Study of Piezoelectric Thin Films by Sol-Gel Process

賴仁暉、鄭江河

E-mail: 9512742@mail.dyu.edu.tw

ABSTRACT

This dissertation will focus on the method of Sol-Gel by using the serial solution of Diol to process another solution of piezoelectric films. Moreover, in this dissertation some issues like the characteristics regarding piezoelectricity are discussed: P-E curve of piezoelectric films, dielectric constant , coercive field , remnant polarization , piezoelectric coefficient and , fatigue test. As for PZT piezoelectric films ’ thickness, we have already deepened its thickness up to 1.45 μ m by applying spin-coater spirally to avoid rupturing. According to my experiment result, it is possible to manufacture static and fine piezoelectric films. Plus, when gauging out the remnant polarization value is 26.8 , while coercive field value is 2.82 , I also learn that due to the dropping of temperature and deepening of piezoelectric films ’ thickness, the remnant polarization value of piezoelectric films would have a excellent representation. As for fatigue test, I do the measuring with the value of 105, 107, and 109 respectively. Among them, only the experiment with the value of 109 does great changes－the phenomenon of fatigue occurs－after a long time testing. The other values like 105, 107 have little alteration in this research.

Keywords : Piezoelectric,Microactuator,Sol-Gel

Table of Contents

目錄 封面內頁 簽名頁 授權書……………………………………………………………………iii 中文摘要………………………………………………………iv 英文摘要………………………………………………………v 誌謝………………………………………………………………vi 目錄…………………………………………………………………vii 圖目錄……………………………………………………………………ix 表目錄……………………………………………………………………xi 第一章 緒論 1.1前言…………………………………………………………1 1.2研究動機………………………………………………3 1.3文獻回顧……………………………………………………5 1.3.1國外技術發展現況…………………………………5 1.3.2國內技術發展現況…………………………………7 1.4研究目標及方向……………………………………………9 第二章 壓電薄膜製作與量測 2.1鐵電材料之發展………………………………………11 2.2鐵電材料特性………………………………………………12 2.3鋯鈦酸鉛(Pb(ZrxTi1-x)O3, PZT)鐵電材料……………14 2.4 PZT合成方式……………………………………………14 2.4.1壓電薄膜製程步驟………………………………17 2.4.2薄膜溶液的配製……………………………………18 2.4.3薄膜在基板上的披覆……………………………20 2.4.4低溫焦化處理…………………………………………21 2.4.5高溫退火處理…………………………………………22 2.5 PZT薄膜性質量測分析……………………………………23 2.5.1 PZT薄膜之物性量測………………………………23 2.5.2 PZT薄膜之電性量測………………………………24 第三章 壓電薄膜元件之製程 3.1壓電微振動膜元件製作流程………………………………28 3.1.1基材的製作…………………………………………28 3.1.2 Diol系列溶液薄膜的製作………………………30 3.1.3薄膜之旋塗與熱處理…………………………………31 3.1.4上電極之製作…………………………………………32 3.1.5背面蝕刻矽晶片……………………………………33 3.2壓電式薄膜致動器...36 3.2.1微懸臂樑結構製程規劃…………………………36 第四章 實驗結果與討論分析 4.1壓電薄膜晶格結構XRD特性分析…………………………39 4.2壓電薄膜表面晶格結構與剖面厚度SEM分析………42 4.3壓電薄膜電性分析…………………………………………49 第五章 結論 5.1總結……………………………………………………59 參考文獻…………………………………………………………61 圖目錄 圖2.1電域內偶極矩隨外加電場變化情形…………………12 圖2.2典型極化遲滯曲線圖…………………………………13 圖2.3鈣鈦礦結構(Perovskite結構)………………………………14 圖2.4薄膜製作流程圖……………………………………18 圖2.5 Diol系列溶液備製流程圖……………………………19 圖2.6旋轉塗佈過程……………………………………………20 圖2.7 PbTiO3 的TGA圖…………………………………………21 圖2.8熱處理溫度與晶格結構關係圖…………………………23 圖2.9平行板電容結構圖…………………………………………24 圖2.10平行電容板量測圖……………………………………25 圖2.11鐵電量測系統與試片量測架設……………………………25 圖3.1實驗流程圖………………………………………………27 圖3.2超音波振盪器…………………………………………29 圖3.3薄膜備製整體設備的架構圖…………………………30 圖3.4旋轉塗佈機(Spin-Coater)……………………………31 圖3.5上電極圖形光罩圖…………………………………32 圖3.6微振動膜元件之剖面結構示意圖……………………33 圖3.7鐵弗龍保護治具示意圖……………………………………34 圖3.8整體鐵弗龍保護治具內之實際圖……………………………35 圖3.9矽晶片在不同溫

度下的蝕刻速率……………………………35 圖3.10微懸臂樑致動示意圖…………………………………………36 圖3.11懸臂樑製程規劃流程圖………………………………………37 圖4.1以500°C退火處理之PZT薄膜之XRD…………………………40 圖4.2以600°C退火處理之PZT薄膜之XRD…………………………40 圖4.3以650°C退火處理之PZT薄膜之XRD…………………………41 圖4.4以680°C退火處理之PZT薄膜之XRD…………………………41 圖4.5以680°C退火處理之PZT薄膜之XRD…………………………42 圖4.6壓電薄膜表面情形SEM圖……………………………………43 圖4.7壓電薄膜表面情形SEM圖……………………………………43 圖4.8壓電薄膜表面情形SEM圖……………………………………44 圖4.9壓電薄膜表面情形SEM圖……………………………………44 圖4.10經650°C-20分鐘退火薄膜表面………………………………45 圖4.11壓電薄膜在600°C退火溫度表面晶格結構SEM圖……………46 圖4.12壓電薄膜在650°C退火溫度表面晶格結構SEM圖……………46 圖4.13壓電薄膜在680°C退火溫度表面晶格結構SEM圖……………47 圖4.14 PZT薄膜橫斷面之SEM圖………………………………48 圖4.15 PZT薄膜橫斷面之SEM圖…………...................................48 圖4.16經600°C-15分鐘之遲滯曲線量測…………………………50 圖4.17經650°C-15分鐘之遲滯曲線量測…………………………50 圖4.18經680°C-15分鐘之遲滯曲線量測…………………………51 圖4.19經650°C-15分鐘厚度0.58μm之遲滯曲線量測……………53 圖4.20經650°C-15分鐘厚度0.95μm之遲滯曲線量測……………53 圖4.21經650°C-15分鐘厚度1.45μm之遲滯曲線量測……………54 圖4.22在600°C退火溫度15分鐘所作的疲勞測試量測……………56 圖4.23在650°C退火溫度15分鐘所作的疲勞測試量測……………57 圖4.22在680°C退火溫度15分鐘所作的疲勞測試量測……………57 表目錄 表2.1溶凝膠法的優缺點………………………………………………16 表2.2其它化學法MOD與Sol-Gel製程特性的比較………………17 表4.1壓電薄膜在同一厚度0.58μm，但不同溫度下外加電壓18V 的 遲滯曲線量測比較…………………………………………51 表4.2壓電薄膜在同一溫度650°C，但不同厚度下外加電壓18V的 遲滯曲線量測比較……………………………………………54 表4.1壓電薄膜高溫退火680°C-15分鐘電性量測結果……………55

REFERENCES

參考文獻 [1] Sungkyu Lee,“ Performance of Plasma-enhanced Sputter Deposition Nickel-3wt% Vanadium Ally Mask Cathode Electrode for Electroforming Nickel Thin Film Nozzle Plate of Piezo Int-jet Printer Head,” The Japan Society of Applied Physics, Vol. 41, pp. 5472-5477, 2002.
[2] C. J. Morris and F. K. Forster,“ Optimization of circular piezoelectric bimorph for a micropump driver,” J. Micromech, Microeng 10, pp. 459-465, 2000.
[3] 張晉祥，壓電驅動式微幫浦製作與分析，碩士論文，國立清華大學動力機械工程學系，新竹，2005 [4] 馬劍清、郭佩菁，壓電薄膜系統與表面聲波元件之製作與量 測，碩士論文，國立臺灣大學機械工程學研究所，台北，2000 [5] P. Muralt, M. Kohli and T. Maeder, A. Kholkin, K. Brooks, N. Setter and R. Luthier,“ Fabrication and characterization of PZT thin-film vibrators for micromotors,” Sensors and Actuators A, Vol. 48, pp. 157-165, 1995.
[6] 羅仁權，矩陣式微型薄膜壓力及溫度感測器之研發應用於射出成型之線上監控，國立中正大學電機工程研究所，碩士論文，2000 [7] C. Hsu and W. Hsu,“ A two-way membrane-type micro-actuator with continuous deflections,” J. Micromech Microeng, Vol. 10, pp. 387-394, 2000.
[8] P. Muralt,“ Ferroelectric thin films for micro-sensors and micro- actuators: a review,” J. Micromech. Microeng, Vol. 10, pp. 136-146, 2000.
[9] R. D. Reus and J. O. Gullov and P. R. Scheeper,“ Fabrication and characterization of a piezoelectric accelerometer,” J.Micromech Microeng, Vol. 9, pp. 123-126, 1999.
[10] K. D. Budd, S. K. Dey, and D. A. Payne,“ Sol-Gel Processing of PbTiO3, PZT, and PLZT Thin Film,” Br. Ceram, Vol. 36, pp. 107-121, 1985.
[11] T. Tsurumi, S. Ozawa and G. Abe, N. Ohashi, S. Wada and M. Yamane,“ Preparation of Pb(Zr0.53Ti0.47)O3 Thick Films By an Interfacial Polymerization Method on Silicon Substrates and Their Electric and Piezoelectric Properties,” Japan, J. Apply Phys, Vol. 39, pp. 5604-5608, 2000.
[12] K. Hideki and H. Uchiyama and Y. Ogawa, H. Kita and K. Matsuoka,“ Thin Film Piezoelectric Dual-Stage Actuator for HDD,” Digest of Technical Papers, April 2 May, 2002.
[13] Y. Jing, L. Jianbin,“ Processing and thickness effects on the microstructure and electricalproperties of sol-gel deposited Pb(Zr, Ti)O3 films, ” Sensors and Actuators A, Vol. 121, pp.103 – 112, 2005.
[14] M. Arik, S. M. Zurn, A. Bar-Cohen and D. L. Polla,“ Design, fabrication, and characterization of thin film PZT membranes for high flux electronics cooling applications,” Smart Mater, Struct, Vol. 14, pp. 1239-1249, 2005.
[15] E. Tokumitsu, T. Miyasako, M. Senoo,“ Impact of low pressure consolidation annealing on electrical properties of sol – gel derived Pb(Zr,Ti)O3 Films,” Journal of the European Ceramic Society 25, pp. 2277-2280, 2005.
[16] S. J. Milne,“ Synthesis and Electrical Characterization of Thin Film of Pt and PZT Made from A diol Based Sol Gel Route,” Journal of the American ceramic society, Vol. 79, No.2, 1996.
[17] S. J. Milne,“ Synthesis of (Pb，La)(Zr，Ti)O3 Films Using A diol Based Sol Gel Route,” Journal of the American ceramic society, pp.

659-667, 1998.
[18] S. J. Milne, " Characterization of Sol Gel Pb(Zr0.53Ti0.47)O3 Film in the Thickness Range 0.25-10 μ m, " Vol. 14, No.5, 1999.
[19] D. DeVoe and A. Pisano, " Modeling and Optimal Design of Piezoelectric Cantilever Micro Actuators, " J. Microelectric, Vol. 6, pp. 266-270, 1997.
[20] 林淑惠，PZT壓電薄膜之懸臂樑微致動元件製程研究，碩士論文，國立交通大學，新竹，2000 [21] 李俊翰，PZT壓電微致動器之製程與鐵電特性研究，碩士論 文，國立交通大學，2001 [22] 饒珮瑩，利用微機電技術設計及製作壓電式微型加速計，碩士論文，國立成功大學，台南，2004 [23] 陳炳輝，鋯鈦酸鉛薄膜及塊體陶瓷之製備、特性與應用之研究，博士論文，國立成功大學，台南，2004 [24] 張書銘，溶膠凝膠旋鍍法製作鋯鈦酸鉛薄膜之特性及生物相容性研究，碩士論文，國立交通大學，新竹，2004 [25] 張正男，濺鍍法製作PZT薄膜之研究，碩士論文，國立中山大學機械與機電工程學系研究所，高雄，2004 [26] 楊元煒，以溶膠-凝膠法製備鋯鈦酸鉛壓電薄膜及表面聲波元件應用於生物感測之探討，碩士論文，長庚大學化工與材料工程研究所，桃園，2004 [27] 邵川煜，PZT壓電薄膜制動微懸臂樑之製程研究及性能分析，碩士論文，逢甲大學，台中，2003 [28] 許承岳，三維壓電致動器微鏡子之設計與製作，碩士論文，大葉大學，彰化，2004 [29] 沈俊男，磁控式濺鍍La0.7Sr0.3MnO3氧化物電極薄膜於壓 電式微感測元件結之製程改善與應用，碩士論文，國立台灣 科技大學，台北，2003