

# 《GFET器件制备系统开发及其关键技术研究》检测报告



总相似率：8.12%

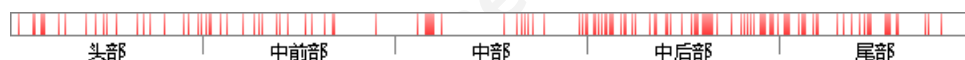
## 基本信息

文档名称	GFET器件制备系统开发及其关键技术研究	<div>报告二维码防伪</div>
报告编号	9d441723-a8d4-4d78-8563-af458d3f9058	
文档字数	54780	
提交人姓名	陈金龙	
提交方式	粘贴文本检测	
检测范围	美国 (Wiley InterScience、IEEE、EBSCO、ProQuest、Netlibrary...); 荷兰 (Sciencedirect、OVID...); 英国 (Ingenta、Blackwell...); 德国 (Springer...); 小语种 (日、俄、法等) 资源库; 世界知名论文/期刊/书资源库; 世界名校资源库; PaperRight云论文库	
提交时间	2017-04-11 11:18:49	

## 检测报告指标详情

原创率	抄袭率	抄袭片段	抄袭字数	总字数
91.88%	8.12%	151个	4447字符	54780字符

## 相似片段位置图



注：红色部分为论文相似部分，

## 相似片段详情 (仅显示前10条)

序号	来源	对比库	相似率
1	www.yangsky.com	PaperRight云资源库	1%
2	www.cykeyi.com	PaperRight云资源库	1%
3	"Research Progress of Optical Modulator Based on Graphene-Metal Composite Structures", Laser & Optoelectronics Progress, 2016.	已发表资源库	1%
4	Yang Han. "The application of fuzzy-PID in control system of THJ-2 temperature experimental device", 2010 International Conference On Computer Design and Applications, 06/2010	已发表资源库	1%
5	blog.sciencenet.cn	PaperRight云资源库	1%
6	www.024tool.com	PaperRight云资源库	1%
7	njjdwxw.cn	PaperRight云资源库	1%
8	www.dianzujidi.cn	PaperRight云资源库	1%
9	www.bfblw.net	PaperRight云资源库	1%
10	partinchina.com.cn	PaperRight云资源库	1%

### 。本论文的主要工作及创新点

体现在：（1）基于 $\mu$ CVD系统的理论模型分析，采用机械设计软件Solidworks绘制 $\mu$ CVD芯片的3D结构，并将其导入到ANSYS软件中进行结构、热、电多耦合场仿真分析，从而设计出六悬臂加热芯片，保证了反应平台的温度均匀性。（2）采用非接触式红外探头对 $\mu$ CVD系统的温度检测进行设计，运用STM32微控制器和模糊PID控制算法实现了温度的快速响应、稳定输出。搭建温度测控软硬件平台后进行实验，结果证明可以有效实现高温的检测与控制。（3）选用1400万CMOS CGU3-1400C摄像头进行二次开发，提出优化的自动聚焦算子，并用MATLAB仿真其聚焦曲线。设计出 $\mu$ CVD系统显微成像软件，实现 $\mu$ CVD系统石墨烯生长的图像采集、处理及拼接融合功能。此外，本文还就整个 $\mu$ CVD系统的平台搭建、设备选型、输气方案、腔体结构等进行简要设计，并对 $\mu$ CVD显微成像软件的操作流程进行详细说明，以方便工程科研人员的使用。关键词

：GFET； $\mu$ CVD；石墨烯；温度控制；显微成像Abstract Keywords: 绪论引言在过去由摩尔定律统治的近半个世纪以来，信息技术进入了飞速发展时期，产业规模、效益也急剧攀升，电子消费类产品、智能穿戴等新兴带有黑科技感的应用层出不穷，使人们的精神生活变得丰富多彩。随着云计算、大数据、区块链等技术的异军突起，未来10年智能信息产业将迎来新的变革与布局，而这些技术回归到底层硬件，都得基于集成电路的发展，众所周知，摩尔定律已开始进入瓶颈期，芯片特征尺寸在不断缩小，直逼材料物理极限，也就是说集成电路开始进入后摩尔时代[1,7,9]，后摩尔时代使得集成电路发展线路不再明晰、系统复杂度持续增长，这些急需解决的问题使得科研人员朝新的方向去探索。新器件、新结构、新材料的不断研发使得续写摩尔神话成为可能，其中高传输速度的沟道材料——石墨烯成为科研人员的宠儿

### 。石墨烯是一种二维晶体

材料，水平方向上的结构无限重复，垂直方向上拥有一个碳原子的厚度，其实在之前的很久一段时间，大家普遍认为，严格的二维晶体结构由于不具备热稳定性不能独立存在，更多的是以三维碳纳米材料石墨、金刚石等存在，直到2004年

，英国曼彻斯特大学的安德烈·海姆(Andre Geim) 教授 和康斯坦丁·诺沃肖诺夫( Kostya Novoselov) 博士通过 胶带 以 微机械

力高温剥离石墨的方法首次得到石墨烯，但是机械剥离法获取的石墨烯存在效率低，膜厚均匀性差。所以石墨烯的高效可控生长成为一直以来 Graphene制备系统开发面临的挑战，同时也给研究学者们带来了一股石墨烯制备方法的探索热潮。石墨烯场效应管的研究使集成电路在尺寸和功耗遭遇“天花板”后再次看到春天，而这一切得益于石墨烯材料的大尺寸高效稳定量产，目前相对成熟、得到验证的制备方法有微机械剥离法、热解SiC法

### 、化学气相沉积(Cheical Vapor Deposition, CVD)法

等，各种方法制备效果优劣兼备，权衡利弊，化学气相沉积CVD法以其设备简单、方便量产，转移技术成熟等优点得到广泛应用。传统化学气相沉积CVD法虽然在同等制备方法

### 上有一定的优势，但是其也

存在实验设备沉重、器材昂贵、重复实验时间成本高、反应时间长的问題，所以对石墨烯产出方法高效批量

### 的任务依然任重而道远，

如果不在石墨烯材料制备这个源头问题上工夫尽施，那集成电路的未来依旧迷茫。随着微机电加工

MEMS的技术日渐完善，传统CVD系统微型化为探索石墨烯制备开辟了新的道路，在解决传统CVD法问题的同时，也对石墨烯场效应管的研发不管在基础研究还是工程应用上，都起到了深远的意义。相关技术发展现状石墨烯的优良特性吸引着众多科研人员对其应用进行探索，而应用的前提是可以高效率、低成本、方便快捷地获取晶格完整、尺寸完备的石墨烯，所以更多的研究人员投身到石墨烯的制备上，并且逐步形成了相对成熟的制备方法。目前石墨烯制备技术有机械剥离法[10]、SiC外延生长法[11]、氧化还原法[12]、化学气相沉积法(CVD)[13,14,17,18]等。机械剥离法是最原始的通过胶带连续撕离高定向热解石墨而得到石墨烯的简便方法，该方法虽然成本低廉，操作简便，但是费时费力、自动化程度低、质量难以得到保证；SiC外延生长法是直接高温加热SiC单晶，石墨烯从其表面析出，相应的生长厚度由加热温度进行控制，但是生长过程受衬底影响较大，并且石墨烯的导电性也会相应降低，所以该方法不宜量产石墨烯[15]；氧化还原法是先氧化石墨原料，超声分离后再还原得到石墨烯粉末，缺点是氧化还原制备难度高，石墨烯易出现结构缺陷进而导致部分性能降低[16]；化学气相沉积法(CVD)就是碳源气体在载气、保护气体配比下，高温流过金属薄膜表面发生裂解，碳原子在基体表面析出石墨烯的过程。和其他几种方法相比，化学气相沉积法碳源丰富低价，催化剂选材种类多，关键是该方法成熟稳定，可重复性强，制备出的石墨烯面积大，形貌完整，过程可控。总的来说，化学气相沉积法(CVD)深受碳纳米科研工作者们热捧，并在持续实践中总结经验，不断完善。中国政府在2012年提出中国制造2025，旨在优化本国的制造业，完成由

### 中国制造到中国智造、中国创造的

过渡，这其中传感器/MEMS ( Micro-Electro-Mechanical System，微机电系统 ) 技术与其紧密相连。MEMS是一个相对独立的智能系统，其内部尺寸在微米级别甚至更小，概括来说MEMS具有微型化、智能化、精细化以及集成化特性[24]。文献[25]用MEMS技术建立一套半导体测试芯片，用CMOS-MEMS获取工艺制作过程中的数据参数来对材料特性和设备性能进行反馈。文献[26]基于SiGe-MEMS技术集成的CMOS加速度计尺寸只有。为了解决传统CVD法在材料合成上的时间长、成本高、不易转移的弊端，科学家们正试图将CVD微型化，即结合MEMS技术，完成纳米新材料的原位合成。早在2003年UC Berkeley

### 传感器和执行器中心 ( Berkeley Sensor and Actuator Center ) 的

研究人员成功地在桥型MEMS上生长出了碳纳米管[19]。文献[19]根据传统的CVD法工作原理，采用乙烯为碳源，催化剂是5nm的镍、铁混合物颗粒，在22 $\mu\text{m}$ 厚的重掺杂悬臂上生长出5 $\mu\text{m}$ 长的碳纳米管，生长温度和速度分别为850- 1100 $^{\circ}\text{C}$ 、0.25 $\mu\text{m}/\text{min}$ 。相较于传统CVD，该系统仅仅在生长衬底上采用微小化构型，温度供给还是采用传统CVD设备，生长周期长。直到2009年， $\mu\text{CVD}$ (Micro-CVD，Micro Chemical Vapor Deposition，微型化学气相沉积)被Berkeley传感器中心的研究人员首次提出，该系统结合MEMS技术将传统CVD流程整套微型化，并在其上成功生长出石墨烯和碳纳米管。文献[20]使用MEMS技术在SOI晶圆上刻蚀直径5 $\mu\text{m}$ 的通孔，同样在催化剂Fe纳米微粒、氢气和乙烯配比下，通电电压16.65V，电流128mA产生高温750 $^{\circ}\text{C}$ 的情况下生长出100 $\mu\text{m}$ 长的碳纳米管。2010年，周勤博士在IEEE国际MEMS大会上又首次提出生长石墨烯的 $\mu\text{CVD}$ 系统。文献[21]提出在通电温度达到1000 $^{\circ}\text{C}$ 一个标准大气压下，以镍为催化剂，甲烷和氢气作为反应气体，在的加热平板上生长出了单层石墨烯。早期版本的 $\mu\text{CVD}$ 芯片在生长碳纳米管时发现其生长质量不好，碳纳米管出现蜷曲折叠现象，以致影响其特性，文献[22]对文献[20]的芯片结构进行改进，在 $\mu\text{CVD}$ 芯片顶部50 $\mu\text{m}$ 处增加一块石英平板来导流，使反应气体的流动状态处于层流，从而生长出没有蜷曲结构完整的碳纳米管。2011年，文献[23]的工作展示了用 $\mu\text{CVD}$ 芯片生长的单壁碳纳米管直接无损沉淀在一张A4纸上。这些文献的探索都揭示了以化学气相沉积为基础的 $\mu\text{CVD}$ 工艺旨在将纳米材料生长过程微型化，在微米尺寸的生长环境下，由微加热器短时稳定产生高温，从而高速可靠地合成尺寸和结构可控的碳纳米器件。但是生长过程中的关键因素——温度的分布均匀性问题一直没有得到妥善解决，从而影响石墨烯等材料的质量及合成效率。综上所述，自从2009年首次提出 $\mu\text{CVD}$ 将传统化学气相沉积和MEMS技术结合以来，取得了相当多的进阶性成果，但相对传统CVD成熟的制造工艺， $\mu\text{CVD}$ 工艺量产之路依然任重道远，尤其在反应过程中的温度监测、温度控制模块依然问题不断，温度作为影响合成纳米材料质量的关键参数，需要精确设计。因此，对 $\mu\text{CVD}$ 工艺过程的温度分布、温度测控以及显微成像模块加以优化，建立温度均匀分布的 $\mu\text{CVD}$ 构型，快速、精确的温度测控电路以及完善的



## 显微成像系统是十分有必要的。

关键技术及其研究进展由上节阐述的相关技术发展现状可知， $\mu\text{CVD}$ 系统在石墨烯生长过程存在加热台温度分布不均、温度测控不精确和显微成像不完整的问题，解决这些问题可以从芯片结构设计技术、温度测控技术以及显微成像技术入手。 $\mu\text{CVD}$ 结构设计技术 $\mu\text{CVD}$ 系统的设计灵感来源于传统化学气相沉积技术，影响CVD系统制备完整大尺寸纳米材料的因素有碳源气体、催化剂、热台温度、载气、气压和衬底的选择。国内外很多科研人员对传统CVD系统的制备过程进行了大量的研究，浙江大学何丕模团队采用CVD法，用镍催化剂在硅纳米线上制备了纳米尺寸的石墨烯，表征后得出结论，在硅纳米线上生长石墨烯，质量随镍厚度的增加而提高[27]。文献[30]用简单的气相沉积技术生长了ZnO纳米线，并探索铜催化剂厚度、气压、温度对生长质量的影响。很多对CVD系统的改进结论都可以运用到 $\mu\text{CVD}$ 中来。传统CVD设备合成碳纳米管、石墨烯等材料也存在一定的挑战：传统设备体积庞大，成本高，巨大的腔体热容量延长了加热及冷却时间；一定比例的碳源气体和载气在换流时同样需要很长时间；为了加快制备速度，则需要加大气体流速，气流提速的同时也加大了流体的雷诺数，从而流动状态从层流变成紊流，加大了反应的不确定性，从而影响生长质量。微加热器的产生则

## 很大程度上改善这一问题，

Ehmann等人[31]基于多晶硅研制的加热材料稳定性较差，功耗也达不到理想效果，Belmonte[32]团队设计的四悬臂微加热器虽然降低了功率，但工程应用能力不足，文献[33]设计的微型加热平台以铂为加热电阻丝，将微加热器与纳米材料融合实现了系统小型化、低功耗和高灵敏度。Berkeley科研人员提出的 $\mu\text{CVD}$ 系统同样引入微加热器，将传统加热系统的尺寸由数米缩小到数微米，大大减少了反应腔体的热容量，虽然热容量的骤减减少了工艺的时间成本，但带来的温度问题同样棘手，局部的过高温度甚至会烧坏芯片。2010年，用于制备石墨烯的 $\mu\text{CVD}$ 芯片结构被提出，如图1.1(a)所示。 $\mu\text{CVD}$ 芯片使用MEMS技术将反应平台构建于SOI晶圆上，中间加热平台尺寸是，采用DRIE工艺刻蚀六个支撑臂使之处于悬空状态，一方面加大中间热平台与空气的热交换，另一方面缓冲热胀冷缩效应，增加芯片的寿命。加热台通过焊盘固定在基板上，并用引线键合的工艺将焊盘与外部电路连接，反应后加热台的

## 温度分布如图 1.1 (b)所示，可以看出

高温区域集中在六个悬臂处，且与中间加热台温差范围较大。图1.1(a)用于生长石墨烯的 $\mu\text{CVD}$ 芯片(SEM照片)；(b)  $\mu\text{CVD}$ 芯片模型温度分布的ANSYS仿真加热一段时间后，文献[21]采用的降温策略是直接断电，自然冷却，这导致生长的石墨烯有较多的结构缺陷，如图1.2(a)。表征石墨烯可以采用拉曼光谱仪，石墨烯表现出3个频峰，分别叫

## D-峰，G-峰和2D-峰，其中D-峰

表征石墨烯的缺陷程度，文献[21]的实验结果如图1.2(b)。不可忽视的D-峰表明石墨烯存在缺陷。图1.2(a)文献[21]生长的石墨烯的光学显微照片；(b)石墨烯的拉曼光谱图 $\mu\text{CVD}$ 温度测控技术由上文说明可知，温度——影响 $\mu\text{CVD}$ 系统石墨烯生长质量的重要因素，开始对加热冷却过程中的时间精度控制提出了不小的要求。传统CVD因为反应腔体的热容量大，可以采用热电偶来测量温度，并且精度可以达到 $0.1^\circ\text{C}$ ，可是 $\mu\text{CVD}$ 系统加热平台只有微米级别，传统CVD的测温方法无法完全移植到 $\mu\text{CVD}$ 系统上。文献[36]采用分布式光频域反射技术(OFDR)对全光纤放大器纤芯内部的不同部位进行温度测量，对未来高功率光纤激光器的温度监测提供参考，但是其应用场景单一，不适用与本系统。文献[37]对铂电阻温度测量精确度的影响因素进行讨论，从而探索了铂电阻温度测量的新方法。张兴红[38]团队设计了一种高精度分体式多声道超声波温度测量仪，是运用超声波测温技术，把被测物体当作传播介质，确定传播长度后，通过测量

## 超声波在被测物中的传播时间

计算介质的温度，由于 $\mu\text{CVD}$ 设备反应腔内需经抽真空处理，而超声波传播需要介质，所以也不能应用于本系统。文献[39]根据不同领域的应用经验，给出了不同的温度监测手段，并提出在实际使

用中，应综合考虑被测对象的特征来进行选择，这些特征包括被测对象温度范围、变化周期、精度要求、尺寸大小等。近些年，辐射测温技术在微型设备中应用广泛，并且得到长足改进与发展，文献[40]主要介绍了红外辐射测温仪的原理、分类、结构以及工程应用，指出红外辐射适合测量微量物体的问题，属于非接触式测温，并且理论上不存在测温上限，据统计，国外辐射温度计的使用比率高达67%，用户普及率高。所以结合 $\mu$ CVD设备，从系统易用、温度范围广等因素的综合考量，设计一套简单易用，精度可靠的基于红外辐射的测控系统十分必要。温度控制技术同样影响人们的生活生产，对 $\mu$ CVD设备温度的高精度低时延控制，是生长高质量石墨烯的必要条件。随着科技的飞速发展和应用的不断拓新，尤其近些年微电子技术的崛起后，科学工作者对温度控制策略的研究热情与日俱增，也取得的不少进展，如遗传算法[41,42]、模糊理论[43,44]、神经网络PID[45,46]等。模糊控制理论诞生于上个世纪七十年代，Mamdani率先在蒸汽控制中采用模糊推理技术。随后的二十多年里，德国、美国、日本等国学者在智能控制领域相继发表多篇相关文章。我国虽然在温控领域起步晚，但是近些年来在国家科教兴国的大战略下也涌现一大批科研成果。早在1999年，刘兴池[47]团队就在电加热炉中使用SR70模糊控制器，精度达到 $^{\circ}\text{C}$ ，首次体验了常规控制器无法达到的效果，比如时效性强、稳定可靠高精度等。文献[48]以电热炉温控为对象，对传统PID控制进行优化改进，提出自适应模糊PID控制算法并在PLC上实现，精确性方面得到明显提高。文献[49]指出，在烟草制丝工艺中，气流式烘丝机（HXD）用于烘干、膨胀和定型烟丝，炉温鲁棒性直接影响烟丝质量指标，董伟等人在PID基础上引入温度补偿，实现控温阀门的快速响应，最终使Cpk（过程控制能力指数）从0.68升至1.49，大大提高系统的稳定性。 $\mu$ CVD显微成像技术现代纳米电子学发展至今，因为其构型体积小，芯片结构复杂，已经很难以无损高清方式成像整个装置，这意味着一旦设计和制造流程之间缺少反馈，势必会妨碍生产进度、影响质量控制。显微光学成像技术是对微观样品反射的可见光通过透镜处理，将微观结构放大成像的技术，同样也可以通过数字图像采集器，如CCD、CMOS镜头来进行捕捉记录，最终显示在计算机上并完成后后期图像处理等工作。显微成像视觉系统多应用于生物医学、微电子、材料科学、精密光电子等领域，其根据成像方式可以分为光学宽视场、共聚焦显微镜和体视显微镜[50]

### 1. 显微成像系统的关键 在于对采集 到的

图像进行符合应用场景的图像处理，例如如何快速聚焦图像，使成像清晰；又比如显微拍照采集的是待测物体的局部图像，如何精确无误地将多幅局部图拼接成全景高清图等。 $\mu$ CVD显微成像系统就面临这样的问题，生长石墨烯的热台尺寸在毫米级，镜头距离热台表面近，需要快速聚焦并且采集图像清晰度高，这样才能对所长石墨烯材料的表面实时准确观察，同时由于采集的是多幅局部图像，后续需要完成图像拼接、融合工作。所以对于 $\mu$ CVD显微成像系统，除了在用于观察石墨烯生长情况的电子目镜选型上下功夫外，自动聚焦、图像拼接和融合技术成为能够完整观察石墨烯生长质量的关键技术。显微成像通常是一类景深很小的光学系统，这对聚焦技术提出了一定难度

### ，随着科学技术的不断发展，研究人员

开始不断改进自动聚焦算法，以提高成像效率、精度和稳定性。早在1999年，自动对焦领域最具代表性和里程碑式的一篇文章Focusing Techniques[51]诞生了，其为清晰度评价函数奠定了理论基础。自动聚焦的关键难点在于如何快速准确地确定图像的清晰度，即清晰度评价函数的建模。清晰度评价函数应具备单峰性、精确性、尖锐性和单调性等特征[52,53,71]，普遍的自动聚焦算法是根据空域和频域来划分的，空域分析来看是比较图像灰度变化的剧烈程度，清晰图像比模糊图像有更多的边际信息，具体可分为：灰度梯度法[54,55,56]、灰度差分法[57,58]、灰度方差法[59]和灰度熵法[60,61]等

### ；频域角度 来看，离焦是个 低通滤波的过程，聚焦 图像比 离焦图像 有更多的 细节和 高频 分量

具体算法有傅里叶变换法[62]、拉普拉斯算子法[58]、小波变化法[63,64]和DCT变换法[65]等。在众多的被动式聚焦算法中，聚焦窗格的选择往往直接影响聚焦的成败，通常采用中心取窗法、多点取窗法等，文献[66]指出了固定窗格大小在聚焦算法中的劣势，并提出使用高斯非均匀采样来增大视窗尺寸，后来出现了很多自适应聚焦窗口选择算法，文献[67][68][69]分别采用基于图像一阶矩、AFSA区域自调节、内容重要度加权的增强算法来改善显微系统的适应性。自动聚焦技术还受到背



景杂质和噪声的影响，尤其在拍摄户外复杂场景下的显微图片，四川大学的郭晓博[70]团队在聚焦岩石薄片显微图像时，提出了一种改良版Vollath清晰度评价函数，并且结合爬山算法可以有效地抑制噪声，最终在单峰性和抗噪性上表现优异。文献[72,73]则是从传统的空域聚焦算法角度出发，提出改进型Robert函数，根据自动聚焦函数的评价指标[88]，用新算法与传统的Robert法、灰度差分绝对值法、Brenner函数法作比较，得出改进Robert算法可以增加聚焦的单峰陡峭度，并且采用动态选择聚焦窗口结合大步长和小步长的爬山搜索算法，大大提高了显微视觉系统自动聚焦的稳定性，后来又提出显微视觉系统在大范围视场下自动聚焦及控制策略。采用适当的自动聚焦算法采集局部图像后，接下来就得完成拼接及融合工作，显微成像系统往往由于其景深小受制于只能拍摄局部图像而无法获取全局场景，而图像拼接及融合技术是运用计算机视觉、计算机图形学自动构建宽视野、高分辨率的图像，近些年已成为图像视觉领域的研究热点并广泛运用于虚拟现实、生物医疗、卫星遥感、机器视觉、消费娱乐等领域。图像拼接的目标是将两张有

### 重叠区域的图像合并成一幅高分辨率大图，

关键在于搜寻两幅图的公共区域，明确匹配区域的相对位置。常见的图像配准方法有两种，一种是基于图像灰度的匹配算法，即定义相似度匹配函数，权衡两幅图的灰度相似性信息，具体有模板匹配法[74,75]、快速傅里叶法[76]等；另外一种是基于特征的匹配算法，也就是首先提取图像的颜色、纹理、边角特征，然后与相邻图像比较后配准融合，具体有SIFT[77-84]（Scale Invariant Feature Transform）法、Susan算法[85]和Harris角点检测法[86,87]等。其中SIFT算法由于具备尺度、视角、旋转、光照不变性能够应对噪声干扰而被广泛运用。文献[81]是对传统SIFT算法进行改进，快速提取图像特征后采用加权平均融合算法实现图像完美拼接。而张永梅[82]等人也是改进SIFT算法，对描述子尺度和梯度方向建立最小领域匹配，结合局部均方根误差（RMSE）、RANSAC算子实现彩色图像的拼接工作。论文工作及章节安排论文主要研究内容根据化学气相沉积的原理，结合 $\mu$ CVD系统微型化带来的温度问题，对 $\mu$ CVD制备石墨烯过程中的芯片散热、温度测控以及显微成像关键问题的解决方案进行探究与改进，并建立 $\mu$ CVD芯片模型对生长石墨烯过程的热问题进行仿真。主要研究内容如下：（1）针对 $\mu$ CVD系统生长石墨烯工艺芯片温度分布不均的问题展开探索，根据传热学及MEMS技术相关理论，对 $\mu$ CVD系统中温度稳定、气体交换、流体状态进行科学建模、理论推导，得出其与芯片结构的关系，从而对微芯片进行结构设计。使用机械制图软件SolidWorks对微芯片三维建模，并将结构导入ANSYS仿真软件，对所设计的芯片进行结构、电、热多物理场耦合仿真，得到温度分布满足要求的芯片结构。（2）对于 $\mu$ CVD系统温度监测精度低、控制稳定性差的问题，对 $\mu$ CVD系统温度测量的特性进行比较，设计一套基于红外辐射的测温系统，并探究实时、高效、精确的温度控制算法，使芯片温度得以稳定控制，从而生长高质量的石墨烯。（3）在 $\mu$ CVD系统生长石墨烯的实验中，需要实时掌握石墨烯的生长图像，观察其生长状态，针对光学显微成像的自动聚焦和图像拼接问题进行探索，设计一套基于电子目镜的 $\mu$ CVD显微成像系统，运用成熟的聚焦和图像拼接算法，进行软硬件设计，以达到生长过程实时监控，生长图像批量输出的效果。章节安排为进一步明确本论文的工作安排，对本来进行章节梳理，并总结如下：本文共七章，本章为绪论章，第二章介绍石墨烯的典型应用——石墨烯

### 场效应管 GFET 的结构、工作原理，并与传统 FET

进行比较，展示其工作优势，最后针对 $\mu$ CVD系统生长的石墨烯转移技术及GFET研制工艺进行流程说明。第3章结合理论分析，用Solidworks和ANSYS软件对 $\mu$ CVD微芯片进行结构设计并进行结构-电-热耦合仿真。第4章运用单片机技术，对 $\mu$ CVD系统的温度测控模块进行电路设计，基于红外辐射测温原理，结合精确稳定的温度控制算法，对 $\mu$ CVD微芯片温度测控模块进行软硬件设计。第5章基于电子目镜，设计一套实时高效的显微

### 成像系统，并对系统中图像聚焦、图像拼接

算法进行探究改进。第6章阐述了整个 $\mu$ CVD系统的框架，对系统中的气路装配、腔体装配过程以及实验配件选型和注意事项等进行说明，并详细介绍了 $\mu$ CVD显微成像软件的操作流程和实例测试。最后一章总结本论文的工作，并对系统今后需要完善的模块方向进行展望。GFET的结构特征与制备工艺GFET器件制备系统的设计及实现，需要对石墨烯场效应管的微纳结构与设计工艺有全面的了解。本章主要围绕基本场效应管和石墨烯场效应管的结构、工作原理以及特性进行介绍，首先分节

独立介绍基本场效应管、石墨烯场效应管的各方面特性参数，提出理想石墨烯场效应管的工艺指标，从而引出传统CVD法和本文提出的 $\mu$ CVD法生长石墨烯的比较，得出 $\mu$ CVD法合成石墨烯的工艺优势，最后探讨 $\mu$ CVD法制石墨烯的工艺流程。场效应管的基本结构与特征信息时代是伴随着电子元器件的快速更迭到来的，众所周知，电子管是第一代信息产品的元器件，从诞生之初就不断在与尺寸、重量、可靠性等指标作斗争。1904年，著名英国物理学家弗莱明发明了世界上第一支电子管，标志着世界进入了电子时代。但是随着历史的不断推移

### 电子管体积大、功耗大、发热厉害、寿命短

等缺点在应用场景的更新中得到充分的暴露

### 。1947年12月16日，威廉·邵克雷(William Shockley)、约翰·巴顿 ( John Bardeen)和沃特·布拉顿 ( Walter Brattain )

三位伟大的科学家在贝尔实验室研制的世界第一个晶体管预示着信息时代的再次变革，因为晶体管体积小、工艺简单、可靠性高等优点在各种应用场景下弥补了电子管的诸多不足。后来随着平面制作工艺的改进，场效应晶体管也应运而生

### 。场效应管的基本结构场效应管

和三极管类似，也是一种具有正向受控作用的半导体器件，有结型(JFET)和金属-氧化物-半导体型(MOSFET)两种类型。场效应管是以衬底为基础，根据衬底选择P型或N型硅片的不同来进行分类，以P型衬底为例，结构示意图2.1。在衬底两侧扩散两个高掺杂的N<sup>+</sup>区，分别是源区和漏区，与P型衬底构成两个基本的P-N结，在源、漏区分别制作一个欧姆电极用来形成导电回路。衬底表面再生长一层二氧化硅(SiO<sub>2</sub>)薄膜作为绝缘层，其上制作一个欧姆接触电极，称作栅极，用G表示。在工作状态下

### ，在源极和漏极之间加一个

工作电源V<sub>DS</sub>，源极接正电压，漏极接负电压，同时在接触电极G上引出一个电压V<sub>G</sub>，其负电压接源极，这样在漏极电压的作用下，场效应管的源区和漏区之间形成N型(即电子型)导电沟道，源区电子通过沟道流向漏区，从而形成自漏区指向源区的电流。图2.1场效应管示意图[13]

### 1场效应管的工作原理与特性场效应管

由两个P-N结组成，导电沟道由多子形成，因此又称作单极型半导体器件。通常用到

### 的金属-氧化物-半导体场效应管(MOSFET)

根据衬底选择不同分为P型和N型，每一种又有增强型和耗尽型之分，即EMOS和DMOS。以N沟道EMOS为例，当场效应管的V<sub>G</sub>大于一定值时，晶体管导通，这个电压值叫导通电压，通常情况下，V<sub>S</sub>=0。在栅源电压V<sub>GS</sub>的作用下，源区和漏区之间形成电子型导电沟道，当然为了形成回路，还需要在源区和漏区之间加上V<sub>DS</sub>，用来产生正向工作电流I<sub>D</sub>。首先，V<sub>GS</sub>=V<sub>DS</sub>=0，即不给栅源极和栅漏极施加电压，两个掺杂N<sup>+</sup>区各自形成PN结，因为被空间电荷区所包围，所以彼此隔断，互不影响；接着施加栅源电压V<sub>GS</sub>，由于栅极以下的SiO<sub>2</sub>层和衬底之间在V<sub>GS</sub>作用下形成平板电容器，从而产生指向衬底的电场，该电场吸引N<sup>+</sup>区的多子电子和衬底中的少子电子，排斥衬底中多子空穴，从而使两个N<sup>+</sup>区打通，形成空间电荷区，阻断了源区和漏区；当V<sub>GS</sub>逐步加大时，平板电容器加大吸引电子的力度，直到空间电荷区电子浓度大于空穴浓度，形成电子型导电沟道，并与N<sup>+</sup>区相通，将刚开始形成沟道所需的V<sub>GS</sub>值称作开启电压V<sub>GS(th)</sub>；这时，在外加正电压V<sub>DS</sub>的作用下，源区中掺杂的多子电子通过N沟道漂移至漏区，形成自漏区指向源区的漏极电流，很显然，V<sub>GS</sub>越大，吸引电子能力越强，N沟道

导电能力越强，VDS越大，漏极电流ID相应越大。

当形成导电沟道时，较小的漏源电压对沟道的变化影响甚微，而随着VDS的增大，平板电容器的电压也会发生相应变化，导致靠近漏极的沟道深度开始变窄，因为沟道电阻与横截面积成反比，横截面积越小电阻越大，ID增速变缓，直到近漏端的沟道完全被夹断。综上可以得出，场效应管工作原理体现在：1.流经场效应管漏区和源区的电流完全由沟道中多子决定的；2.场效应管是利用工作电压的变化来改变半导体导电沟道的电阻大小，从而改变导通电流的大小。在描述场效应管的伏安特性时，常用输出特性和转移特性来表示，其中输出特性曲线族公式（2.1）：（2.1）图2.2显示了N沟道EMOS的输出特性曲线，可见图示可划分可变电阻区

、恒流区、截止区和击穿区四个工作区，

分别介绍一下各工作区的特性。图2.2 EMOS输出特性曲线当电压满足不等式：、限时

、场效应管工作在可变电阻区，该工作

区域内，由、共同决定，见下式：（2.2）式中是自由电子迁移率，是单位面积的栅极电容量，是N沟道的宽度，是沟道长度。由图2.1可以看出与近乎呈线性关系。恒流区是沟道开始被夹断的工作区域，由电压不等式：、导出，同样可推出漏极电流，式（2.3）显示了的具体过程：（2.3）很显然，式中表示由控制，如果考虑沟道长度调制效应，就可以类比晶体三极管的基区宽度调制效应，引入厄尔利电压，式（2.3）则修正为：（2.4）由以上几个漏极电流公式可以看出、、也是重要影响因素，但是集成工艺确定后，这几个参数也为定值，所以在电路设计中，导电沟道的宽长比就成为了改变的重要因子了。截止区是发生在，即导电沟道还没有形成的时候，没有导电沟道，没有多子迁移的通道，就没有电流形成的条件，因此。当足够大时，很容易在PN结上诱发雪崩击穿，这时候剧增，当然，如果过大，也可以导致绝缘层发生破坏性永久性损坏。GFET的基本结构与特性石墨烯凭借着载流子迁移率上超高的表现力赢得了广泛的关注，也因此被认为是续写摩尔定律的不二材料，GFET（石墨烯场效应管）也开始成为众多科研人员的研究重点。早在石墨烯被盖姆教授和诺沃肖诺夫博士在2004年发现时，就报道了石墨烯在室温下的迁移率—— $10000\sim 15000\text{cm}^2/\text{Vs}$ ，以石墨烯作为导电沟道，代替硅实现超高速晶体管是科研人员不懈奋斗的目标。同时，超高速场效应管应该对输入电压的变化响应极快，可是响应速度受制于沟道宽长，缩短沟道长度，可以提高器件响应时间，但是容易受制于短沟道效应，影响器件稳定性，当然减薄沟道厚度可以缓解短沟道效应，目前以硅等四价元素为主的半导体器件沟道厚度一般在 $10\sim 15\text{nm}$ ，而石墨烯自身就是一个原子层的厚度，不仅克服了短沟道效应，而且实现了超高的响应速度。综上，GFET很可能继任目前的半导体器件，成为下一代信息高速路上的基石。石墨烯

场效应管的基本结构 石墨烯场效应管GFET的基本结构和典型的

MOSFET结构类似，其根本区别在于GFET用单原子厚度的新材料石墨烯作导电沟道，根据FET中栅极的位置不同，又将GFET分为顶栅和背栅两种，如图2.3所示。在顶栅这一类别中，又根据在石墨烯和栅电极之间是否覆盖栅介质，分为局部栅和全栅两种类型。GFET的结构简单，主要组成要素是Si/SiO<sub>2</sub>衬底、源/栅/漏金属电极、石墨烯导电沟道以及栅介质，衬底、沟道尺寸影响GFET的导电特性，实验过程中需要通过不断调整尺寸配比测试GFET的阈值电压、截止频率等特性来实现其最优性能。在顶栅结构的石墨烯场效应管中，单层石墨烯薄片被转移至Si/SiO<sub>2</sub>基底上，基于石墨烯转移技术的不断成熟，通过退火工艺使石墨烯层紧紧贴住氧化层，其次在石墨烯薄膜表面生长一定厚度的栅介质层，该层介质不能破坏石墨烯的结构，且具有一定的介电常数，防止给栅极加电压时发生击穿现象，最后就是在源、漏极以及栅介质层表面沉淀金属，制作电极实现欧姆接触。而在背栅结构的GFET中，则要求Si/SiO<sub>2</sub>衬底重掺杂，同时背栅型不需要生长栅介质层，跟顶栅型类似，需要在源漏极沉积电阻很小的金属电极来提高器件的响应速率。图2.3 GFET器件结构：背栅和顶栅石墨烯场效应管的工作原理与特性石墨烯场效应管GFET的工作原理要从

石墨烯的三维能带结构

来分析



## 石墨烯是由碳原子组成的蜂窝状二维结构，其中的每个碳原子

外都有4个价电子，3个价电子与相邻的3个碳原子外的价电子通过 $sp^2$ 杂化形成键，另外一个价电子通过 $p$ 轨道形成于石墨烯法平面上的键，并且可以自由移动，这是石墨烯具有良好导电性的微观解释。通过推导得到石墨烯在第一布里渊区的三维能带结构，如图2.4。可以看出，石墨烯中碳原子的三维能带近似为两个相对的圆锥，分别为石墨烯的导带和价带。两个能带相交于处在费米能级平面上的6个角点，该角点又称作狄拉克点，所以石墨烯被称是带隙宽度为零的半金属。图2.4石墨烯能带结构图图2.5中显示的是典型的GFET沟道电阻 $R$ -栅极电压 $V_g$ 曲线，分析看出，当施加在栅极上一定的电压 $V_g$ 时，石墨烯的费米能级会发生上下偏移。当加在栅极上的电压 $V_g$ 为 正电压时，石墨烯会感应响应的负电荷来平衡栅极电压形成的电场，石墨烯中费米能级平面处于狄拉克点以上，即石墨烯三维能带中的导带中，此时电子成为石墨烯的导电电荷。当 $V_g$ 朝负电压方向移动并且经过零点时，同时

## 石墨烯的费米能级 向下 移动

到狄拉克点，因为此时石墨烯的态密度DOS为零，石墨烯中的载流子密度最低，电阻最大。当 $V_g$ 继续向负方向增大，则

## 石墨烯的费米能级 向下 移动

到价带，相应地，空穴成为此时石墨烯的导电电荷。由 $V_g$ 向正负两个方向的不断增大，GFET中导电沟道的电阻也不断减小。因为参与GFET导电的载流子电荷有电子和空穴，所以石墨烯具有双极性特性。图2.5 GFET的典型 $R$ - $V_g$ 曲线 $\mu$ CVD制备GFET工艺简介 $\mu$ CVD系统生长石墨烯有升降温速率快、质量完整等优势，利用生长出来的缺陷极低的石墨烯制备GFET更得到科研工作者的青睐，相较于传统CVD系统生长石墨烯再加工GFET， $\mu$ CVD法则具有其特殊的制作工艺以及技术要求，这对基于 $\mu$ CVD法制备GFET要求有一定的技术创新能力。本节首先陈述石墨烯作为新材料所具备的各种光、电、力、热等特性，着重介绍其电学特性，以及业界标准的生长石墨烯工艺目标，从而探索对 $\mu$ CVD系统生长高质量石墨烯的技术追求和递进方案；其次介绍 $\mu$ CVD法制作 GFET中的关键环节——石墨烯转移技术，高效无损的石墨烯转移方案是GFET制备工艺的前提；最后对 $\mu$ CVD系统转移后的石墨烯研制GFET的生长原理和流程进行简单的介绍，并对GFET器件的各种测试指标进行阐述，以达到对最后成型的GFET完成规范的技术考量。石墨烯特性与工艺目标石墨烯是理想的二维结构材料，所谓二维晶体材料，就是指在二维平面上具有无限延展且周期重复的结构，厚度达到纳米级的材料。虽然二维材料具有相当多独到的优良特性，但在科学界长期普遍认同，并有相应的Peierls理论[88]支撑，严格的二维材料因范德华力不具备热力学稳定性而不能单独稳定存在。事实上，直到2004年两位科学家发现石墨烯的存在，才打破了科学界这一致结论，也掀起了国内外科学人员对

## 二维碳材料，尤其是 石墨烯 的研究热潮。石墨烯 可以通过 石墨烯

的环绕、卷曲、层叠可以得到富勒烯、碳纳米管和石墨，如图2.6所示。石墨烯中单层碳原子厚度约为0.34nm，其中碳-碳键长0.14nm，碳原子的4个价电子中，3个与相邻的碳原子 $sp^2$ 杂化形成键，另一个价电子在 $p$ 轨道上形成垂直于石墨烯且自由移动的键，这就解释了石墨烯为什么具有优越的导电性。上文提到

## 石墨烯的 三维 能带结构

看出

## 石墨烯 的 导带和价带 相交 于狄拉克点，费米能级 可以在电场的

作用下完成在导带和价带之间的上下平移，同时实现载流子导电电荷在电子和空穴之间的转换，故石墨烯具有双极性导电特性。图2.6石墨烯的环绕、卷曲和层叠结构决定特性，作为理想的新材料

，石墨烯表现出各种优质特性，尤其在电学特性上的超高载流子迁移率、可调整能带，让人们对它的应用前景充满期待。(1)电学特性石墨烯是典型的零带隙半导体，在门电场的作用下完成载流子空穴与电子的转换。当施加的门电压为正

### 时，石墨烯的费米能级

上提到狄拉克点之上，进入导带中完成电子作为载流子；当门电压为负时，其费米能级下降到狄拉克点以下，空穴进入价带中作为载流子。石墨烯载流子的迁移率达到200000，在目前的导体中也是最大的。利用石墨烯的电学特性研制的各种器件在微电子屏显、生物传感、气体探测等领域发挥着举足轻重的作用。(2)力学特性实验证明，石墨烯是如今认识的材料中机械强度最大的，其破坏强度为42，杨氏模量达到1.0

### ，是世界上最好的钢铁强度的100多倍，

即使不是纯净的单层石墨烯薄片，在其他物质中掺入石墨烯也能大提高原物质的机械强度。(3)光学特性纯净的石墨烯还具有独特光学特性，可吸收2.3%的可见光，近似透明物质，所以石墨烯97.7%的高透光率足以在未来的可穿戴智能设备的屏显模块占据一席之地，同时，单层石墨烯的比表面积为2630，是碳纳米管的10倍之多。(4)热学特性现如今，电子产品的高能耗以及半导体集成电路中的元器件散热问题一直让工程人员头疼不止，而石墨烯的超高导热率达到5000，超快的传热速率是金刚石的3倍，可以作为未来微电子器件的充分材料。以上的种种特性得益于石墨烯的优良结构。结构缺陷、量产面积小将对石墨烯的应用造成巨大影响，即使某些特性在石墨烯不完整稳定的条件下依旧具备，但是性能大打折扣，所以大尺寸、晶格一致、结构完整一直是石墨烯制备的追求，同时也是巨大的挑战。 $\mu$ CVD法石墨烯转移技术不管是传统的CVD制备石墨烯，还是改进型 $\mu$ CVD系统，也不论是对制备的石墨烯进行科研学习还是工程应用，都必须将石墨烯转移到特定的衬底上进行才行，可以看出，石墨烯转移技术的完善与否直接决定了石墨烯的质量好坏以及后期的应用前景，传统的CVD石墨烯转移技术有：基体刻蚀法，“roll-to-roll”法，电化学转移法，下面做简单介绍。基体刻蚀法也就是湿法转移技术，流程如下图所示。其核心思想是用PMMA胶作为中间载体，之后再去除PMMA。基本流程是首先在生长石墨烯的衬底表面旋涂一层PMMA，控制好PMMA薄膜的厚度，接着配制过硫酸铵溶液，并将PMMA/石墨烯/CVD衬底置于溶液中，腐蚀铜箔后，PMMA/石墨烯漂浮在液面上，用去离子水替换过硫酸铵，清洗石墨烯，然后用新的Si-SiO<sub>2</sub>衬底在去离子水中捞起PMMA/石墨烯，使其紧贴衬底表面，静置后烘干，最后用丙酮溶掉PMMA。该方法在2009年被首次使用[89]，但是转移后的石墨烯存在破碎现象，后期在Li，Park等人提出的改进方法下，明显提高了石墨烯的转移质量，也使该方法成为石墨烯转移的主流方法之一。图2.7 PMMA湿法转移CVD石墨烯流程示意图“roll-to-roll”法第一次使用是将石墨烯从Ni基底“甩

### ”到聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）上，

其操作流程如图2.8。首先，在PET上涂一层乙烯-醋酸乙烯酯（EVA），再用150℃的热滚筒将EVA/PET和石墨烯/Ni贴合在一起，接着用冷滚筒将PET/EVA/石墨烯从Ni衬底上“甩”出来，从而将石墨烯转移到目的衬底上。图2.8 “roll to roll”转移石墨烯 电化学转移法是利用化学溶剂电解的原理来实现的，跟基体刻蚀法类似首先在石墨烯衬底表面旋涂PMMA作为阴极，用碳棒作为阳极，电解质为，该方法最大的优势在于保持石墨烯表面的充分完整性，并且成本低，具有良好的应用前景。 $\mu$ CVD法GFET制备原理和流程利用 $\mu$ CVD法制备石墨烯的制备框图如下。图2.9  $\mu$ CVD法制备石墨烯框图与传统

### 化学气相沉积法制备石墨烯的

设备构成相似，主要由反应腔体、加热系统、气路交换系统等。基本原理是碳源气体和载气H<sub>2</sub>在流量计的控制下流入腔体内的加热平台，当温度和气体流量的配合控制下，碳原子在催化剂的帮助下完成从碳源气体中析出重组成石墨烯，并沉积在催化剂表面。本文方法中，SOI硅片顶层中间悬空的热台是反应区，表面淀积了一层铜箔作为催化剂。SOI的顶层被刻蚀成合适的结构，以使中间热台的温度分布较均匀。特别的是，中间热台不需要打孔，碳源气体从热台的上表面吹过，在铜箔层表面被高温裂解，碳原子渗入铜层，达到饱和后自抑制，在降温过程中析出成为石墨烯。 $\mu$ CVD法

制备石墨烯的操作流程如下：1、合成工艺在一个大气压下（101.325kPa）进行。2、用氢气冲刷反应腔30分钟，施加一个小电压，使反应台温度上升。3、逐渐增加电压到芯片成轻微红色（Mild red color），此时温度大约达到800℃。4、保持氢气环境20min，以去除因为之前暴露在空气中形成的自然氧化物。这个退火过程也是必需步骤。5、逐渐增加电压，到加热台呈现明亮的橙色（Bright orange color），此时温度估计达到1000℃。6、引入反应气。甲烷与氢气体积比率1.5%。7、在铜催化剂协助下，甲烷分解，分解出的碳溶解进入铜层表面。当铜层表面沉积一层碳原子后，因为高温下碳原子在铜箔中的溶解度低，当铜表面覆盖一层石墨烯后会自抑制生长，从而容易生长出大面积石墨烯。8、5min后停止加热，快速冷却，甲烷停止分解，碳淀积成石墨烯。 $\mu$ CVD法制备好石墨烯后按下列流程完成石墨烯的转移。转移工艺流程图见2.10。图2.10  $\mu$ CVD石墨烯转移工艺流程 1.配制相应

### 浓度的聚甲基丙烯酸甲酯（PMMA）

胶，在 $\mu$ CVD芯片石墨烯一侧旋涂一层PMMA胶，控制PMMA薄膜厚度。2.将PMMA/石墨烯/ $\mu$ CVD衬底烘干，固化PMMA。3.配制过硫酸铵溶液，并将PMMA/石墨烯/ $\mu$ CVD衬底置于溶液中，腐蚀铜箔后，PMMA/石墨烯漂浮在液面上。4.用去离子水替换过硫酸铵，清洗石墨烯。5.用Si-SiO<sub>2</sub>衬底在去离子水中捞起PMMA/石墨烯，使其紧贴衬底表面，静置后烘干。6.将PMMA/石墨烯/Si-SiO<sub>2</sub>浸泡在丙酮，融掉PMMA。在完成Si-SiO<sub>2</sub>上生长石墨烯后，接下来进行GFET的制备，首先用丙酮和酒精清洗基片，并用氮气吹净，旋涂光刻胶，控制光刻机的转速和时间，保证涂胶的均匀性，之后烘烤一段时间，然后用紫外线曝光把掩模版刻在石墨烯/Si-SiO<sub>2</sub>衬底上，再进行一次烘烤步骤，显影露出生长电极的窗口制作金属电极，最后用光学显微镜进行检查，完善GFET制备工艺。基本

### 流程如图2.11。图2.11 GFET制备基本流程图

### 本章小结本章首先阐述了

传统

### 场效应管的结构和工作原理，

得出传统场效应管的短沟道效应带来的劣势以及载流子迁移率不够高的缺点，从而引出由石墨烯作为导电沟道的GFET的结构和工作原理，从而突出其高迁移率、双极性等工作优势，接着对当前材料领域的研究热门——石墨烯的基本结构、特性进行说明，以及介绍了几种石墨烯转移技术，最后引出本文的 $\mu$ CVD方法制备石墨烯的工艺流程和对转移后的石墨烯/Si-SiO<sub>2</sub>衬底制备GFET过程的简介。用于生长石墨烯的 $\mu$ CVD微芯片设计相较于传统CVD制备系统， $\mu$ CVD微芯片生长石墨烯具有很多天然优势，但是在微芯片的温度均匀性、稳定性，电流加热时间控制上依然存在不少挑战，这其中涉及到传热学，结构热学，流体动力学等理论，设计完备的芯片结构对热分布将产生重大影响，建立边界条件完善的仿真模型是芯片制造、后续测试的前提，同时，理论分析又为模型改进上起到了响应的支撑作用。本章先从 $\mu$ CVD出发，对比传统CVD系统，从理论上证明 $\mu$ CVD在加热时间、气体交换、层流稳温上存在的优势，然后对生长石墨烯的 $\mu$ CVD微芯片进行结构建模，并结合ANSYS软件，在电、热、力上进行多物理场偶尔仿真并比较。 $\mu$ CVD系统的理论模型分析化学气相沉积(CVD)已被广泛用在衬底上合成薄膜器件，并且成为生长纳米材料的重要方法，并且这一系统正逐步微型化。在利用CVD方法合成纳米材料会面临几个挑战：1.高热容意味着加热、冷却时间将花费很长时间；2.反应腔体的大容积意味着气体交换更复杂；3.气体流速快容易形成紊流，对生长石墨烯的质量产生影响。本节将从升降温、气体交换、气体流动状态三个方面进行理论分析，来解释 $\mu$ CVD在生长纳米材料过程中的“尺寸效应”，从而解决传统CVD遭遇的问题。温度稳定时间模型传热是因为存在温差而导致的热能转移，转移方式因介质不同而产生差异，众所周知，传热模式分为热传导、热对流及热辐射。稳态下分析 $\mu$ CVD芯片的温度分布就得知各种传热模式的速率方程及物理机理。热传导是物质中质点之间相互作用的结果，由于分子的随机运动，加上能量的分布不均，在相邻分子发生碰撞的同时，能量较大的分子会向能量较小的分子运动。分子在不同温度的两表面活动状态见图3.1。图3.1由分子活动导致的与能量扩散相关的热传导 热传导的速率方程可以用一维单壁模型来描述，通过分析速率方程可以知道单位时间内在物质中传递能量的多少。一维平壁



热传导模型见图3.2。热传导的速率方程为：（3.1）热流密度表示单位面积沿方向传热的速率，很明显，它与材料热导率和方向上的温度梯度成正比。 $\mu$ CVD芯片极大的宽高比可以被假设为一维单壁结构，且在稳态和单壁温度线性分布的情况下，则带入上式得到热流密度为（3.2）于是，假设芯片底面面积为A，则芯片热传导传热速率为。图3.2—维热传导热对流一方面由分子的随机运动导致的能量传输，另一方面流体的整体运动也会带走热量。根据流体的性质也可将对流分为受迫对流和自然对流。本文讨论的是流体的内部热能，也就是显热，有时候热对流还会发生潜热交换，即换热过程伴随着流体相态的改变。不管流体性质如何，其速率方程都可以用下面表达式描述（3.3）式中，热流密度与对流换热系数有关，同时与流体温度和芯片表面温度差成正比。此式也称为牛顿冷却公式，其关键在于求对流换热系数，该参数与流体的运动特性和芯片表面的几何形状有关。仿真过程中假设该经验值为已知的，下表是自然对流和受迫对流下换热系数的典型值，可作仿真时参考。

过程	自然对流	受迫对流
气体	2~25	25~250
液体	50~1000	100~20000

伴随相变的对流沸腾2500~100000热辐射是由于物质本身的组成成分发生电子排列位置的改变造成的，不管物质何种形态，都将经过电磁波的方式进行传输，考虑芯片表面的热辐射模型，定义单位面积在单位时间内发射的能量，理想黑体热辐射的发射速率由斯蒂芬-波尔茨曼定律给出（3.4）其中，是芯片表面的温度，称为斯蒂芬-波尔茨曼常数，实际情况下，表面辐射的发射速率比理想黑体小，由下式给出（3.5）并称为发射率，值，实际表征表面的辐射强度，同样与表面的几何形状、粗糙程度有关。芯片表面既向外辐射能量也吸收来自周围环境的热辐射，假设芯片表面的吸收率和发射率相同，则表面辐射出去的能量与来自环境热辐射的能量之差为（3.6）即为单位面积表面的净辐射速率。为方便起见，引入和热对流换热系数相对等的辐射换热系数，因为推导得（3.7）由传热的3种模式引入热阻的概念，相较于电阻是电动势与电子迁移速率的关系，热阻可以定义为温度势与传热速率的比值，由式（3.2）可以得到平壁的导热热阻为（3.8）同样地，由式（3.3）和（3.6）可以得到平壁的对流热阻和辐射热阻为（3.9）（3.10） $\mu$ CVD芯片由催化剂Cu，氧化层SiO<sub>2</sub>，以及衬底Si三层平壁组成的复合壁，复合壁模型见图3.3。图3.3复合壁等效热网络总热阻为（3.11）其中，。当然，不同材料之间的交界面还存在一定程度的温度降，这是由于接触热阻导致的，接触热阻深受材料表面的粗糙程度影响，而 $\mu$ CVD芯片是基于SOI晶圆工艺制作，假设不同材料层紧密接触，所以忽略不同接触层中的传热温降。前面讨论的传热过程是没有内热源的情况，温度分布与不同表面的温度差以及边界条件确定， $\mu$ CVD系统相较于传统CVD的炉温加热，不同的是采用给微芯片供电，通过焦耳热的方式由内及外生热，也就是在微芯片内部发生能量转换，即讨论有内热源情况下的温度分布。设一基于SOI晶圆的基础加热芯片

### 结构如图3.4所示。图3.4

基础加热芯片将基础加热芯片放入一个密封腔内通电加热，根据焦耳定律，得到芯片产生的内热源能量为：（3.12）其中，为通入芯片的电流大小，为芯片通电衬底层Si的电阻，有公式知芯片电阻与（硅衬底的电阻率）、（微芯片长度）和（电流通过的有效横截面积）有关。根据热力学守恒定律，焦耳定律产生的能量，除了芯片本身吸收后内能的提高（温度升高）外，还有一部分因发生热辐射和热对流而消耗，所以（3.13）为芯片内能的增加，和分别为因热辐射和热对流而消耗的能量。由于芯片体积小，所用材料的热导率都比较高，并且各层厚度小紧密接触，因此可以认为芯片整体温度变化一致，从而芯片内能的增加转换为温度变化就是（3.14）、为各层材料（自顶向下计）的比热容和质量，是芯片加热前后的温度差，由式（3.3）和（3.6）推导热对流和热辐射消耗的能量为（3.15）（3.16）同样地，为对流换热系数，为斯蒂芬-波尔兹曼常数，为第层材料的发射率，为第层材料的外表面积，、分别为反应腔内流体和腔内壁的温度。在基本芯片形状和输入电流不变的情况下，可采用数值化的迭代法来近似求解加热过程曲线，并取时间间隔为，则公式进一步转化为（3.17）由此可得到加热后的温度公式如下：（3.18）上式中，、分别为第个加热时间段的初态温度和终态温度，且℃。传统CVD系统的炉体尺寸达到米数量级，极大的热容量将导致系统花费数小时来完成生长环境的加热冷却过程，其中偶尔也会发生误反应，有时某些薄膜的生长过程需要快速进行，否则影响其生长质量，举个例子，ZnO纳米线的合成就需要快速升降温，以免由于升温太慢，导致薄膜或者其他微晶粒在低温区域生长，为了更好地分析系统升降温时间，我们假设系统热容量和热阻，得到系统时间常数。系统的热容量正比于加热腔体的体积，假设加热立方平台边长，则热容量正比于，则整个系统的传热速率简化为（3.19）所以热阻，很明显，热阻正比于。由前面的公式得到系统时间常数正比于，传统CVD系统的尺寸为米数量级，通过缩小其反应平台的尺寸到毫米级，可以大大缩短达到温度稳态的时间，通过理论分析和软件仿真，通过精确的电流控制，甚至加热、冷却时间可以缩短到秒级，从而避免了反应过程中易出现的副作用。气体交换速率模

型在 $\mu$ CVD系统生长纳米材料的过程中，气路控制模块决定了气体交换的流速、时间和配比，理想状态下，腔体内反应气体从一种转换到另一种应实现无缝对接，即一种气体的流量为零的同时，另外一种气体应立刻供应，衔接时间越短越好，充分体现换气的灵活性。在传统CVD设备合成材料的过程中，换气时间很长。举个例子，在合成碳纳米管时，高温加热炉温度升高的过程中，作为载气的氩气开始在石英反应管内流动，一段时间后温度开始处于稳定阶段，此时应立刻切换气体为甲烷，切断氩气的供应，可是在实际换气过程中，氩气流量的下降和甲烷流速的增加同时发生，并且需要交接一段时间。这将严重影响碳纳米管的合成质量，因为反应气体在腔内化学气相沉积发生在温度稳定的早期阶段，石墨烯合成同样如此。换气时间可以用反应腔体积除以气体流速来评估，对于传统CVD系统，假设反应腔是5英尺长，横截面为直径2英寸的石英管，则体积约为，同时估计气体流量为3000，计算后得到该系统换气时间约为1分钟。很显然，1分钟的换气时间对于生长纳米材料的设备来说实在太长了，因为在典型CVD系统中1分钟早已可生长长的碳纳米管[41]。 $\mu$ CVD系统的反应平板尺寸只有毫米级，因此可以大大提高气体交换速率。依据换气速率公式来分析，假设加热平板的边长为，则体积正比于，在同样的气体流速下，由于横截面积的缩小，气体流量正比于，则换气时间正比于。意味着在 $\mu$ CVD系统中，换气时间缩短为原来的倍，由分钟级骤缩为毫秒级。快速的换气时间有助于合成更加完整的石墨烯等纳米材料。气体流动状态模型气体输运是化学气相沉积工艺中的一个关键过程，这也是带走腔内热量的有效途径之一，更重要的是影响纳米材料的表面生长状况。考虑到反应腔内的对流环境，应推导判断在纳米材料沉积生长时，催化剂表面的气流状态是层流还是紊流，从而得出 $\mu$ CVD系统在气体稳流方面具备的优势。在CVD系统中，气流平稳度直接影响石墨烯的缺陷状况。气流湍急直接冲击石墨烯薄膜，使薄膜易出现褶皱重叠等结构缺陷。所以，层流是理想的流动状态。具体量化上，可以用雷诺数（Reynolds number）标定气体的流动状态。在石英管内，流体的雷诺数可以表示为（3.20）式中，是流体密度，是石英管横截面的平均流速，是圆管直径，和分别是流体粘度和运动粘度。二者关系为。层流要求[20]。文献[42]的实验结果展示了传统CVD系统的雷诺数接近层流状态的上限，几乎无法提升气流的流速。而 $\mu$ CVD系统因其极小的反应腔体尺寸，致使气体流过表面时的雷诺数低至0.01，小于传统CVD设备5个数量级[20]，这样就给 $\mu$ CVD系统提升流速预留了极大的空间，而不至于形成紊流影响生长质量。根据传热学理论可知，努塞尔数是对流传热与热导率的比值，可以表征物体表面的对流传热，与对流换热系数有固定关系：，通过计算努塞尔数可以得到第一小节仿真需要的对流换热系数。瑞利数（Raleigh number）是

### 自然对流传热中传热系数关联的无量纲参数。

在 $\mu$ CVD芯片下表面的气体流动状态为自然对流。在传统工程应用中的自然对流状态用下列形式表示（3.21）其中瑞利数是基于几何形状的特征长度 $L$ 定义的（3.22）式中，为重力加速度，为容积热膨胀系数，为流体的热扩散系数。通过公式推导可以估算自然对流的换热系数，从而剖析芯片表面的温度分布情况。综上分析，不管是 $\mu$ CVD芯片上表面的控制对流还是下表面的自然对流，在充分提高流速的情况下，都能保持稳定的层流状态，不对石墨烯的生长过程产生冲击，减少石墨烯生长缺陷的成因。 $\mu$ CVD微芯片建模与仿真基于上节对 $\mu$ CVD微芯片的传热学分析后，本节开始芯片结构设计及优化，以达到最大程度的温度均匀分布。首先，用SolidWorks制图软件设计芯片的三维结构，并标注好尺寸，接着将该结构导入ANSYS软件进行仿真分析，根据结果报告再去调整微芯片结构。可以看出，芯片结构设计是个改进与仿真互馈的过程。本节先简单说明有限元分析软件ANSYS的仿真原理与方法，然后介绍 $\mu$ CVD微芯片结构改进与优化过程并进行比较，最后对微芯片结构的多物理场耦合仿真进行展示。ANSYS有限元分析软件简介随着现代工业的不断推进

### ，工程界对以有限元分析为主的CAE技术的认识不断提高，

各行各业开始引进便捷高效的CAE软件[52]，ANSYS

### 就是在这样的背景下诞生的，

现已更新至17.0版本。ANSYS Workbench具有的结构、热电、磁、振动等多物理场耦合功能，使其在航空工业、电力电子、机械制造等众多领域应用广泛。ANSYS热

### 分析用于计算一个系统或部件的温度分布及其他热物理参数。



方法是先定义实体材料属性，并设置热传导、热对流及热辐射的环境参数、再将结构网格化成多个节点

，基于能量守恒的热平衡原理，使用有限元分析法迭代计算各节点的温度，

结果以梯度图和分析报告导出。有限元[43](FEM

)是求解数理方程的一种数值计算方法，是将弹性理论、计算数学和计算机软件相结合的一种分析

技术，在材料科学、土木工程、国防军工等领域颇受重视

。首次提出结构力学计算有限元概念的克拉夫(Clough)教授将 FEM描述为“有限元法=Rayleigh Ritz法[ 53 ]+分片函数”，也就是说有限元法是Rayleigh Ritz法的一种局部化情况。ANSYS 有限元分析的

实施过程主要分为3个阶段：前处理、分析计算和后处理阶段。其中，前处理阶段负责三维建模，将整体结构简化为理想的数学模型后，用离散的有限个网格单元代替连续实体结构或求解区域，经过一系列的分析计算和求解处理，后处理阶段对计算结果进行分析、整理输出数据表、报告或者图像。ANSYS Workbench[54]集设计、仿真、优化功能于一体，对各种数据进行项目协同管理，支持CAD-CAE间双向参数传输，极大地提高了设计人员的应用能力和工作效率。 $\mu$ CVD微芯片结构优化为了解决加热平台温度分布不均的问题，本文在周勤博士设计的用于生长石墨烯的 $\mu$ CVD微芯片结构基础上进行优化工作。如图3.5所示，利用MEMS技术在SOI晶圆上制作的第一版简单加热平台。该平台由固定部分、支撑部分和加热部分组成。整个构件的核心工艺是配合掩膜的

DRIE(Deep Reactive Ion Etching，深反应离子刻蚀)技术。

固定部分一方面连接支撑，为加热平台提供基座，另一方面通过Bonding技术接入引线键合的焊盘，电流生热；支撑部分主要配合自然对流和强制对流来传热；而作为构件核心区域的加热部分则是生长石墨烯的反应区，其表面温度的分布情况对石墨烯生长至关重要。核心加热区域的能量来源于电流焦耳热，加热台的大小决定了工艺的复杂度以及石墨烯生长的尺寸。仿真时，热平台的尺寸为：长 $L=5\text{mm}$ ，宽 $W=5\text{mm}$ ，长宽比太小导致合成尺寸不够，太大的话表面温度过于分散；Si、 $\text{SiO}_2$ 、Cu的厚度分别为： $H_1=500\mu\text{m}$ ， $H_2=1\mu\text{m}$ ， $H_3=25\mu\text{m}$ 。在温度监测和控制算法稳定的策略下，通电电流 $I=1.1\text{A}$ ；图3.5第一版芯片结构示意图图3.5是用于生长石墨烯的第一版 $\mu$ CVD微芯片的结构示意图，实际量产后可以在SOI硅片上刻蚀多个这样的平台，以方便进行对照实验。为了达到CVD系统生长石墨烯的温度要求（ $1000^\circ\text{C}$ ），接下来需要讨论硅晶圆电阻率对加热的影响。由上一节推导得到的温度公式（3.23）将传热的三种方式及相关参数（传导率、辐射率、换热系数、环境温度等）录入MATLAB，通电电流 $1.1\text{A}$ ，得到不同硅电阻率下加热平台达到的温度上限及时间，如图3.6。图3.6不同通电硅层电阻率下的温度曲线（ $I=1.1\text{A}$ ； $L=5\text{mm}$ ， $W=5\text{mm}$ ；Si、 $\text{SiO}_2$ 、Cu各层厚度分别为： $H_1=500\mu\text{m}$ ， $H_2=1\mu\text{m}$ ， $H_3=25\mu\text{m}$ ）由上图可知，电阻率越高，温度的上升曲线越陡，达到温度动态平衡的时间也就越短。当电阻率过大时，芯片温度往往会超过表面铜箔的熔点（ $1083.4^\circ\text{C}$ ）而破坏，同时过短的温度稳定时间也会给控制电路和算法带来难度；另一方面，当电阻率过小，芯片稳定时，温度却无法达到预期值。因此，考虑环境因素以及芯片的结构，选择合适的电阻率成为加热芯片设计的关键点。本文选择硅晶圆的电阻率为，可以利用掩膜实现选择性掺杂控制电阻率。基于SOI加热芯片的各层厚度在选择好晶圆后往往是固定的，因此芯片的结构优化就变成了长、宽度的选择。同样运用MATLAB对芯片底层不同长、宽度的加热进行仿真，结果如下图。图3.7不同尺寸的通电温度曲线由上图分析，当芯片长度增加时，加温速度并没有明显提高，因长度增加导致芯片的电阻加大，提高了稳定温度的上限，但是当长度增加到一定程度时，最高温度的增加不再明显，所以可以根据需要适当增加芯片的长度合成更长的石墨烯而不必担心芯片温度超过铜箔的熔点。相较于芯片长度，电流输入横截面的宽度对加热的影响更大，减小芯片宽度使其电阻迅速增大，加温时间也快速减少，并有可能熔化芯片表面的铜箔。 $\mu$ CVD微芯片耦合仿真上节确定了生长石墨烯的 $\mu$ CVD微芯片的结构尺寸，接下来用SolidWorks为其三维建模，并将模型导入仿真软件ANSYS Workbench进行有限元热分析。该分析过程涉及结构、热、电及应力变化，尤其考



考虑到传热学相关理论，是个典型的多物理场耦合仿真。为了精确模拟现实场景，实验数据中跟温度相关的因素（辐射率、传导率等）都被考虑到。为了方便电流输入，改善芯片表面的温度均匀性，加快升温时间，在第一版简单结构的基础上加以改进，采用悬浮式的支撑部分更能适应由热胀冷缩效应带来的应力变化，增加了 $\mu$ CVD微芯片的实际稳定性。改进后的第二版 $\mu$ CVD微芯片形状和几何尺寸如图和表所示。采用Si和SiO<sub>2</sub>构成一个底部支架，使得加热平台悬浮于支撑部分。悬浮式的加热结构使得各表面有相同的对流换热环境，保证了加热芯片的温度一致性，同时加快了冷却阶段的降温速度。此外，为避免在实验中经常遇到的因悬臂温度过高而导致的断裂情况，工艺上可以采用选择性掺杂来改进，在选用电阻率为的硼掺杂N型硅层作为基本导电层后，对悬臂固定部分与电极输入端运用光刻和扩散工艺，形成一层电阻率为的重掺杂区，使得悬臂不仅能通过较大的电流，还能让热能主要集中在中间的加热台上。图3.8  $\mu$ CVD微芯片（第二版）形状和尺寸表 3.2

$\mu$ CVD 微芯片 仿真 模型尺寸（图3.8）尺寸 标号 值（ $\mu\text{m}$ ） d1 5000 d2 7000 d3 8000 d4 5000 d5 1050 d6 1150 d7 a 500 d8 b 1 d9 c 25 a. 硅片 厚度 b. 二氧化硅厚度 c. 铜箔厚度

本文重点考察微芯片的表面温度，所以跟温度相关的物理参数在耦合仿真中都要被给予重视，温度相关的物理参数有热传导率、对流换热系数、杨氏模量等，实验过程中通过表格的形式录入ANSYS中，可同时得到热、电、力仿真结果。本文用相同的输入条件、环境因素分别仿真了 $\mu$ CVD微芯片的第一、二版，二者主要区别在于支撑固定部分。模型1是简单的芯片结构，支撑部分采用单悬臂，模型2是改进版，除了采用六悬臂来增大与空气的接触面积、提高强度外，还在电流输入处重掺杂改变电阻率，使温度集中在加热区，仿真证明两模型的温度都可以达到预定要求。下图是第一版 $\mu$ CVD微芯片加热台的温度分布。图3.9第一版 $\mu$ CVD微芯片ANSYS温度分布仿真结果与讨论图3.10显示了第二版 $\mu$ CVD微芯片仿真模型加热区的温度场分布，可以看出，相比较第一版芯片，两模型的最高温度都达到了石墨烯的生长要求1000 $^{\circ}\text{C}$ ，且没有超过铜的熔点1087 $^{\circ}\text{C}$ 。这意味着两模型都可以用于 $\mu$ CVD系统生长可靠的石墨烯实验。但是第二版芯片加热台表面温度分布更均匀，六悬臂结构也更有助于散热，很好地缓冲了热胀冷缩效应，提高了微芯片的稳定性。图3.10第二版 $\mu$ CVD微芯片ANSYS温度分布图3.11显示的是加州大学伯克利分校周勤博士设计的微芯片温度仿真，相比较，本文设计的第二版 $\mu$ CVD模型实现了更大面积生长平台更均匀温度分布的效果，并且悬臂温度也有所降低，降低了高温对悬臂破坏的风险。二者比较见表3.3。图3.11文献[21]设计的微芯片温度分布 表3.3第二版 $\mu$ CVD微芯片与文献[21]比较 加热台尺寸（ $\mu\text{m}$ ） 加热台最高温/低温/温差（ $^{\circ}\text{C}$ ） 悬臂温度（ $^{\circ}\text{C}$ ） 文献[21]设计的微芯片 300\*300\*50 1040/1037/3 1038 本文设计的 $\mu$ CVD微芯片 5000\*5000\*526 1035.1/1033.2/1.9 1015

$\mu$ CVD微芯片仿真验证通过后可以按下图工艺流程完成研制。图3.12  $\mu$ CVD微芯片工艺流程（a）整个芯片基于顶层器件层500 $\mu\text{m}$ 厚的SOI晶圆，顶层器件层硅电阻率为0.2；（b）在SOI表层氧化1 $\mu\text{m}$ 厚的二氧化硅；（c）采用电子束蒸发在二氧化硅表层生长25 $\mu\text{m}$ 厚的铜箔；（d）悬臂部分掺杂硼离子，掺杂深度50 $\mu\text{m}$ ，使悬臂表层硅电阻率为0.004；（e）采用光刻工艺，将掩膜版覆在SOI上，用DRIE技术从顶、底两层刻蚀掉多余的硅；（f）用HF腐蚀SiO<sub>2</sub>。本章小结本章首先就 $\mu$ CVD系统生长石墨烯为什么比传统CVD有优势展开理论探讨，主要从温度稳定时间、气体交换速率、气体流动状态三个模型进行阐述，接着开始设计 $\mu$ CVD微芯片，从芯片尺寸、电阻率、应力稳定性等诸多因素进行考虑设计了两版结构，然后运用SolidWorks和ANSYS软件仿真芯片，导入影响芯片温度分布的各种物理特性精细化仿真。最后根据ANSYS导出的温度场分布图对两款芯片进行比较与讨论。 $\mu$ CVD温度测控系统温度因素一直是 $\mu$ CVD系统合成纳米材料的研究重心，上一章节仿真了模拟环境下供电后芯片的温度分布，从而初步确立了芯片结构，本章将直接从温度检测和控制两方面展开设计。 $\mu$ CVD系统具有温度高、体积小、精度要求高等特性，这对测温方法和控制策略提出了挑战。本章按照原理到实现的叙述结构，首先分别介绍当下前沿的温度检测和控制技术及其原理，接着针对 $\mu$ CVD系统的特殊性选择测温方法和控制策略，最后设计相应的测温电路和控制算法，从软硬件协同上完成 $\mu$ CVD温度测控系统的开发。温度检测技术温度测量

## 是工业实践中最常见的监测需求之一，

了解各种测温手段及原理是设计可靠监测系统的第一步。本节首先从测温接触性上介绍几种测温技术及应用场景，其次介绍本文采用的基于红外辐射的测温原理，最后分析该方法的测量误差，为后续改进提供依据。温度检测技术简介温度是国际标准单位制中规定的7个基本物理量之一，用以表征物体的冷热程度。按照测量对象和精确度要求不同可将测温方法分为接触式和非接触式，具体分类情况见图4.1。其中以接触式为主要特征的测量方法又分为热体积式、电量式和光色式主流类型[39]。接触式测温的原理是将被测物质与温度传感器直接接触，这样被测介质的分子可以有效触碰

传感器构件，当分子动能平衡后就可以显示稳定的温度了。接触式测温精度高，可是由于深入被测介质，导致测温面积窄，平衡时间长，无法测量实时性要求高的场景，另外接触式测温高度依赖传感元件的稳定性，测量温度范围有限，因为温度过高可能会烧坏传感元件而导致失灵。非接触式测温主要是采集被测温度场的辐射因子，根据其强度、连续性、波长分布等参量进行的量化分析。非接触式测温温度上限高，实时性好，不用担心感温元件的损坏，可是为了提高测温精度和敏感度，非接触式测温对介质的辐射强度及发射率有一定的要求。图4.1温度测量方法分类[90]根据目前国际上出现的各种测温手段的工作原理，可以对其应用场景进行归类选择。在实际工程中，选择恰当的测温手段应考虑被测场景的综合因素，比如预计温度范围、变化频率、系统精准度要求以及被测介质的温度分布等。基于生长石墨烯的 $\mu$ CVD系统体积小，温度需求在 $1000^{\circ}\text{C}$ ，加热平板温度分布相对均匀，并且要求测温系统响应速度快，因此，本文选择采用基于红外辐射的非接触式测温方法进行设计

### 。红外 辐射 测温技术可 用于 测量 微量 物体的表面温度，

周期短，反应较为敏捷，最重要的是红外测温方法理论上没有测温上限，可以测量高温，其非接触式的测温模式将不会对被测对象造成破坏，所以本文在红外测温探头的基础上进行符合 $\mu$ CVD生长条件的技术改进是十分有必要的。基于红外辐射的测温原理在自然界中，若物体的本身温度高于绝对零度（ $-273.15^{\circ}\text{C}$ ），即表明该物体存在一定程度的热分子运动，故会以电磁波的形式向周边辐射，众所周知，电磁波谱的波长范围从皮米到亿米级，如下图，定义上

### 可分为无线电波、可见光、紫外线等，

这其中就包括红外线（ $0.75\sim 300$ ）这种具有强烈热效应的波谱

### 。物体的红外辐射特性、辐射能量的大小

与其表面状况有着十分紧密的关系。图4.2电磁波谱 我们假想有这样一种物质，它对大自然的环境辐射既是完全吸收体又是完全发射体，设定其反射系数为1，我们称这样的理想体叫黑体，而其他物质的发射率（该物质的辐射度和与该物质具有

### 相同温度的黑体的辐射度之比）

小于1，这样的物质统称为灰体。定义理想黑体的辐射功率为，普朗克分布定理揭示了黑体向外辐射的能量在不同热力学温度下按波长的分布规律，数学公式如下（4.1）式中，表示黑体的辐射出度，单位是，是辐射波长，表示热力学温度，其中、是第一、二辐射常数，分别为，。通过此公式可以绘制黑体辐射的光谱分析图，如下。图4.3黑体辐射光谱曲线

### 从图中可以看出，随着 物体表面温度 的

升高，其辐射能量也会变得越来越强，这条其实是红外辐射测温的核心支撑点之一，其次，随着物体温度的升高，其辐射能量的峰值偏移量在不同波长处也显现不同的变化，向短波方向偏移，并且不同温度的辐射能量曲线永远不会相交。具体分析，在能量的峰值位置处，波长与温度成反比，这就是红外高温测温仪工作在短波段的原因，也就是说在短波段测量高温，具有较高的性噪比和敏感度，同时抗干扰能力增强，提高了测温的准确性。红外测温遵循的基本原理是斯忒藩-彼尔兹曼定律，该定律指出绝对黑体总的辐射出度

### 与它的绝对温度的四次方成正比。

后面证实这一定律不只适用于理想黑体，对于任何实际 物体来说也是成立的。斯忒藩-彼尔兹曼定律的数学表达式是，是斯忒藩-彼尔兹曼常数，，这是黑体辐射能量的关系，实际物体的辐射能量与绝对温度的关系将引入发射率，用公式表示为（4.2）其中，表示实际物体辐射能量与温度的关系，并且不随波长变化而变化，通常，这样推导得（4.3）实际灰体温度为（4.4）通过公式计算即可



知道实际物体的温度。对于灰体辐射能量的峰值所在波长位置与温度的关系可以用维恩位移定理来解释，，很容易看出反比例关系。了解红外辐射的公式推理后，就很容易理解红外测温仪的工作原理了，从设计原理上来分类，红外测温仪有亮度、全辐射和比色测温三类，具体应用场景后面将会叙述。纵使红外测温具有非接触式的各种优势，但是其测量误差也易受很多因素影响，要想精确低误差地应用好红外测温技术，对其进行系统的误差分析和温度校准十分有必要，下节将会就测温系统的误差展开讨论。温度检测系统误差分析对于温度检测系统来说，系统误差不可避免，关键在于怎么分析误差的影响因素以及减少误差的手段。发射率——其实就是表征实际物体相对黑体的辐射能力，根据观测角度不同分为半球发射率和方向发射率。它在一定程度上不仅与物体的表面状况（抛光、粗糙、氧化、喷砂等）相关，还与材料种类、几何形状、透过率、测量角度有联系

。大部分有机物或金属氧化表面的发射率都在0.85~0.98之间[ 55 ]，光洁金属表面的 辐射率 很低，如果物体 的表面

比较光滑，则其会表现出敏感的方向性。实验证明辐射温度的误差为。基尔霍夫定理证明单色发射率和吸收率的关系，即。当物体处于热平衡状态下满足吸收率、透射率、反射率之和为1，即。对于不透明的物体，其透射率，同时考虑吸收率和反射率，满足。通常要根据红外测温仪设定的发射率来补偿因物体表面状况差异而导致的测温精度的影响。所以对于未知物体的发射率，可以先在低温环境下用接触式测温仪测量物体表面温度，同时用红外测温仪测量，调整发射率，控制两种测温方式在同一场景下的温度处于一定范围内，此时发射率即为待测物体的发射率，可用于高温环境的测量。结合前人的工作经验，将红外辐射的发射率设定方案总结如下：（1）发射率修正法。该措施是使用其它专业设备测量待测物低温环境下的发射率，再依据此修正高温环境下红外辐射测温的发射率。（2）黑体逼近法。该方法是采取一定措施使被测物表面的有效发射率接近1，从而缩小发射率对测温结果的影响。但是此方法往往需要破坏待测物，所以不常使用。（3）反射率法。向待测物表面投射一辐射源，测量其反射信息，进而获取该物体的发射率。该方法需要额外设备配合工作，成本较大。（4）多光谱辐射法。也就是在同一个仪器中制造多个光谱通道，利用多通道的辐射信息获取温度，经过数据处理后得到材料的发射率。该方法不需要辅助设备，也不会破坏待测物体结构，是今后修正发射率的发展方向之一。距离系数——指的是探头到目标物的中心距离与待测物直径大小的比值，即，如果待测物体离红外测温仪的距离太远，则会导致所成像无法充分覆盖探头视场，同时，待测物辐射能量的衰减也会随着距离的加大而增加。另一方面，如果距离太近，探头测温近似于点温度，而无法确保所测温度为待测物表面的整体温度，也会存在一定的测量误差。所以为了提高测温精度，被测物应该充盈探头视场，如下图：图4.4距离系数的视场范围距离系数K是提高红外测温精度的可控因素之一，K值越大，所需探头的光学系统分辨率越高，所以实际测量时，要充分计算待测物测量表面的直径大小并把握好距离系数。环境因素——包括大气吸收率、背景温度等。大气投射是影响测温误差的关键因素之一[56]。在8~12波段，大气透射率误差与测温误差成反比，当大气吸收率达到20%时，测温误差在0.8%左右。众所周知，大气分子的吸收是构成红外辐射能量衰减的重要原因之一，大气分子（主要是水蒸气、臭氧、二氧化碳等）中容易与红外光谱区某些波段产生共振现象，从而吸收辐射源传输过程中的能量。况且空气中悬浮微粒的散射效应更能加大对辐射能量的吸收作用。其次，介绍一下背景环境的影响。目标环境对比度表征待测物温度与环境温度的差异，如果被测物与环境温度近似，则探测精准度大打折扣，也会增大测温误差。为了更好的监测目标的温度分布，应该尽量加大目标环境对比度，选择无尘或空气清新的环境下测量。除了上述几个影响温度误差的因素外，还有测量角度、气流变化、热量变化等，实验过程中因充分考虑影响因素并标记优先级，通过必要的措施减小误差带来的精度问题，从而为石墨烯合成提供良好的生长平台。温度控制技术温度控制是现在工控领域最活跃的应用技术之一，可有效用于化工、微电子、医药、航空航天等行业。在 $\mu$ CVD系统中通过电流给微芯片供热，热台表面温度需要保持一致性、精确性和实时性。本节首先从几种温度控制技术谈起，比较各自优缺点，再寻找适用于 $\mu$ CVD系统的温控方法并介绍其原理，最后对所选算法进行MATLAB仿真，从温控系统的性能指标上分析算法表现。温度控制技术简介温度控制技术是把温度作为参变量，控制输入信号（电流、电压、阀门闭合度等）使其处于动态平衡，达到理想稳定态的一种自动化技术。常用的温度控制策略有以下几种：（1）常规PID控制PID控制即将误差的比例、积分、微分进行线性累加，得到合适的输出加载到受控对象上进行调控的算法。基本原理示意图如下。图4.5经典PID控制原理框图PID控制器的关键在于P、I、D三个控制系数的确定，往往需要不断尝试获得经验值或者借助PID模拟平台在线调试。其控制系数的作用如下：比例系数：调节作用与误差大小成比例。越大，系统响应越快，作用幅度越大，所以太大的比例系数容易造成系统超调，引起震荡；但是过小的比例系数



使系统反应缓慢，产生一定的时延。积分系数：降低系统的稳态误差，提高误差度。积分的作用是累积误差值，用于在系统稳定时的修正，积分项对误差的影响取决于时间的累积和积分系数

。积分作用常与另两种调节规律结合 形成 PI或PID 控制器。微分 系数：微

分项具有预测作用，抑制趋势的变化方向，产生超前的控制作用，用于改善控制器的动态特性。过大的会降低系统的抗干扰能力。常规PID控制的最大优点是控制机理完全独立于对象的数学模型，但是参数无法自整定，需要现场支持，依赖从业人员的长期经验，调节周期长，容易产生震荡等缺点也一直让人诟病。（2）模糊控制模糊控制是

将人类专家对特定对象的 调节 经验，运用模糊集理论进行量化，转化为可数学实现的控制器，从而实现

自动化。原理示意图如下：图4.6模糊控制原理框图模糊推理引擎是整个控制器的核心，包括输入模糊化、规则库建立、模糊推理和输出清晰化四个模块。1.输入模糊化首先将输入量（系统误差、误差变化率）按照量化因子、进行尺度变换，完成输入变量从

基本论域到模糊论域的

映射，接着定义模糊语言取值以及论域值在其上的隶属值。隶属值的选取依赖隶属函数的选择，常见的隶属函数类型有正态分布型、三角型、梯形。模糊语言值的个数一般为奇数个，即

NB（负大）、NM（负中）、NS（负小）、ZO（零）、PS（正小）、PM（正中）、PB（正大）。2.规则

库建立模糊规则库由若干条控制规则组成，控制规则是根据人类控制专家的经验总结得到，按照IF ...is ...AND ...is ...THEN ...is ...的形式表达，对模糊子集建库后以表格的形式展示。3.模糊推理模糊推理是在模糊规则库建立的前提下对输入进行规则映射，得到模糊输出量的过程。模糊推理方法有Mamdani推理法、Larsen推理法、Zadeh推理法等。4.输出清晰化清晰化是第一步的逆过程，经模糊推理得到的是输出论域值，还需要经过比例因子转换为清晰的控制量。常用的清晰化手段有加权平均法、最大隶属度法等。模糊控制是一种规则控制，采用语言驱动型

，设计中不需要 对 被控对象 建立 精确的数学模型，

鲁棒性强，有较强的

容错能力，对纯滞后、参数时变或非线性温控系统比较适用，但是对输入信息的简单模糊处理会减弱系统的控制精度和动态品质，同时规则库的建立同样依赖工程人员经验所得。

（3）神经网络控制神经网络控制是

采用数理模型的方法模拟生物神经细胞结构，用简单 的处理

单元连接扩散成复杂网络，并采用BP算法（误差反向传播）控制。原理如下图：图4.7神经网络控制原理框图神经网络控制响应速度快，有一定的抗干扰能力，易于软硬件实现，适用于多变量、多参数、非线性和时变系统。在实际应用的温控算法选择中，往往根据工作场景不同，有效地联合多种控制策略

，将线性与非线性结合起来，

使温度控制达到精确度与时效性、鲁棒性共存的状态。基于模糊PID的控温原理 $\mu$ CVD系统的温度控制要求是高温稳定，响应快，精度高，常规PID控制往往因为参数无法自整定而达不到系统要求

，所以本文选择基于模糊PID的控温策略，利用模糊推理实现

### PID参数自整定，是温度控制达到理想的稳定效果。模糊PID参数自整定

温控结构示意图如下：图4.8模糊PID控制原理框图 运用模糊PID控制算法，首先要找出P、I、D三个控制系数与温度偏差、偏差变化率之间的模糊关系，过程中不断修正控制参数，以满足不同、对控制参数的不同要求。具体实现时，根据，输入量的不同对其模糊处理，推理后得到不同的模糊输出量再清晰化，最后根据清晰化的值整定、、，常用的

#### 一、整定原则 如下：（1）当偏差较大时，为了系统快速响应，

应取较大值，为了避免系统

#### 偏差变化率瞬时过大，应取较小值，同样为了

防止控制超调，通常取值为0。（2）当偏差处于中等位置时，应取较小值，取值适当就行，此时在系统的影响因子优先级中排名最高。（3）当偏差较小时，为了保证系统的鲁棒性，和同时取较大值，值的选取取决于，当较小时，取较大值，反之亦然。运用模糊控制的经典方法首先将，模糊化，假设输入

#### 量的模糊子集为{NB，NM，NS，Z，PS，PM，PB}，

同时将输入量温度误差，误差变化率映射到论域（-3,3），再将输出量、、的

#### 模糊子集定义为{Z，PS，PM，PB}，输出量量化到论域（0,3），根据

前文的整定原则，可得到模糊控制规则为：IF (e

is NB) THEN ( is PB) AND ( is Z) AND ( is PS) IF (e is NM) AND (ec is NM) THEN ( is PM) AND ( is PS) AND ( is PM) IF (e is NS) AND (ec is NS) THEN ( is PB) AND ( is PB) AND ( is PM) IF (e is PS) AND (ec is NS) THEN ( is PB) AND ( is PB) AND ( is

PM) .....最后进行模糊控制的第四步：清晰化处理，即将相应的输出论域结合比例因子得到真实的PID控制系数，再将其输入到温控系统中完成参数自整定。温度测控系统硬件设计本节介绍了μCVD温度测控系统的硬件设计过程，首先对整个系统的硬件选型进行简介，包括红外探头、测温电路等，接着开始设计硬件温控模块的原理图并在实验室完成平台搭建过程。硬件开发平台介绍整个μCVD设备的温度测控系统原理框图如下所示：图4.9 μCVD

### 温度测控系统框图下面就温度测控系统

的硬件选型进行介绍。1、红外测温探头本文选择基于红外辐射的测温方法，所以红外探头的性能直接决定了测温结果的准确性，红外探头的选型参数有测温范围/响应波长、距离系数、发射率设定值、测量精度、响应时间等。测温范围标定基本的应用场景，提供了测温上限作为实际应用时的重要参考；距离系数提供了观察时待测物离探头距离与待测物直径大小的最佳视场比例；测量精度决定了实际测量时的误差范围；响应时间用来表征探测系统的实时性，也就是给待测系统的时效性提供依据

#### 。红外测温探头由光学系统、光电探测器、信号放大器及信号处理等部分组成。

基本原理如图4.10。光学系统集聚探头视场内目标物辐射的

红外能量，红外能量分布在光电探测器上并转变为相应的电信号，经信号

放大器放大后计算转变为被测目标的温度值，同时输出电流信号供控温电路检测使用。图4.10红外测温探头原理图综合考虑性能指标和成本因素，本文选择的红外探头为国内专业研制测温设备的西安延华测控公司生产的LT-05A红外测温仪，外形采用M柱状结构，主要用于非金属材料的温度检测，如硅、陶瓷、玻璃及一些黑色金属等。LT-05A红外探头的详细参数见下表，实物见图4.11。表4.1 LT-05A型红外探头参数列表

参数名	值
保护等级	IP65(NEMA-4)
温度范围	0-1100℃
光谱范围	8-14
响应时间	150 (默认), 300 50可选
输出信号	4-20
测量精度	或℃环境温度0-60℃
工作电源	12-24V DC

图4.11 LT-05A型红外探头2

、单片机STM32系列单片机是意法半导体（STMicroelectronics）为要求高性能、低成本、低功耗的嵌入式产品专门设计的

ARM Cortex-M内核的MCU。本文选用的STM32F407ZGT6

采用了意法半导体的NVM工艺和ART加速器，

是

所有基于Cortex-M内核的微控制器产品

中综合性能得分较高的一款通用型MCU。其主频高达168MHz，存储器采用1MB FLASH和192+4KB的SRAM，具有32位数据总线的灵活外部存储器：SRAM、PSRAM、NOR/NAND，3个12位ADC，2个12位D/A转换器，多达17个定时器，同时具有I2C、USART/UART、SPI、CAN、USB等通信接口。该芯片采用LQFP-144封装形式，其管脚配置图如下：图4.12 STM32管脚配置图（LQFP-144封装）

3、开发板基于本文设计的温控系统对时效性要求极高，并能分时分段控制电流/温度，所以采购的是尚学STM32F407开发板，该开发板集成USB转串口电路，可以实现一键下载，无需JLINK或外接串口线，更不用来回设置BOOT启动方式。其核心控制单元STM32F407ZGT6具有GPIO/1024K FLASH/196K SRAM，集成SD卡SDIO电路、I2C EEPROM和SPI FLASH电路，板载8M外部晶振可以倍频至168M速度，并且所有IO口均引出，方便外扩。其主要参数见下表，实物见图4.13。表4.2 STM32F407开发板参数列表

参数值	封装
LQFP-144	CPU频率
168MHz	FLASH
1024/512KB	RAM
192+4KB	定时器
8个	SPI接口
3个	IIS接口
2个	IIC接口
2个	USART接口
5个	USB接口
1个	CAN接口
1个	SDIO接口
1个	ADC接口
21个	IO端口
112个	

图4.13尚学STM32F407开发板硬件原理图设计及平台搭建实验环境下需要设计一套基于STM32的温度测控电路，本文首先在Altium Designer软件上设计测控电路的原理图部分，验证通过后购买相关元器件进行实验平台的搭建。 1

、桥式整流电路桥式整流电路是利用二极管的单向导电性进行整流的常见电路，用来将交流电转变为直流电。

首先用变压器将市电转化为需要的小电压27V，在经过桥式整流电路变直流电，为后续供电电路提供源电压。原理图如下所示：图4.14桥式整流电路

2、供电电路供电电路分别采用3款电源芯片来完成特定电压24V、12V、5V的转换。LM317是一款可调节的3端正电压稳压器，电压输出范围从1.2V到37V可调，通过两个外部电压完成配置；LM2576系列稳压器能提供Buck电路的各种性能，能驱动大电流负载，同时降低能耗，提高稳压电源的工作效率；7805

是常用的三端稳压器，一般采用TO-220封装，能提供DC 5V的输出电压。

原理图如下。图4.15供电

电路3、温控电路温控电路

采用Buck电路配合单片机的PWM输出，通过调节场效应管通断（占空比）来控制直流输出电压的平均值，加载到μCVD芯片上产生焦耳热从而升温，再搭建一个温度采集电路输入到单片机通过控



温算法进行闭环控制，达到温度快速稳定、分段控制的效果。温控电路原理图如下。图4.16温控电路原理图设计完成后，准备必要的元器件基于实验室平台搭建温度测控系统，将温度检测模块和控制模块硬件组合装配起来，实物图如下。图4.17温度测控模块实物图温度测控系统软件设计 温度测控软件设计主要是基于单片机完成电流检测、温度显示、模糊PID控制算法等模块的代码编写，本节首先介绍STM32单片机开发的软件平台及工具，然后分两小节先后讲述温度检测、控制程序的开发过程。软件开发平台介绍本文选择的单片机开发软件是Keil uVision5，这是一款专业的IDE集成开发环境，其MDK Core包含了微控制器开发的全部组件，包含编辑器、IDE、ARM C/C++编辑器、uVision调试跟踪器等，Keil uVision5简洁清新的界面布局符合人体工程学的审美标准，满足广大嵌入式工程人员的开发要求，是一款不可多得的好工具。

FlyMcu仿真软件 是一款 用于STM32烧录程序的工具，

包括在电路编程（ICP）和在应用编程（IAP），

近些年随着FLASH

成为单片机存储器的主要技术，芯片封装尺寸 越来越

小，使得FlyMcu成为很多场合嵌入式开发的应用工具之一，也表现了一定的优势。系统软件可以分为初始化、温度/电流分段设置、温度获取、DAC转换、温度显示、PID温度控制几个模块。其结构如图所示。图4.18温度测控程序结构整个程序的流程图如下：图4.19温度测控程序流程图温度检测程序设计温度检测模块包括系统初始化、温度值获取、AD转换、温度显示四个流程。系统初始化完成

在单片机上电复位后

的一系列动作，如系统时钟、定时器Timer、延时Delay、串口通信UART等的初始化工作、清屏处理和图片加载也在初始阶段完成。图4.20时钟初始化图4.21 UART初始化图4.22背景图加载温度值获取和AD模块是采集红外辐射探头的输出信号经过转换电路处理后送到单片机的ADC通道计算得到温度值，并送到LCD屏显示。图4.23 AD获取温度控制程序设计温度控制模块主要包括温度设定、温度检测、PID控制三个流程。温度设定是通过触摸屏手动输入想要的温度值并可以实现分段设定。温度PID控制是利用上节检测的温度和 当前设定值比较后输入PID调节器，经比例、积分、微分计算后，控制PWM波占空比，进入Buck电路后稳定电压完成温度的闭环控制。图4.24温度设定图4.25 PID温度控制温度测控系统校准实验 $\mu$ CVD测温系统软硬件平台搭建好后，接下来采用标准温显面板进行温度校准实验。实验步骤：1、?固定好红外测温探头、电烙铁，调节电烙铁温度控制档位到确定级别，加热电烙铁一段时间；2、几分钟后，记录电烙铁和红外测温探头中心距离 $d$ （cm）和面板显示温度 $T$ （ $^{\circ}\text{C}$ ）到表格，见图4.26；图4.26温度校准实验（温显面板）3、保持电烙铁档位不变，依次调节 $d$ 增加1cm，记录距离/温度到表格；4、将温显面板换成单片机，重复第3步，见图4.27；5、修正程序调节因子Mutiple，拟合红外探头电流/温度关系。图4.27温度校准实验（单片机

)本章小结本章介绍了 CVD 系统 中最重要的

控制模块——温度测控的软硬件设计过程，并介绍了各种测温、控温方法，通过优劣势对比分析采用了基于红外辐射测温、模糊PID控温的策略。最终完成了从红外探头、单片机开发板选型到硬件平台搭建，从熟悉开发IDE环境到代码整合的过程，基本实现了预期效果。 $\mu$ CVD温度测控系统开发为后续石墨烯生长实验提供了必要的平台。 $\mu$ CVD显微成像系统用于生长石墨烯的 $\mu$ CVD平台搭建好后即可进行实验，实验过程中需要对石墨烯的生长状况实时监测并反馈记录，以便后续改进生长条件。因此，设计一套用于观察 $\mu$ CVD生长环境的显微成像系统迫在眉睫。本章将从显微成像中的自动聚焦、图像拼接两个关键技术讨论起，首先概述传统自动聚焦算法的基本原理以及各种聚焦评价函数的优缺点，然后提出自己的优化算子并比较；接着论述图像拼接中的几个关键节点，最后从软硬件协同上结合提出的改进算法搭建一套显微成像平台，用于实验观察以验证其有效性。自动聚焦技术 自动聚焦是指通过电机控制改变镜头到待测物的距离从而完成焦平面和像平面重合实现清晰

## 图像采集的过程

。图像清晰度是指图像 灰度信息 边缘变化的敏锐程度，

自动聚焦的性能关键取决于聚焦评价函数的选择

，理想的评价函数应具备单峰性、精确性、尖锐性和

单调性等特征。本节先从传统的聚焦算法说起，接着提出自己的优化算子，最后完成对比及分析。传统自动聚焦算法本文选用的显微成像平台是属于

光学成像系统，光学成像是一种通过光波将

待测物的实像经过镜头系统

传播到像平面的信息传递系统，模型

如下图所示。图5.1光学系统模型[91]所谓聚焦，是指像平面和聚焦平面重叠在一起，能量最为集中，图像信息最为丰富，细节最为明显，放在频域上分析

，聚焦图像比离焦图像拥有更多的

高频分量。实现 $\mu$ CVD显微成像系统快速清晰地采集图像，关键在于聚焦评价函数的算法选型及性能改进上。下面首先介绍一下传统自动聚焦评价函数的原理。

1、灰度差分法该算法是利用图像相邻像素差的绝对值之和

来表征聚焦程度，评价函数的数学形式如下：（5.1）上式中，表示图像在处的像素灰度值，、分别表示图像ROI（Region of Interest）的行、列数，采集多张图像分别计算，当取最大时聚焦。该算法提出时间较早，计算量少，形式简单明了，适合于对聚焦精度要求不高的成像环境下。2、灰度方差法该算法首先计算一幅图像的灰度平均值，然后用图像的标准差作为自动聚焦评价函数的最终值，用以表示图像的清晰程度。函数表示如下：（5.2）（5.3）同样地，表示图像在处的像素灰度值，表示该幅图像

的灰度平均值，当图像处于清晰状态下时

最大。该算法是基于图像的统计信息

，利用灰度变化的平均程度来评价的，

需要率先计算均值，有一定的计算量。3、Roberts法该算子是1963年Roberts提出的提取图像边缘的算法，采用的是图像中对角方向相邻的两个像素差之和，充分考虑了像元之间的位置关系，函数式如下：（5.4

）该算法相比较灰度差分法，计算量相当，

但是比灰度差分法多比较一个位置信息，更能表征图像的灰度变化敏锐度，精度也得到一定提高。4、灰度熵法灰度熵法通过表示

图像的信息熵来衡量图像的清晰度，

当图像模糊时，熵值增大，反之，图像清晰时熵值减小。我们假设图像的灰度值在区间 $[0, H]$ ，对



ROI区域统计直方图，则在k位置图像

取灰度值为g的概率为，则图像的灰度熵为：

(5.5) (5.6) 当处于聚焦位置时，熵值最小。 5

、傅里叶变换法 傅里叶变换法

是从频域的角度来考虑图像的清晰度，正是上文提出的清晰度与图像边缘细节和高频分量的关系得出的算法。实际运用时，将图像

经过傅里叶变换从空域转换到频域，

用能量谱来表示一幅图的高频分量，其傅里叶变换用下式表示：(5.7) 得到傅里叶谱和能量谱分别为：(5.8) 上式

、为时域变量，、为频域变量，和

是傅里叶谱的实部与虚部，当图像聚焦时，取值最大。很明显，该算法计算量巨大，会产生一定的时延。还有一些传统的聚焦评价算子，如梯度能量(EOG)、Sobel算子、Tenengard函数、拉普拉斯Laplacian算子、Vollaths函数等等都是利用数学函数的优越性表征图像清晰度，它们各具优势，各有应用场景，都表现出了评价函数很好的特点。优化自动聚焦算法理想的自动聚焦曲线应该是单峰

、没有起伏的，在聚焦点附近曲线尖锐，变化

突兀明显，当远离聚焦点时，曲线变化平稳

缓慢，如图5.2所示。图5.2理想聚焦模型在没有环境干扰的情况下，

各种聚焦算子都可以满足评价函数的要求，当工作台抖动、镜头有污渍、环境质量不良时，聚焦算子也会对噪声表现一定的敏感度，所以自动聚焦算法必须具备抗干扰能力。本文提出的一种改进Roberts算法可以提高函数曲线在聚焦点附近的陡峭度，减缓离焦点的曲线平滑度，降低噪声影响。具体实现步骤如下：(1) 依据Roberts算子计算图像中各像素的梯度能量值：(5.9) (2) 保留能量突变点，忽略平滑点。清晰图像的细节信息丰富，梯度变化也大，而模糊图像变化不明显，所以由灰度方差法，设定阈值表示该图像的平均模糊程度，当梯度能量值时，保留此时的能量值，否则此点，摒弃此点。(3) 定义最终的自动聚焦评价函数：(5.10) 当最大时，图像处于聚焦状态。此算法是在Roberts算子的基础上加以改进，只关注图像的清晰区域，忽略模糊部分，这样生成的聚焦曲线更注重细节，更能体现聚焦时的能量集中性。优化算子比较及分析理想的聚焦函数应该在光学系统的焦平面处取得最大值，在离焦状态图像变得模糊时，聚焦函数值开始单调下降。但是实际应用中由于各种干扰因素导致函数并不是在图像最清晰处取得最大值，从而引起误判。评估聚焦算子的优劣由下列评价指标给出：(1) 陡峭区宽度 在显微成像系统中，电子目镜随着z轴的移动远离焦平面时，图像变得模糊，聚焦算子值也会下降，靠近焦平面时，图像变得清晰，函数值也会迅速变大逼近峰值，我们把聚焦曲线分为陡峭区和平缓区，分别代表模糊类和清晰类图像。而陡峭区宽度，其中、分别表示曲线的左、右临界点，陡峭区宽度越短，聚焦算子受环境

影响越小，抗干扰能力越强。

(2) 清晰度比率 清晰度比率，其中、分别表示聚焦算子函数的最大、最小值，其用来表示聚焦函数对不同离焦程度图像的辨别能力，越大，清晰图和模糊图差异越明显，越容易区分。(3) 灵敏度 聚焦算子的灵敏度体现在焦平面附近的变化程度，在聚焦曲线峰值附近任意取几个点，如果变化剧烈，表示焦平面越容易捕捉，聚焦越灵敏，反之则易受噪声影响，聚焦迟钝。本文选用不同清晰

度的图片组进行测试，将传统聚焦算子和改进Roberts算子放在一起进行仿真，绘制几种算法的聚焦曲线并作归一化处理，如下图。图5.3不同清晰度的测试图库图5.4不同聚焦函数的评价结果 由图5.4看出，Sobel和Prewitt算子对图像的噪声敏感，没有很好的单峰性，而基于阈值的改进Roberts算子在远离焦点处变化平缓，在近焦点处曲线突然陡峭尖锐，陡峭区宽度很窄，对噪声表现良好的抗干扰性。图像拼接技术 $\mu$ CVD系统生长的石墨烯全景图实时获取是改善微纳材料合成质量的重要步骤。 $\mu$ CVD显微成像由于电子目镜景深小拍摄的大多是局部清晰图，通过图像拼接技术找到相邻局部图的公共重叠区域，从而确定局部图之间的矩阵关系，之后运用图像融合技术实现局部图匹配区域的无缝连接，平滑过渡，最后完成多幅局部图拼接成全景图的过程。本节先从图像拼接的基本原理说起，然后介绍图像拼接中的几个关键节点：图像预处理、图像匹配

### 和图像融合。图像拼接原理图像拼接是

将由传感器拍摄的一组具有重叠区域的局部图，通过先进的算法获得局部图之间的位置映射关系，再结合像素融合技术，消除连接处的尖锐毛刺，最终合并成一幅具有广视角、高分辨率的视图。其关键在于寻找重叠部分以及确定匹配区域的位置

### 关系。假设待拼接的两幅图 $Img1$ 和 $Img2$ ，像素表示 分别为

和并且有重合区域，则基于 $Img1$ ，将 $Img2$ 拼接起来的映射可表示为：（5.11）上式表示两图的坐标映射。根据矩阵学理论可知，只需求得，即可将 $Img2$ 矩阵上的像素点转换到 $Img1$ 上形成最终拼接图的像素点，变换式为（5.12）只要找到确定的变换矩阵，即可完成拼接工作。变换矩阵中

### 表示尺度变换 和 旋转 因子，、分别 表示水平、垂直 方向上的平移

量。实际使用中，由于平台抖动、光照、环境等内外在因素的影响，需要借助拼接算法寻找最优的变换关系，达到拼接目的。图像预处理电子目镜采集的高倍原始图像往往由于镜头污渍、光线干扰、环境尘土等因素存在噪声，导致拍摄的局部图质量不佳，对后续寻找匹配区域、拼接工作造成极大的影响

### ，所以在 进行 图像拼接 的第一步 需要进行图像

预处理。图像预处理是计算机视觉中常见的改善图片质量手段之一，通过各种滤波、锐化、去燥工具来消除噪声、增强对比度，使图像清晰，展示更多的细节信息。具体的预处理手段有下列几种：1、图像灰度化电子目镜采集的图像是彩色图片，存储格式一般为RGB格式，但是彩色图像的信息量太多，计算复杂，实际工程往往将彩色图像灰度化，去除色彩信息，保留亮度信息。数字图像中的灰度值传递的是像素点的明暗程度，一般将黑色

### 灰度值定义为 0，白色 灰度值定义为

255。将RGB彩色制式图像灰度化通常有三种方法，分别如下：（1）平均值法。，此种方法运算简单，图片静平均处理后亮度较柔和。（2）最大值法。，此种方法无需计算，经过简单的数值比较即可得到图像灰度值，处理后亮度会有不同程度的偏高。（3）加权值法。，其中、分别为权重。当权值不同时表现不同的亮度信息。2、图像去噪图像噪声存在于从电子目镜采集到后期图像处理的各个阶段，典型的图像噪声类型有高斯噪声和脉冲噪声。高斯噪声符合零均值高斯分布且独立于每个像素和像素亮度，而脉冲噪声一般由电子目镜的光学传感器单元异常、图像存储失败和传输异常等问题引起，出现的概率不高。噪声会影响图像质量，弱化图像特征，必然对图像拼接带来麻烦，为了后续工作稳定执行，提高拼接成功率，必然要

### 对图像进行去噪 工作。常见的

图像



去噪方法有：（1）中值滤波法。中值滤波

是用一个 $N \times N$ （ $N$ 为奇数）的

窗口在图像上滑动，将窗口内的像素灰度值

按从小到大依次排序，取中值作为窗口中心点的灰度值。此种方法既可以消除孤立的脉冲噪点，又可以很好地保护图像细节，特别适用于含有椒盐噪声的图片。（2）

）均值滤波法。均值滤波同样采用 $N \times N$ 的

窗口扫描图像，取窗口内各像素点

灰度值的平均值作为中心点处的灰度值，

该算子计算速度快，抑制噪点的同时会引起图像模糊，致使边界不明晰。（3）高斯滤波法。高斯滤波对于抑制服从正态分布的噪声很有效，如果一个噪声幅度满足高斯分布，其功率谱密度是均匀分布的，则称其为高斯白噪声，高斯滤波特别适用于抑制此类噪声。针对一幅图像，高斯滤波是利用核函数形成的卷积算子来进行处理，常见的一维高斯分布为，将输入图像的灰度像素值作为权重，乘以核函数输出到中心位置。相比较均值滤波，高斯滤波平滑效果更柔和。3、图像锐化图像锐化（增强

）是为了使图像的边缘、轮廓线以及细节更清晰，从而补偿图像的

轮廓，增强灰度跳变部分来强化对比度。图像锐化一般分为微分法和高通滤波法两类，具体有梯度锐化、拉普拉斯锐化、Sobel锐化、Prewitt锐化等等。图像匹配拍摄

图像经过预处理后就可以进入匹配工作了，图像匹配是寻求

局部图的公共重合区域，并找到两幅图特征处的位置映射关系。图像匹配方法可以

分为基于图像灰度信息的配准和基于特征的配

准方式。本文采用的SIFT是基于图像特征的匹配算法，它可以对位置、尺寸、旋转、亮度表现

不变性，对视角变化、放射变换、噪声也保持很强的适应性。SIFT算法独特性好，信息量

完善，很少的物体也能够计算得出丰富的SIFT特征向量，并且有一定的可扩展性。下面介绍一下基于SIFT算法的图像匹配过程：1、图像尺度变换，检测尺度空间的极值。构建尺度空间是为了寻找位置变化中具有不变性的关键点信息，即在尺度空间中找到稳定的特征点。前人证明

，高斯卷积核函数是实现尺度变换的唯一线性核。

所以尺度空间可表示为：（5.13）其中， $G$ 为高斯核函数， $I$ 为经过预处理的图像， $*$ 表示卷积运算。经过该运算后可得到高斯金字塔，为了在尺度空间内找到不变的极值点，在SIFT中引入了DOG（高斯差分）函数，其定义为（5.14）其中， $L$ 为连续图像的平滑尺度，经过上述运算后可得到高斯差分金字塔。在高斯差分金字塔的每组中选取像素点与该组相邻层的若干相邻点比较，选取极值点作为初步特征点。由于计算机中存储的是离散数据，之前选取的初步特征点不一定是连续空间的极值点，所以需要对DOG空间进行拟合处理，去除图像边缘位置的极值点来定位精确的特征点。2、特征点方向计算。计算特征点的方向是为了实现算法的旋转不变性。在尺度空间确定的情况下，可以计算每个特征点的梯度幅度和幅角，分别为：（5.15）（5.16）3、特征点描述。特征点描述符是跟尺度空间相关的，方法是先

将坐标轴旋转为特征点的方向，确保旋转不变性，之后以特征点为中心取相应的

确定尺寸大小的窗口，分块计算窗口中

的梯度方向直方图，并且分别累加每个梯度方向的数据，形成种子点。图5.5 特征点

描述符4、特征点匹配。上述三个步骤都是对两幅待拼接的局部图处理的，得到特征点描述后，我们定义特征点

向量之间的欧式距离作为评判特征点相似度的标准。取图像1中的某个关键点，并找出其与图像2中欧式距离最近的两个关键点，距离为 $d_1$ （为最近点，为次近

点），如果满足 $(G为$

阈值)，则接受这一对匹配点。很显然，降低阈值

$G$ ，两幅图的SIFT匹配点会响应减少，但是稳定性会提高。图5.6图像匹配样例图像融合图像融合是在确定局部图重合区域并且位置关系的基础上实现图像的无缝连接、平滑过渡。融合过程可以在信号级、像素级、特征级以及决策级等不同的层次进行，完善图像融合效果需要满足两个基本要求：一是找准局部图之间的变换关系，无缝拼接并且过渡柔和，减少突兀感；二是尽量少丢失图像信息，尤其是特征点细节。常见的图像融合算法有加权平均算法[97]、中值滤波法、小波变换法[96]等。加权平均法计算量小，适用于匹配区域色差小的局部图，且表现很好的实时性；中值滤波思想是利用中值滤波器解决重合部分像素值的突变，优点是可以增强细节，保持较高频的图像信息；小波变换可以同时运用高频和低频融合规则，对图像加权融合，是像素级融合算法中重要的算法之一。本文基于石墨烯薄片的图像清晰度和融合实时性两点，采取运算速度快的加权平均法。加权平均融合算法是一种简单直接的像素级融合方法，它是将两幅已确定匹配区域的局部图的相应像素灰度值进行加权平均，作为最终的公共区域得到融合图像。我们假定有两幅局部图和，经过SIFT算法配准后得到公共区域，并且假设重合区域图像和

对应像素的权重分别为 $w_1$ 和 $w_2$ ，那么融合图像可表示为：

(5.17) 上式中要求 $w_1 + w_2 = 1$ ，且 $w_1, w_2$ 的值可由渐入渐出算法[98]确定。完成图像融合后，图像拼接工作基本完成，下图是本论文的图像拼接融合结果。图5.7图像融合样例显微成像系统设计本节主要介绍 $\mu$ CVD显微成像

系统的实现过程，硬件上主要以

电子目镜为原型，结合基于opencv、QT

开发的上位机软件，实现了对

石墨烯生长平台的显微拍照、动态分析、图像采集和拼接等功能。该主机软件集成了图像处理、拼接融合算法，具有很好的使用价值。显微成像总体设计 $\mu$ CVD显微成像

系统主要由硬件和软件两部分组成：硬件包括

电子目镜、三维载物台、带有USB2.0传输速度480Mb/s的1400万CMOS CGU3-1400C型

摄像头；软件则主要由图像采集、图像处理、图像拼接

模块组成。整个系统框图如下所示。图5.8  $\mu$ CVD显微成像系统框图 系统硬件选择的是深圳迈视威科技公司生产的专业电子目镜，带有强大的SDK，功能丰富，接口统一，便于二次开发。其产品参



数如下表：表5.1电子目镜参数列表

参数名	值
光学尺寸	CMOS彩色 有效像素 4384H*3288V (14M)
镜头接口	CS接口，提供C口转接环
性噪比	35dB
动态范围	< 65dB
曝光时间	0.036-3000ms
采集方式	连续、软触发
灵敏度	1V/lux-sec
550nm 光谱响应范围	380-1050nm
数据接口	USB2.0 480Mb/s
支持视频软件	Halcon、OpenCV、LabView
光学放大	65

图5.9电子目镜实物图

实际使用时需要与可控闪光灯搭配使用，以调节电子目镜视场的亮度。

### 计算机上的软件采用 QT 架构以及 计算机视觉库 OpenCV

进行开发。 $\mu$ CVD显微成像系统包含的主要功能有：（1）对 $\mu$ CVD系统生长平台进行动态图像采集，实时拍照保存；（2）对生长平台控制系统进行环境配置，包括串口配置、通讯状态检查等，预留采集图像手动聚焦的控制UI界面；（3）对 $\mu$ CVD系统显微拍照的参数进行设置，包括分辨率设置、输出模式选择、设备信息输出以及曝光处理等；（4）对 $\mu$ CVD系统显微拍照的局部图片进行图像拼接、图像处理等，包括白平衡控制、帧率调节等。

### 图像采集模块 图像采集模块主要由

上位机

### 软件模块、USB2.0的 500万像素 CMOS 电子目镜 以及

三维载物台组成。选择的电子目镜带有驱动程序和说明文档，并且支持VC++的动态链接库CGDEVSDK.dll便于进行二次开发。

- 1、打开电子目镜设备DeviceStatus OpenDevice(UionOpenDeviceParam param, PHDEVICE pDevice, emOpenDeviceFlag flag);该函数功能是打开指定的目镜设备，其中param是打开设备的参数，具体根据打开设备的方式flag来指定。pDevice是电子目镜设备句柄指针，flag是打开设备的方式，当返回值STATUS\_OK=0时表示成功打开。
- 2、设置电子目镜分辨率DeviceStatus SetResolution(HDEVICE hDevice, ResolutionParam param);该函数功能是设置电子目镜当前分辨率，param表示电子目镜的分辨率模式参数，在DVP\_DeviceParamDef.h中的ResolutionParam定义。
- 3、打开视频流DeviceStatus DeviceStart(HDEVICE hDevice);该函数功能是打开视频流，开始拍摄，成功时返回STATUS\_OK=0。
- 4、获取图像数据DeviceStatus DeviceGetImageBuffer(HDEVICE hDevice, BYTE \*\*phbBuffer, DWORD wTimes, DeviceFrameInfo \*psFrInfo);该函数功能是获取一帧图像数据，参数hDevice是电子目镜的设备句柄，wTimes是抓取图像的超时时间，单位是毫秒（-1时无限等待），psFrInfo表示图像帧数据信息，同样成功时返回STATUS\_OK=0。为了提高效率，SDK在图像抓取时采用了零拷贝机制，DeviceGetImageBuffer实际获得的是内核中一个缓冲区地址。
- 5、保存图像DeviceStatus CaptureFile(HDEVICE hDevice, LPCTSTR lpszFileName, emDSFileType type);该函数功能是保存当前图像到文件，参数lpszFileName是图像文件路径，type是图像文件类型，是在DVP\_DeviceDefine.h文件中定义的枚举类型，emDSFileType=0,1,2,3分别表示图像格式JPG、PNG、BMP和RAW。图像采集软件界面如图5.10。

### 图像采集模块 软件界面 图像处理模块 图像处理 模块

主要包括电子目镜自带的参数设置SDK和基于OpenCV开发的图像处理函数。具体有设置曝光时间、伽玛值、亮度、对比度、SIFT匹配和图像融合等。

- 1、设置曝光时间 DeviceStatus SetExposureTime(HDEVICE hDevice, USHORT usExposureTime);此函数是设置电子目镜曝光时间，usExposureTime单位为ms。
- 2、设置伽玛值 DeviceStatus SetGamma(HDEVICE hDevice, FLOAT fGamma);此函数是设置拍摄伽玛值，范围由GetCapability函数得到。
- 3、SIFT匹配

int sift\_features(IplImage\* img, struct feature\*\* feat, int intvls, double sigma, double contr\_thr, int curv\_thr, int img\_dbl, int descr\_width, int descr\_hist\_bins

); SiftMatch::SiftMatch(QWidget \*parent):QDialog(parent), ui(new Ui::SiftMatch);第一个函数是用户可以用指定的参数在图像中提取SIFT特征点，参数包括输入图像、高斯差分金字塔每组层数

、初始高斯平滑参数、对比度阈值等。第二个函数是基于Qt框架设计的UI函数，功能是实现两幅局部图的SIFT匹配，分为横向和纵向排列的匹配过程，如果两幅图有公共区域，则用连线表示局部图之间的特征匹配，如果没有重合区域，则给出提示信息。4、图像融合

`IpImage* stack_imgs(IpImage* img1,IpImage* img2); IpImage*`

`stack_imgs_horizontal(IpImage* img1,IpImage* img2);`这两个函数实现局部图像img1和img2的拼接融合，返回图像信息，区别在于第一个函数实现的是垂直拼接，第二个实现的水平拼接。本章小结本章首先从 $\mu$ CVD显微成像系统的两个关键技术自动聚焦、图像拼接说起，并提出自己的聚焦优化算子与传统算子分析比较，接着简介显微系统硬件选型和总体框架，最后分别阐述了上位机系统图像采集和图像处理模块的软件设计过程。整个显微成像系统功能齐全，为石墨烯生长平台全貌的还原提供了有力的保证。显微成像软件使用说明将在第六章叙述。 $\mu$ CVD系统使用及说明本章首先介绍 $\mu$ CVD系统的整体架构和装配过程，装配可分为横向的气路装配和纵向的腔体装配，接着就 $\mu$ CVD显微成像软件的UI界面和使用流程展开详细

说明，包括系统设置、系统操作 以及 实例测试

环节，以方便工程人员最快速度熟练使用。 $\mu$ CVD系统整体架构 $\mu$ CVD系统的整体架构可以分为电学温控、显微成像、机械装配部分。系统框图如下所示。电学温控是个闭环模块，用红外热探头采集能量，传输到STM单片机实时显示，采用模糊PID控制策略实现稳定的温度分段分时处理。显微成像用于观察 $\mu$ CVD生长石墨烯的质量，用CMOS摄像头经USB接口采集图像到计算机上位机，一系列图像处理后将石墨烯局部图合成宽视野、高分辨率的全景图。机械装配部分用于确定 $\mu$ CVD石墨烯生长实验中的气路装配和腔体装配选材和结构。电学温控和显微成像

分别在第四章和第五章 进行了 介绍，

本章将对 $\mu$ CVD系统装配进行详细阐述。图6.1  $\mu$ CVD系统框图  $\mu$ CVD系统装配 $\mu$ CVD系统实验是靠高纯气体管道输送，在伴随着热反应的密闭腔中进行的，实验气体有易燃易爆气体 $H_2$ ，因而系统安装组配的安全性就显得尤为重要。装配中的安全隐患、结构缺陷极易对科研成果和

生产安全带来极大的负面影响，

可能导致石墨烯质量的严重下降，甚至发生气体泄漏造成安全事故。所以，必须从气路装配、腔体装配的设备选型、结构优化上入手，确保实验过程安全高效，减少时间成本和精力损失。气路装配高纯气体是指纯度大于99.999%的气体[99]，其对纯度、干燥度、洁净度

等方面有着极高的要求，

该类型气体在微纳材料实验中应用广泛

。所有高纯度、高洁净的气体均需通过输送到设备用点，为了达到工艺对气体的质量要求，在气体出口指标一定的情况下，需更加 重视配管系统的材料 选型 和

结构优化上。1、 $\mu$ CVD系统实验输气方案（1）输送气体：氢气（ $H_2$ ）、甲烷（ $CH_4$ ）、氩气（Ar）（2）输送环境：常温（ $25^\circ C$ ）、常压（101KPa）（3）输送方式：采用气瓶供气、高精度流量计控流、气压表测压差以及真空泵排气。首先将大量气瓶置于安全房内集中存储，通过管路和气瓶减压阀将所需气体输送到实验台腔体入口口。一般气瓶内气压在1.0~30MPa[100]，经气瓶减压阀减压后可将为1~2MPa，再经流量计控制到所需的气压，真空泵用于清洁腔内原始环境，构建反应气体以及排除废气。其输送方式如下示意图。图6.2  $\mu$ CVD系统气路输送方式（4）注意事项：石墨烯制备实验前必须对周围环境进行除尘和吸湿。在高纯气体使用和运输中，为了使高纯气体不受污染，要有严格的控制措施，设置专门的贮气室。 $H_2$ 、 $CH_4$ 分开放置，保持通风。选用合适的压力调节阀和输气管道，压阀和管道要求严密不漏气，调节阀和气体接触部分具有耐腐蚀性，阀

内最好装有滤网以滤除微粒。尽量控制管线长度，减少连接件的使用。腔体气体输出口必须安装回火器，防止可燃气体回流引起爆炸。实验废气应妥善处理，安装必要的检测报警装置。2、主要气路配件选型（1）质量流量计 $\mu$ CVD系统石墨烯生长实验需要对反应气体氢气、甲烷的配比要求精确控制，否则影响材料的合成质量，本系统实验选用的质量流量计采用多通道质子混气供气系统，可将多种气体按一定比例均匀混合后通入反应腔内。各种气体的流量是通过精密的控制面板调节的。其产品参数如下表。图6.3气体质量流量计表6.1质量流量计选型参数列表

参数名	值	产品型号
KT-M3Z	产品类型 高精度、快响应	流量量程 100sccm, 200sccm, 300sccm等
	产品精度 F.S. 线性	F.S. 响应时间 工作温度 5-45°C
	密封材料 氟橡胶Viton	

### ，聚四氟乙烯Teflon 输入输出信号（0~5）VDC

抗电磁干扰 CE

### 电气连接 D sub 15 pins Male 耐压

3MPa（2）真空泵本系统选用的抽气装置是实验室专用真空泵，该款

真空泵采用内置风扇和大面积散热的风冷设计，大幅度降低泵的表面温升，并且使用耐高温密封圈和进口耐高温泵油，非常适合真空腔的高温使用环境。泵体采用

一体化设计，零部件少，重复性好

，内置有齿轮泵和恒压供油机构强制供油，即便在高吸气压强下也能稳定可靠地运行。

实物图如下。图6.4真空泵（3）阀门和转接头阀门的选择需考虑管路结构、压差范围、耐腐蚀性、流量控制比和气体种类等因素。一般可根据输气管道的选用配套使用。转接头的确定是根据腔体进气、出气口结构和螺纹类型选用的304不锈钢快拧接头。该接头是将PU管塞入接头内，用螺母锁紧PU管而达到密封效果。腔体装配 $\mu$ CVD系统腔体装配图如下所示。图6.5  $\mu$ CVD系统腔体装配图 $\mu$ CVD系统显微成像实验台装配图如下。图6.6显微成像实验台装配图 $\mu$ CVD显微成像系统使用说明本节介绍 $\mu$ CVD显微成像系统的使用方法，其中系统设置主要包括分辨率设置、输出模式设置、图像处理设置和曝光设置，而系统操作则详细介绍了软件从驱动安装、初始化、首页UI界面到图像采集步骤

以及图像拼接的过程，最后给出实例测试，

以验证软件效果。系统设置系统设置是图像采集前的预定工作，是对电子目镜采集图像的各种性能指标进行设定，包括分辨率设置、输出模式设置、图像处理设置和曝光设置。系统设置软件界面见图6.7。图6.7

### 显微成像 软件 系统 设置 分辨率 设置 分为 预设 分辨率和

图像窗口化，预设分辨率提供4384\*3288、3644\*2748、2048\*1536skip、1920\*1080skip、1280\*720skip等几种分辨率，而图像窗口化可以自定义采集窗口的大小，设置ROI（Region of Interest）区域。输出模式设置有三类采集模式：连续采集、软件触发和硬件触发。选择软件触发模式时，可以相应设置一次触发帧数，0表示无限触发。图像处理设置可以对拍摄视场的颜色控制、旋转角度以及帧率进行调节。其中“颜色控制”可以通过滑动条设定图像的R、G、B增益以及伽玛值、对比度和饱和度。曝光设置有三个选项框：曝光、输出选项、拍照选项。其中第一栏既可以选择自动曝光，也可以选择手动曝光，调节目标值、增益记忆曝光时长。第二栏输出选项有“保持纵横比”和“铺满窗口”。第三栏可以设置电子目镜拍照时的输出图像格式，有JPG、PNG、BMP、RAW可选，同时可以更改图像的保存路径。系统操作1、软件初始化本软件基于CGimagetech工业电子目镜进行开发，软件操作前需要进行必要的初始化工作。（1）插入电子目镜CGimagetech CGU3-1400，打开镜头盖，开启闪光灯，并检查线路通断；（2）系统识别电子



目镜，并开始安装驱动程序；（3）安装完成，打开计算机-管理-设备管理器，查看是否安装成功，如果看到即表示初始化成功。2、用户界面 $\mu$ CVD显微成像软件的用户界面如下所示。主界面分三个工作区：菜单栏、聚焦控制区和图像预览区。其中菜单栏包括文件、设备、视频和图像处理子菜单；聚焦控制区有对电机控制的相关参数的设置，包括串口、电机状态设定、电机XYZ轴平移控制等，这部分工作本论文没有涉及，第七章总结与展望会有说明；图像预览区可以对拍摄照片批量打开观察。图6.8显微成像软件主界面3、图像采集实验台搭建完毕、准备工作就绪后，就可以采集图像了。打开软件点击主界面视频-视频采集后，进入二级窗口。图像采集界面可以看到软件识别到的电子目镜型号、以及“播放”、“停止”、“参数设置”和“拍照”四个按钮。将腔体置于三维载物台上，调整电子目镜到腔体观察窗的距离，对实验过程的石墨烯生长进行实时动态采集并保存。4、图像拼接石墨烯生长实验完成后，需要对石墨烯局部图进行拼接融合工作。回到用户主界面，点击图像处理-图像拼接，进入图像拼接子窗口。如图6.9所示。按照提示信息，从图像文件夹中选择待拼接的两幅局部图，软件可以对局部图横向和纵向拼接，点击“特征点检测”-“特征匹配”-“全景拼接”后可以看到拼接后的全局图像。图6.9显微成像软件图像拼接5、图像保存并查看进入软件根目录下的Pic文件夹，点击，文件夹中保存着显微成像系统拍摄的图片，见图6.10。返回主界面打开之前保存的文件，可以在图像预览区批量查看图片。图6.10图像保存实例测试本小节主要对 $\mu$ CVD显微成像软件的图像拼接模块进行实例测试。实验材料来自铜衬底标准石墨烯样本。如图6.11所示。样本尺寸为17mm\*19mm。图6.11石墨烯样品 显微成像软件分别采集两张石墨烯局部图Image1和Image2，见下图。图6.12实例测试石墨烯局部图：Image1和Image2经过显微成像软件图像拼接后结果如下。图6.13实例测试石墨烯全景图（比例65:1

### ）本章小结本章首先介绍了 CVD 系统的

整体架构，然后对基于 $\mu$ CVD系统石墨烯生长实验过程中的气路装配和腔体装配进行了详细阐述，其中包括各种配件选型及注意事项、结构优化等。接着介绍了 $\mu$ CVD显微成像软件的操作步骤，最后对该软件的重要模块——图像拼接进行了实例验证。图6.14  $\mu$ CVD实验平台装配图图6.15  $\mu$ CVD实验平台实物图总结与展望系统设计总结GFET是以传统场效应管工艺为基础，石墨烯作为导电沟道的新一代半导体器件，以其超高的电子迁移率和极小的器件尺寸而被寄予厚望。而

### 高质量大面积的石墨烯 制备方案 是

制作GFET的前提和基础，石墨烯材料的低成本高效率生长对促进纳米器件的应用和发展起到重要作用。本文结合传统石墨烯的制备原理和MEMS技术，将CVD设备微型化，开发了一套用于制备石墨烯的 $\mu$ CVD系统，具体完成了以下工作：（1）从温度稳定时间、气体交换速率和流动状态三个角度理论分析了 $\mu$ CVD系统制备石墨烯具备的优势。并使用SolidWorks建模软件对 $\mu$ CVD微芯片的物理结构进行三维设计，导入ANSYS Workbench后对该3D模型进行结构、热、电多物理场耦合仿真，同时根据仿真结果的温度场分布调整芯片结构以达到最优效果。该仿真过程综合考虑了芯片材料各物理参数对温度的敏感性，以及传热学中的尺寸效应。最终，本文设计了两版 $\mu$ CVD微芯片结构，第一版是基础加热平台，第二版采用提高稳定性的六悬臂设计，仿真得出采用5000\*5000\*526尺寸的平台温度可以达到1000℃以上，且分布均匀。同时结果证实两版结构皆可以满足温度要求，但改进版加热平台的温度分布更为均匀，温差控制在2℃范围内，六悬臂结构也更有助于散热，很好地缓冲了热胀冷缩效应，提高了微芯片的稳定性。（2）比较了几种温度检测和控制算法后，采用非接触式红外探头和模糊PID控制策略设计了一套适用于 $\mu$ CVD生长石墨烯的温度测控系统。同时进一步研究了红外辐射的测温原理和误差分析，针对性地作了基于LT-05A红外探头的温度校准实验，使高温精度达到预定要求。本文详细介绍了

### 温度测控系统的软硬件设计

过程，从温控平台的硬件选型（红外探头、单片机等）到电路模块的原理图设计及平台搭建，从软件IDE的流程熟悉到检测控制程序的代码整合，都给予了完整的叙述。 $\mu$ CVD温度测控的开发为后续生长石墨烯实验提供的必要的条件，直接影响生长效率和质量，实验结果显示该温度测控系统可以稳定低震荡地产生高温。（3） $\mu$ CVD石墨烯生长实验的过程监控可以对制备条件提供显性的图像反馈，提高了石墨烯的制备成品率。本文详细介绍了 $\mu$ CVD显微成像系统的关键技术：自动聚焦和图像拼接。自动聚焦可以实现快速实时获取石墨烯图片，图像拼接可以弥补电子目镜短景深带来的

局部缺陷，合成全景宽视野图片。接着提出了基于Roberts改进的自动聚焦算子，通过MATLAB仿真得到几组实验图片的聚焦曲线，并与传统聚焦函数比较，证实本文提出的改进Roberts算子缩小了陡峭区宽度，提高了抗干扰能力。最后以1400万CMOS CGU3-1400C摄像头为原型，设计了一套 $\mu$ CVD显微成像软件，主要功能包括图像采集、图像处理和图像拼接。（4） $\mu$ CVD系统各关键模块设计完成后，开始搭建实验平台。首先叙述整个 $\mu$ CVD系统的架构，分别从横向的气路装配和纵向的腔体装配两个角度展开讨论。接着对用于生长石墨烯的气源选择、输气环境及方式、实验注意事项进行了详细说明，选型质量流量计、真空泵等关键设备后对腔体的机械结构进行设计，最后对 $\mu$ CVD显微成像软件的操作流程进行详细说明，方便工程人员的使用，并就石墨烯局部图像进行实例测试，很好地完成了拼接融合工作。发展趋势与展望用于石墨烯生长的 $\mu$ CVD制备系统的研发是个富有挑战性的课题，需要储备材料、机械电子、计算机、化学等交叉学科知识，并且投入大量的文献研究和实践检验。本文虽然对 $\mu$ CVD系统的芯片设计、温度测控、显微成像关键技术进行了相关调研和设计，但是由于作者水平有限及客观条件限制，距离成熟的 $\mu$ CVD设备成型及实际使用还有相当一段距离。随着论文工作的进一步展开，作者认为今后可以从以下几条展开后续的工作：

（1）本文设计的 $\mu$ CVD微芯片停留在ANSYS软件仿真上，作为 $\mu$ CVD系统的核心构件，最好及时运用相应的成熟工艺将其制作出来，以更快投入到 $\mu$ CVD生长石墨烯实验中来。（2）本文设计的 $\mu$ CVD温度检测系统以红外探头为基础，进行温度校准标定时采用的温显面板是产品自带的，测温精度有待斟酌，后续需要用更加精密的高温测温仪来进行校准，以提高本系统的测温精度。（3）由于开发时间因素影响，本文设计的温度控制电路只是基于实验室面包板及插针型元器件搭建的粗糙平台，后续需要将其制作成PCB板，以实现温度测控的集成化开发。（4）本文设计的 $\mu$ CVD显微成像系统选用的电子目镜虽然分辨率很高，可是镜头的光学放大倍数尚且不够，后面需要采购若干放大倍数的物镜镜头配合电子目镜接口，以提供更高倍数的市场观察。（5）本文提出的自动聚焦算子仅提供了MATLAB仿真，并没有将其实用化。本文设计的 $\mu$ CVD显微成像软件有预留聚焦控制界面，后面需要选用相应的电机及驱动电路装载到三维载物台上，并将本文提出的自动聚焦算子程序化，以完成系统的自动聚焦功能。（6）由于实验条件限制，本文仅对 $\mu$ CVD系统完成了腔体和气路设计，并没有完整地搭建实验环境，缺少气瓶、输气管路和必要的连接件。由于作者水平有限，需要在实验平台搭建过程中不断改进装配方案，以使整个系统考虑更加周全，安全系数更加高。以上几条方案需要 $\mu$ CVD开发人员在后续工作中不断改进，为 $\mu$ CVD系统的最后成型尽出自己的一份努力。

II XI ?? 像平面 镜头系统 光轴 聚焦平面  $u v P P' f P''$  物平面  $P$  物点  $P'$  聚焦点  $P''$  弥散斑  $u$  物距  $f$  焦距  $v$  像距  $d$  光圈半径  $d$  ? X轴? 文本? 拖动侧边手柄可以更改文本块的宽度。? Y轴? Z轴?