

05;08;12

## Особенности распространения поверхностных акустических волн в ниобате лития, «поврежденном» электронным лучом

© Р.Г. Крышталь, А.В. Медведь

Институт радиотехники и электроники РАН,  
141190 Фрязино, Московская область, Россия  
e-mail: avm@ms.ire.rssi.ru

(Поступило в Редакцию 15 апреля 2002 г. В окончательной редакции 27 января 2003 г.)

Экспериментально исследовано распространение поверхностных акустических волн (ПАВ) в тонкопленочном алюминиевом волноводе типа  $\Delta v/v$ , изготовленном на пластине  $128^\circ Y-X \text{ LiNbO}_3$  взрывной литографией с „засветкой“ электронного резиста непосредственно электронным лучом энергией 20 keV без применения шаблона. Обнаружены скачки и гистерезис на температурной зависимости изменения фазы сигнала, прошедшего через ПАВ-линию задержки, образованную таким волноводом и двумя встречно-штыревыми преобразователями с центральной частотой 486 МГц и помещенную в поток азота. При введении в поток азота паров водосодержащих анализов обнаружены аномальные изменения фазы, имеющие противоположный знак и больше, чем на порядок величины, превышающие изменения фазы, имеющие место в аналогичных условиях в образцах, изготовленных оптической литографией. Делается вывод о возможности использования обнаруженных явлений для создания датчиков влажности на ПАВ с низким уровнем пороговой чувствительности.

### Введение

Известно, что облучение кристаллов сегнетоэлектриков электронным лучом или воздействие определенным образом приложенного электрического поля может вызвать некоторые изменения (радиационные повреждения) в этих кристаллах. Например, в приповерхностных слоях кристалла могут возникать домены и доменные структуры (субмикронных размеров) с противоположным направлением поляризации по сравнению с поляризацией основного объема кристалла или даже создаваться регулярные доменные структуры в объеме сегнетоэлектрической пластины [1–3].

Публикаций об исследованиях сегнетоэлектриков с повреждениями, вызванными электронным лучом, и о влиянии этих повреждений на параметры устройств на поверхностных акустических волнах (ПАВ), очень мало [4,5]. Однако изучение таких вопросов представляется весьма актуальным в связи с постоянным повышением рабочих частот устройств на ПАВ и использованием электронной литографии для их изготовления.

В настоящей работе приводятся некоторые результаты изучения особенностей распространения ПАВ в тонкопленочном алюминиевом волноводе типа  $\Delta v/v$ , изготовленном на пластине  $128^\circ Y-X \text{ LiNbO}_3$  взрывной литографией с „засветкой“ электронного резиста непосредственно электронным лучом без применения шаблона. Именно такая технология изготовления образцов приводила к наблюдаемым особенностям распространения ПАВ и в первую очередь к интересным эффектам влияния внешней газовой среды, которые, по-видимому, обусловлены изменением приповерхностных слоев  $\text{LiNbO}_3$  под действием электронного луча.

### Экспериментальные образцы и измерительная установка

Конфигурация исследуемых образцов показана на рис. 1. ПАВ возбуждалась и принималась встречно-штыревыми преобразователями (ВШП), каждый из которых состоял из 30 пар электродов с периодом  $8 \mu\text{m}$ , апертурой  $110 \mu\text{m}$ . Акустический волновод длиной  $500 \mu\text{m}$  и полной шириной  $40 \mu\text{m}$  был сделан в виде трех парал-

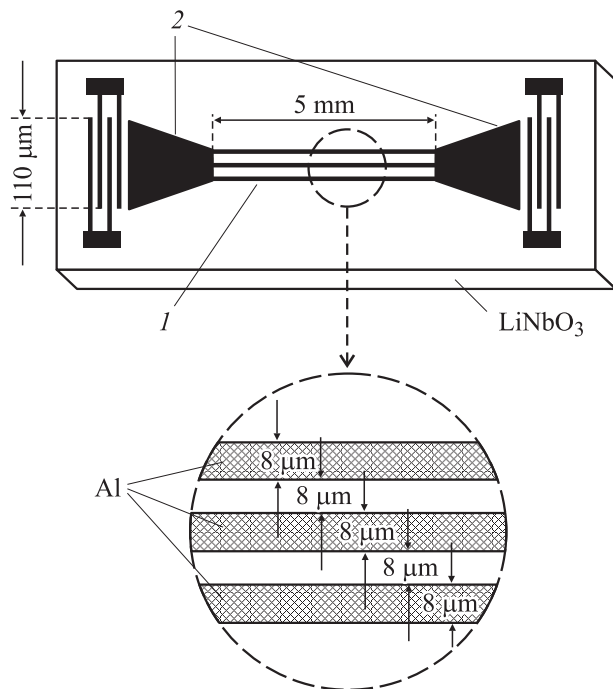
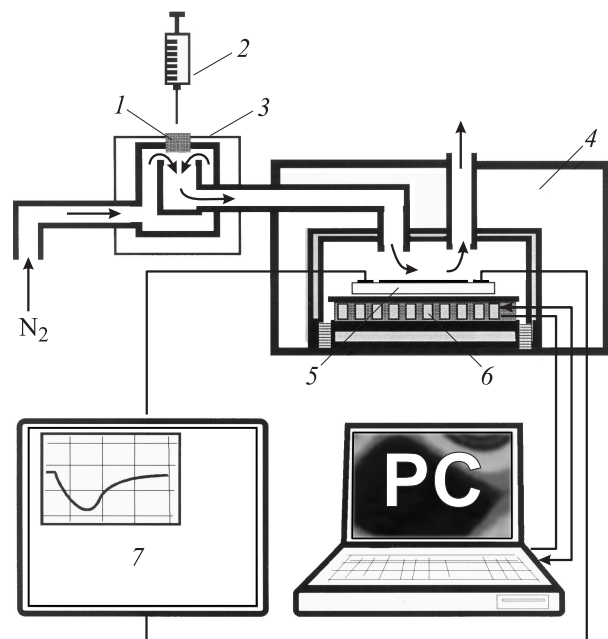


Рис. 1. Схема топологии исследуемых образцов. Размеры подложки —  $9 \times 4 \times 0.5 \text{ mm}$ . 1 — волновод, 2 — концентраторы.



**Рис. 2.** Блок-схема экспериментальной установки: 1 — резиновая мембрана, 2 — микрошприц, 3 — испаритель, 4 — термостат, 5 — ПАВ образец, 6 — ТЭЭ, 7 — измеритель фазы.

лельных алюминиевых полосок. Ширина каждой такой полоски и зазоров между ними были равны одной длине волны, т.е.  $8\ \mu\text{m}$ . Для согласования апертуры ВШП и волновода использовались клиновидные акустические концентраторы. Распространяющаяся в таком волноводе ПАВ, по нашему мнению, имеет плоский однородный фронт, как и в обычном сплошном волноводе типа  $\Delta v/v$ , представляющем собой только одну проводящую полосу. Экспериментально было показано, что такая волноводная линия задержки имеет линейную зависимость фазовой скорости от частоты в полосе частот от 474 до 498 МГц (в полосе пропускания по уровню 3 дБ).

Образцы изготавливались на подложке из  $128^\circ\text{Y-Z LiNbO}_3$  взрывной фотолитографией, топология на электронном резисте „вырисовывалась“ непосредственно электронным лучом энергией 20 keV без использования фотошаблона. Таким образом, в процессе изготовления образцов подложка облучалась электронным лучом, для акустического волновода облученная поверхность составляла две пятых апертуры ПАВ. Толщина алюминиевого слоя элементов топологии образцов была равна  $1500\ \text{Å}$ . Вносимые потери в такой линии задержки на центральной частоте 486 МГц, в 50-омном тракте, без согласования, при комнатной температуре составляли 13–14 дБ.

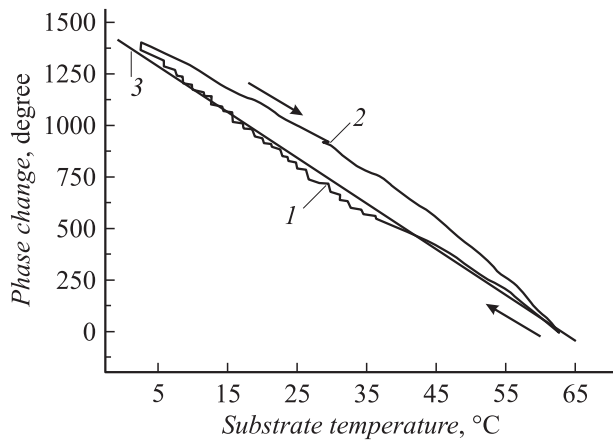
Закрепленные на рабочей поверхности термоэлектрического элемента (ТЭЭ) Пельтье исследуемые образцы линии задержки и термочувствительный резистор для измерения их температуры помещались внутрь измерительной камеры. Камера имела соответствующие элек-

трические разъемы для подключения линии задержки к высокочастотным измерительным цепям, ТЭЭ с термочувствительным резистором к цепям питания и компьютерного управления температурой и газовые штуцеры для ввода и вывода газов (рис. 2). Используемые в наших экспериментах коммерческие однокаскадные ТЭЭ со стандартной схемой управления обеспечивали стабильность поддержания температуры ПАВ устройства не хуже  $\pm 0.003^\circ\text{C}$  в течение не менее 10 min и не хуже  $\pm 0.01^\circ\text{C}$  в течение 10 h в диапазоне задаваемых температур 4–60°C при температуре среды, окружающей измерительную камеру, 20–30°C. На входной ВШП линии задержки подавался сигнал частотой 486 МГц и мощностью 1 мВт. Измерялся сдвиг фазы прошедшего сигнала как функции времени. Из этой зависимости, зная скорость изменения температуры, при которой проводились измерения, можно построить график зависимости изменения фазы ПАВ от температуры подложки образца. В процессе измерений через измерительную камеру протекал поток относительно сухого хроматографически чистого азота (точка росы не выше  $-60^\circ\text{C}$ ) с регулируемой скоростью потока 5–30  $\text{cm}^3/\text{min}$ . В поток азота можно было вводить пары жидких аналитов с помощью стандартного хроматографического микрошприца и испарительной камеры с резиновой мембраной. Температура испарителя равнялась  $150^\circ\text{C}$  и была выше температуры кипения всех аналитов, используемых в нашем эксперименте. Измерительная камера с исследуемым образцом и соединительными капиллярными газовыми трубками помещались в термостат, в котором поддерживалась постоянная температура.

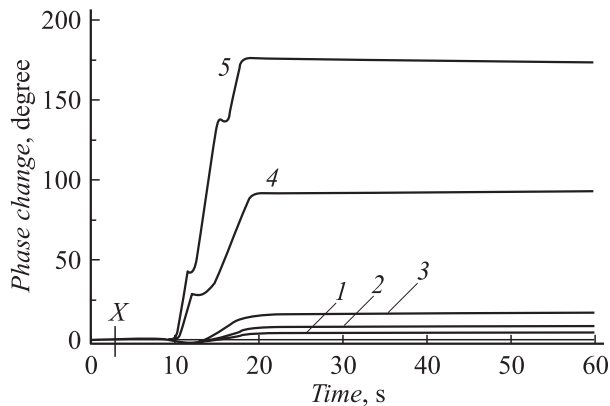
## Экспериментальные результаты и их обсуждение

Экспериментально было исследовано, как изменяется фаза сигнала, прошедшего через исследуемую линию задержки на ПАВ, при уменьшении температуры подложки от 65 до  $4^\circ\text{C}$  (со скоростью  $0.1^\circ\text{C}/\text{s}$ ) и при возрастании от 4 до  $65^\circ\text{C}$  (рис. 3). Оказалось, что измеренные зависимости имеют достаточно большие скачки, кривые зависимости фазы при уменьшении и увеличении температуры не совпадают (гистерезис) и отличаются от рассчитанной зависимости. Следует заметить, что подобные скачки и гистерезис наблюдались и для зависимостей амплитуды ПАВ от температуры.

На рис. 4 показаны измеренные изменения фазы ПАВ как функции времени при введении в испаритель пробы 92%-го этилового спирта (8% воды) для пяти различных значений температуры пьезоэлектрической подложки. Скорость потока газа-носителя была равна  $18\ \text{cm}^3/\text{min}$ . Измерения проводились следующим образом. Прежде чем вводить пробу в испаритель, устанавливалась максимальная температура рабочей поверхности ТЭЭ ( $65^\circ\text{C}$ ) и ПАВ образец выдерживался при этой



**Рис. 3.** Зависимости фазы ПАВ от температуры подложки в структуре с ПАВ волноводом. 1 — температура подложки понижается, 2 — температура подложки повышается, 3 — рассчитанная зависимость фазы ПАВ от температуры для топологии исследуемого образца с температурным коэффициентом задержки 75 ppm.



**Рис. 4.** Измеренная зависимость фазы ПАВ от времени при сорбции 92%-го водного раствора этанола. Температура подложки, °C: 1 — 43.9, 2 — 38.2, 3 — 35, 4 — 29.3, 5 — 21.9. Объем пробы жидкого анализатора 0.2  $\mu$ l. Точка X — время введения пробы.

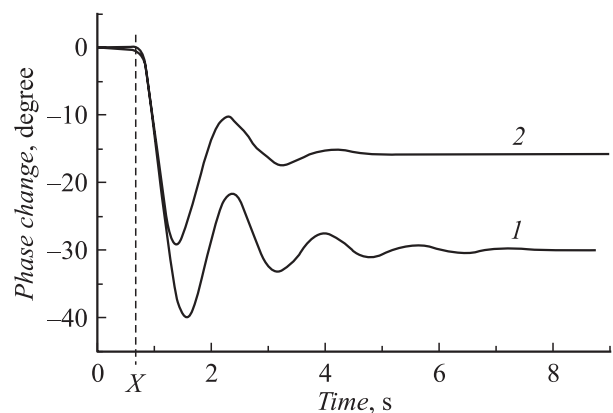
температуре несколько минут, практически до полной релаксации фазы. Затем температура понижалась до желаемой величины с постоянной скоростью 0.1°C/s и образец вновь выдерживался при этой температуре несколько минут, практически до полного установления нового значения фазы сигнала. Данная процедура повторялась при проведении измерений для всех значений температуры подложки. Если после первой инъекции анализатора сделать повторную, без изменения температуры подложки, то это приведет снова к изменению фазы ПАВ, прошедшей через образец с таким же знаком, как на рис. 4. Такие изменения фазы с каждым последующим введением анализатора будут накапливаться, пока общее изменение фазы не достигнет величины приблизительно

но 250°. После этого поведение образца при введении анализатора становится совершенно „обычным“, как и для образцов, изготовленных оптической литографией, т.е. изменение фазы ПАВ становится по крайней мере на порядок величины меньше и имеет противоположный знак.

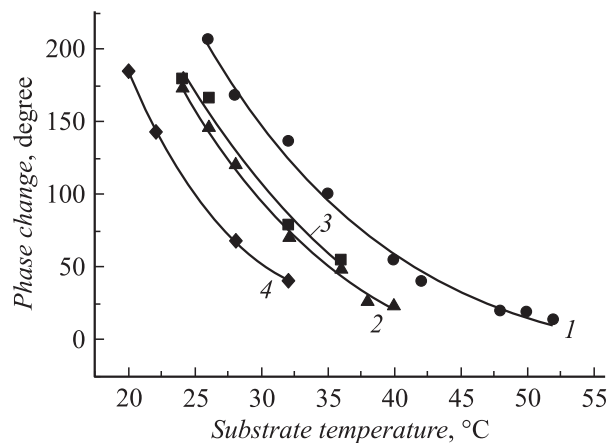
Следует отметить, что довольно большие времена релаксации фазы ПАВ при изменении температуры пьезоэлектрической подложки (время, в течение которого выдерживается образец при заданной температуре прежде, чем ввести пробу в испаритель), связаны не со временем установления температуры самой подложки, а, скорее, с длительностью внутренних релаксационных процессов в кристалле, „поврежденном“ электронным лучом.

Экспериментально было исследовано, как ведет себя фаза при скачкообразном изменении рабочей температуры поверхности ТЭЭ от 58.3 до 59.3°C и от 9.8 до 10.3°C в образцах, изготовленных оптической фотолитографией (рис. 5). Скорость изменения температуры была равна 0.1°C/s. Оказалось, что температура подложки „отслеживает“ изменения температуры рабочей поверхности ТЭЭ без существенной задержки. Это доказывает, что наблюдаемый гистерезис (рис. 3) на температурных зависимостях не связан с задержкой установления температуры подложки.

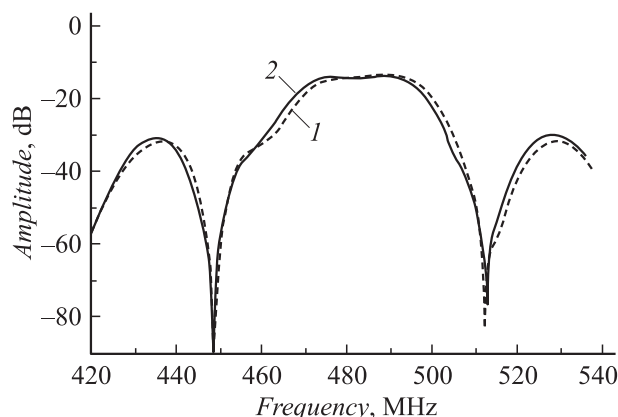
Аномалии фазы происходят при распространении ПАВ в области кристалла между входным и выходным ВШП, а не в ВШП. Мы убедились в этом, наблюдая гладкие зависимости фазы от времени отраженного сигнала, снимаемого с выходного ВШП исследуемой волноводной линии задержки при введении анализатора в испаритель и изменении температуры подложки. Входной ВШП работал в режиме короткого замыкания. Все экспериментальные условия при этом оставались такими же, как в предыдущих экспериментах.



**Рис. 5.** Экспериментальная зависимость фазы ПАВ от времени при изменении температуры рабочей поверхности ТЭЭ. 1 — от 58.3 до 59.3°C (время установления температуры подложки ~ 5 s), 2 — от 9.8 до 10.3°C (время установления температуры подложки ~ 2 s). Точка X — момент переключения температуры.



**Рис. 6.** Зависимость изменения фазы ПАВ от температуры подложки при введении в испаритель проб воды и 50%-го водного раствора этанола различных объемов. Объем пробы,  $\mu\text{l}$ : 1, 3 — 0.2; 2, 4 — 0.1. 1, 2 — воды; 3, 4 — 50%-й этанол. Значки — результаты измерений, сплошные кривые — аппроксимирующие экспоненты.



**Рис. 7.** Амплитудно-частотная характеристика волноводной линии задержки при температуре 20.5°C. 1 — до введения пробы анализта, 2 — после введения пробы анализта.

На рис. 6 даны зависимости изменения фазы ПАВ как функции температуры подложки при введении в испаритель проб воды и 50%-го водного раствора этанола различных объемов. Видно, что практически совпадают лишь кривые для анализтов, содержащих одинаковое количество воды — 0.1  $\mu\text{l}$  (кривые 2 и 3 и показатели их аппроксимирующих экспонент). Эти результаты показывают, что величина аномального изменения фазы ПАВ при заданной температуре подложки, вызванного адсорбцией паров анализта на подложке при однократной инъекции пробы, оказывается пропорциональной объему содержанию воды в анализте и практически не зависит от природы других компонентов, входящих в состав анализта. Аналогичные результаты были получены и для водных растворов других спиртов (метилового, пропилового и изопропилового).

Помимо аномального изменения фазы при инъекции пробы в испаритель происходило также и скачкообразное изменение амплитуды сигнала, снимаемого с выходного ВШП образца, которое также сохранялось в течение длительного времени, если температура образца при этом не менялась. На рис. 7 представлены амплитудно-частотные характеристики (АЧХ) одного из исследованных образцов, измеренные при температуре образца 20.5°C в потоке азота до и после введения в испаритель пробы 92%-го этанола (8% воды) объемом 0.2  $\mu\text{l}$ . Отметим, что форма АЧХ при температуре образца свыше 40°C имеет гладкую форму, изломы на АЧХ появляются при понижении температуры.

## Заключение

Таким образом, мы экспериментально исследовали распространение ПАВ в тонкопленочном алюминиевом волноводе типа  $\Delta v/v$ , изготовленном на пластине 128°Y-X LiNbO<sub>3</sub> взрывной литографией с „засветкой“ электронного резиста непосредственно электронным лучом без применения шаблона. Наиболее важными из полученных результатов являются обнаружение скачков и гистерезиса на кривых зависимостей фазы от температуры и аномалии изменений фазы и амплитуды ПАВ при адсорбции на поверхности подложки паров воды, содержащихся в анализтах. Мы полагаем, что эти явления связаны с повреждением кристаллов LiNbO<sub>3</sub> электронным лучом при изготовлении образцов. Точного объяснения полученным результатам мы пока не можем предложить. Мы надеемся сделать прямые наблюдения в будущем.

В заключение хотелось бы отметить, что полученные экспериментальные результаты дают основание полагать, что исследуемые ПАВ структуры и нестандартная технология их изготовления могут оказаться весьма перспективными для создания газовых датчиков на ПАВ, в частности датчиков влажности с рекордно низким уровнем пороговой чувствительности.

## Список литературы

- [1] Bursill L.A., Peng Ju Lin. // *Ferroelectrics*. 1988. Vol. 77. N 1. P. 81–89.
- [2] Фрегатов С.О., Шерман А.Б. // *ПЖТФ*. 1998. Т. 24. Вып. 6. С. 52–57.
- [3] Шур В.Я., Румянцев Е.Л., Бачко Р.Г. и др. // *ФТТ*. 1999. Т. 41. Вып. 10. С. 1831–1837.
- [4] Roshchupkin D.V., Fournier Th., Brunel M. et al. // *Appl. Phys. Lett.* 1992. Vol. 60. P. 2330–2331.
- [5] Roshchupkin D.V., Tkachev S.V., Tocoulou R. et al. // *Ferroelectrics Lett.* 1995. Vol. 19. P. 139–144.