

文章编号:1004-2474(2017)06-0945-05

基于 PZT 压电薄膜的压力传感器工艺研究

刘园园, 谭晓兰

(北方工业大学 机械与材料工程学院, 北京 100144)

摘要:选用敏感材料锆钛酸铅(PZT),优化微机电系统(MEMS)微加工工艺,制作了硅基 PZT 压电薄膜叉指式电极结构的 MEMS 压力传感器。在基体 Au/Ti/LNO/SiO₂/Si<100>上,采用溶胶-凝胶(Sol-Gel)法,在650 °C 高温下采用分层退火的方式进行退火,得到厚 1.2 μm 的 PZT 压电薄膜。薄膜表面均匀,无裂纹。利用光刻工艺和低压溅射工艺得到平行叉指电极。制作完成 PZT 压电薄膜结构的微压力传感器,在弹性薄膜上施加压力,其电压输出性能较好,说明基于压电薄膜的叉指电极结构可行,为基于纳米纤维结构的微压力传感器的制作奠定了理论基础。

关键词:敏感材料;PZT 压电薄膜;MEMS 压力传感器;溶胶-凝胶(Sol-Gel);叉指电极

中图分类号:TN384;TP212 **文献标识码:**A

Study on the Process of Pressure Sensor Based on PZT Piezoelectric Thin Films

LIU Yuanyuan, TAN Xiaolan

(College of Mechanical and Materials Engineering, North China University of Technology, Beijing 100144, China)

Abstract: The silicon-based MEMS pressure sensor with interdigital electrode structure has been fabricated by using the PZT piezoelectric film and the optimized MEMS micromachining process. The PZT piezoelectric thin film with thickness of 1.2 μm on the substrate of Au/Ti/LNO/SiO₂/Si<100> was fabricated by using the Sol-Gel method and annealing at a temperature of 650 °C through the hierarchical annealing method. The film surface was uniform without crack. The parallel interdigital electrode was fabricated by using the lithography process and low pressure sputtering process. The micro pressure sensor with PZT piezoelectric thin film structure has been implemented. The pressure was applied to the elastic thin film and the voltage output performance was good. It indicates that the interdigital electrode structure based on the piezoelectric thin film is feasible, and this lays a theoretical foundation for the fabrication of micro pressure sensors based on the nanofiber structure.

Key words: sensitive material; PZT piezoelectric thin film; MEMS pressure sensor; Sol-Gel; interdigital electrode

0 引言

在半导体制造技术基础上发展起来的微机电系统(MEMS),是微电路和微机械按功能要求在芯片上的集成,基于光刻、腐蚀等半导体技术,融入超精密机械加工,并结合材料、力学、化学及光学等,使一个毫米或微米级别 MEMS 系统具备精确而完整的电气、机械、化学、光学等特性。MEMS 压力传感器具有体积小,质量小,功耗低,耐用性好,价格低,性能稳定等优点,是工业控制、医疗行业、航空航天及军事行业等领域中应用最广泛的传感器之一^[1-3]。尽管目前已有不少应用,但整体来说 MEMS 市场仍处于起步阶段,大量的 MEMS 系统仍具备广阔的

市场潜力。

探索新材料工艺,研究可用于制备多功能和智能微器件的新材料也是 MEMS 的一个重要研究方向,越来越受到多学科领域的广泛重视。在现有的压电薄膜中,使用比较普遍的是锆钛酸铅(PZT)。PZT 薄膜的各项指标良好,具有较好的压电性、铁电性、热释电性,以及电光和非线性光子特性,适用于微电子学、光电子学、集成光学及 MEMS 领域,是目前应用最广泛的压电薄膜材料之一^[4]。

近年来,国内外关于 PZT 压电薄膜的研究时有报道,但制备高性能 PZT 压电薄膜还面临诸多问题,这主要是由于 PZT 薄膜中复杂的离子结构和缺

收稿日期:2017-03-06

基金项目:国家自然科学基金资助项目(51375017)

作者简介:刘园园(1989-),女,山东菏泽人,硕士生,主要从事压电式 MEMS 压力传感器的设计与工艺的研究。通信作者:谭晓兰,副教授,主要从事 MEMS 及机械设计等的研究。E-mail:tanxiaolan2004@126.com。

陷结构,使得高质量 PZT 薄膜的生长还存在一定的难度^[6]。基于国内、外的研究,压电薄膜 MEMS 压力传感器结构的电极一般选用悬臂梁结构,而悬臂梁结构在微加工工艺中操作相对复杂,故提出了一种新型结构,既平行叉指电极结构,为后续 PZT 纳米纤维结构的 MEMS 压力传感器的研究奠定了理论基础。

1 PZT 压电薄膜 MEMS 压力传感器的制备

1.1 压电式压力传感器的结构设计和原理

设计 PZT 压电薄膜微压力传感器结构,如图 1 所示。为了获得较高的压力灵敏度,硅片选用 N 型硅晶片,其弹性薄膜具有良好的弹性特性,弹性极限为 8×10^7 Pa。硅基底的下面制作弹性薄膜腔,基于加工设备的局限性和实验简单、方便原则,选定方形弹性薄膜,尺寸为 $9\ 000\ \mu\text{m} \times 9\ 000\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$ 。硅基底的上面制备厚度为 $1.2\ \mu\text{m}$ 的 PZT 薄膜,通过溶胶-凝胶(Sol-Gel)法和旋涂工艺制备得到。在 PZT 薄膜上通过光刻及溅射工艺得到平行叉指电极,尺寸设计为 $1\ \text{cm} \times 1\ \text{cm}$,指宽和指距均为 $30\ \mu\text{m}$ 。

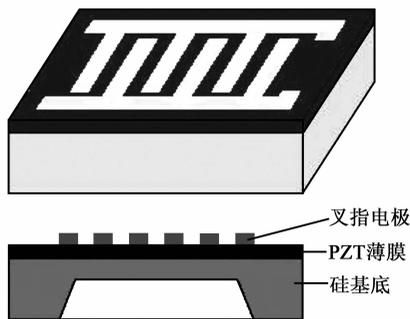


图 1 PZT 压电膜微传感器结构示意图

此压电式压力传感器的工作原理是利用 PZT 压电薄膜的压电效应^[6],当对硅基底底部的弹性薄膜施加压力时,弹性薄膜在外力作用下产生弹性形变,形变引起硅基底正面的叉指电极随之发生变形,并带动 PZT 压电薄膜产生弯曲变形。根据 PZT 铁电材料的压电性能,当压电材料受到外力作用时,其表面会形成电荷,电荷通过电荷放大器、测量电路的放大及变换阻抗后,会被转换成与所受外力成正比的电量输出,实现传感功能^[7]。

1.2 传感器制备工艺流程设计

根据硅基 PZT 压电薄膜微压力传感器的结构设计,特设计以下制备工艺:PZT 薄膜的旋涂,平行叉指电极的光刻及制备,弹性薄膜腔的刻蚀。工艺

过程中用到的 MEMS 加工技术包括磁控溅射、旋涂工艺、光刻工艺、刻蚀工艺、退火工艺及剥离工艺等^[8-9]。

为了得到高质量的传感器,制备过程中要考虑 PZT 薄膜与硅片的结合力问题,所以,在旋涂薄膜前需要利用磁控溅射工艺制备一层镍酸镧(LNO)薄膜,可使 PZT 薄膜在硅基上更好地生长。由于传感器叉指电极部分对精度、表面质量等条件要求较高,因此在工艺流程设计中,优先选择加工硅片正面电极,然后制备硅片背面弹性薄膜腔,这样可以提高传感器的成品率。为了得到较好的工艺效果,此传感器的制备选用有 SiO_2 氧化膜的 N 型(100)双抛硅片,厚度为 $290\ \mu\text{m}$ 。尺寸参数如表 1 所示。

表 1 平行叉指电极尺寸参数

电极尺寸/ mm	电极间 距/ μm	电极宽 度/ μm	弹性膜厚/ μm
10×10	30	30	8 000×8 000×50

PZT 压电薄膜 MEMS 压力传感器的制备工艺流程如图 2 所示。

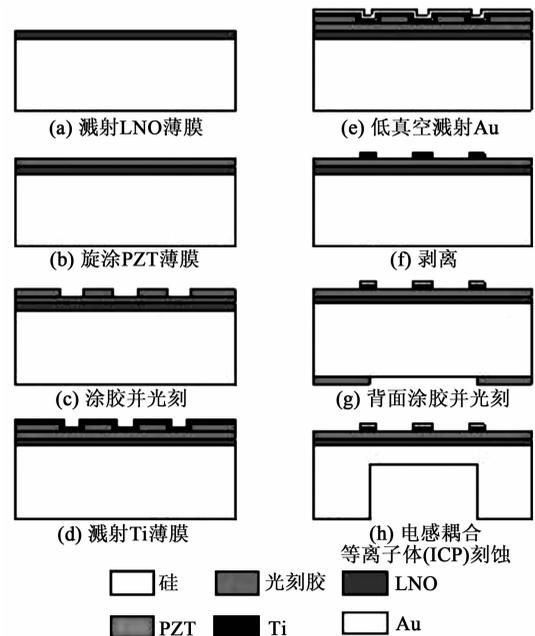


图 2 微加工工艺流程图示意图

工艺流程如下:

1) 清洗硅片,放在烘干台进行烘干,在硅片正面真空溅射 LNO 薄膜,目的是使 PZT 薄膜更好地在硅上生长。

2) 在 LNO 薄膜上,用匀胶机旋涂 PZT 薄膜,并进行退火处理,得到薄膜厚度约为 $1.2\ \mu\text{m}$ 。

3) 对涂有 PZT 薄膜的一面进行匀胶、光刻和

显影工艺,实现叉指型电极的图形化。

4) 在电极上真空溅射一层 Ti 薄膜,目的是为了为了保护 Au 电极,使 Au 有更强的附着力。

5) 在 Ti 薄膜上低真空溅射一层 Au,溅射时间 400 s,完成 Au 电极的制作。

6) 通过剥离工艺去除掉光刻胶和异物,之后清洗硅片并烘干,制作出最终的叉指电极。

7) 在硅片背面进行匀胶、光刻,实现硅杯窗口的图形化。

8) 对硅片背面光刻图形进行等离子体刻蚀,得到弹性薄膜腔,完成传感器的制作。

1.3 平行叉指电极的制备

本文使用的电极是平行叉指电极,电极结构的显微镜照片如图 3 所示。通过分析可以发现,对于相同体积的敏感膜,相同电阻值的平行叉指电极的表面积小于其他形状的电极。因此,平行叉指电极更适用于微加工工艺制备传感器,从而充分发挥 MEMS 传感器批量生产,体积小,成本低等特点。叉指电极指宽和指距均为 $30\ \mu\text{m}$,尺寸设计为 $1\ \text{cm} \times 1\ \text{cm}$ 。

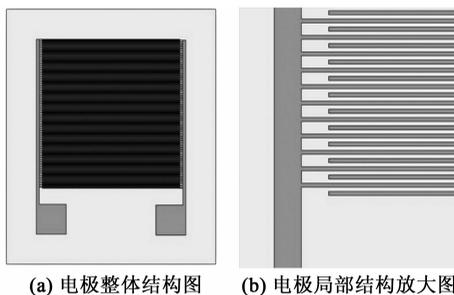


图 3 平行叉指电极结构显微镜照片图

在测试过程中,叉指电极传感器表面暴露在空气中,需要接触各种仪器,故而对叉指电极材料的选择要求极高,需要在其具有良好导电性的同时,还要具有良好的兼容性和耐腐蚀性。通常情况下,金属层材料选用金、银、铝等,但银、铝在空气中易被氧化,而金的化学性质相对稳定,故被用于制作电极结构,是一种很好的金属层电极材料。但使用金作为电极材料,价格高,因此,在微加工工艺过程中,最终使用低压真空溅射方法使 Au 附着在基底表面^[10]。考虑到 Au 与硅片的结合力差,故在溅射 Au 前,在基底表面溅射一层 Ti 薄膜,目的是为了提高 Au 的附着力,同时起到保护 Au 电极的作用。

对溅射 Au 的叉指电极进行剥离工艺,在显微镜下观察如图 4 所示。由图可见,表面 Au 的质量较高,结合力较好。

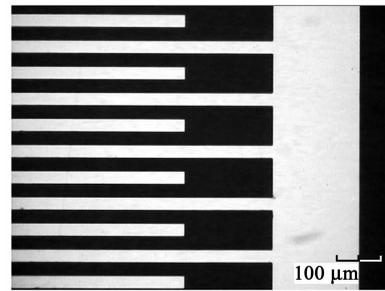


图 4 剥离工艺后的 Au 电极电子显微图

1.4 PZT 压电薄膜的制备

PZT 压电薄膜的制备方法主要有溅射法、溶胶-凝胶法和丝印法等。溅射法的优点是薄膜致密,厚度均匀,但溅射设备成本较高,沉膜速率较慢,且组分不易控制。溶胶-凝胶法的优点在于:能够与光刻工艺兼容,设备简单易操作,组分可精确控制,且成膜面积大、成膜均匀,工艺过程温度低、简单等特点,在压电薄膜的多种制备方法中显示出独特的优势^[11]。丝印法制备的膜厚可达 $100\ \mu\text{m}$,但此法制得的 PZT 膜需要进行 $950\ ^\circ\text{C}$ 的高温退火处理,难以与其他微加工工艺兼容,且在高温处理时铅会扩散到硅中。因此,溶胶-凝胶法制备的 PZT 薄膜应用于 MEMS 器件受到高度重视。

实验中采用溶胶-凝胶法,使用配置好的前躯体溶胶,采用多次成膜法在硅基体 Au/Ti/LNO/SiO₂/Si 上制备 PZT 压电薄膜,然后在 $650\ ^\circ\text{C}$ 高温下采用分层退火的方式进行退火。实验的工艺流程为:

1) 在 100 级超净环境的匀胶机上采用旋涂法将先体溶液涂覆于硅片表面,转速为 $3\ 000\ \text{r/min}$,时间为 30 s。

2) 旋涂结束好,将硅片放入温度为 $120\ ^\circ\text{C}$ 的烘胶台,对 PZT 湿膜进行热处理,使湿膜热解,除去湿膜中的有机物。

3) 由于旋转涂覆得到的单层薄膜厚度较薄,若想得到厚度较厚、无裂纹的薄膜,需要进行重复涂覆,因而重复上述步骤进行第 2 次旋涂 PZT 溶液,直到薄膜达到所需厚度。

4) 每旋涂 2 层薄膜,将得到的薄膜进行高温快速退火处理,使其结晶化,形成钙钛矿结构的 PZT 薄膜。最后旋涂 10 层先体溶液,获得厚约 $1.2\ \mu\text{m}$ 的 PZT 压电薄膜。

2 工艺与结果分析

2.1 PZT 压电薄膜的铁电性能

PZT 薄膜材料是一种典型的铁电材料,具有一

定的压电性。铁电性的测试不仅可以验证薄膜材料的铁电性,还可以检验薄膜是否具有压电性。通过电滞回线的测量可以测出薄膜的剩余极化强度(P_r)及矫顽电压(V_c)^[12]。图5是使用Sol-Gel法制备的厚 $1.2\ \mu\text{m}$ 的PZT薄膜的电滞回线。由图可看出,薄膜样品铁电性能良好,达到预期效果。

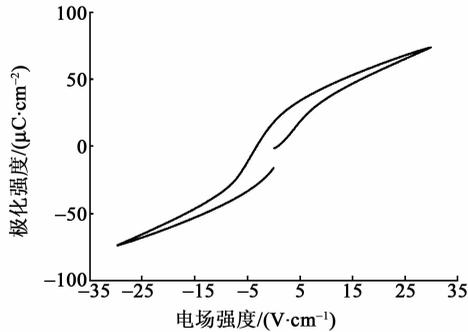


图5 PZT薄膜电滞回线

2.2 ICP刻蚀方法及时间与刻蚀深度关系

MEMS传感器的刻蚀工艺有湿法刻蚀和干法刻蚀。湿法刻蚀设备简单便宜,刻蚀速率高,可大批量刻蚀,但其只适合刻蚀较粗线宽,且刻蚀过程需要大量的化学试剂,易造成环境污染^[13]。因此,为了得到高质量的弹性薄膜腔,选择干法刻蚀工艺制作传感器。干法刻蚀技术作为微机械加工工艺中的一种重要加工方法,加工精度高,刻蚀均匀性好,污染小,垂直度好。工艺设备使用ICP-500型全自动感应耦合等离子体刻蚀机,使用AZ4620光刻胶作为保护层,刻蚀气体为 SF_6 ,保护气体为 C_4F_8 。ICP刻蚀工艺的条件参数如表2所示。

表2 ICP刻蚀工艺条件参数

工作压 强/Pa	SF_6 流量/ ($\text{cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$)	C_4F_8 流量/ ($\text{cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$)	上电 极功 率/W	上电 极功 率/W	自偏 压/V
1	50	100	400	20	70

刻蚀时间与刻蚀深度的关系如图6所示。由图可知,刻蚀深度随着时间的增加呈线性变化,稳定性较好。

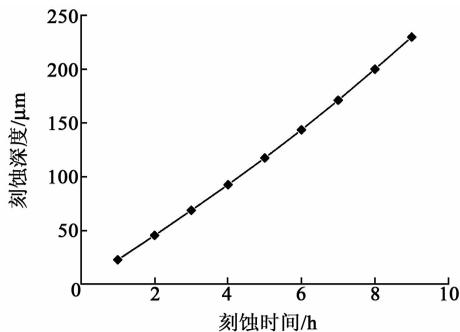


图6 刻蚀时间与刻蚀深度关系图

硅腔刻蚀过程中,显微镜下观察刻蚀表面如图7所示。由图可见,刻蚀较均匀,表面质量较好。

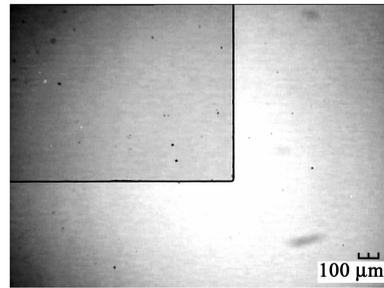


图7 硅腔刻蚀效果图

2.3 叉指电极性能测试

加工得到的叉指Au电极表面质量较好,几乎没有粘连和断裂,且Au的附着力较强。对加工好的传感器器件接入电压,测试其PZT薄膜的振动性能,接入电压和产生位移的关系如图8所示。

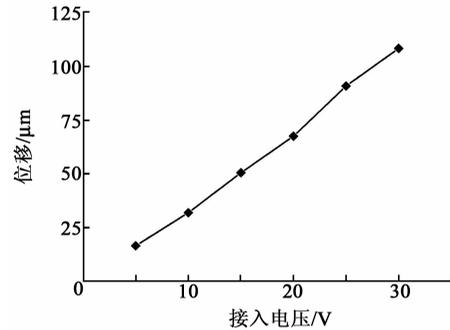


图8 接入电压与产生位移关系图

3 结束语

利用新型铁电材料PZT作为敏感材料,设计了一种平行叉指电极式的压力传感器结构,在硅基体Au/Ti/LNO/SiO₂/Si上用溶胶-凝胶法制备厚 $1.2\ \mu\text{m}$ 的PZT压电薄膜。与微加工工艺相结合,制备出基于PZT压电薄膜的平行叉指电极结构的MEMS压力传感器,简化了微加工工艺步骤。由于硅片正面加工工艺较多,故采用先加工硅片正面的流程,可提高成品率,达到节约材料和时间的目的。PZT压电薄膜在退火温度 $650\ ^\circ\text{C}$,退火时间 $600\ \text{s}$ 时,可以得到质量较高的薄膜,其压电性能较好。基于PZT压电薄膜制作的平行叉指电极,Au的结合力较好,电极表面质量较高。经接入电压测试电极性能,接入电压从 $5\ \text{V}$ 增加至 $30\ \text{V}$,均有位移信号输出。后期将优化测试系统,对器件的压力输出性能进行测试。

参考文献:

- [1] 张久超. 基于多铁纳米纤维的压力传感器设计与研究[D]. 北京:北方工业大学,2015.

- [2] BAKHOUM E G, CHENG M H. Novel capacitive pressure sensor[J]. Journal of Microelectromechanical Systems, 2010, 19(3): 443-450.
- [3] YOLES A. MEMS technology: World's smallest barometric pressure sensor[J]. Micro News, 2009, 78: 1.
- [4] 娄利飞, 杨银堂, 李跃进. 用于传感器中 PZT 压电薄膜的制备和图形化[J]. 压电与声光, 2008, 30(4): 453-455.
LOU Lifei, YANG Yintang, LI Yuejin. Preparation and micro-fabrication of PZT piezoelectric thin film for micro-sensor[J]. Piezoelectrics & Acoustooptics, 2008, 30(4): 453-455.
- [5] 宋瑞佳, 郑俊华, 谭秋林. 不同厚度 PZT 薄膜的制备及电性能特性研究[J]. 电子器件, 2016, 39(5): 1034-1036.
SONG Ruijia, ZHENG Junhua, TAN Qiulin. Research on the preparation and electrical properties with different thickness of the PZT thin films[J]. Chinese Journal of Electron Devices, 2016, 39(5): 1034-1036.
- [6] 谢淑红. 多重铁性微纳米材料的制备与表征[D]. 湘潭: 湘潭大学, 2008.
- [7] 盛伟光, 谭晓兰, 张久超. BiFeO₃ 纳米纤维压电式压力传感器的制备工艺研究[J]. 纳米技术与精密工程, 2016, 14(5): 373-378.
SHENG Weiguang, TAN Xiaolan, ZHANG Jiuchao. Pro-cessresearch on preparation of BiFeO₃ nanofiber piezoelectric pressure sensor [J]. Nanotechnology and Precision Engineering, 2016, 14(5): 373-378.
- [8] 徐永清, 杨拥军. 硅 MEMS 技术器件加工技术及展望[J]. 微纳电子技术, 2010, 47(7): 425-431.
XU Yongqing, YANG Yongjun. Processing technology and development of silicon MEMS[J]. Micronano-Electronic Technology, 2010, 47(7): 425-431.
- [9] 苏德志. ZnO/LNO 薄膜的磁控溅射制备与性能研究[D]. 北京: 北方工业大学, 2013.
- [10] 张琳. 基于叉指电极的 MEMS 环境监测传感器关键技术研究[D]. 湘潭: 湘潭大学, 2013.
- [11] 董娜娜, 朱孔军, 裘进浩, 等. 水热-溶胶凝胶法制备 PZT 薄膜[J]. 电子元件与材料, 2011, 30(12): 17-20.
DONG Nana, ZHU Kongjun, QIU Jinhao, et al. Preparation of PZT thin films by hydrothermal-Sol-Gel method [J]. Electronic Components and Materials, 2011, 30(12): 17-20.
- [12] 郑俊华, 谭秋林, 唐力程, 等. 不同结构多层 PZT 薄膜的制备及性能特性研究[J]. 压电与声光, 2016, 38(4): 655-658.
ZHENG Junhua, TAN Qiulin, TANG Licheng, et al. Research on preparation and property of PZT multilayered thin films with different structures[J]. Piezoelectrics & Acoustooptics, 2016, 38(4): 655-658.
- [13] CHANG C, WANG Y F, KANAMORI Y, et al. Etching submicrometer trenches by using the Bosch process and its application to the fabrication of antireflection structures[J]. Journal of Micromechanics and Micro-engineering, 2005, 15(3): 580-585.

《压电与声光》免费索阅卡

姓名: _____ 职务: _____ 职称: _____ 单位: _____
地址: _____ 邮编: _____ 电话: _____
企业产品: _____

索阅期号: _____ 年 _____ 月 (每次仅限壹期)

复印有效

《压电与声光》广告免费咨询卡

姓名: _____ 职务: _____ 职称: _____ 单位: _____
地址: _____ 邮编: _____ 电话: _____
您对本刊 _____ 年 _____ 期的 彩色 黑白 刊花广告
_____ 公司(厂家) _____ 产品/技术感兴趣

希望: 索取公司资料 索取产品资料 询问价格 建立业务联系 其他 _____

请将卡片寄往(或传真): 《压电与声光》编辑部 读者服务部

通讯地址: 重庆南坪 2513 信箱(400060) 电话: 023-62919570 传真: 023-62803425

复印有效