

文章编号 1004-924X(2005)06-0658-06

# 基于激光多普勒技术的 PZT 薄膜压电性能测试研究

许晓慧, 鲁 健, 朱龙洋, 褚家如

(中国科学技术大学 精密机械与精密仪器系, 安徽 合肥 230027)

**摘要:**应用基于激光多普勒技术的微小形变分析方法,并引入数字锁相技术,成功实现了 PZT( $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ ) 铁电薄膜的压电性能测试。对商用压电陶瓷在小信号激励下的压电性能测试表明,数字锁相技术的引入能有效抑制系统噪声,并提高激光多普勒系统的位移检测分辨率,使其达到皮米量级。此外,研究了用溶胶-凝胶技术和溶胶-电雾化技术制备得到的 PZT 薄膜的电压-位移曲线和压电位移“蝴蝶线”,实验结果表明:在 5 V 直流偏置下测得两种方法制备得到的 PZT 薄膜的  $d_{33}$  压电系数分别为 218.7 pC/N 和 215.8 pC/N,相应的标准偏差分别为 12.7 和 28.6。

**关键词:**PZT 铁电薄膜;激光多普勒技术;数字锁相

中图分类号:TN247 文献标识码:A

## Measurement of piezoelectric properties of PZT films by laser Doppler technique

XU Xiao-hui, LU Jian, ZHU Long-yang, CHU Jia-ru

(Department of Precision Machinery and Precision Instrumentation,  
University of Science and Technology of China, Hefei 230027, China)

**Abstract:** Laser Doppler technique was used to measure the piezoelectric properties of PZT ( $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ ) thin films. The measurement of piezoelectric properties on commercial PZT bulk indicated that the introduction of lock-in technique, which offered excellent noise rejection, raised the displacement resolution up to picometer order. Then experiments were performed on PZT films derived by sol-gel method and Electrical Spray Deposition (ESD) method. The obtained results show that the piezoelectric coefficients ( $d_{33}$ ) of the two films are 218.7 pC/N and 215.8 pC/N respectively, with 5 V dc bias, and the corresponding standard deviations are 12.7 and 28.6.

**Key words:** PZT thin film; laser Doppler technique; digital lock-in

## 1 引言

$\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$  (PZT) 作为一种性能优异的铁电材料,已经被应用于压电悬臂梁、微镜等许多场

合<sup>[1-2]</sup>。然而,不同场合的应用对 PZT 薄膜性能有着不同要求,如用于非挥发性动态随机存储器时,要求 PZT 薄膜具有优异的极化特性和抗疲劳特性,而用于压电悬臂梁制作时,则要求 PZT 薄膜具有优异的压电性能。此外,用不同方法制备

收稿日期:2005-08-09;修订日期:2005-09-01.

基金项目:教育部博士点基金(No. 20030358018)和优秀青年教师资助计划项目。

得到的 PZT 铁电薄膜的各项性能差别很大,而同一种方法在不同工艺条件下得到的 PZT 铁电薄膜,其性能也有较大差别,如不同热处理工艺将对薄膜性能有较大影响<sup>[3]</sup>。再者,PZT 薄膜在外加电场驱动下所能获得的最大形变量极小(约为薄膜自身厚度的 0.1%),对测试系统的分辨率也提出了很高要求。因此,PZT 薄膜的压电性能表征便成为了基于压电薄膜的微传感器与微驱动器设计中的关键问题之一。

目前,已有很多方法可用于 PZT 薄膜的压电性能表征<sup>[4]</sup>。这些方法主要基于两种原理,一是正压电效应,即通过测量由施加于薄膜上的外力引起的压电电荷输出来检测薄膜的压电性能,如力负载法<sup>[5-7]</sup>,基片弯曲法<sup>[8-9]</sup>等。然而,这些方法采用的都是接触式测量,容易使被测样品退极化甚至损坏样品而引起测量误差。此外,由于没有激励电场,依据该原理的方法难以应用于薄膜压电迟滞和“蝴蝶线”等由场致位移引起的现象的表征;另一种是逆压电效应,这类方法通过检测由外加电场引起的薄膜形变大小来实现压电性能检测,如原子力显微镜,光学干涉法<sup>[10-12]</sup>等。用原子力显微镜来检测 PZT 薄膜压电形变时,容易受到探针与样品间作用力的影响,并且反馈速度也限制了高频激励信号下的薄膜压电性能分析;光学干涉可以达到很高的分辨率,但需要复杂的校正和调试过程。因此,新的压电性能测试方法依旧是目前 PZT 薄膜制备和应用研究中的重点。

作为一种非接触非破坏的微小形变分析技术,激光多普勒在检测样品位移变化时具有操作简单、动态响应快等优点,但由于系统噪声、外界环境干扰等因素的影响,使得其位移检测分辨率受到一定的限制。因此,本文通过引入数字锁相技术<sup>[13-14]</sup>,试图进一步抑制激光多普勒系统的噪声,从而提高系统的位移检测分辨率,并将其用于 PZT 铁电薄膜的压电性能分析。为了验证锁相技术对测试系统分辨率的改进,实验测试了压电陶瓷块在小信号激励下的压电位移输出;此外,为了验证该技术用于薄膜压电性能检测的可行性,还分别测试了用溶胶-凝胶技术和溶胶-电雾化技术制备得到的 PZT 薄膜的电压-位移曲线及其压电位移迟滞“蝴蝶线”。

## 2 实 验

激光多普勒技术通过检测反射光的相位差来检测被测样品的位移。在本实验中所用的激光多普勒振动计(MLD-821, NEOARK INC.)中,反射光的信号检测通过光外差技术来实现,具体光路如图 1 所示。He-Ne 激光器出射的激光被分

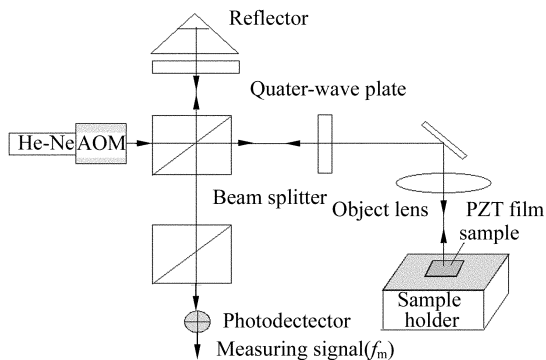


图 1 激光多普勒测试系统中所用外差干涉光路图  
Fig. 1 Heterodyne optical arrangement for laser Doppler measurement system

成两路,一路通过 1/4 波片后由反射镜反射,再经透镜会聚成束径为  $15 \mu\text{m}$  的光斑后入射到 PZT 薄膜样品表面;另一路则通过声光调制器(AOM)产生一个频率相差 80 MHz 的参考信号,该参考信号和反射光信号最终汇合进入光电探测器并由相应的电学处理单元(MLD-821)转换成电压信号  $V_{\text{out}}$  输出,输出的电压信号  $V_{\text{out}}$  再由 NI 公司的 12 位数据采集模块 PCI-6110 采集并送入计算机处理。其输出电压幅值与被测样品位移  $D$  的关系可以表示为

$$D = 200(\text{nm/V}) \times V_{\text{out}}(\text{V}), \quad (1)$$

在用于 PZT 薄膜的压电性能检测时,由 He-Ne 激光器产生频率稳定度为  $10^{-8}$  的激光束,入射到被测的薄膜样品表面。通过在样品的上下电极施加正弦激励信号使其在  $d_{33}$  方向产生振动,由位移检测单元(MLD-821)检测反射光信号并转换成电压信号输出( $0.2 \mu\text{m/V}$ ),并由锁相放大器采集处理。为了减小环境温度湿度及外界振动对测试系统的影响,整个实验装置工作于恒温恒湿的无尘室环境中,且被放置在隔振气浮平台上,实验装置如图 2。

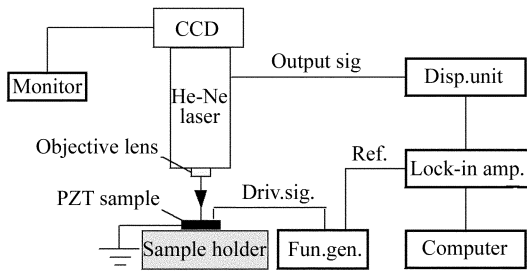


图 2 激光多普勒测试平台

Fig. 2 Schematic of the measurement system

对于厚度在  $1 \sim 2 \mu\text{m}$  的 PZT 铁电薄膜,其最大形变量一般在  $2 \text{ nm}$  以内,因此要求测试系统的分辨率应在亚纳米级或者更高。然而,系统噪声和数据采集模块有效位的限制使得激光多普勒测试系统的分辨率大约在  $1 \text{ nm}$  左右。为了进一步提高测试系统的位移检测分辨率,本实验引入了锁相放大技术,通过从输出信号中提取出和激励信号同频的有用信号来抑制系统噪声,提高位移检测分辨率。实验中所用的锁相放大器 LI5630(NF INC.)的主要性能指标列于表 1 中。

表 1 LI5630(NF INC.)锁相放大器主要性能指标

Tab. 1 Specifications of the lock-in amplifier  
LI 5630(NF INC.)

Sensitivity	$2 \text{ nV/F. S.} \sim 1 \text{ V/F. S.}$ (1-2-5 sequence)
Gain drift	$\pm 1 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ (typ.) (1 kHz)
Input noise	$4.5 \text{ nV} \sqrt{\text{Hz}}$ (typ.), $6 \text{ nV} \sqrt{\text{Hz}}$ (max.)
Frequency range	$0.5 \text{ Hz} \sim 100 \text{ kHz}$ (AC Coupling)
Resolution ( $x, y, r$ )	$4^{1/2}$ digits (max. 19999)
Resolution ( $\theta$ )	$0.01^\circ$

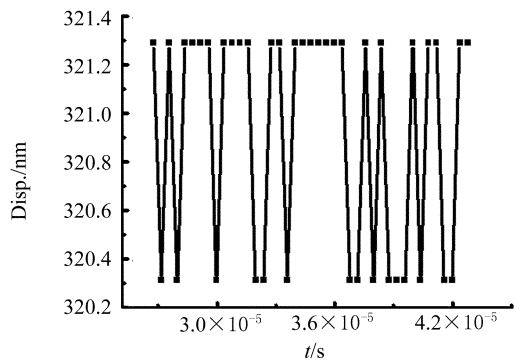
PZT 薄膜样品分别用溶胶-凝胶技术和溶胶-电雾化技术制备,详细的制备过程可参见文献[3, 15]。为了在薄膜上施加激励电场,采用真空蒸发镀膜技术在 PZT 薄膜上制备了  $100 \text{ nm}/50 \text{ nm}$  厚的 Au/Cr 作为薄膜的上电极,其中过渡层 Cr 的使用是为了增加 Au 和 PZT 薄膜之间的附着力。

为了测试锁相放大器对系统噪声的抑制程度,实验测试了薄膜样品在没有激励信号驱动时激光多普勒测试系统的输出电压信号(由 PCI-6110 采集),并和引入锁相放大器后的测试结果作了比较分析;为了进一步验证锁相技术对测试系统分辨率的改进,还测试了压电陶瓷块在小信号激励下的压电位移输出。此外,为了验证激光多普勒方法用于薄膜压电性能检测的可行性,测试了分别用溶胶-凝胶技术和溶胶-电雾化技术制备的 PZT 薄膜的线性压电响应及压电位移迟滞“蝴蝶线”。

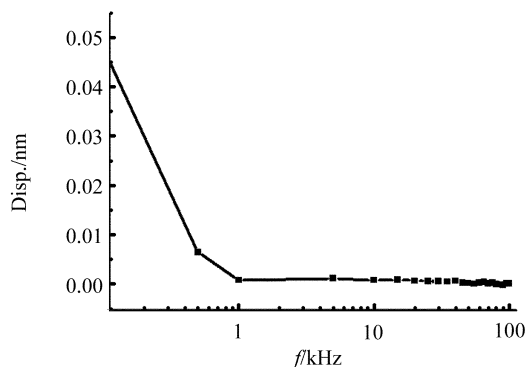
### 3 结果和讨论

图 3 为薄膜样品没有施加激励信号时激光多普勒测试系统的输出信号,其中图 3(a)是经由 PCI-6110 卡采集并转换成相应位移后的曲线,图 3(b)是由锁相放大器采集电压输出信号后得出的频率特性曲线。从图 3(a)中可以看出,采集卡有效位数的限制和外界振动、电路噪声等因素的影响使得输出信号中含有  $1 \text{ nm}$  左右的噪声,这已经严重影响甚至淹没铁电薄膜的振动信号;然而从图 3(b)中可以看出,使用锁相技术后激光多普勒测试系统的噪声得到明显的抑制。当参考信号频率在  $50 \text{ Hz}$  以上时,系统的噪声已被抑制在皮米量级,这和 Jie-Fang 等人<sup>[17]</sup>以光学干涉法测量的结果基本一致;在低频区( $< 50 \text{ Hz}$ ),由于环境湿度的漂移、样品周围气体的流动等因素的影响,噪声略有增加,然而实验中施加于薄膜上的激励信号频率一般在  $100 \text{ Hz}$  以上,所以低频区的噪声不影响实验结果。以上结果表明通过引入锁相放大技术,可以有效抑制激光多普勒测试系统的系统噪声,提高系统检测分辨率。

图 4 为商用压电陶瓷块在频率为  $1 \text{ kHz}$  的激励信号下的电压-位移曲线。激励信号幅值在  $20 \text{ mV}$  到  $110 \text{ mV}$  之间变化,每隔  $5 \text{ mV}$  测试一个数据点,在图 4 中以黑色方块点表示。对所测试的数据点线性拟合,在标准偏差(SD)为  $0.86$  时得到压电陶瓷块的  $d_{33}$  压电系数为  $710.7 \text{ pC/N}$ ,这和 PZT 块体的压电系数标称值( $710 \text{ pC/N}$ )能很好的吻合,且测试曲线显示了很好的线性度。这说明锁相技术的引入,使得激光多普勒测试系统对位移的检测分辨率可以达到皮米量级。



(a)由 PCI-6110 采集处理  
(a) Acquired by PCI-6110



(b)由锁相放大器采集处理  
(b) Acquired by lock-in amplifier

图 3 无激励信号时 MLD-821 的电压输出

Fig. 3 Voltage output of MLD-821 without exciting source

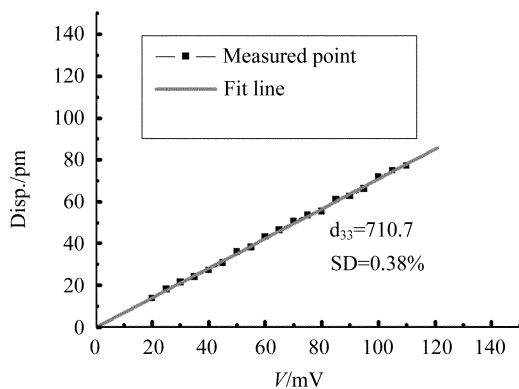


图 4 压电陶瓷的压电响应输出

Fig. 4 Piezoelectric response of the piezoelectric bulk

图 5 表示了 PZT 薄膜在 5 V 直流偏置下的电压-位移曲线。可以看到测试曲线反映了薄膜的压电位移和激励信号幅值之间的一种线性关系,其斜率即反映了薄膜的  $d_{33}$  压电系数,经线性拟合后得到溶胶-凝胶技术和溶胶-电雾化技术制备的 PZT 薄膜的  $d_{33}$  压电系数分别为 218.7 pC/N 和 215.8 pC/N,相应的标准偏差分别为 12.7 和 28.6。这个结果和 Gun-Tae Park 等人<sup>[7]</sup>以气压法测试的压电系数接近。另外,“蝴蝶线”也是体现薄膜压电特性的一个重要参数,图 6 是对用溶胶-凝胶技术和溶胶-电雾化技术制备的 PZT 铁电薄膜的“蝴蝶线”的测试。由于制备工艺的不同,使得两种薄膜的“蝴蝶线”略有差异,但和 L. Lian 等人<sup>[16]</sup>的结果接近。因此,结合锁相技术的激光多普勒技术用于铁电薄膜的压电性能检测是可行的、合理的。

本文应用激光多普勒方法并结合锁相技术成功测试了用溶胶-凝胶技术和溶胶-电雾化技术制备的 PZT 铁电薄膜的压电特性,证明了应用基于激光多普勒的微小形变分析技术并结合锁相技术可以实现 PZT 铁电薄膜的压电性能表征。但在实验中发现,测量薄膜在低频段的压电位移时,锁相输出有比较大的漂移,这可能是由外界振动和干扰所造成的,作者认为可以通过进一步优化锁相时间常数来改进。此外,应用此方法研究 PZT 薄膜的制备技术,也是该项工作下一步的目标。

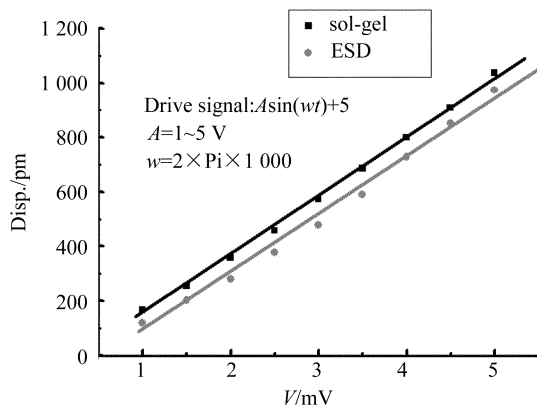


图 5 交流信号激励下薄膜的压电位移响应

Fig. 5 Displacement of PZT films as a function of applied AC electric field with fixed DC bias

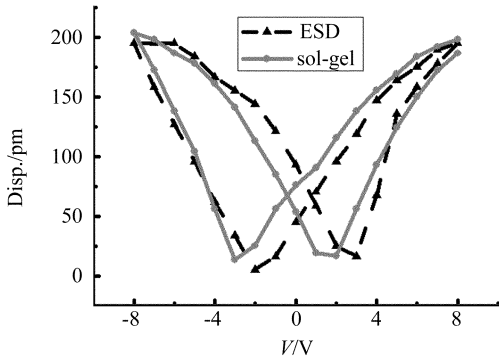


图 6 直流信号激励下薄膜的压电响应

Fig. 6 Piezoelectric response of PZT films as a function of DC bias field

## 4 结 论

基于激光多普勒技术研究了 PZT 薄膜的压电特性。锁相技术的引入使得激光多普勒测试系统的分辨率提高到皮米量级,并且系统噪声也得到显著抑制。对 PZT 薄膜样品的实验结果表明,该方法能满足 PZT 薄膜压电性能检测对测试装置的要求。

## 参考文献:

- [1] FREY M H, PAYNE D A. Nanocrystalline barium titanate: Evidence for the absence of ferroelectricity in sol-gel derived thin-layer capacitors[J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1993, 63(20):2753-2766.
- [2] 阚君武, 杨志刚, 程光明. 压电泵的现状与发展[J]. *光学精密工程*, 2002, 10(6):619-625.  
Kan J W, YANG ZH G, CHENG G M. Research on piezoelectric pump and its development[J]. *Optics and Precision Engineering*, 2002, 10 (6): 619-625. (in Chinese)
- [3] 鲁健, 褚家如. 高取向 PZT 铁电薄膜的溶胶-凝胶法制备[J]. *中国科学技术大学学报*, 2002, 32(6):748-753.  
LU J, CHU J R. Preparation of strongly (100)-oriented  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.53}, \text{Ti}_{0.47})\text{O}_3$  PZT film by sol-gel method[J]. *Journal of University of Science and Technology of China*, 2002, 32(6): 748-753. (in Chinese)
- [4] LIU J M, PAN B, CHAN H L, *et al.* Piezoelectric coefficient measurement of piezoelectric thin film: an overview [J]. *Materials Chemistry and Physics*, 2002, 75:12-18.
- [5] PARK G T, CHOI J J, RYU JUNGHO, *et al.* Measurement of piezoelectric coefficients of lead zirconate titanate thin films by strains-monitoring pneumatic loading method[J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2002, 80(24):4606-4609.
- [6] LEFKI K, DORMANS G J M. Measurement of piezoelectric coefficients of ferroelectric thin films[J]. *J. Appl. Phys.*, 1994, 76(3):1764-1767.
- [7] BARZEGAR A, DAMJANOVIC D, LEDERMANN N, *et al.* Piezoelectric response of thin films determined by charge integration technique: Substrate bending effect[J]. *J. Appl. Phys.*, 2003, 93(8):4756-4760.
- [8] SHEPARD J F, JR CHU F, *et al.* Characterization and aging response of the  $d_{31}$  piezoelectric coefficient of lead zirconate titanate thin films[J]. *J. Appl. Phys.*, 1999, 85(9):6711-6716.
- [9] SHEPARD J F, JR MOSES P J, *et al.* The wafer flexure technique for the determination of the transverse piezoelectric coefficient ( $d_{31}$ ) of PZT thin films[J]. *Sens. Actuators A.*, 1998, 71:133-138.
- [10] KHOLKIN A L, WUTCHRICH CH, TAYLOR D V, *et al.* Interferometric measurements of electric field-induced displacements in piezoelectric thin films[J]. *Rev. Sci. Instrum.*, 1996, 67(5):1935-1941.
- [11] 宋康, 赵玉龙, 蒋庄德. 激光干涉微轮廓测量仪[J]. *光学精密工程*, 2003, 11(3):245-249.  
SONG K, ZHAO Y L, JIANG ZH D. Laser profilometer[J]. *Optics and Precision Engineering*, 2003, 11 (3): 245-249. (in Chinese)
- [12] LI J F, MOSES P, VIEHLAND D. Simple high-resolution interferometric for the measurement of frequency-dependent complex piezoelectric responses in ferroelectric ceramics[J]. *Rev. Sci. Instrum.*, 1995, 66(1):215-221.
- [13] SANIE J, LUUKKALA M. Digital phase detection based on in-phase and quadrature sampling[J]. *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 1983, 16:606-607.
- [14] MOMO F, RANIERRI G A, SOTGIU A, *et al.* Microcomputer based phase sensitive detector[J]. *J. Phys. E: Sci Instrum.*, 1981, 14:1253-1256.

- [15] LU J, CHU J R, HUANG W H, *et al.* Preparation of thick  $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$  (PZT) film by electrostatic spray deposition (ESD) for application in micro-system technology[J]. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 2002, 41: 4317-4320.
- [16] LIAN L, SCOTTOS N R. Effects of thickness on the piezoelectric and dielectric properties of lead zirconate titanate thin films[J]. *J. Appl. Phys.*, 2000, 87(8):3941-3949.

**作者简介:**许晓慧(1981—),男,江苏苏州人,博士研究生,主要研究方向为 PZT 铁电薄膜性能测试技术。E-mail: xhxu@mail.ustc.edu.cn

鲁健(1977—),男,陕西西安人,2005 年获中国科技大学工学博士学位,主要研究方向为基于压电材料的 MEMS 微传感器与微驱动器,以及 PZT 薄膜制备及性能测试技术。E-mail: lujian@mail.ustc.edu.cn

朱龙洋(1979—),男,吉林长春人,硕士研究生,主要研究方向为压电悬臂梁制备及 Q 值提高。E-mail: lyzhu@mail.ustc.edu.cn

褚家如(1963—),男,安徽六安人,博士生导师,中国科学技术大学工程科学学院副院长,主要研究方向为微传感器、微驱动器和微系统集成技术,纳米技术与仪器,超高密度信息存储技术技术与加工系统微小化技术。E-mail: jrchu@ustc.edu.cn