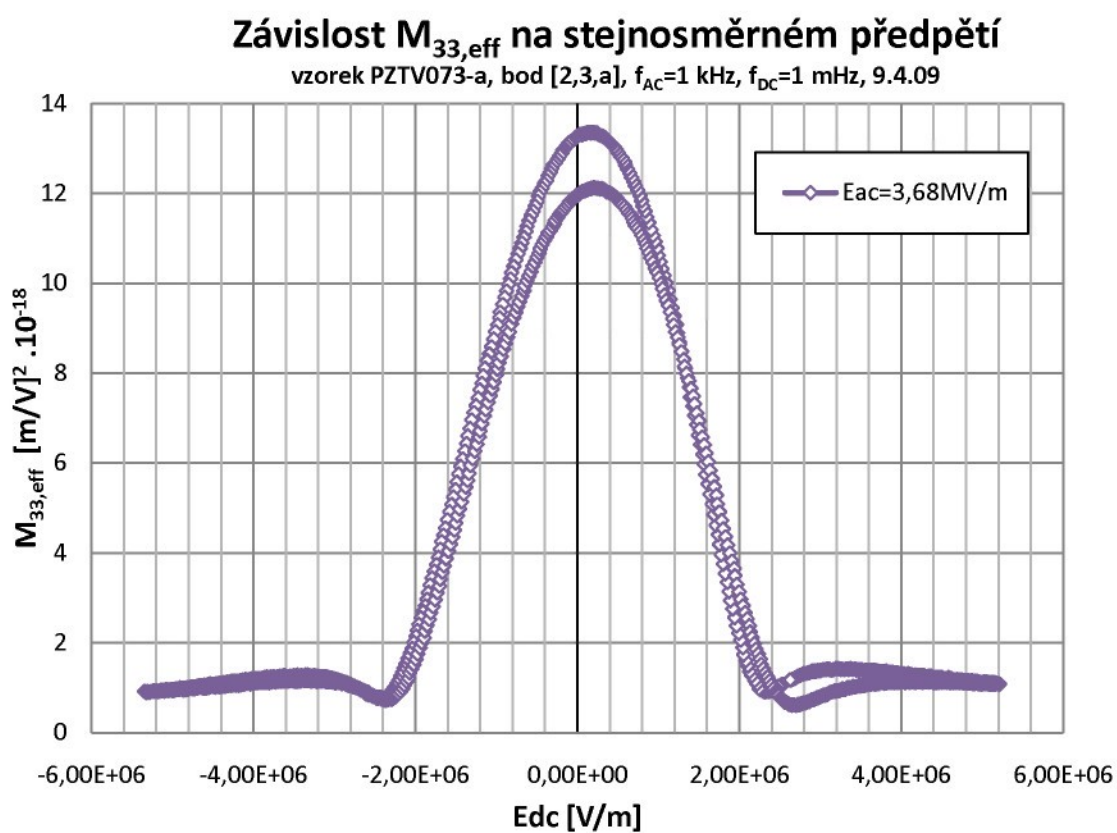
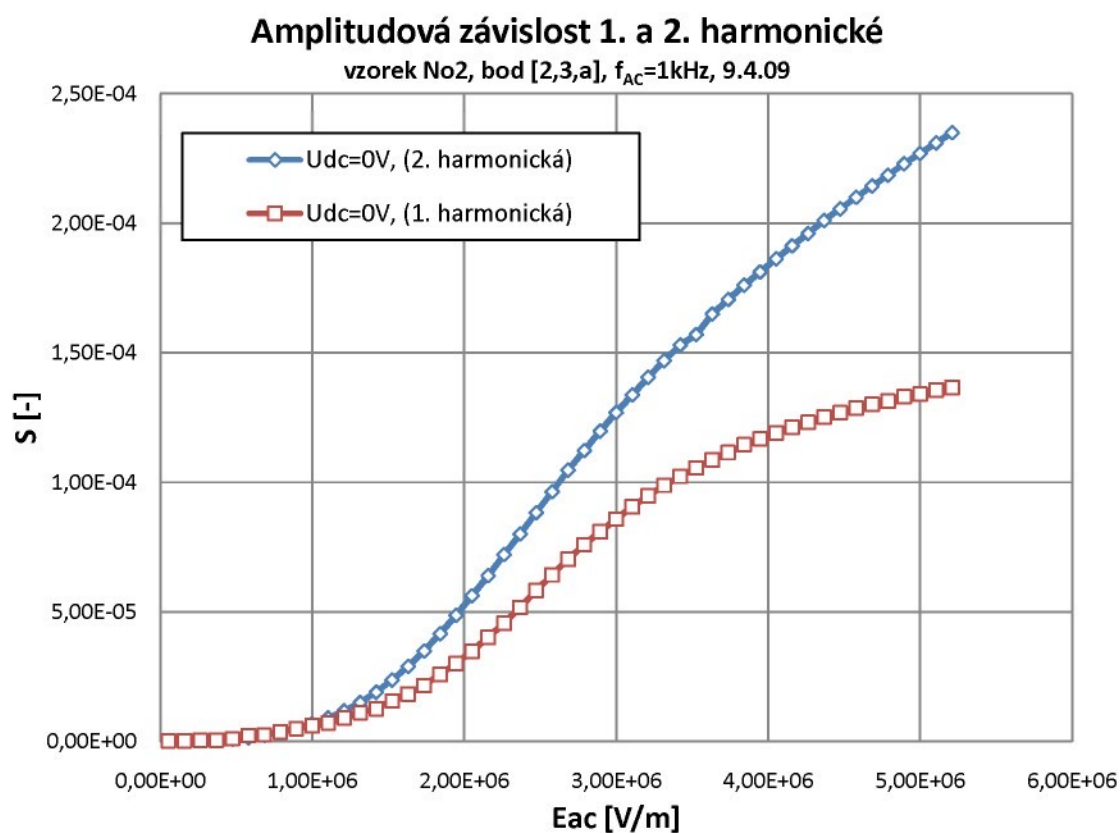
Vzorek PZTf073-a:**Amplitudová závislost 1. a 2. harmonické**vzorek PZTV073-a, bod [3,5,a], $f_{AC}=1\text{kHz}$, 1.4.09**Frekvenční charakteristiky**vzorek PZTV073-a, bod [5,3,a], $U_{dc}=0V$, 1.4.09

Vzorek PZTf073-d:



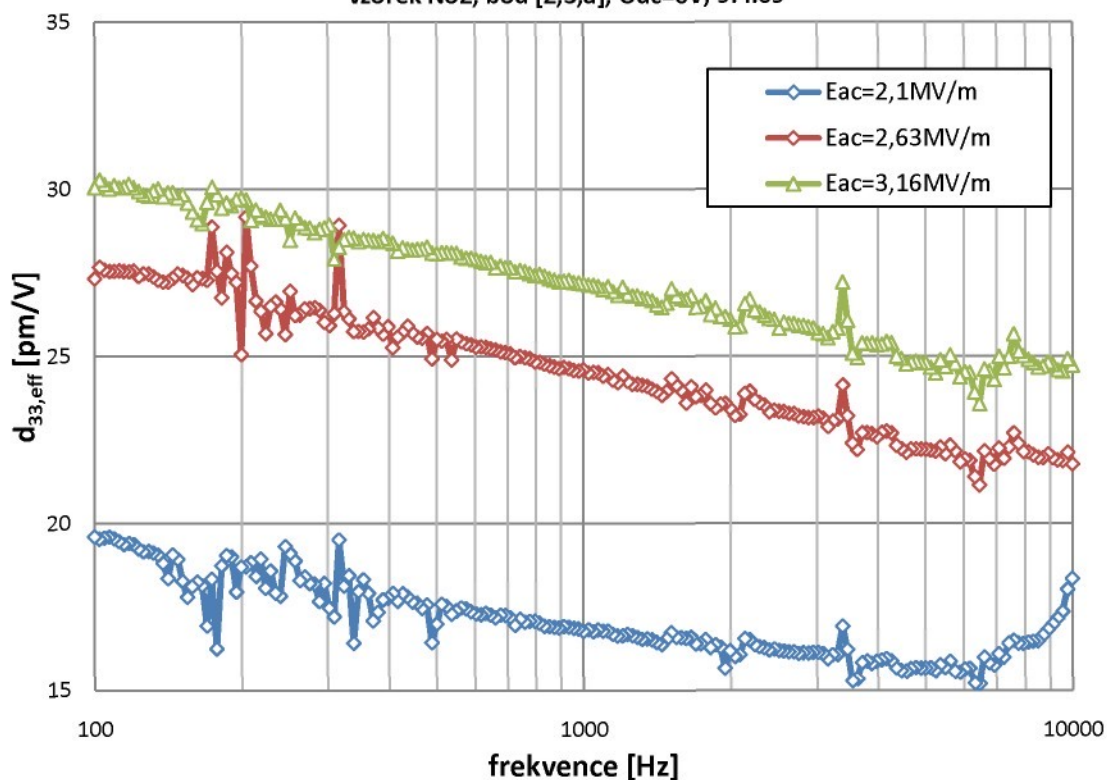
Závislost $M_{33,eff}$ na přiloženém stejnosměrném předpětívzorek PZTV073-d, bod [4,2,a], $f_{AC}=1\text{kHz}$, $f_{DC}=1\text{mHz}$, 2.4.09**Frekvenční charakteristiky**vzorek PZTV073-d, bod [4,2,a], $U_{dc}=0\text{V}$, 2.4.09

Vzorek No2:



Frekvenční závislost $d_{33,eff}$

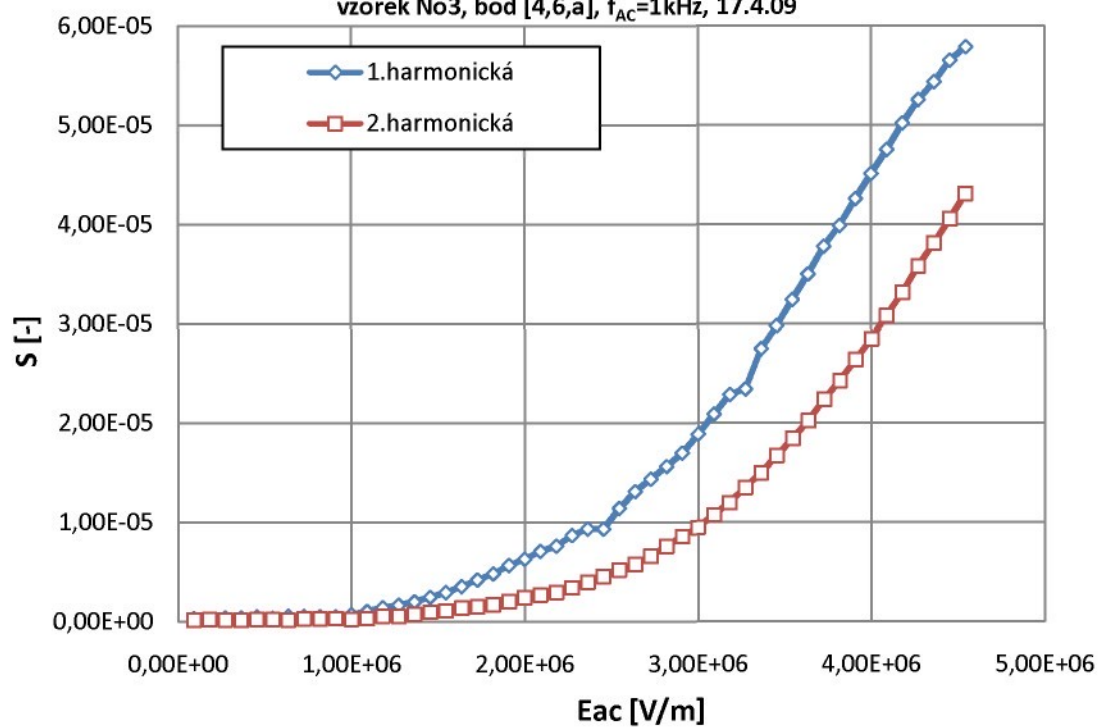
vzorek No2, bod [2,3,a], $U_{dc}=0V$, 9.4.09



Vzorek No3:

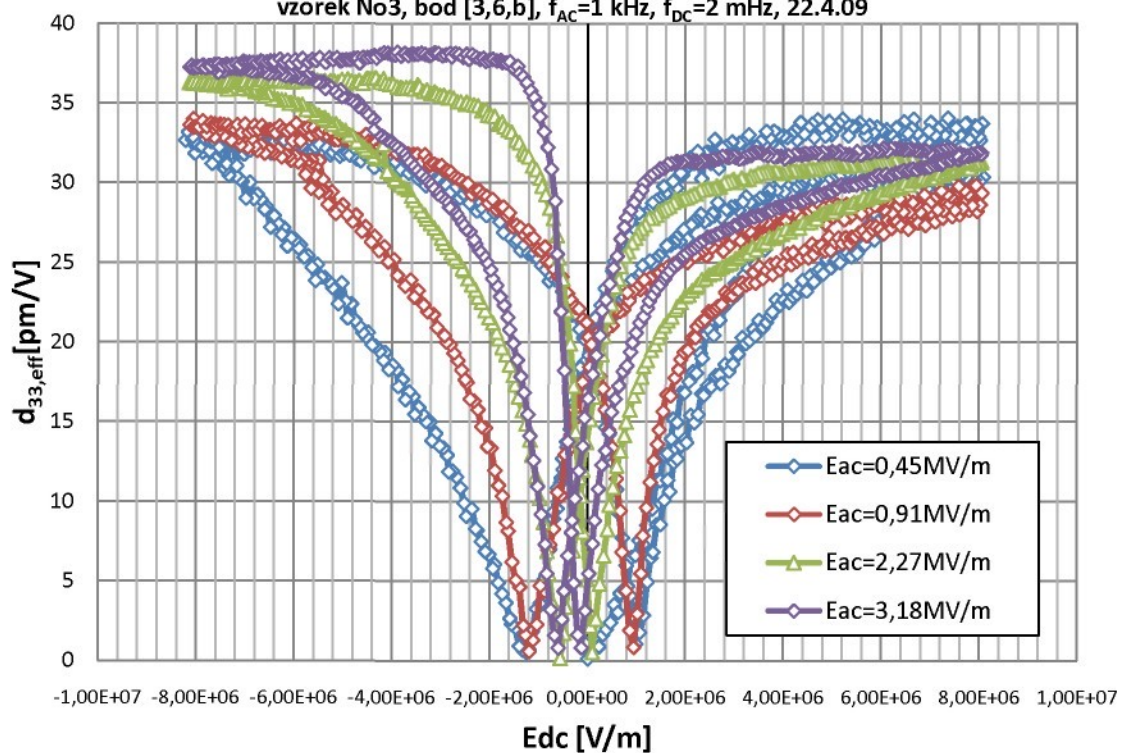
Amplitudová závislost 1. a 2. harmonické

vzorek No3, bod [4,6,a], $f_{AC}=1\text{ kHz}$, 17.4.09



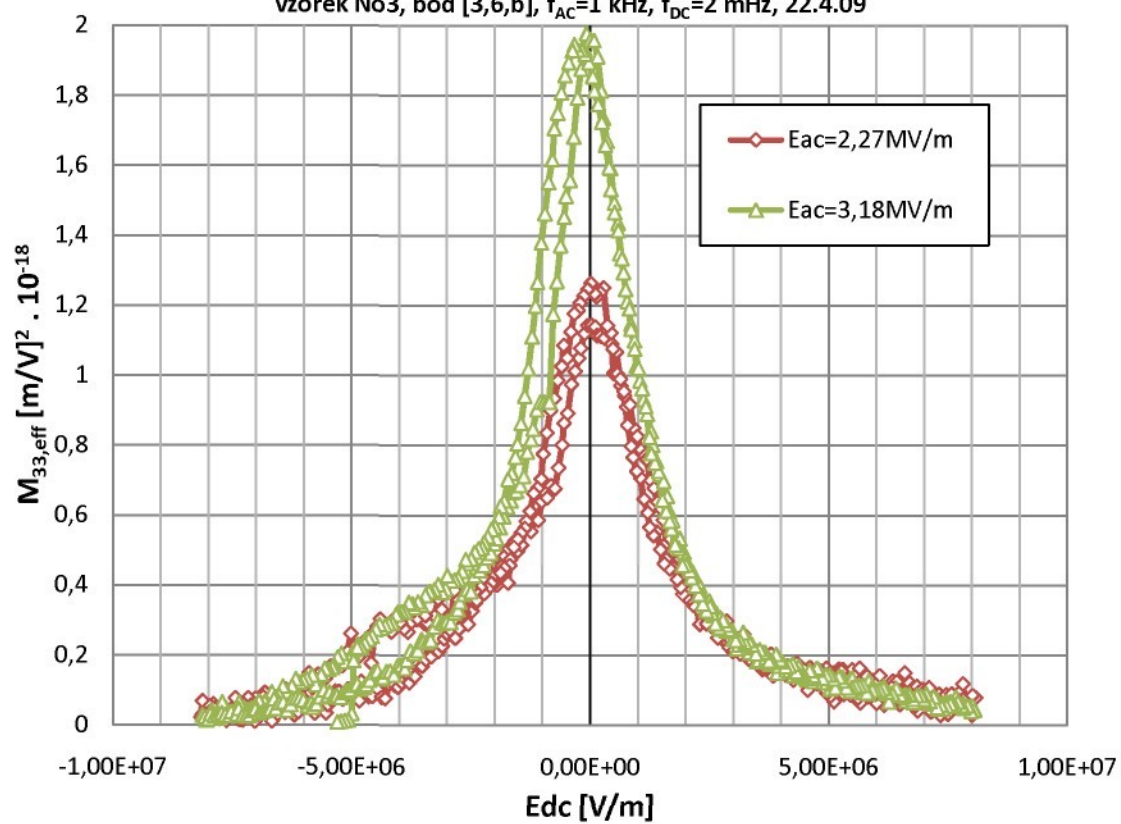
Závislost $d_{33,eff}$ na přiloženém stejnosměrném poli

vzorek No3, bod [3,6,b], $f_{AC}=1$ kHz, $f_{DC}=2$ mHz, 22.4.09



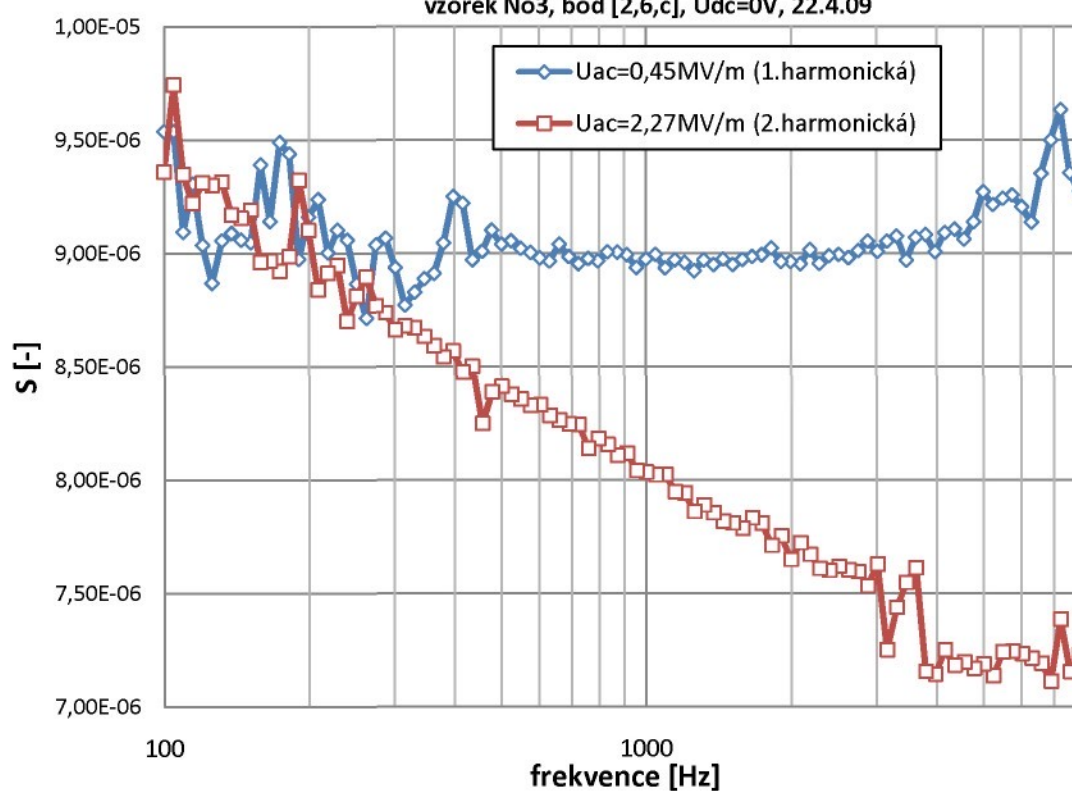
Závislost $M_{33,eff}$ na přiloženém stejnosměrném EDC

vzorek No3, bod [3,6,b], $f_{AC}=1$ kHz, $f_{DC}=2$ mHz, 22.4.09



Frekvenční závislost 1. a 2. harmonické

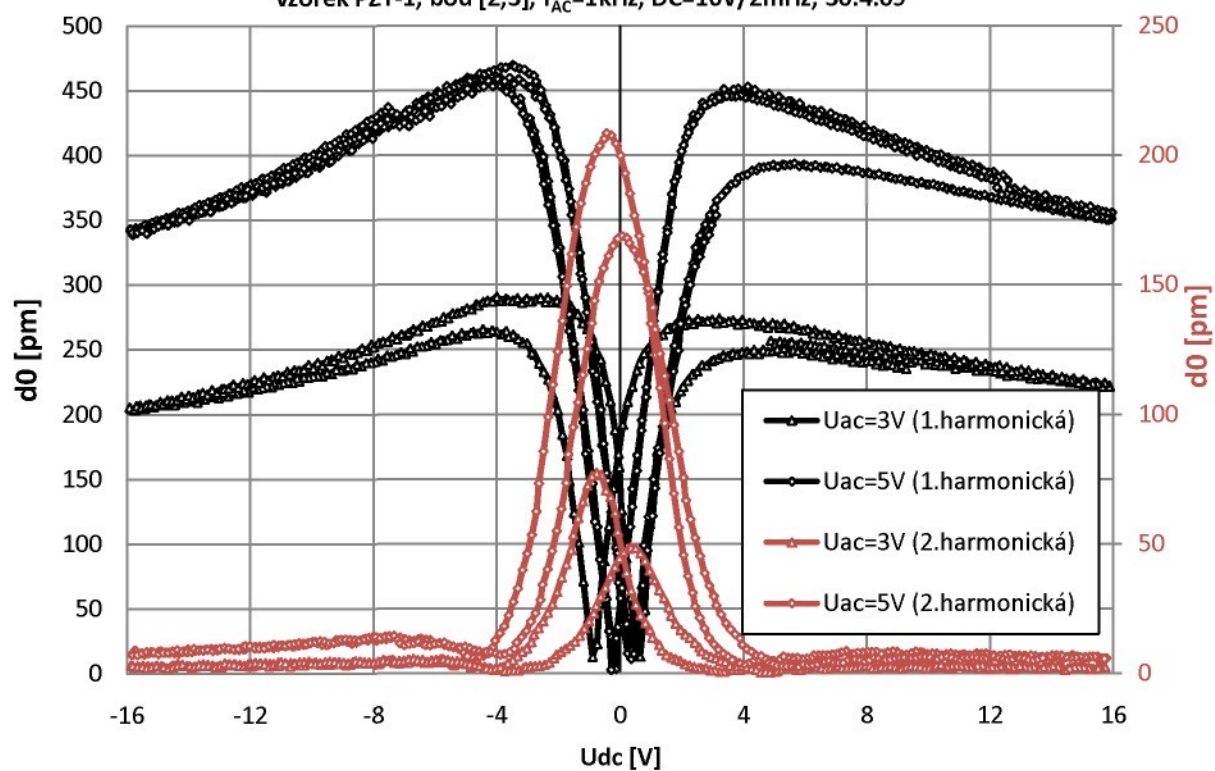
vzorek No3, bod [2,6,c], $U_{dc}=0V$, 22.4.09



Vzorek PZT-1

Přepětová závislost 1. a 2. harmonické

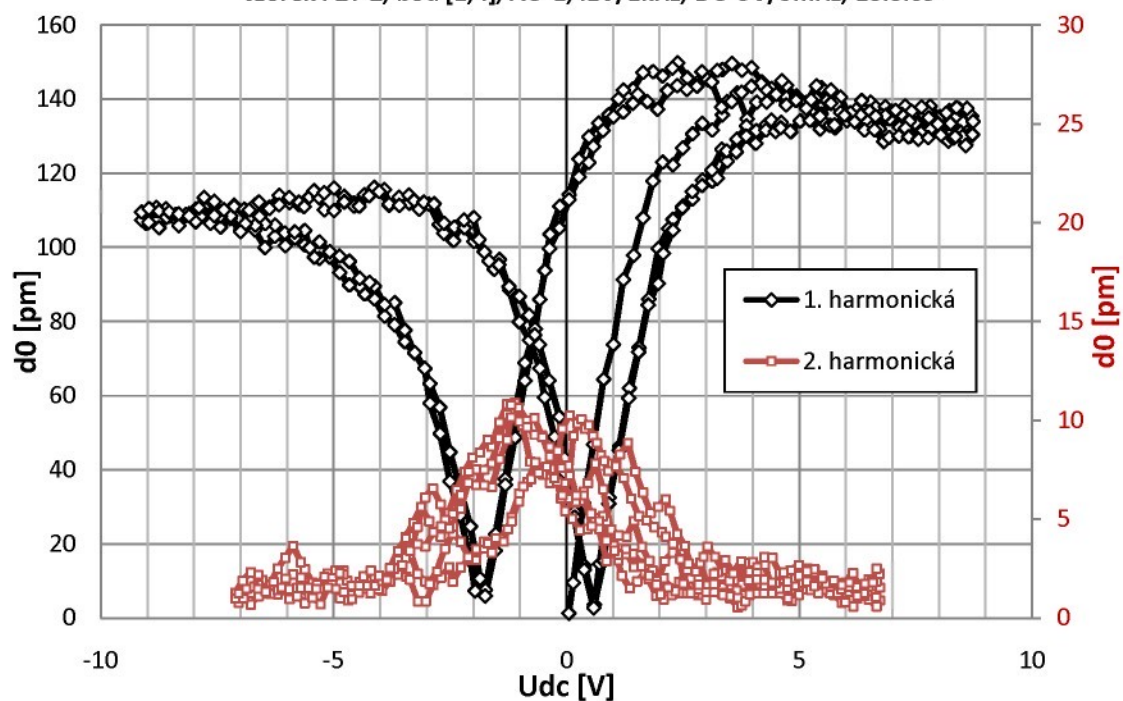
vzorek PZT-1, bod [2,3], $f_{AC}=1kHz$, $DC=16V/2mHz$, 30.4.09



Vzorek PZT-2:

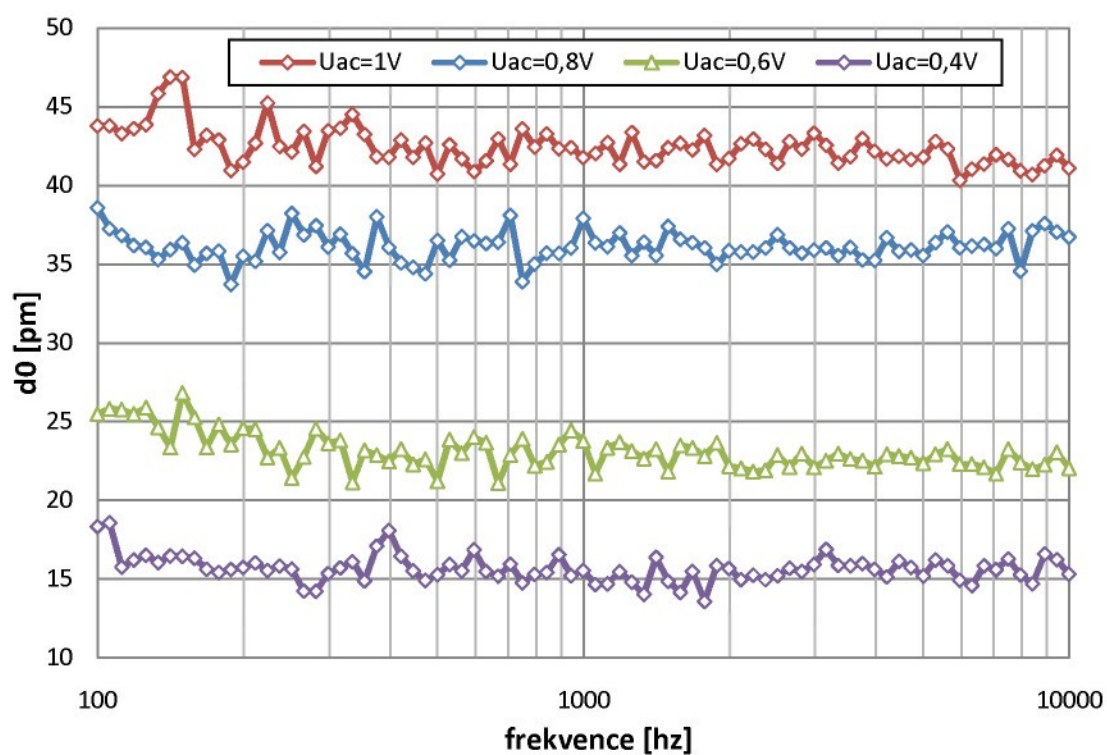
Předpětová závislost 1. a 2. harmonické

vzorek PZT-2, bod [1,4], AC=1,41V/1kHz, DC=9V/5mHz, 13.3.09



Frekvenční charakteristiky 1.harmonické

vzorek PZT-2, bod [1,4], $U_{dc}=0$ V, 13.3.09



Vzorek PZT-3

Předpětová závislost 1. a 2. harmonické

vzorek PZT-3, bod [1,6], AC=1,41V/1kHz, DC=15V/5mHz, 11.3.09

