

文章编号:1004-2474(2016)05-0783-04

基于磁控溅射的 Love 波器件 ZnO 波导层制备研究

文常保, 马跃, 姜燕妮, 马琼, 李演明, 巨永锋

(长安大学 电子与控制工程学院 微纳电子研究所, 陕西 西安 710064)

摘要:以 ZnO 为靶材, 采用射频磁控溅射技术, 在制备有叉指换能器 (IDT) 的 LiNbO₃ 衬底上制备了具有 ZnO 波导层的 Love 器件。在制备过程中, 溅射室真空度为 4.0×10^{-4} Pa, 溅射气压为 5.4 Pa, 溅射时间为 400 min, 溅射温度 150 °C。使用 X 线衍射仪对 ZnO 波导层的晶向和微观结构进行分析, 并用网络分析仪对以 ZnO 为波导层的 Love 波器件进行响应特性分析。测试结果表明, 制备的 ZnO 波导层具有高度 (002) 择优取向, 平均晶粒尺寸为 50.99 nm, 内应力较小。以该 ZnO 为波导层的 Love 器件的中心频率为 101.764 MHz, 插入损耗为 -21.2 dB, 具有较好的响应特性。

关键词: Love 波器件; 磁控溅射; 波导层; ZnO; 微观结构; 晶粒尺寸

中图分类号: TN64; TN04 **文献标识码:** A

Research on ZnO Waveguide Layer Preparation of Love Wave Device Based on Magnetron Sputtering

WEN Changbao, MA Yue, JIANG Yanni, MA Qiong, LI Yanming, JU Yongfeng

(Institute of Micro-nanoelectronics, School of Electronics and Control Engineering, Chang'an University, Xi'an 710064, China)

Abstract: The Love wave device with ZnO waveguide layer on LiNbO₃ substrate with IDT has been prepared by using the ZnO as the target and the radio frequency magnetron sputtering technology. In the preparation procedure, the vacuum degree was up to 4.0×10^{-4} Pa, the sputtering pressure was 5.4 Pa, the sputtering time was 400 min and the sputtering temperature was 150 °C. The ZnO waveguide layer is investigated by X-ray diffraction in order to analysis the crystallographic orientation and the microstructure, and the network analyzer is used to analyze the response characteristics of Love wave device with ZnO waveguide layer. The results show that the prepared ZnO waveguide layer has higher (002) preferential orientation. The average grain size is 50.99 nm and it has smaller internal stress. The center frequency of Love wave device with ZnO waveguide layer is 101.764 MHz, and it has low insertion loss of 21.2 dB and good response characteristics.

Key words: Love wave device; magnetron sputtering; waveguide layer; ZnO; micro-structure; grain size

0 引言

Love 波是一种剪切横波, 它是由沉积在半无限压电基片上的叉指换能器 (IDT) 激发, 并在波导层中传播的声波^[1]。因为 Love 波的质点振动方向平行于基底表面, 且能量主要分布于波导层中, 与基片表面及波导层负载间的耦合很小, 所以 Love 波器件不仅可以作为固体物质传感器使用, 尤其适合在液体或固液共存情况下的测量^[2-3], 这是其他类型声波器件不具备的。此外, Love 波器件具有响应速度快及体积小等优点, 因此, 在生物传感器及分析芯片等领域得到

了广泛应用。

理想 Love 波器件的波导层是一种体横波速度、密度均小于压电基片材料体横波速度、密度的材料, 且要求其具有良好的弹性特性和低的声吸收性能。目前, 已发现可作为 Love 波波导层的材料有聚甲基丙烯酸甲酯、SiO₂ 及 ZnO 等^[4-6]。其中, ZnO 材料用于波导层时, 不仅具有较低的体横波传播速度, 且其具有的压电特性, 在一定程度上提高了 Love 波器件的机电耦合性能和转换效率。另外, ZnO 波导层表面自由能高, 吸附能力较强, 生物兼容性强, 亲水性好,

收稿日期: 2015-11-02

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (60806043); 陕西省自然科学基金基础研究计划基金资助项目 (2015JM6271); 中央高校教育教学改革专项基金资助项目 (jgy16017 和 jgy16096)

作者简介: 文常保 (1976-), 男, 山西运城人, 教授, 博士/博士后, 主要从事真空微纳电子器件、信息处理器件及传感器的研究。Email: estlab@chd.edu.cn.

为生物分子提供良好的生物活性表面。因此,具有 ZnO 波导层材料的 Love 波器件在质量敏感、生物传感器等领域已得到广泛应用^[6-7]。

目前,制备 ZnO 波导层的方法可用化学气相沉积法、磁控溅射及溶胶-凝胶法(Sol-Gel)等^[7-10]。尽管化学气相沉积法和 Sol-Gel 法具有成本低,制备简单等特点,但同时存在成膜质量不高,重复性差等不足,不利于高质量、大批量器件的制备。磁控溅射法制备 ZnO 材料尽管存在操作复杂,设备昂贵等问题,但该方法制备的 ZnO 波导层质量高,镀膜面积大,附着力强^[11],且具有工艺参数可控性强,器件的重复性好等优点。

本文基于 Love 波器件中波导层材料的需求,以及磁控溅射法可制备高质量 ZnO 波导层的特点,提出了一种利用磁控溅射方案制备 Love 波器件中 ZnO 波导层的研究方案。

1 Love 波器件结构及 ZnO 波导层的特性

分析

图 1 为 Love 波器件的结构。图中,S 为压电基片,P 为波导层。IDT 位于压电基片 S 上,且覆盖在波导层 P 中。Love 波在压电基片和波导层中产生的质点位移分别为 w_s 和 w_p 。 ρ 和 μ 为压电基片的密度和剪切模量, h 为波导层厚度。

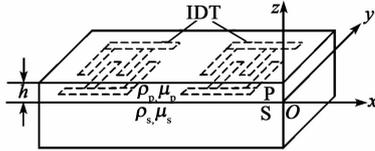


图 1 Love 波器件结构

当 IDT 上施加电信号时,由于压电基片的逆压电效应,会在波导层中产生沿 x 轴正向传播的 Love 波。当半无限基底占据 $Z < 0$ 的空间,波导层占据 $(0, h)$ 区域时,由于 Love 波模态为水平剪切波,所以质点仅在 h 内存在位移变化。

由动力学方程可得压电基片与波导层的波动方程为

$$\frac{\partial^2 w_k}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 w_k}{\partial z^2} = \frac{1}{c_{ik}^2} \frac{\partial^2 w_k}{\partial t^2} \quad (1)$$

式中: t 为时间; w_k 为位移量; $v_{is} = \sqrt{\mu_1/\rho_1}$ 为 Love 波在基片的传播速度; $v_{ip} = \sqrt{\mu_2/\rho_2}$ 为 Love 波在波导层中的传播速度。

根据压电效应和电磁场理论,Love 波器件在弹性限度范围内,其场致应力主要由应变和电场产生。因此,可得 Love 波器件中的本构关系式为

$$\begin{cases} \mathbf{G} = \mathbf{CS} - \mathbf{eE} \\ \mathbf{T} = \mathbf{e}^T \mathbf{S} + \mathbf{KE} \end{cases} \quad (2)$$

式中: \mathbf{G} 为应力矩阵; \mathbf{T} 为电位移矢量; \mathbf{S} 为应变矩阵, \mathbf{E} 为电场强度矩阵; \mathbf{C} 为弹性刚度矩阵; \mathbf{e} 为压电应力矩阵; \mathbf{K} 为介电常数矩阵。

此时可得 Love 波的频率方程为

$$\tan(r_p m_1 h) = \frac{r_s \rho_s (v_{is})^2}{r_p \rho_p (v_{ip})^2} \quad (3)$$

式中: $r_s = \sqrt{1 - \left(\frac{v_L}{v_{is}}\right)^2}$; $r_p = \sqrt{\left(\frac{v_L}{v_{ip}}\right)^2 - 1}$, v_L 为器件中 Love 波的声传播速度。

由式(1)~(3)可推导出 Love 波在器件、压电基片、波导层中的传播速度间的关系为 $v_{ip} < v_L < v_{is}$ 。同时,从式(1)~(3)可知,波导层材料的各项参数对 Love 波的传播特性影响较大,进而影响到整个 Love 波器件的频率响应、损耗等各种性能参数。因此,提高波导层材料的成膜质量,是制备高性能 Love 波器件的关键。

2 实验

为提高 Love 波器件的机电耦合效率(k^2)、减小损耗,这里选用 $k^2 = 5.5\%$ 的 128° YX-LiNbO₃ 晶体作为器件的压电基片材料。

为抑制因电极质量而引起的二次负载效应,选取质量轻,电阻率小的 Al 作为 IDT 的制备材料。采用直流溅射工艺制备 Al 膜,且采用紫外光曝光法在 128° YX-LiNbO₃ 上制备了 Al 叉指换能器。

ZnO 波导层的制备采用 JGP450 磁控溅射系统,靶材采用纯度为 99.99% 的 ZnO 靶,溅射功率 70 W,溅射 400 min,溅射气压 5.4 Pa,溅射温度 150°C 。具体 ZnO 波导层的制备工艺及流程为:

1) 安放基片和靶材。打开冷却水循环系统,确保各水路畅通。将制备有 IDT 的 LiNbO₃ 基片固定在载物台,调整溅射靶台,使其与基片的距离为 6 cm,同时与基片夹角为 15° 。关闭溅射室检测气密性,同时关闭溅射挡板。

2) 溅射室抽真空。打开复合真空计,启动机械泵,同时开启直流加热电源对衬底进行加热。抽取真空过程可分为粗抽和细抽两步。首先打开粗抽阀,待真空度抽至小于 10 Pa 时,再关闭粗抽阀,然后启动电磁阀,打开阀门,启动分子泵进行细抽,直到抽至真空度为 4.0×10^{-4} Pa。

3) ZnO 波导层的溅射。在确认关闭电离规后,打开 Ar 气瓶总阀,将减压阀调到约 0.3 MPa,再打开 Ar 气充气阀,向真空室充入 Ar 气。然后将按钮调到

阀控位置,开起流量显示仪监测 Ar 气进入溅射室的流量,接着调节阀门以使溅射室内的气压值达到溅射气压 5.4 Pa。溅射气压稳定后打开射频电源,调节功率使溅射室内起辉,再继续调节到所需溅射功率 70 W。为清除 ZnO 靶材残留杂质,需预溅射 10 min,最后开样品旋转控制台,打开样品挡板开始镀膜,溅射持续时间为 400 min。

4) 完成 ZnO 波导层溅射,取出器件。ZnO 波导层制备完成后关闭射频电源,先关闭 Ar 气充气阀,再关闭阀门,冷却一段时间后打开充气阀充入大气并取出器件。

图 2 为制备有 ZnO 波导层的 Love 波器件。

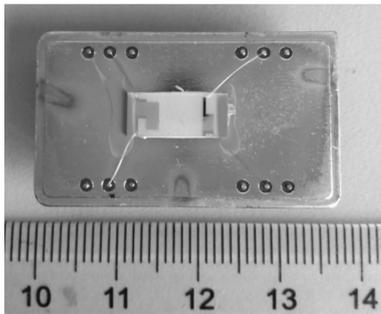


图 2 具有 ZnO 波导层的 Love 波器件

3 结果与分析

3.1 ZnO 波导层结晶取向分析

ZnO 波导层的 *c* 轴取向对 Love 波器件的性能影响较大,但由于溅射气压及温度等工艺参数的不同,ZnO 材料的结晶取向会有差别,所具有的物理性质也不同。这里为表征所制备 ZnO 波导层的结晶取向,采用 ADVANCE X 线衍射(XRD)仪对生长在 LiNbO₃ 上的 ZnO 波导层进行 XRD 分析。

图 3 为制备的 ZnO 波导层的 XRD 图谱。由图可看出,在 LiNbO₃ 基片上生长的 ZnO 波导层,其衍射角 $2\theta=20^\circ\sim 60^\circ$,仅在 34.3° 处附近出现一个较强的衍射峰,峰值约为 1 100。此峰对应于 ZnO 标准粉末(002)晶面衍射峰,说明在 LiNbO₃ 基片上生长的 ZnO 波导层具有高度(002)择优取向,其 *c* 轴垂直于衬底表面生长。

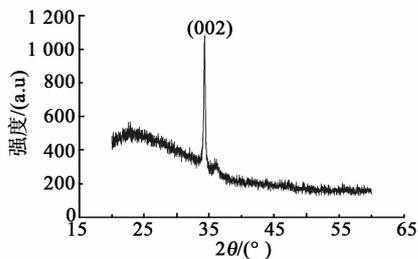


图 3 ZnO 波导层的 XRD 图谱

3.2 ZnO 波导层微观结构分析

在 ZnO 波导层生长过程中,由于受各种因素的影响,难以形成大规模且形态规则的晶体,而是由颗粒状聚拢形成 ZnO 晶粒,微观结分析可在数值方面反映 ZnO 波导层的成膜质量。图 4 为制备的 ZnO 波导层 XRD 拟合图谱。

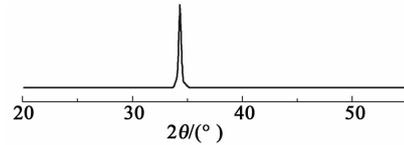


图 4 XRD 拟合图谱

根据 Scherrer 公式可得晶体的直径为

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4)$$

式中: $K=0.94$ 为 Scherrer 常数; β 为衍射峰的半高宽; $\lambda=0.154\ 059\ 8\ \text{nm}$ 为 X 线波长; θ 为衍射角。

从图 4 和式(4)可计算出 ZnO 波导层的半高宽和晶粒尺寸间关系如表 1 所示。

表 1 ZnO 波导层的微结构

时间/min	温度/ $^\circ\text{C}$	β/rad	D/nm
400	150	0.002 84	50.99

用磁控溅射法制备的 ZnO 波导层属于多晶薄膜,波导层是通过岛状结构连接生长起来的,所以薄膜内部包含许多大小不等的晶粒。晶粒的尺寸直接影响薄膜的内部晶界能量及其薄膜的整体质量,晶粒尺寸越大,晶界越少,缺陷就越少,所以成膜质量越高。实验中,所制备的 ZnO 波导层的平均晶粒尺寸为 50.99 nm,属于较大晶粒尺寸,说明制备的 ZnO 波导层结晶化程度高,成膜质量好。

3.3 Love 波器件的响应特性

使用 Agilent E5062A ENA-L 射频网络分析仪,对所制备的具有 ZnO 波导层 Love 波器件的响应特性进行了测量,结果如图 5 所示。

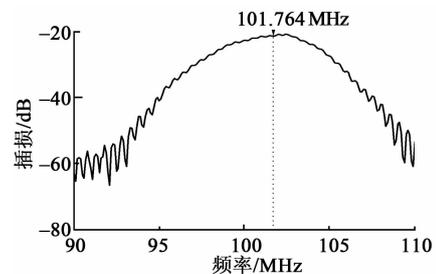


图 5 Love 波器件的响应特性

由图 5 可看出,以制备的 ZnO 为波导层的 Love 波器件的中心频率为 101.764 MHz,且插入损耗为 $-21.2\ \text{dB}$,具有好的响应特性。

对于 ZnO 波导层,它属于六方晶系,各个微晶的 c 轴都垂直于薄膜表面或基体表面择优取向。这是由于 ZnO 晶面(002)具有最小的表面自由能,只要衬底温度、工作压力、沉积速率、靶材与衬底的距离等参数合适,溅射到基片表面原子就有足够的扩散能迁移到最低表面能(002)晶面,从而(002)晶面不断生长,其他晶面的生长受抑制形成(002)薄膜呈择优取向。

在 ZnO 波导层生长的过程中,由于 LiNbO_3 基片和 ZnO 存在晶格失配问题,开始生长的 ZnO 薄膜一般存在位错等晶体缺陷,这些缺陷破坏了晶体结构的完整性,由此产生内应力。由式(2)可知,波导层的内应力影响 Love 器件的本构关系,进而影响波在波导层的传播特性。

内应力的存在会导致微观应变,微观应变的存在使 ZnO 波导层的 XRD 图谱出现半高宽增加效应,因微观应变而导致半高宽增加的宽度为 $F_w(s)$ 。为了分析制备的 ZnO 波导层的微观应变,作出 $\sin \theta - F_w(s) \cdot \cos \theta$ 曲线,如图 6 所示。

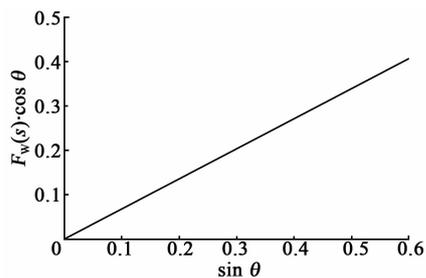


图 6 ZnO 波导层的微观应变图谱

图 6 中,直线的斜率是 ZnO 波导层微观应变的 2 倍,直线通过原点,说明制备的 ZnO 波导层没有明显的缺陷和晶格畸变。制备的 ZnO 波导层有较小的微观应变变量(0.338 7),说明 ZnO 波导层缺陷较小,内应力小,成膜质量比较高。

4 结束语

本文利用磁控溅射在 LiNbO_3 基底上制备了 ZnO 波导层,通过 XRD 制备的 ZnO 波导层的结晶取向性和微观结构进行分析,并通过网络分析仪对具有 ZnO 波导层的 Love 器件的频谱特性进行分析。结果表明,用磁控溅射制备的 ZnO 波导层有很高的 c 轴择优取向,衍射峰峰值强、衍射角接近 34.4° ,晶粒尺寸大,内应力小,整体成膜质量好。以该 ZnO 为波导层的 Love 器件插入损耗低,响应特性较好。

参考文献:

[1] LIU Tingwei, LIN Yuching, TSAI Yaochuan, et al. Evidence of a Love wave bandgap in a quartz substrate

coated with a phononic thin layer[J]. Appl Phys Lett, 2014,104(18):181905.

- [2] LIU Jiansheng, WANG Lijun. Dynamics and response of a humidity sensor based on a Love wave device incorporating a polymeric layer[J]. Sensors & Amp Actuators;B Chemical, 2014,204:50-56.
- [3] 翟奎修,王晓丹,王磊,等.基于声表面波传感器的液体运动粘度测量方法[J].压电与声光,2011,33(5):691-694. ZHAI Kuixiu, WANG Xiaodan, WANG Lei, et al. Method of liquid kinematic viscosity measurement based on SH-SAW sensor[J]. Piezoelectrics & Acousto-optics, 2011, 33(5):691-694.
- [4] 文常保,靳雪莹,马跃,等.一种 Love 波器件三维建模及特性研究[J].压电与声光,2015,37(4):599-602. WEN Changbao, JIN Xueying, MA Yue, et al. Study on a three-dimensional modeling and properties of Love wave device[J]. Piezoelectrics & Acousto-optics, 2015, 37(4):599-602.
- [5] WANG W, XIE X, CHEN G, et al. Temperature-compensated Love wave based gas sensor on waveguide structure of $\text{SiO}_2/36^\circ\text{YX-LiTaO}_3$ [J]. Smart Materials and Structures, 2015,24(6):065019.
- [6] 袁小平,何杰,刘荣贵,等.声表面波生物传感器发展与应用[J].压电与声光,2014,36(6):865-871. YUAN Xiaoping, HE Jie, LIU Ronggui, et al. Development and applications of SAW biosensor technology[J]. Piezoelectrics & Acousto-optics, 2014, 36(6):865-871.
- [7] OH H, FU C, KIM K, et al. Wireless and simultaneous detections of multiple bio-molecules in a single sensor using Love wave biosensor[J]. Sensors (Switzerland), 2014,14(11):21660-21675.
- [8] WEN Bin, LIU Chaoqian. Effect of doped boron on the properties of ZnO thin films prepared by sol-gel spin coating[J]. Chemical Research in Chinese Universities, 2014, 30:509-512.
- [9] 张瑶,朱伟欣,周冬,等.溅射气压对蓝宝石基 ScAlN 薄膜的影响[J].压电与声光,2015,37(4):693-696. ZHANG Yao, ZHU Weixin, ZHOU Dong, et al. Influence of sputtering pressure on crystal structure and piezoelectric response of ScAlN thin film on sapphire substrate[J]. Piezoelectrics & Acousto-optics, 2015,37(4):693-696.
- [10] 王松,李晖,陈勇,等.调质 40Cr 磁控溅射制备 CrN 涂层工艺优化设计[J].重庆理工大学学报(自然科学版),2013(12):38-43. WANG Song, LI Hui, CHEN Yong, et al. Process optimization design of CrN coating deposited on quenched and tempered 40Cr steel by magnetron sputtering[J]. Journal of Chongqing University of Technology(Natural Science), 2013(12):38-43.
- [11] LIU W, CHEN W, WU S, et al. Improved crystal quality of transparent conductive Ga-doped ZnO films by magnesium doping through radio-frequency magnetron sputtering preparation[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2014, 97(2):473-480.