

压电微悬臂梁探针的制作工艺研究

崔岩^{1,2}, 张吕权¹, 夏劲松¹, 王立鼎¹

(1. 大连理工大学微纳米技术及系统辽宁省重点实验室, 116024, 大连;

2. 大连理工大学精密与特种加工教育部重点实验室, 116024, 大连)

摘要: 为实现压电探针在纳米器件表征和加工领域的应用,设计并制作了一种压电微悬臂梁探针. 采用各向异性湿法腐蚀的方法得到纳米级硅针尖,用局部压电层方法解决了压电微悬臂梁探针制作过程中探针、压电薄膜和微悬臂梁之间的工艺兼容性问题.使用微力传感器测试平台对尺寸为 $450\text{ }\mu\text{m}\times 70\text{ }\mu\text{m}$ 的压电悬臂梁探针进行测试,结果表明,这种尺寸的压电悬臂梁探针的弹性常数为 21.17 N/m ,与理论计算值相符.通过对压电探针的设计制作,总结了湿法腐蚀-干法刻蚀等工艺的结合方案,为压电探针的广泛应用奠定了基础.

关键词: 压电探针;局部压电层;纳米硅尖;弹性常数

中图分类号: TN305 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-987X(2011)01-0079-04

Fabrication of Novel Piezoelectric Micro-Cantilever Probe

CUI Yan^{1,2}, ZHANG Lüquan¹, XIA Jinsong¹, WANG Liding¹

(1. Key Laboratory for Micro-Nano Technology and System of Liaoning Province, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China; 2. Key Laboratory for Precision and Non-Traditional Machining Technology of Ministry of Education,

Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

Abstract: To realize the application of piezoelectric probe to characterization and fabrication of nano-samples, a new piezoelectric cantilever was designed and fabricated. Wet anisotropic etching was used to produce nano-silicon-tip, and local piezoelectric layer was designed for the fabrication compatibilities among the probe, piezoelectric film and cantilever. A $450\text{ }\mu\text{m}\times 70\text{ }\mu\text{m}$ piezoelectric probe was tested on micro-force sensing platform. The measurement result indicates that the elastic constant of the cantilever gets 21.17 N/m , which matches the theoretic one. Moreover, a feasible process was summarized.

Keywords: piezoelectric probe; local piezoelectric layer; nano-silicon-tip; elastic constant

随着纳米技术研究的广泛开展,人类需要更有力的工具来实现纳米器件的加工和表征.微悬臂梁探针拥有纳米量级的针尖,已在纳米材料的表征、操作加工^[1-3],以及生命科学^[4]等领域得到广泛的应用.传统的微悬臂梁探针采用光学系统感知信号,存在装置复杂、庞大,响应速度慢以及成本高等缺点,压电微悬臂梁探针以其优越的自驱动、自感知性能克服了上述缺点,并且在扫描探针显微技术^[5-7]、超高密度信息存储技术^[8]等领域得到了广泛应用.

目前,按照探针的成形方法可以将压电微悬臂梁探针的制作方法分为:采用针尖掩膜块遮蔽、刻蚀针尖成形法和倒模具法.韩国的 Hyo-Jim 等人^[8]采用刻蚀针尖制作法得到压电微悬臂梁探针,但由于针尖与微悬臂梁的材料不同,当温度变化时,易引起晶格热失配而导致针尖脱落,且针尖的高宽比较低.日本的 Takayuki 等人^[6]采用倒模具法制作了金刚石梁尖的压电微悬臂梁探针,虽然探针的牢固性和耐磨性较好,但是探针形状受模具影响,高宽比较

收稿日期: 2010-04-28. 作者简介: 崔岩(1967—),女,副教授. 基金项目: 国家自然科学基金资助项目(90607002);辽宁省自然科学基金资助项目(20082169).

网络出版时间: 2010-10-19

网络出版地址: http://www.cnki.net/kcms/detail/61-1069_t.20101019.2058.004.html

低,而且探针的外观也较差。

本文采用局部压电层法,即在微悬臂梁端部留出探针位置,使压电结构的长度小于微悬臂梁的长度,从而解决了压电微悬臂梁探针制作中的工艺兼容性问题。使用微力传感器测试平台测试得到微悬臂梁探针($450\text{ }\mu\text{m}\times 70\text{ }\mu\text{m}\times 10\text{ }\mu\text{m}$)的弹性常数为 21.17 N/m ,与理论计算值相符。

1 结构设计

压电探针制作的关键在于实现探针制作工艺、压电薄膜工艺和微悬臂梁工艺的兼容性。采用湿法腐蚀硅针尖后,由于图形表面存在高度差,导致与压电薄膜制作工艺不兼容。因此,本文采用局部压电层法,即在微悬臂梁根部预留出与基块相同高度的部分,用于制作压电层结构,如图 1 所示。采用该方法后,可以将湿法腐蚀探针工艺与溶胶-凝胶制作压电薄膜工艺融合,以实现工艺的兼容。

在图 1 所示的压电微悬臂梁探针立体模型中,压电探针主要包括探针、微悬臂梁和压电层,还有电极引线孔和绝缘层(图中未标出)等附加部分。本文所设计的压电微悬臂梁探针的尺寸为 $450\text{ }\mu\text{m}\times 70\text{ }\mu\text{m}$,局部压电层的结构长度为 $225\text{ }\mu\text{m}$ 。探针采用各向异性湿法腐蚀,其设计高度为 $5\text{ }\mu\text{m}$ 。微悬臂梁中硅基底的厚度为 $10\text{ }\mu\text{m}$,热氧化的二氧化硅层厚为 $1.3\text{ }\mu\text{m}$,底电极厚度为 200 nm ,溶胶-凝胶法制作的压电薄膜厚度约为 900 nm ,顶电极厚度为 150 nm ,采用未退火的锆钛酸铅(PZT)前驱液作为绝缘层,其厚度约为 200 nm 。

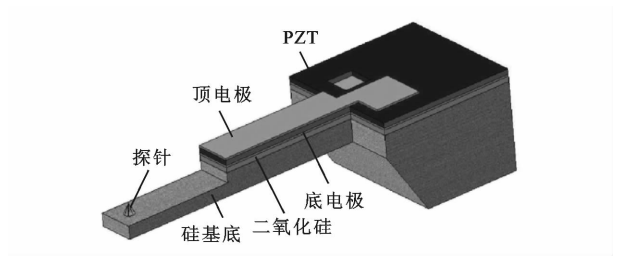
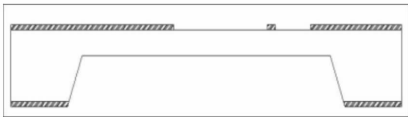


图 1 压电微悬臂梁探针的立体图

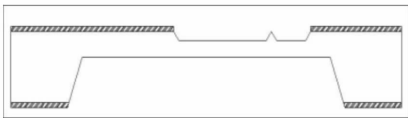
2 压电探针制作工艺

实验中采用 5.08 cm 的 n 型(100)面单晶硅片,厚度为 $220\text{ }\mu\text{m}$,电阻率为 $1\sim 10\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$,主要工艺流程如图 2 所示。具体操作流程为:①单晶硅片双面氧化,刻蚀背面硅杯,深度大约为 $120\text{ }\mu\text{m}$,再正面光刻出二氧化硅掩膜块;②使用质量分数为 40% 的 KOH 溶液来进行各向异性湿法腐蚀并腐蚀出针

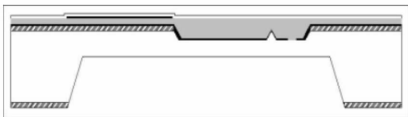
尖^[9];③溅射铂/钛薄膜(Lab18),使用负胶做掩膜,王水腐蚀铂,硝酸腐蚀钛从而达到图形化底电极;④溶胶-凝胶法制备 PZT 压电薄膜;⑤溅射铂薄膜,使用剥离工艺并图形化薄膜形成顶电极;⑥使用未退火的 PZT 前驱液制备绝缘层;⑦配置专用的 PZT 薄膜的腐蚀液,在常温下腐蚀并形成微悬臂梁窗口图形;⑧使用光刻胶与压电薄膜保护微悬臂梁及针尖,正面使用 ICP 干法刻蚀图形,刻蚀深度即为微悬臂梁的端部厚度;⑨采用专用的 PZT 腐蚀液湿法腐蚀压电薄膜,形成引线孔,并使针尖暴露出来;⑩背面使用 ICP 干法刻蚀,释放微悬臂梁。



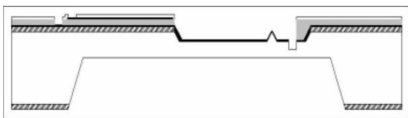
(a)光刻掩膜块



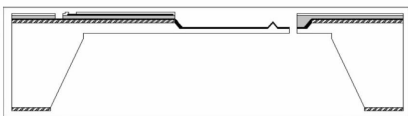
(b)腐蚀硅针尖



(c)制作压电层



(d)图形化引线孔



(e)释放微悬臂梁

图 2 压电探针主要工艺流程图

采用各向异性湿法的腐蚀方法得到的硅针尖具有高宽比大、一致性好等优点,如图 3 所示。按照图 2 的工艺流程可以很好地解决探针、压电薄膜和微悬臂梁制作工艺的兼容性问题,制作得到的压电微

悬臂梁探针如图 3 所示. 若在压电微悬臂梁探针的顶电极和底电极上加载交变电压即可驱动微悬臂梁产生振动.

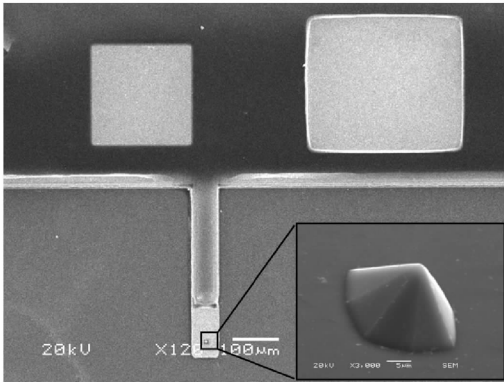


图 3 压电微悬臂梁探针在释放前的扫描电镜照片

3 弹性常数的计算与测试

3.1 弹性常数计算

文献[10]中对多层结构不等截面微悬臂梁弹性常数的计算公式作了详细推导,其微悬臂梁模型与本文中的结构一致. 由于本文中的压电探针在宽度方向上没有分块现象,所以文献[10]中的公式可以做部分简化. 多层微悬臂梁的抗弯刚度为

$$K_b = \sum_{i=1}^n E_i I_i \tag{1}$$

式中: E_i 为微悬臂梁中各层的弹性模量; I_i 为微悬臂梁各层截面对复合微悬臂梁截面中性轴的惯性矩; n 为复合微悬臂梁的层数.

中性轴到微悬臂梁下表面的距离

$$d_{ne} = \frac{\sum_{i=1}^n (\sum_{k=1}^i h_k - (h_i/2)) h_i E_i}{\sum_{i=1}^n h_i E_i} \tag{2}$$

$$I_i = \int_{A_i} Z^2 dA_i = W_i \left(\frac{h}{12} + \Delta_i^2 \right) \tag{3}$$

$$\Delta_i = \sum_{k=1}^i h_k - \frac{h_i}{2} - d_{ne} \tag{4}$$

式中: A_i 为微悬臂梁第 i 层的截面面积; W_i 为微悬臂梁各层宽度, $W_i = 70 \mu\text{m}$; h_i 为微悬臂梁第 i 层的厚度.

将式(2)~式(4)带入式(1)中,即可求得复合微悬臂梁的抗弯刚度. 由于压电探针在长度方向上的截面不同,可将微悬臂梁分为局部压电层区域抗弯刚度 K_{b1} 和微悬臂梁端部抗弯刚度 K_{b2} ,则压电探针

的弹性常数为

$$k = \frac{1}{\frac{(L_1^3 - 3L L_1^2 + 3L^2 L_1/3K_{b1}) + (L - L_1)^3/3K_{b2}}{3K_{b1}K_{b2}}} \tag{5}$$

式中: L 为微悬臂梁的总长度; L_1 为局部压电层长度. 对于长宽为 $450 \mu\text{m} \times 70 \mu\text{m}$ 的微悬臂梁,当局部压电层长度为 $225 \mu\text{m}$ 时, k 为 17 N/m .

3.2 弹性常数的测试

压电探针的测试在微力传感器测试平台^[11]上进行,具体操作详见专利文献[12]. 采用三维微动平台调节压电双晶片及探针的位置,使其与被测试的 PZT 薄膜微悬臂梁前端接触,当在压电双晶片上施加直流电压 V_{DC} 时,双晶片将发生微弯曲并带动其下的探针运动,产生微力并作用在 PZT 薄膜微悬臂梁上,再通过电子天平(METTLER AG245 精度为 0.01 mg ($0.1 \mu\text{N}$))测出加载力 F_b (见图 4). 压电微悬臂梁探针的 V_{DC} 与 F_b 的关系曲线如图 5 所示.

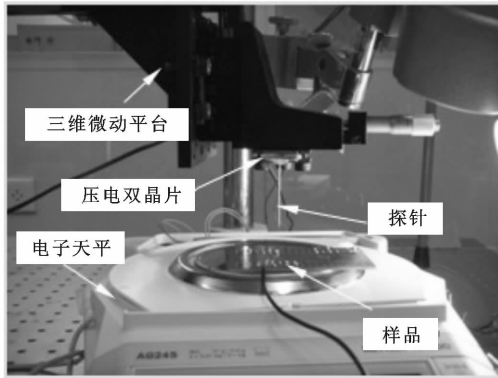


图 4 微力传感器测试平台

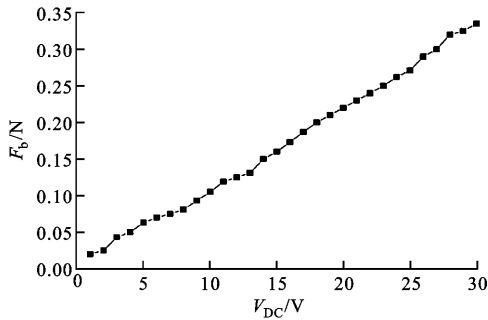


图 5 压电探针弹性常数的测试曲线

压电双晶片可以检测到微牛顿量级的力,然后直接传递给具有一定刚度的探针,从而导致微悬臂梁发生位移,使得压电双晶片的前端位移量与微悬臂梁尖端位移量完全相等. 压电双晶片的前端位移

通过电涡流位移计标定,经前期测试标定压电双晶片的位移与加载电压常数 $k_\delta=0.519\ 6\ \mu\text{m}/\text{V}$,则

$$k = \frac{F_b}{\delta} = \frac{F_b}{V_{\text{IC}} k_\delta} \quad (6)$$

式中: δ 为压电双晶片的位移.经线性拟合计算得到压电微悬臂梁探针的弹性常数为 $21.17\ \text{N}/\text{m}$,与理论计算值相近,并且测得数据的线性度为 $0.998\ 8$.

4 结 论

本文以微机电系统的加工工艺为基础,设计了一种新型压电微悬臂梁探针,采用局部压电层的方法实现了工艺的兼容.通过对压电探针实物的测试结果表明,其弹性常数为 $21.17\ \text{N}/\text{m}$,与理论计算值相符,从而为压电探针在纳米加工、超高密度数据存储等领域的应用奠定了良好的基础.

参考文献:

- [1] MARK E, GREENE C, REAGAN K, et al. Application of scanning probe microscopy to the characterization and fabrication of hybrid nanomaterials [J]. Microscopy Research and Technique, 2004, 64: 415-434.
- [2] 夏加飞,孙涛.基于原子力显微镜(AFM)的微加工系统[J].光学精密工程,2003, 11(2): 17-21.
XIA Jiafei, SUN Tao. Micro-machining system based on AFM [J]. Optics and Precision Engineering, 2003, 11(2): 17-21.
- [3] 黄文浩,朱兰芳.基于原子力显微镜的 PMMA 飞秒激光纳米加工 [J]. 光学精密工程, 2007, 15(12): 1959-1962.
HUANG Wenhao, ZHU Lanfang. AFM based femto-second laser nanofabrication of PMMA [J]. Optics and Precision Engineering, 2007, 15(12): 1959-1962.
- [4] AESCHIMANN L, MEISTER A, AKIYAMA T, et al. Scanning probe arrays for life sciences and nanobiology applications [J]. Microelectronic Engineering, 2006, 83: 1698-1701.
- [5] YOUNG-SIK K, HYU-JIN N. PZT cantilever array integrated with piezoresistor sensor for high speed parallel operation of AFM [J]. Sensors and Actuators: A, 2003, 103: 122-129.
- [6] TAKAYUKI S, KAZUYA U. Fabrication and characterization of diamond AFM probe integrated with PZT

thin film sensor and actuator [J]. Sensors and Actuators: A, 2004, 114: 398-405.

- [7] 李艳宁,赵倩云.压电探针应用于原子力显微镜液体成像的研究 [J]. 西安交通大学学报, 2006, 40(3): 341-343.
LI Yanning, ZHAO Qianyun. Improved atomic force microscope imaging in liquid with active probe [J]. Journal of Xi'an Jiaotong University, 2006, 40(3): 341-343.
- [8] HYU-JIN N, YOUNG-SIK K. Silicon nitride cantilever array integrated with silicon heaters and piezoelectric detectors for probe-based data storage [J]. Sensors and Actuators: A, 2007, 134: 329-333.
- [9] 石二磊,崔岩.各向异性腐蚀制备纳米硅尖 [J]. 微纳电子技术, 2008, 45(12): 724-728.
SHI Erlei, CUI Yan. Fabrication of nano-silicon-tips based on anisotropic wet etching technique [J]. Micro-nanoelectronic Technology, 2008, 45(12): 724-728.
- [10] 赵钢,褚家如.低刚度高谐振频率的新型微压电悬臂梁探针的结构设计 [J]. 传感技术学报, 2006, 19(5): 1348-1353.
ZHAO Gang, CHU Jiaru. Structural design of novel micro piezoelectric cantilevers with low stiffness and high resonance frequency [J]. Chinese Journal of Sensors and Actuators, 2006, 19(5): 1348-1353.
- [11] CUI Yan, DONG Weijie, LIU Mengwei, et al. Preliminary study of calibration system for PZT thin film micro force sensor [J]. Ferroelectrics, 2007, 358(1): 22-28.
- [12] 崔岩,董维杰.压电薄膜悬臂梁式微力传感器的微力加载装置:中国专利, ZL200710011275.5 [P]. 2009-07-01.

[本刊相关文献链接]

- ZnO 纳米线膜的可控生长及其量子限域效应研究. 西安交通大学学报, 2010, 44(4): 82-86.
- TiO₂ 阳光极有序微结构的纳米压印工艺. 西安交通大学学报, 2009, 43(11): 90-94.
- SnO₂ 纳米颗粒对 CH₄ 气敏特性的研究. 西安交通大学学报, 2009, 43(6): 118-122.
- 磁性纳米 TiO₂/Al₂O₃/Fe₃O₄ 光催化剂的制备及性能研究. 西安交通大学学报, 2009, 43(3): 78-81.

(编辑 管咏梅 赵大良)