



## 第七章 薄膜的物理性质

### □7.5 薄膜的热学性质

7.5.1 薄膜热导率的测量方法

7.5.2 薄膜热扩散率的测量方法

7.5.3 薄膜热容的测量方法

7.5.4 薄膜热膨胀系数测量方法磁阻效应



### 7.5 薄膜的热学性质

功能薄膜在许多方面表现出与块状材料明显不同的热学性质。

两方面原因：

- (1) 薄膜的厚度薄的特点引起的极大的表面体积比；
- (2) 由于成膜过程是逐个粒子的凝聚，这使得薄膜具有特殊的微观物理结构。

薄膜的热导率低于宏观情况下的相应值。

对薄膜热学参数的测试与表征主要集中在热导率、热扩散率、比热容和热膨胀系数等参数方面。



## 7.5.1 薄膜热导率的测量方法

- \* **热导率:** 又称导热系数，反映物质的热传导能力。  
指当温度垂直向下梯度为 $1^{\circ}\text{C}/\text{m}$ 时，单位时间内通过单位水平截面积所传递的热量。
- \* 其具体定义为：在物体内部垂直于导热方向取两个相距1米，面积为1平方米的平行平面，若两个平面的温度相差1K，则在1秒内从一个平面传导至另一个平面的热量就规定为该物质的热导率，其单位为瓦特·米 $^{-1}$ ·开 $^{-1}$  ( $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ )。



## 7.5.1 薄膜热导率的测量方法

**薄膜热导率测量方法**

薄膜热导率测试技术：静态法、3w方法、瞬态反射测量法、扫描热显微镜技术、光热偏转法、红外成像技术及全息干涉法、光声光热技术等。

**1. 静态法**

静态法利用一维傅里叶传热方程求解热导率的稳态方法。

关系式：

$$Q = -k \nabla T$$

薄膜厚度至少应在微米数量级

Q是热流密度矢量，表示在单位等温面面积上，沿温度降低的方向单位时间内传导的热量。热导率k反映物质导热能力，单位W/mK。

最常见的一种测试薄膜热导率的结构如图 7-38 所示。利用半导体工艺依次在绝缘衬底上(如  $\text{SiO}_2$ )生长顶层金属桥 A、被测样品层和底层金属桥 B。金属桥所用材料一般是金属 Al 或 Pt。金属桥 A 通一大电流,同时作加热器和测温元件;金属桥 B 通小电流作测温元件。在顶层金属桥 A 的 1、2 电极上加一恒流  $I$ ,金属条上产生焦耳热,其温度升高,热流穿过样品介质层到达底层金属桥 B,最后流入衬底中。边界热损失与传导的热量相比很小,满足一维传热模型。当系统传热达到稳定状态时,顶层金属桥和底层金属桥的温度分别为  $T_A$  和  $T_B$ 。为了保证热导率的常物性测量,应使顶层金属桥温度升高在 10K 的范围内。

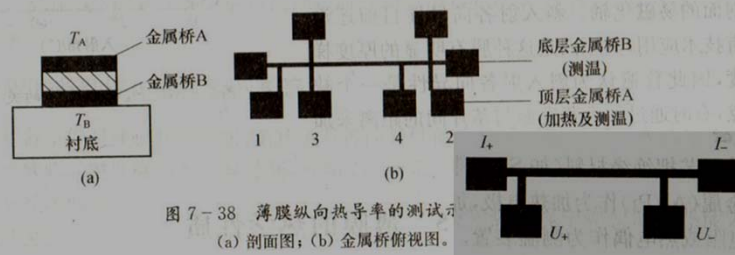


图 7-38 薄膜纵向热导率的测试示  
(a) 剖面图; (b) 金属桥俯视图。

### 一维傅里叶传热方程

$$\text{由 } Q = -k \nabla T \longrightarrow k = \frac{d \cdot I \cdot U}{l \cdot W (T_A - T_B)}$$

$U$  为电极 3、4 上的电压值,  $d$  为介质的厚度,  $l$  和  $W$  分别为介质层的长度和宽度, 温度  $T_A$  和  $T_B$  由电压—电流四端法测得。

基于该方法, 测得  $\text{SiO}_2$  薄膜的热导率与体材料相比大约减少了 20%。

特点: 精度较高, 数据分析处理容易, 误差大约 5%, 适用于绝缘材料和不良导体材料的薄膜热导的测量。

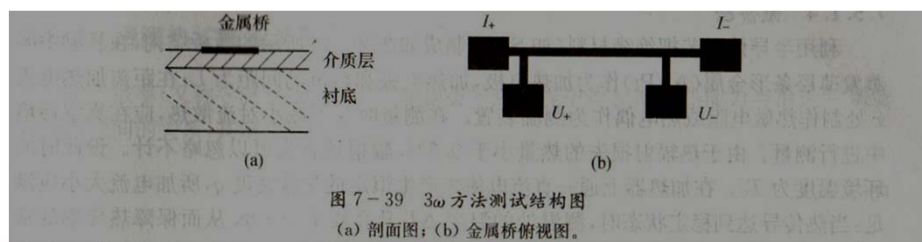


## 7.5.1 薄膜热导率的测量方法

## 2. 3w方法

最早用于测量各向同性低热导率绝缘材料的热导率，现在也应用于沉积在良热导率衬底上的薄膜的热导率的测量。

在良导体衬底（如Si）上生长一层厚度为 $d$ 的绝缘待测薄膜（如 $\text{SiO}_2$ ），薄膜上面制成金属桥，其宽度为 $b$ ，且满足 $b \gg d$ ，长度为 $l$ 。金属桥同时作热源和测温装置。



## 7.5.1 薄膜热导率的测量方法

在  $I_+$  和  $I_-$  两电极上通一交流电  $I = I_0 \cos \omega t$  此电流在金属桥上产生的焦耳热功率为

$$P(t) = \frac{1}{2} I_0^2 R (1 + \cos 2\omega t)$$

则有频率为  $3\omega$  的热波向下传播。

**频域内膜的平均温度变化：**

$$\Delta T = \frac{P}{l\pi\kappa} \left( -\ln\left(q \frac{W}{2}\right) + 0.923 - \frac{\pi}{4}i \right)$$

其中  $\frac{P}{l}$  为单位长度加热功率

$q^{-1}$  扩散热波的波长：  $q^{-1} = (\kappa / i2\omega)^{\frac{1}{2}}$

测量三次谐波电压和基波电压，可计算出深度的波动信号

当被测膜厚小于  $10\mu\text{m}$  时，3w 方法测量膜厚是很有用的方法。3w 方法的优点是它不仅由于它对辐射损失不敏感而能有效的降低黑体辐射引起的误差；而且测量所用的时间短；适用温度范围宽，可在室温或更高的温度下进行测量。



## 7.5.1 薄膜热导率的测量方法

## 3. 瞬态反射测量法

在可视为半无限大的Si衬底上用氧化的方法得到一层10 nm-200 nm的SiO<sub>2</sub>薄膜，SiO<sub>2</sub>上面为20 nm的铬及2 μm的铜（或铅），铬层的作用是增加金属铜及SiO<sub>2</sub>之间的结合性，从而降低它们间界面处的热阻。

(掺钕钇铝石榴石)

用  $\tau = 6\text{ns}$ ,  $E = 50\mu\text{J}$  的Nd: YAG激光脉冲垂直对Cu表面加热，使表面下很浅的一层瞬时升温，表面的温度达到最大值。在此时刻以后，表面温度随时间衰减，呈指数形式衰减。

表面温度用功率为1 mW的HeNe激光器反射的方法测定。



## 7.5.1 薄膜热导率的测量方法

表面温度随时间的变化关系：

$$T(t) = T_0 + \Delta T \exp\left(\frac{-tG}{hC_v}\right)$$

式中， $T_0$ 为样品被加热前的温度， $\Delta T$ 为样品被加热后升高的最大值， $G$ 是单位面积上的热导， $h$ 为金属层的厚度， $C_v$ 为金属层的体比热容。

由温度衰减周期可以得到温度的衰减时间常数  $hC_v/G$ ，从而可以求出单位面积的热导 $G$ ，得到SiO<sub>2</sub>层的热导率大小。

瞬时发射法测量热导率特点：克服了由导线带走热量而造成的误差。

最大优点：不必准确测出温度值，只需要测出温度相对时间的变化即衰减周期即可。



## 7.5.1 薄膜热导率的测量方法

## 4. 微桥法

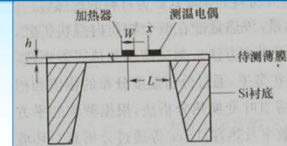


图 7-40 微桥测试结构

利用半导体工艺把绝缘材料(如  $\text{SiN}_x$ )制成如图 7-40 所示的微桥结构,在悬梁中间蒸发薄层条形金属( $\text{Al/Pt}$ )作为加热电极,加热电极和热沉的间距为  $L$ ;在距离加热电极  $x$  处制作热敏电阻或热电偶作为测温装置。在测量时为了减小对流散热,应在真空环境中进行测量。由于热辐射损失的热量小于 0.3%,辐射热损失可以忽略不计。设此时的环境温度为  $T_0$ 。在加热器上通一直流电使之产生恒定的热流密度  $q$ ,所加电流大小应满足:当热传导达到稳定状态时,测温处的温度  $\Delta T$  升高要小于 10K 从而保障热导率的常物性测量,热流在从悬臂梁的中间向两侧扩散。如果加热器和热沉的间距  $L$  足够大且热沉具有良好的热导率,可认为热沉和悬臂梁交界处的温度为  $T_0$ 。不考虑边界散热,当达到稳定状态时,热传导满足一维传热模型。由式(7-96)得

$$\kappa = \frac{q}{2} \cdot \frac{L-x}{\Delta T} \quad (7-101)$$

式中,  $\Delta T = T_s - T_0$ ,  $T_s$  为测温装置测得的温度。得到参数  $L$ 、 $x$ 、 $q$ 、 $T_s$  和  $T_0$  便可以求出热导率  $\kappa$ 。



## 7.5.1 薄膜热导率的测量方法

在上述单温测量方法的基础上发展了用双热偶测量方法测量薄膜的热导率。在  $\text{SiN}_x$  薄膜上距离加热器分别  $x_1$  和  $x_2$  处制作两个测温热电偶,

一维傅里叶传热方程

$$\text{由 } Q = -k \nabla T \quad \longrightarrow \quad k = \frac{q}{2} \frac{x_1 - x_2}{T_2 - T_1}$$

式中,  $T_1$ 、 $T_2$  分别为两个热电偶测得的温度。

双温测量法与单温测量法相比有以下优点:

- (1) 在测距时省去测量加热器与热沉之间的距离  $L$ , 可减少测量难度和测量误差。
- (2) 单温测量认为热沉和悬臂量交界处的温度为  $T_0$ , 实际上无论热沉有多高的热导率, 也不可能在交界处没有温度梯度, 所以必定引起误差。采用双热电偶测量温度就可消除由测量方法本身带来的系统误差。





### 7.5.1 薄膜热导率的测量方法

#### 5. 扫描热显微技术

基于原子力显微镜上发展起来的可用于薄膜表面热测量装置。其分辨力能达到纳米数量级。

扫描热显微镜性能主要取决于不同的热探针，根据感温原理不同总体上可把热探针分为热电偶型和热电阻型。每一种又可按线型和薄膜分类。电阻型探针已商品化，热电偶型还在研究中。

工作中热探针和样品之间可以接触式测量，也可以非接触式测量。分辨力直接受热探针针尖尺寸决定，尺寸已能做到10 nm-1 μm范围。



### 7.5.2 薄膜热扩散率的测量方法

热扩散率：

$$\alpha = \frac{\kappa}{\rho \cdot C_v}$$

式中， $\alpha$  为材料的热扩散率； $\rho$  为材料的密度； $C_v$  为材料的比热容； $\kappa$  为材料的热导率。

反映非稳态导热过程中物质的导热能力与沿途物质储热能力之间的关系。

$\alpha$  值越大，说明物质的某一部分一旦获得热量，该热量能在整个物质内很快扩散，也即物质内部温度容易趋于一致。



## 7.5.2 薄膜热扩散率的测量方法

### 已有薄膜热扩散系数测试方法：

O Paul 微桥技术：通过分析温度分布的幅值和位相特性来获得热扩散率信息。

Morikawa 傅里叶变换热分析法：根据频率的平方根和温度波的相位延迟关系提取出薄膜的热扩散率及热容。

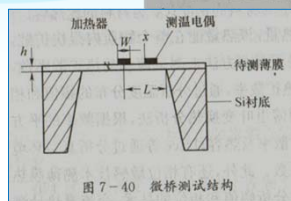
Irace 通过分析真空环境下双端固支梁的瞬态特性来测试薄膜的热扩散系数。

此外，位相敏感技术测薄膜热扩散率、周期性加热测量薄膜的热扩散率。光声法分析幅值和位相的技术、交流量热计测量薄膜的热扩散率。。。



## 7.5.2 薄膜热扩散率的测量方法

### 1. 微桥法



在微桥上制备待测薄膜、加热电极和测温电极，如图 7-40 所示。则在测温电极  $x$  处

$$\begin{cases} \frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \\ T(x, 0) = T_0 \\ T(L, t) = T_0 \\ -\kappa \frac{\partial T}{\partial x} \Big|_{x=0} = 2A \cos^2 \frac{\omega t}{2} = A(1 + \cos \omega t) \end{cases} \quad (7-104)$$

解得：

$$\begin{aligned} T(x, t) - T_0 &= \frac{A}{\kappa} \sqrt{\frac{\alpha}{\omega}} \\ &\exp\left(-\sqrt{\frac{\omega}{2\alpha}}x\right) \cos\left(\omega t - \sqrt{\frac{\omega}{2\alpha}}x - \frac{\pi}{4}\right) - \frac{A}{\kappa}(x-L) \end{aligned} \quad (7-105)$$

实验测得相位变化就可以计算出热扩散率。

式中,  $L$  为桥的长度,  $T_0$  为衬底的温度,  $A = V_0^2 / (8RhL)$ ,  $V_0$  为加在加热条上电压的幅值,  $R$  为加热条的电阻,  $h$  是薄膜的厚度,  $\alpha$  为薄膜的热扩散率, 加热频率为  $\omega/2$ 。由上式可以看出加热条和传感条之间热波的相位变化为

$$\Delta\Phi = \sqrt{\frac{\omega}{2\alpha}}x + \frac{\pi}{4} \quad (7-106)$$

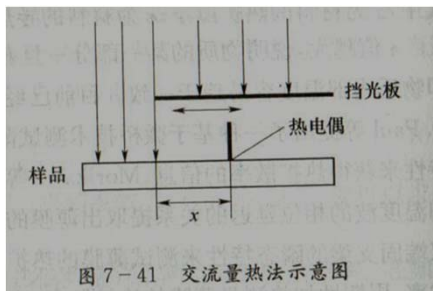




## 7.5.2 薄膜热扩散率的测量方法

## 2. 交流量热法

基本原理：在长条状薄膜样品的一端施加一定频率的周期热流，该热流会在样品表面形成同频率的沿长度方向传播的温度波；在传播过程中，温度波的幅值将发生衰减，通过测定传播方向上两个确定距离点处的温度波幅值的衰减就能够确定样品的热扩散率。



激光束作为热源经调制后照射在薄膜样品上，通过光路调整使得光斑面积大于样品表面积，样品上呈现出与调制频率相同的温度波，用银浆粘贴在样品表面上的热电偶用来检测该温度波。当薄膜的厚度很小时，可以认为在厚度方向上没有温度梯度。



## 7.5.2 薄膜热扩散率的测量方法

采用一维热传导模型，热电偶上的温度响应可表示为：

$$T(x, t) = \frac{Q \exp(i2\pi ft)}{4\pi fcd} \exp\left(-\sqrt{\frac{\omega}{2a}}x - i\left(\sqrt{\frac{\omega}{2a}}x + \frac{\pi}{2}\right)\right)$$

式中， $f$  为激光的调制频率； $\omega = 2\pi f$ ； $Q$  为薄膜吸收的热量； $x$  是热电偶与挡光板边缘的距离。

由上式可得

热扩散率测量表达式：

$$\alpha = \frac{\pi f}{\left(\frac{d \ln |T|}{dx}\right)^2}$$

只需要测量薄膜上两点处的温度响应信号的大小并确定两点的距离，就可以得到该薄膜材料的热扩散率。



7.5.3 薄膜热容的测量方法

7.5.3 薄膜热容的测量方法

薄膜热容主要测量方法：热脉冲法、扩散法、交流法、时间延迟法等，其中交流法和热时间延迟法最为常用。

7.5.3.1 交流法

交流法测量结构类似单温测试结构，如图 7-41 所示。首先，把样品制作在样品台上，样品台(包括加热、测温装置)和样品的总热容为  $C$ ，与衬底之间的热导率为  $\kappa$ 。在加热电阻上加交流电流，产生交流的热流，随之产生交流温度，交流温度幅值包含着热容  $C_V$  的信息，通过另一测温电阻得到交流温度的信息。利用差值的方法便能得到样品的热容。这种方法由于采用锁相放大技术，测量精度和分辨率很高，但是要求满足结构和环境的外部热时间常数要远远大于结构内部热时间常数。

7.5.3.2 热时间延迟法

热时间延迟法是另一种常用的测量方法。热时间常数满足： $\tau = C_V / \kappa$ ，样品和样品台的总热容  $C_V$  为  $T$  与  $\kappa$  的乘积。热导率  $\kappa$  一般采取热稳定的方法确定；热时间常数  $\tau$  可由交流法或直流法得到，这种方法原理比较简单，但是由于要测量瞬态响应，实现准确测量比较麻烦。

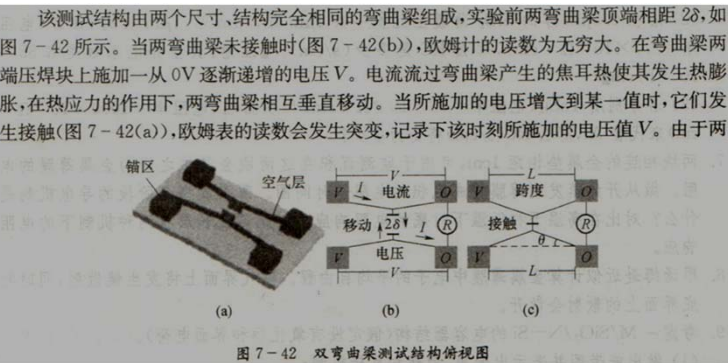


7.5.4 薄膜热膨胀系数测量方法

7.5.4 薄膜热膨胀系数测量方法

精确测量薄膜的热膨胀系数，对于实际的薄膜器件应用具有重要意义。

**双弯曲梁结构**测试薄膜热膨胀系数法：测试方便，精度较好，输出量以电量表示，不需特殊的测试环境和仪器。



改变梁顶间距、或者梁的跨度，或者梁与水平夹角，记录相应的施加电压值，得出梁中电流密度，计算可得薄膜的热膨胀系数。



## 习题

- 1) 薄膜热导率的测量方法及原理。
- 2) 薄膜热扩散率的测量方法及原理。
- 3) 薄膜热膨胀系数的测量方法及原理。