Journal of Applied Acoustics

◇ 研究报告 ◇

# 退火温度对声表面波检测器电极 表面粗糙度的影响\*

王 剑1 安 燕2 刘明华2 刘久玲27 何世堂27

(1 天津航海仪器研究所 天津 300131)(2 中国科学院声学研究所 北京 100190)

**摘要** 该文实验研究了退火温度对声表面波检测器电极表面粗糙度的影响。电极表面的粗糙度随着退火温度 不同而变化,实验中分别选择常温(25℃)、200 ℃ 和 300 ℃ 作为退火温度对两种镀膜方式制备的声表面波器 件进行退火,最后得到退火温度和电极表面粗糙度的对应关系。从实验结果来看,退火温度为 200 ℃时,得到 的电极表面粗糙度最大。该研究为声表面波检测器表面粗糙度优化及灵敏度提升提供了基础。 关键词 声表面波,粗糙度,退火温度,传感器 中图法分类号: O429 文献标识码: A 文章编号: 1000-310X(2019)01-0129-05 DOI: 10.11684/j.issn.1000-310X.2019.01.017

# The effect of annealing temperatures on electrode surface roughness of the surface acoustic wave detectors

WANG Jian<sup>1</sup> AN Yan<sup>2</sup> LIU Minghua<sup>2</sup> LIU Jiuling<sup>2</sup> HE Shitang<sup>2</sup>

(1 Institute of Navigation Instrument of Tianjin, Tianjin 300131, China)

(2 Institute of Acoustics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China)

**Abstract** The effect of annealing temperatures on electrode surface roughness of the surface acoustic wave (SAW) detectors was studied. The electrode surface roughness of the SAW detector was changed by annealing at different temperatures. 25 °C, 200 °C and 300 °C were chosen for this experiment. From the experimental results, when annealing temperature is 200 °C, the electrode surface roughness is the largest. This study provides a basis for surface roughness optimization and sensitivity improvement of acoustic surface wave detector. **Key words** Surface acoustic wave, Surface roughness, Annealing temperature, Sensor

2018-11-16 收稿; 2018-12-26 定稿

<sup>\*</sup>国家重点研发子课题项目 (2017YFC0803603-Z04)

作者简介: 王剑 (1979-), 男, 辽宁沈阳人, 工程师, 研究方向: 自动控制。

<sup>†</sup>通讯作者 E-mail: liujiuling@mail.ioa.ac.cn; heshitang@mail.ioa.ac.cn

# 0 引言

声表面波 (Surface acoustic wave, SAW) 气体 传感器经过数十年的发展,已在工业、军事等领域得 到了非常广泛的应用<sup>[1]</sup>。相对于其他种类的气体传 感器,SAW 气体传感器具有灵敏度高、体积小、成本 低、容易实现智能化等独特优势<sup>[2-3]</sup>。SAW 气体传 感器的基本原理是通过器件表面吸附待测的气体, 从而引起声表面波的传播速度发生变化,速度的变 化导致振荡器的振荡频率发生改变,通过测量这个 变化量实现对待测气体的测量<sup>[4-5]</sup>。对于直接吸附 气体的声表面波传感器来说,声表面波检测器表面 的电极粗糙度问题不可忽略,其将直接影响声表面 波检测器的吸附效率,进而影响传感器的灵敏度。

电极表面的粗糙度对 SAW 器件主要产生两方 面的影响:一方面,表面粗糙度的存在会导致声表面 波在传播时发生散射。通常声表面波散射发生在薄 膜粗糙的表面、薄膜的晶界处、薄膜与衬底的交界 处,其中,薄膜粗糙的表面对散射的贡献最大,而散 射会使得声表面波的能量减少,进而使得 SAW 器 件的插入损耗变大<sup>[6-8]</sup>;另一方面,当SAW器件用 作传感器时,其电极表面的粗糙度会影响传感器的 吸附效率。这是因为粗糙度的增加相当于增加表面 的孔隙度,即表面积与体积的比就会变大,这样金属 表面与吸附气体接触的面积增加,从而影响吸附效 率。所以表面粗糙度的不同将直接影响声表面波检 测器的吸附效率,而吸附效率的变化则可能导致灵 敏度发生变化<sup>[9-12]</sup>。本文正是从表面粗糙度的影 响因素出发,实验研究了声表面波加工工艺中退火 温度对电极表面粗糙度的影响。

### 1 基本理论及方法

在声表面波检测器制备的镀膜工艺中,无论采用什么镀膜方法及参数,金属的表面都会呈现凹凸不平,镀膜方法和参数影响的是凹凸不平的程度,评价金属电极凹凸不平程度的即为表面粗糙度<sup>[13]</sup>。目前多以原子力显微镜 (Atomic force microscope, AFM)测量表面粗糙度,采用原子力显微镜测量表面粗糙度时,描述表面粗糙度的主要参数有轮廓偏离平均线的算术平均*R<sub>a</sub>*;在取样长度内,轮廓偏离平均线的均方根值*R<sub>q</sub>*;轮廓取样长度内的最大峰-谷高度*R<sub>z</sub>。*国际普遍公认的、最常用的粗糙度参数为*R<sub>a</sub>*<sup>[14]</sup>,*R<sub>a</sub>*的定义如图1所示,其计算公式如

式(1),其中*l<sub>r</sub>*表示测量的径向长度,*Z*(*x*)表示测量 取样长度内的轮廓。



图 1 表面粗糙度轮廓幅度参数算术平均偏差 Fig. 1 The arithmetic mean deviation of the surface roughness

影响表面粗糙度的因素有很多,本文主要针对 退火温度变化对金属铝表面粗糙度的影响进行了 实验研究。退火是指一种金属热处理工艺,方法是 将金属缓慢加热到一定温度,保持一段时间,然后以 一定的速度冷却。在SAW器件制备工艺中,退火在 镀膜工艺后进行。通过退火可以使晶粒再次生长进 而改变薄膜的粗糙度。退火过程中,随着退火温度 的升高,晶粒尺寸变大,粗糙度随之增加,但退火温 度达到一定程度后,虽然晶粒尺寸仍在增大,但薄 膜表面原子获得足够的能量迁移,填补空位、位错、 空洞等缺陷使得薄膜表面变得平滑。为了研究退火 温度与粗糙度之间的关系,分别对SAW器件进行 200℃和300℃的退火处理,然后测量其表面粗糙 度,由此研究退火温度对电极表面粗糙度的影响。

### 2 声表面波检测器制备

沉积法制备薄膜的晶粒尺寸是决定粗糙度的 主要因素,晶粒生长的尺寸与其获得的能量有关,晶 粒获得的能量越高,颗粒越大<sup>[15]</sup>。针对SAW器件 电极加工工艺中常用的溅射镀膜和热蒸发镀膜两 种镀膜方式,分别制备了的SAW器件,如图2所示。 制备完成后,对电极的膜厚用原子力显微镜进行测



图 2 两种镀膜方式制备的 SAW 器件

Fig. 2 SAW resonators obtained by sputtering and by E-beam evaporation

量,并利用自带 NanoScope Analysis 软件计算金属 铝电极的厚度。测量结果为溅射技术镀膜时的铝电 极厚度,测得的高度为310.147 nm; 热蒸发镀膜时 的铝电极厚度,测得的高度为259.918 nm。

## 3 实验与讨论

#### 3.1 退火温度对电极表面粗糙度的影响

将制备好的SAW谐振器分别进行200 ℃和 300 ℃的退火,保温3h。退火完成之后使用原子力





显微镜测量其表面粗糙度。图3为退火前与不同退 火温度下溅射镀膜所得的金属铝电极表面的AFM 照片。

根据其提供的软件 NanoScope Analysis 即可 得到表面粗糙度的大小,用轮廓算术平均偏差 ( $R_a$ ) 和轮廓均方根值 ( $R_q$ )表示。退火前后的 $R_a$  和 $R_q$  如 表1所示,并在图4中表示出 $R_a$  和 $R_q$  与退火温度 之间的关系。

表1 退火前后溅射所得的铝电极的  $R_a$  和  $R_q$  的大小 Table 1 The values of  $R_a$  and  $R_q$  of Al electrode obtained by sputtering before and after annealing





根据退火前后溅射所得的铝电极表面的 $R_a$ 和 $R_q$ 的大小可知,当退火温度为200 ℃时,铝电极表面的粗糙度最大;退火温度为300 ℃时,表面粗糙度比退火前的粗糙度要小。

然后对热蒸发镀膜的SAW器件进行同样的实验测试。图5为退火前与不同退火温度下热蒸发镀膜所得的金属铝电极表面的AFM照片。退火前后的*R<sub>a</sub>*和*R<sub>q</sub>*如表2所示,并在图6中表示出*R<sub>a</sub>*和*R<sub>q</sub>*与退火温度之间的关系。

根据退火前后热蒸发所得的铝电极表面的 *R*<sub>a</sub> 和 *R*<sub>q</sub> 的大小可知, 粗糙度的变化趋势与溅射所得的铝电极表面粗糙度的变化趋势相似, 即当退火温度为 200 ℃ 时, 铝电极表面的粗糙度最大; 退火温度为 300 ℃时, 表面粗糙度比退火前的粗糙度要小, 但是改变的程度不大。

表 2 退火前后热蒸发所得的铝电极的  $R_a$  和  $R_q$  的大小 Table 2 The values of  $R_a$  and  $R_q$  of Al electrode obtained by E-beam evaporation before and after annealing

	退火前	200 °C	$300 \ ^{\circ}\mathrm{C}$
$R_a/\mathrm{nm}$	3.28	3.75	2.63
$R_q/\mathrm{nm}$	4.10	6.58	3.35



图 5 退火前后热蒸发所得的铝电极的 AFM 表面 形貌

Fig. 5 AFM surface morphology of aluminum electrode obtained by E-beam evaporation before and after annealing



图 6 热蒸发镀膜的  $R_a$  和  $R_q$  与退火温度之间的关系 Fig. 6 The relationship between surface roughness and annealing temperature after E-beam evaporation

比较热蒸发和溅射所得的铝电极表面粗糙度 可得,热蒸发所得的铝电极表面粗糙度更小。分析 原因,是由于溅射的靶材粒子到达基片表面时能量 比热蒸发粒子高,因此通常常温条件下溅射所获得 的薄膜粗糙度比热蒸发获得的薄膜粗糙度高,实验 中也验证了这一点。

从实验结果来看,两种镀膜方式下,退火温度 对电极表面粗糙度的影响基本一致,即当退火温度 为200℃时,铝电极表面的粗糙度最大。

#### 3.2 不同退火温度条件下器件的检测响应

选用热蒸发镀膜且分别进行200 ℃退火和 300 ℃退火的SAW器件作为检测器,对同一浓度的 苯样品进行检测。检测时,每个器件测6次数据,取 平均值,且每种退火温度挑选出多个器件进行检测 实验,得到不同退火温度条件下SAW器件的检测 响应,实验结果如图7所示。



图 7 传感器响应与退火温度之间的关系 (苯的响应结果)

Fig. 7 The relationship between sensor response and annealing temperature(The response of Benzene)

133

从测试结果可以看出,测试苯样品时,随着退 火温度的不同,测试响应变化明显,200 ℃ 退火条 件下的SAW 检测器响应比300 ℃ 退火条件下的检 测响应提高约20%。

#### 4 结论

本文实验研究了退火温度对声表面波检测器 电极表面粗糙度的影响。对于直接吸附气体的声表 面波传感器来说,声表面波检测器电极表面的粗糙 度问题不可忽略,其将直接影响声表面波检测器的 吸附效率,进而影响传感器的灵敏度。电极表面的 粗糙度随着退火温度不同而变化,实验中分别选择 200 ℃和300 ℃作为退火温度对SAW 器件进行退 火,得到退火温度和电极表面粗糙度的对应关系,并 用不同退火温度得到的检测器对苯样品进行检测 实验。从实验结果来看,退火温度为200 ℃时,得到 的电极表面粗糙度最大,对苯的检测响应也比退火 温度为300 ℃时提高约20%。在传感器应用中,可 结合声表面波传感器的实际需要,针对不同待测物, 优化退火条件,实现声表面波传感器芯片表面粗糙 度的优化。

#### 参考文献

- 程建春,田静. 创新与和谐:中国声学进展 [M]. 北京:科学出版社, 2008.
- [2] 何世堂,王文,刘久玲,等. 声表面波气体传感器研究进展 [J]. 应用声学, 2013, 32(4): 252-262.

He Shitang, Wang Wen, Liu Jiuling, et al. Research progress of surface acoustic wave based gas sensors[J]. Journal of Applied Acoustics, 2013, 32(4): 252–262.

- [3] 刘国锋,陈明.新型声表面波气体传感器 [J]. 航空计测技术, 1995, 15(3): 5-8.
- [4] Ballantine D S, White R M, White S J, et al. Acoustic wave sensors: theory, design & physicochemical applications[J]. Sensors & Actuators A Physical, 1997, 63(1): 79–79.
- [5] Wohltijon H, Ressy R. Surface acoustic wave probe for chemical analysis. I. Instruction and instrument description[J]. Analytical Chemistry, 1979, 51(9): 1458–1464.
- [6] 黄亮. 高灵敏度磁电声表面波磁场传感器研究 [D]. 成都: 电子科技大学, 2015.
- [7] 胡佳.神经性毒剂痕量蒸汽声表面波传感器的研究 [D].成都: 电子科技大学, 2012.
- [8] 代丽红. 磁声表面波磁场传感器及其制备方法 [D]. 成都: 电 子科技大学, 2012.
- [9] 胡浩亮,王文,何世堂,等. 一种采用穴番-A敏感膜的新型 声表面波瓦斯传感器的研究 [J]. 传感技术学报, 2016, 29(2): 166-170.
  Hu Haoliang, Wang Wen, He Shitang, et al. A

novel surface acoustic wave methane sensor coated with Cryptophane-A[J]. Chinese Journal of Sensors and Actuators, 2016, 29(2): 166–170.

- [10] Li D J, Zhao C, Fu Y Q, et al. Engineering silver nanostructures for surface acoustic wave humidity sensors sensitivity enhancement[J]. Journal of the Electrochemical Society, 2014, 161(6): B151–B156.
- [11] Wang C, Fan L, Zhang S Y, et al. Highly sensitive Rayleigh wave hydrogen sensors with WO<sub>3</sub> sensing layers at room temperature[J]. Chinese Physics Letters, 2011, 28(11): 110701.
- [12] Water W, Wang S F, Chen Y P, et al. Calcium and strontium doped ZnO films for love wave sensor applications[J]. Integrated Ferroelectrics, 2005, 72(1): 13–22.
- [13] 覃奇贤, 刘淑兰. 表面粗糙度 [J]. 电镀与精饰, 2009, 31(6): 32-34.

Qin Qixian, Liu Shulan. Surface roughness[J]. Plating and Finishing, 2009, 31(6): 32–34.

- [14] 白琨.表面粗糙度测量实验综述报告 [J]. 科技展望, 2016(15):
   154.
- [15] 吴自勤, 王兵, 孙霞. 薄膜生长 [M]. 北京: 科学出版社, 2001.