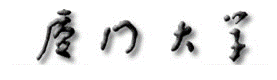
**学校编码：10384 分类号 密级**

**学 号：23120141153109 UDC**



硕 士 学 位 论 文

**G-FET器件制备系统开发及其关键技术研究**

**Development and key technology research of G-FET device preparation system**

陈金龙

指导教师姓名：郭东辉 教授

专 业 名 称：电子与通信工程

论文提交日期：20 年 月

论文答辩时间：20 年 月

学位授予日期：20 年 月

答辩委员会主席：

评 阅 人：

201 年 月

**厦门大学学位论文原创性声明**

本人呈交的学位论文是本人在导师指导下,独立完成的研究成果。本人在论文写作中参考其他个人或集体已经发表的研究成果，均在文中以适当方式明确标明，并符合法律规范和《厦门大学研究生学术活动规范（试行）》。

另外，该学位论文为（ ）课题（组）的研究成果，获得（ ）课题（组）经费或实验室的资助，在（ ）实验室完成。（请在以上括号内填写课题或课题组负责人或实验室名称，未有此项声明内容的，可以不作特别声明。）

声明人（签名）：

年 月

**厦门大学学位论文著作权使用声明**

本人同意厦门大学根据《中华人民共和国学位条例暂行实施办法》等规定保留和使用此学位论文，并向主管部门或其指定机构送交学位论文（包括纸质版和电子版），允许学位论文进入厦门大学图书馆及其数据库被查阅、借阅。本人同意厦门大学将学位论文加入全国博士、硕士学位论文共建单位数据库进行检索，将学位论文的标题和摘要汇编出版，采用影印、缩印或者其它方式合理复制学位论文。

本学位论文属于：

（ ）1.经厦门大学保密委员会审查核定的保密学位论文，于　　 年　 月 　日解密，解密后适用上述授权。

（ ）2.不保密，适用上述授权。

（请在以上相应括号内打“√”或填上相应内容。保密学位论文应是已经厦门大学保密委员会审定过的学位论文，未经厦门大学保密委员会审定的学位论文均为公开学位论文。此声明栏不填写的，默认为公开学位论文，均适用上述授权。）

声明人（签名）：

年 月 日

**摘 要**

**关键词：**

**Abstract**

**Keywords:**

目 录

**[摘 要](#_Toc13230)** [4](#_Toc13230)

**[Abstract](#_Toc20986)** [5](#_Toc20986)

[目 录 6](#_Toc13737)

[第一章 绪论 9](#_Toc27285)

[1.1 引言 9](#_Toc6365)

[1.2 相关技术发展现状 10](#_Toc8205)

[1.3 关键技术及其研究进展 12](#_Toc10447)

[1.3.1 μCVD结构设计技术 12](#_Toc30278)

[1.3.2 μCVD系统测控技术 13](#_Toc20121)

[1.3.3 μCVD显微成像技术 15](#_Toc23465)

[1.4 论文工作及章节安排 15](#_Toc10707)

[1.4.1 论文主要研究内容 15](#_Toc30966)

[1.4.2 章节安排 15](#_Toc20892)

[第二章 GFET的结构特征与制备工艺 17](#_Toc23721)

[2.1 场效应管的基本结构与特征 17](#_Toc1778)

[2.1.1 场效应管的基本结构 17](#_Toc18040)

[2.1.2 场效应管的工作原理与特性 18](#_Toc10937)

[2.2 GFET的基本结构与特性 20](#_Toc15274)

[2.2.1 石墨烯场效应管的基本结构 20](#_Toc7466)

[2.2.2 石墨烯场效应管的工作原理与特性 21](#_Toc4963)

[2.3 μCVD生长GFET工艺简介 21](#_Toc6523)

[2.3.1 石墨烯特性与工艺目标 22](#_Toc25114)

[2.3.2 μCVD法石墨烯转移技术 23](#_Toc30716)

[2.3.3 μCVD法GFET生长原理和流程 24](#_Toc9670)

[2.4 本章小结 26](#_Toc21001)

[第三章 用于生长石墨烯的μCVD微芯片设计 27](#_Toc24721)

[3.1 μCVD系统的理论模型分析 27](#_Toc7793)

[3.1.1 温度稳定时间模型 27](#_Toc32278)

[3.1.2 气体交换速率模型 31](#_Toc21068)

[3.1.3 气体流动状态模型 32](#_Toc32613)

[3.2 μCVD微芯片建模与仿真 33](#_Toc12635)

[3.2.1 ANSYS有限元分析软件简介 33](#_Toc3179)

[3.2.2 μCVD微芯片结构优化 34](#_Toc4692)

[3.2.3 μCVD微芯片耦合仿真 37](#_Toc15737)

[3.3 仿真结果与讨论 38](#_Toc16093)

[3.4 本章小结 38](#_Toc17900)

[第四章 μCVD温度测控系统 41](#_Toc5112)

[4.1 温度检测技术 41](#_Toc12629)

[4.1.1 温度检测技术简介 41](#_Toc28461)

[4.1.2 基于红外辐射的测温原理 42](#_Toc11912)

[4.1.3 温度检测系统误差分析 43](#_Toc5565)

[4.2 温度控制技术 45](#_Toc124)

[4.2.1 温度控制技术简介 46](#_Toc28313)

[4.2.2 基于模糊PID的控温原理 48](#_Toc10984)

[4.2.3 温度控制系统MATLAB仿真 49](#_Toc27898)

[4.3 温度测控系统硬件设计 49](#_Toc24825)

[4.3.1 硬件开发平台介绍 49](#_Toc14536)

[4.3.2 硬件原理图设计及平台搭建 52](#_Toc11937)

[4.4 温度测控系统软件设计 54](#_Toc19257)

[4.4.1 软件开发平台介绍 54](#_Toc22844)

[4.4.2 温度检测程序设计 55](#_Toc10563)

[4.4.3 温度控制程序设计 55](#_Toc6829)

[4.5 本章小结 55](#_Toc29407)

[第五章 μCVD显微成像系统 56](#_Toc12836)

[5.1 自动聚焦技术 56](#_Toc30003)

[5.1.1 传统自动聚焦基本原理 56](#_Toc24604)

[5.1.2 自动聚焦优化算法 56](#_Toc7952)

[5.1.3 优化算子比较及分析 56](#_Toc20317)

[5.2 图像拼接技术 56](#_Toc29293)

[5.2.1 图像拼接原理 56](#_Toc15111)

[5.2.2 图像预处理 56](#_Toc8909)

[5.2.3 图像匹配 56](#_Toc25068)

[5.2.4 图像融合 56](#_Toc20395)

[5.3 显微成像系统设计 56](#_Toc6598)

[5.3.1 显微成像总体设计 56](#_Toc863)

[5.3.2 图像采集模块 56](#_Toc10504)

[5.3.3 图像拼接模块 56](#_Toc8732)

[5.4 本章小结 57](#_Toc1122)

[第六章 μCVD系统使用及说明 58](#_Toc4601)

[6.1 \*\*\*\* 58](#_Toc13612)

[6.2 \*\*\*\* 58](#_Toc27680)

[6.2.1 \*\*\*\* 58](#_Toc6221)

[6.2.2 \*\*\*\* 58](#_Toc18585)

[6.3 \*\*\*\* 58](#_Toc24938)

[6.3.1 \*\*\*\* 58](#_Toc332)

[6.3.2 \*\*\*\* 58](#_Toc27729)

[6.3.3 \*\*\*\* 58](#_Toc28207)

[6.3.4 \*\*\*\* 58](#_Toc30466)

[6.4 本章小结 58](#_Toc27573)

[第七章 总结与展望 58](#_Toc28871)

[7.1 \*\*\*\* 58](#_Toc17921)

[7.2 \*\*\*\* 58](#_Toc12083)

[参考文献 59](#_Toc13931)

[致谢 62](#_Toc8201)

# 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，日益丰富了人们不断增长的物质精神文明需求。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，芯片特征尺寸的不断缩小也已经直逼物理极限，也就是说集成电路开始进入后摩尔时代，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，在平面内具有无限重复的周期结构，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二不能独立存在，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，同时也掀起了一股石墨烯制备方法的研究热潮。

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(Chemical 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、反应时间长的问题，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法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外延生长法直接高温加热SiC单晶，石墨烯从其表面析出，其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，化学气相沉积法制备气源丰富低价，温度要求低，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法在材料合成上的高成本、高复杂度、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22um厚的重掺杂悬臂上生长出5um长的碳纳米管，生长温度和速度分别为850-1100℃、0.25um/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，μCVD(Micro-CVD，Micro Chemical Vapor Deposition，微型化学气相沉积)被Berkeley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5um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℃的情况下生长出100um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μCVD系统。文献[21]提出在通电温度达到1000℃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μCVD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μCVD芯片顶部50um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μCVD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μCVD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，由微加热器短时高效产生高温，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。

综上可知，自从2009年首次提出μCVD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，μCVD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μCVD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μCVD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，μCVD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。

### μCVD结构设计技术

μCVD系统的工作原理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μCVD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；为了满足气体高效明确地流动，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[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]等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小型化、低功耗和高灵敏。

Berkeley科研人员提出的μCVD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，虽然热容量的骤缩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μCVD芯片结构被提出，如图1.1(a)所示。μCVD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工艺刻蚀六个悬梁臂使之处于悬空状态，一方面加大中间热平板与空气的热交换，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。

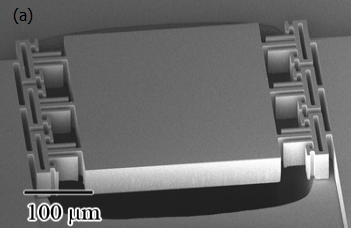
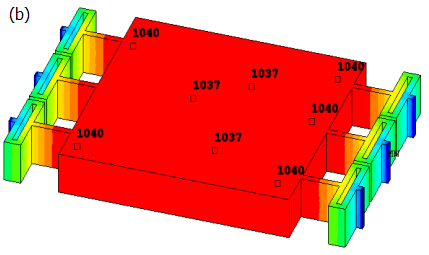
 

图1.1(a) 用于生长石墨烯的μCVD芯片(SEM照片)；(b) μCVD芯片模型温度分布的ANSYS仿真

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。

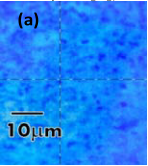
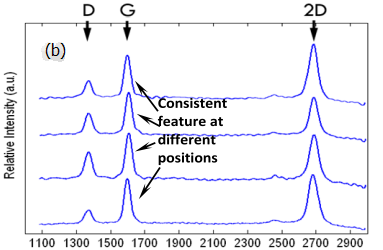
 

图1.2(a) 文献[21]生长的石墨烯的光学显微照片；(b) 石墨烯的拉曼光谱图

### μCVD系统测控技术

由上文论述可知，温度是影响μCVD系统制备石墨烯质量的重要因素，对加热冷却过程中的温度-时间控制也变得至关重要。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℃，可是μCVD系统加热平台只有微米级别，传统CVD的测温方法无法完全迁移到μCVD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。文献[37]对铂电阻温度测量精确度的影响因素进行讨论，从而对铂电阻温度测量新方法进行了简要分析。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，是利用超声波测温技术，以被测物体为传播介质，在传播距离确定的条件下，通过测量超声波在介质中的传播时间测量介质的温度。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，在国外，辐射温度计的使用比率高达67%，用户普及率高。所以结合μCVD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μCVD设备温度的高精确度控制，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，但是在国家科教兴国的大战略下近些年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℃，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。

### μCVD显微成像技术

## 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μCVD系统微型化带来的温度问题，对μCVD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μCVD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μCVD系统生长石墨烯工艺中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μCVD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。应用Solidworks对微芯片三维建模，并导入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μCVD系统温度监测精度低、使用复杂的问题，对μCVD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. μCVD系统生长石墨烯的过程中，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μCVD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μCVD系统生长的石墨烯转移技术及GFET研制工艺进行流程说明。

1. 结合理论分析，用Solidworks和ANSYS软件对μCVD微芯片进行结构设计并进行结构-电-热耦合仿真。
2. 运用单片机技术，对μCVD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μCVD微芯片温度测控模块进行软硬件设计。
3. 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。
4. 阐述了整个μCVD系统的框架，对系统中的电路测温模块、气路交换模块等进行说明，并详细介绍了整个系统的安装过程与使用中的注意事项。

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μCVD法生长石墨烯的比较，得出μCVD法生长石墨烯的工艺优势，最后探讨μCVD法制石墨烯的工艺流程。

## 场效应管的基本结构与特征

信息时代是伴随着元器件的更迭到来的，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，也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，在衬底两侧扩散两个高掺杂的N+区，分别叫做源区和漏区，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(SiO2)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Vds,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VG,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。

### 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VG大于一定值时，晶体管导通，这个电压值称作导通电压，通常情况下，源极都与衬底极相连，即VS=0。在栅源电压VGS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VDS，用来产生正向工作电流ID。

首先，VGS=VDS=0，即不给栅源极和栅漏极施加电压，两个掺杂N+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VGS，由于栅极以下的SiO2层和衬底之间在VGS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+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+区打通，形成空间电荷区，阻断了源区和漏区；当VGS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+区相通，通常将刚开始形成沟道所需的VGS值称作开启电压VGS(th)；这时，在外加正电压VDS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，VGS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，当VDS很小时，它对沟道的变化影响甚微，随着VDS的增大，加在平板电容器的电压大小在发生变化，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，故又称作单极性管；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2.1显示了N沟道EMOS的输出特性曲线，可见图示可划分非饱和区、饱和区、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。

当电压满足不等式：、限定时，场效应管工作在非饱和区，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。

饱和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，类似于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，大到足以在漏区和衬底间形成的PN结上发生雪崩击穿，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——10000~15000cm2/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，这样的话会面临一个问题：器件受到短沟道效应，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10~15nm，而石墨烯本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很大希望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，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。如图，GFET的结构简单，主要组成要素是Si/SiO2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有性能。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/SiO2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/SiO2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，需要在源漏极沉积欧姆电阻很小的金属电极来提高器件的响应速率。

### 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，众所周知，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sp2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。

图中显示的是典型的GFET沟道电阻R-栅极电压Vg曲线，分析看出，当施加在栅极上一定的电压Vg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Vg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Vg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Vg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Vg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型特性。

## μCVD生长GFET工艺简介

μCVD系统生长石墨烯有升降温速率快、石墨烯质量完整等优势，利用生长出来的缺陷极低的石墨烯制作GFET更得到科研工作者们的青睐，相较于传统CVD系统生长石墨烯再加工GFET，μCVD法则具有其自有的制作工艺以及技术要求，这对基于μCVD法生长GFET提出了一定的技术创新能力的要求。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，以及实验室和工业上形成标准的生长石墨烯的工艺目标，从而探索对μCVD系统生长高质量石墨烯的技术追求和递进方案；其次介绍μCVD法制作GFET中的关键环节——石墨烯转移技术，高效率无损坏的石墨烯转移方案是GFET生长工艺的前提；最后对μCVD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，且厚度只有纳米级别的材料。虽然二维材料具有相当多独到的优良特性，但在科学界很长时间内都有普遍认同，并有响应的Peierls理论支撑，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年两位科学家发现的石墨烯的横空出世，打破了科学界的一致结论，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。

石墨烯是具有蜂窝状结构的理想二维碳纳米材料，通过石墨烯的卷曲、层叠可以得到富勒烯、碳纳米管和石墨，如图所示。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sp2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，这是石墨烯具有优越导电性的源泉。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，同时完成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。

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

石墨烯作为特殊的零带隙半导体，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。

1. 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大提高原物质的机械强度。

1. 光学特性

纯净的石墨烯还具有优异的光学特性，可吸收2.3%的可见光，近似乎透明物质，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。

1. 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。

### μCVD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μCVD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，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-SiO2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，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。

“roll-to-roll”法第一次使用是将厘米数级的石墨烯从Ni基底“甩”到聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）上，其操作流程如图。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。

电化学转移法是利用化学溶剂电解的原理来实现的，同样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。

### μCVD法GFET生长原理和流程

利用μCVD法制备石墨烯的原理图如下。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，如图。基本原理是碳源气体和载气H2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，表面淀积了一层几百纳米厚的铜层作为催化剂。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。

μCVD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的红色（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。冷却速率是决定石墨烯生长质量的关键因素。

μCVD法制备好石墨烯后按下列流程完成石墨烯的转移。

1.配制相应浓度的聚甲基丙烯酸甲酯（PMMA）胶，在uCVD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/uCVD衬底烘干，固化PMMA。

3.配制过硫酸铵溶液，并将PMMA/石墨烯/uCVD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-SiO2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-SiO2浸泡在丙酮，融掉PMMA。

在完成Si-SiO2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膜版刻在石墨烯/Si-SiO2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。

## 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uCVD方法制备石墨烯的工艺流程和对转移后的石墨烯/Si-SiO2衬底制备GFET过程的简介。

# 用于生长石墨烯的μCVD微芯片设计

相较于传统CVD制备系统，μCVD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依据作用。本章先从μCVD出发，对比传统CVD系统，从理论上分析μCVD在加热时间、气体交换、层流稳温上具备的优势，然后对用来生长石墨烯的μCVD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。

## μCVD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μCVD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μCVD芯片的温度分布就得知道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。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。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。μCVD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。

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。

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，都将通过电磁波的形式进行传输，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，下表给出常见的发射率数据。

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）

μCVD芯片由催化剂Cu，氧化层SiO2，以及衬底Si三层平壁组成的复合壁，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μCVD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，μCVD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所示，并将其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：



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



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

、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





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

由此可得到加热后的温度公式如下：



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



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μCVD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]。

μCVD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μCVD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μCVD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



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μCVD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μCVD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μCVD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



其中瑞利数是基于几何形状的特征长度L定义的



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，从而分析芯片表面的温度分布情况。 综上分析，不管是μCVD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。



## μCVD微芯片建模与仿真

基于上节对μCVD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软件绘制芯片的三维结构，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μCVD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。有限元法的基础是变分原理和加权余量法，基本思想是把计算域划分为有限个互不重叠的网格，又称单元，在每个单元内，选择一些合适的节点作为求解函数的插值点，将微分方程中的变量改写成变量或其导数的节点值，与所选用的差值函数组成线性表达式，再借助于变分原理和加权余量法将微分方程离散求解。

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。

### μCVD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μCVD微芯片结构基础上，开始对其改进及优化。

如图所示，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=5mm，宽W=5mm，长宽比太小导致石墨烯尺寸不够，太大的话表面温度过于分散；Si、SiO2,、Cu的厚度分别为：H1=500um，H2=1um，H3=25um。在温度监测和控制算法稳定的策略下，通电电流I=1.1A；

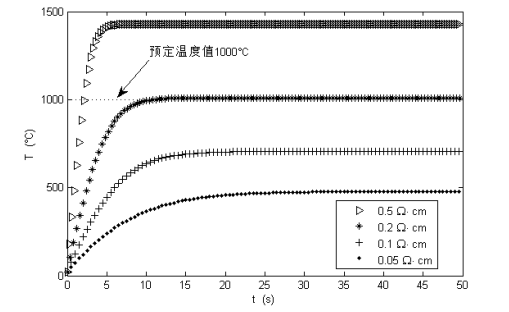
第一版uCVD芯片

图是用于生长石墨烯的第一版μCVD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℃），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

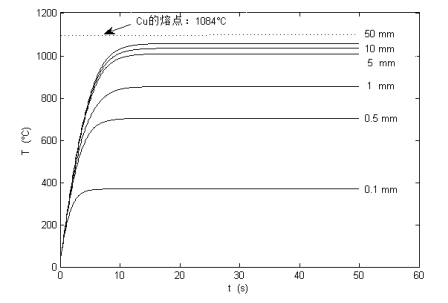


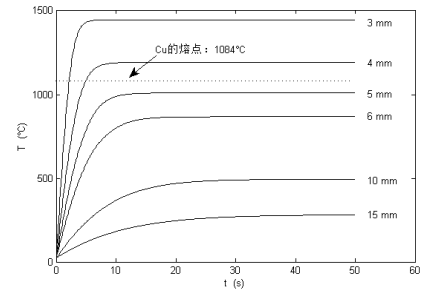
将传热的三种方式及相关参数（传导率、辐射率、换热系数、环境温度等）录入MATLAB，通电电流1.1A，得到不同硅电阻率下加热平台达到的温度上限及时间，如下图。



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℃）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，温度无法达到预期值而无法实验。因此，考虑环境因素以及芯片的结构参数，选择合理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结构的加热芯片的各层厚度在选择好晶圆后往往是固定的，因此芯片的结构选型就变成了长、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。





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。

### μCVD微芯片耦合仿真

上节确定了生长石墨烯的μCVD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μCVD微芯片的实际稳定性。

改进后的第二版μCVD微芯片形状和几何尺寸如图和表所示。采用Si和SiO2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。

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，温度相关的物理性质有热传导率、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μCVD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。

## 仿真结果与讨论

图显示了仿真模型加热区的温度场分布，可以看出，两模型的最高温度都达到了石墨烯的生长要求1000℃，且没有超过铜的熔点1087℃。这意味着两模型都可以用于μCVD系统生长可靠的石墨烯实验。跟伯克利比较

## 本章小结

本章首先就μCVD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μCVD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。

# μCVD温度测控系统

温度因素一直是μCVD系统合成纳米材料的研究重心，上一章节仿真了虚拟环境下提供电流后芯片的温度分布，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。μCVD系统具有温度高、体积小、精确度要求高等特性，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μCVD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μCVD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温度测量原理，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。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。

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μCVD系统体积小，温度需求在1000℃，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理论上没有测温上限，可以测量高温，一般不会对被测对象造成破坏，所以本文在红外测温仪的基础上进行符合μCVD生长条件的技术性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，若物体的自身温度高于绝对零度（-273.15℃），即表明该物体存在一定程度的热分子运动，故会以电磁波的方式向周边辐射，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（0.75~300）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温度有着十分密切的关系。

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



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

从图中可以看出，随着物体表面温度的升高，在辐射能量这块也会变得越来越强，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，其辐射能量的峰值在不同波长也呈现不同的变化，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潘-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。后面证明这一定律不仅适用于理想黑体，对于任何实际物体来说也是成立的。斯忒潘-彼尔兹曼定律的数学表达式是，是斯忒潘-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



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



实际灰体温度为



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，，,很容易看出波长与温度成反比。

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点，但是其测量误差也受很多因素影响，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，下节将会就温测系统的误差展开讨论。

### 温度检测系统误差分析

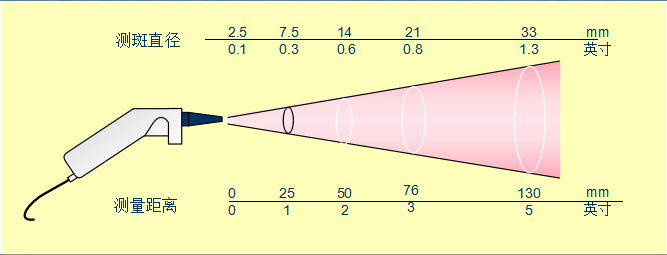
对于温度检测系统来说，系统误差不可避免，关键在于怎么分析误差的影响因素以及减少误差的手段。

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。基尔霍夫定理讲到，物体的单色发射率、单色吸收率二者是相等的，也就是说。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，所以就只有考虑吸收率和反射率了，也就是满足。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。该方法是利用其它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，从而减少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：



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，大气分子的吸收是造成红外辐射能量衰减的原因之一，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μCVD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，再寻找适应于μCVD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、微分进行线性组合，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。

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调节器。

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。

1. 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：

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、梯型。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。

1. 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。常用的简便方法是Mamdani推理法。

1. 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。

模糊控制是一种基于规则的控制，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。

1. 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（误差方向传播）控制。原理如下图：

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

μCVD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效果。

模糊PID参数自整定温控结构示意图如下：

采用模糊PID控制方法，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、、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，此时对系统的影响较大。
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)

......

最后将模糊输出作清晰化处理，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。

### 温度控制系统MATLAB仿真

## 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及PCB并在实验室平台完成搭建过程。

### 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：

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。基本原理图如下。光学系统汇聚其视场内目标辐射的红外能量，红外能量聚集在光电探测器上并转变为响应的电信号，经信号放大器放大后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。

红外测温系统结构

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。

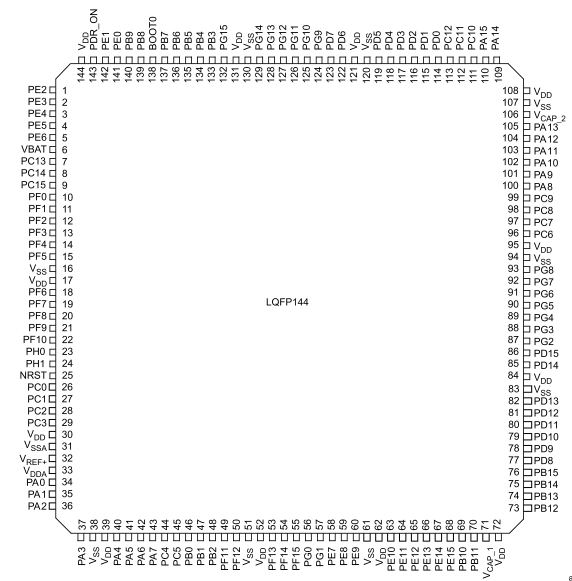
LT-05A红外探头的详细参数见下表。

|  |  |
| --- | --- |
| **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 |



2、单片机

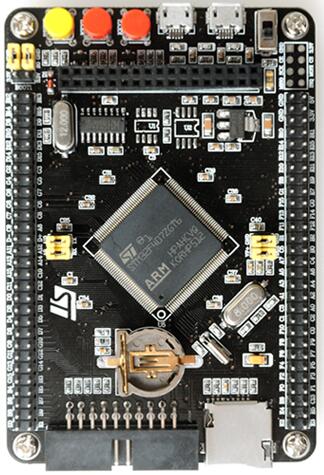
STM32系列单片机是意法半导体（STMicroelectronics）为要求高性能、低成本、低功耗的嵌入式应用专门设计的ARM Cortex-M内核的MCU。本文选用的STM32F407ZGT6采用了意法半导体的NVM工艺和ART加速器，是所有基于Cortex-M内核的微控制器产品中综合性能得分较高的一款通用型MCU。其主频高达168MHz，存储器采用1MB FLASH和192+4KB的SRAM，具有32位数据总线的灵活外部存储器：SRAM、PSRAM、NOR/NAND，3个12位ADC，2个12位D/A转换器，多达17个定时器，同时具有I2C、USART/UART、SPI、CAN、USB等通信接口。该芯片采用LQFP-144封装形式，其管脚配置图如下：



1. 开发板

基于本文设计的温控系统对实时性的要求极高，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。

|  |  |
| --- | --- |
| **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 |

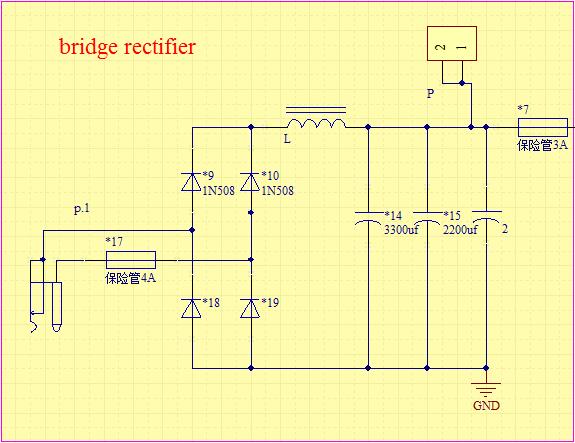


### 硬件原理图设计及平台搭建

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。

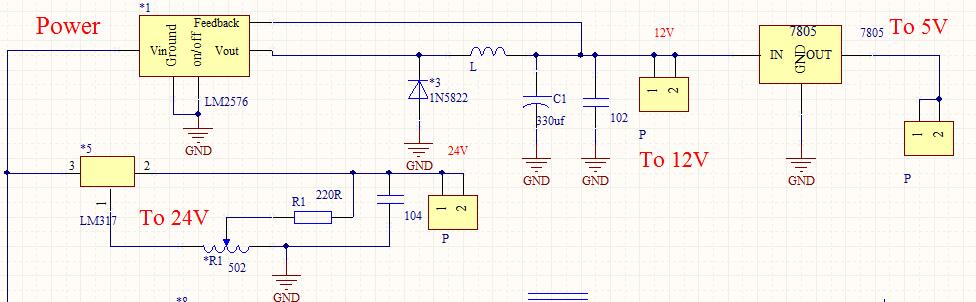
1. 桥式整流电路

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元电压。原理图如下所示：



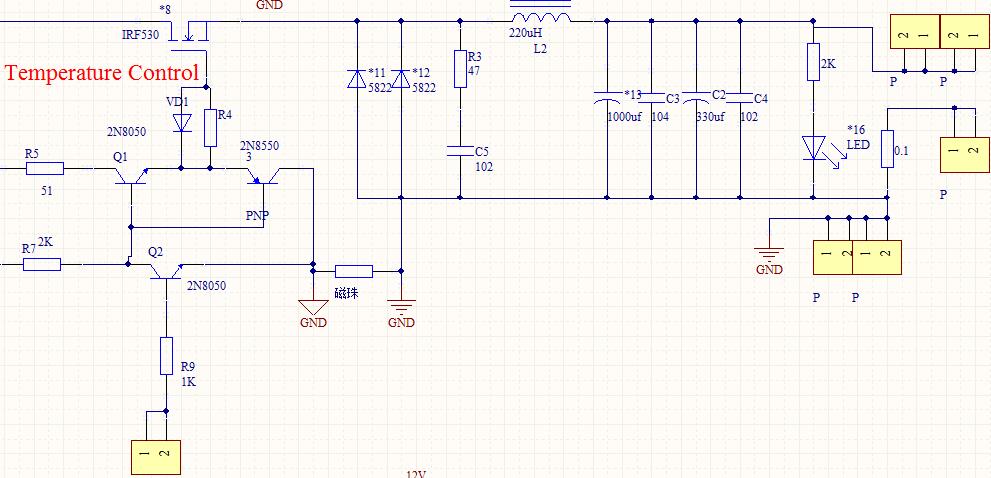
1. 供电电路

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，输出电压范围从1.2V到37V可变，通过两个外部电压完成配置；LM2576系列稳压器能提供buck的各种功能，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。



1. 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。



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。

## 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所有组件，包括编辑器、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。

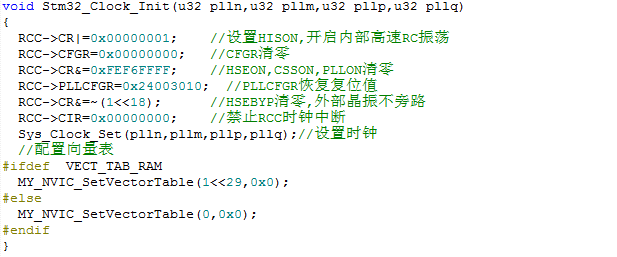
温控软件模块图

整个程序的流程图如下：

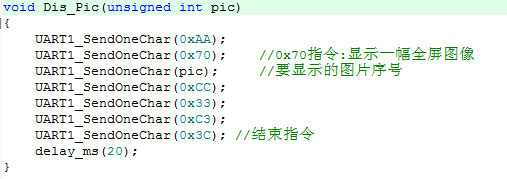
温度测控软件流程图

### **温度检测程序设计**

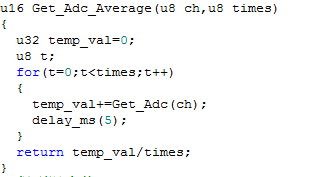
温度检测模块包括系统初始化、温度值获取、DAC转换、温度显示四个流程。系统初始化完成在单片机上电复位后的一系列动作，如系统时钟、定时器Timer、延时Delay、串口通信UART等的初始化工作、清屏处理和图片加载也在初始阶段完成。





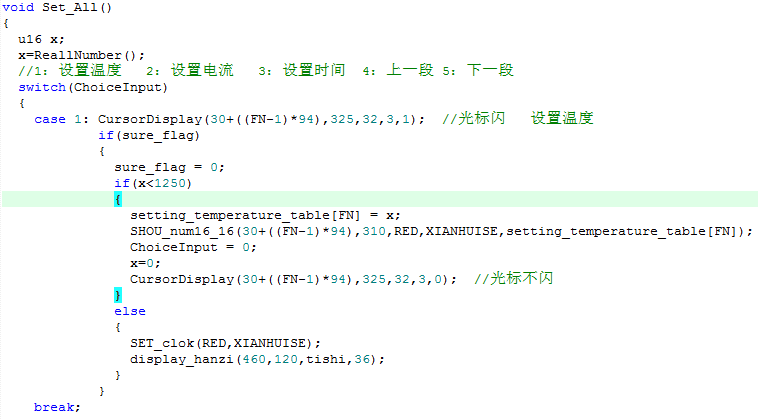


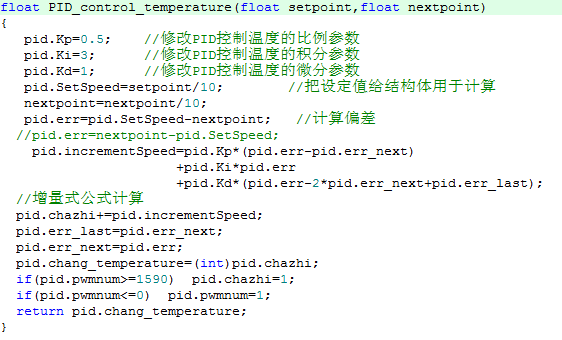
温度值获取和DAC模块是采集红外辐射探头的输出信号经过转换电路处理后送到单片机的DAC通道计算得到温度值，并送到LCD屏显示。



### 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电路后调节电压完成温度的闭环控制。





## 本章小结

本章介绍了μCVD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。μCVD温度测控系统的开发为后续生长石墨烯实验提供了必要的平台。

# μCVD显微成像系统

## 自动聚焦技术

### 传统自动聚焦基本原理

### 自动聚焦优化算法

### 优化算子比较及分析

## 图像拼接技术

### 图像拼接原理

### 图像预处理

### 图像匹配

### 图像融合

## 显微成像系统设计

### 显微成像总体设计

### 图像采集模块

### 图像拼接模块

## 本章小结

# μCVD系统使用及说明

## \*\*\*\*

## \*\*\*\*

### \*\*\*\*

### \*\*\*\*

## \*\*\*\*

### \*\*\*\*

### \*\*\*\*

### \*\*\*\*

### \*\*\*\*

## 本章小结

# 总结与展望

## \*\*\*\*

## \*\*\*\*

参考文献

1. Sun D M, Liu C, Ren W C, et al. A Review of Carbon Nanotube- and Graphene-Based Flexible Thin-Film Transistors[J]. Small, 2013, 9(8):1188–1205.
2. Park S, Ruoff R S. Chemical methods for the production of graphenes[J]. Nature Nanotechnology, 2009, 4(4):217.
3. Jourdain V, Bichara C. ChemInform Abstract: Current Understanding of the Growth of Carbon Nanotubes in Catalytic Chemical Vapour Deposition[J]. Carbon, 2013, 58(28):2-39.
4. Novoselov K S, Geim A K, Morozov S V, et al. Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films[J]. Science, 2004, 306(5696):666.
5. 彭练矛, 张志勇, 王胜,等. 碳基纳电子材料与器件[J]. 中国科学:技术科学, 2014(10):1071-1086.
6. Iijima S. Helical microtubules of graphitic carbon[J]. Nature, 1991, 354(6348):56-58.
7. 潘文. 新一代信息技术产业发展趋势[J]. 领导科学论坛, 2016(16):19-35.
8. Yang F, Wang X, Zhang D, et al. Chirality-specific growth of single-walled carbon nanotubes on solid alloy catalysts.[J]. Nature, 2014, 510(7506):522.
9. 田恬. 超越摩尔定律[J]. 科技导报, 2014, 32(7):11-11.
10. K. S. Novoselov, Geim A. K., Morozov S., etc. Electric field effect in atomically thin carbon films[J]. science, 2004, 306(5696): 666-669.
11. P. Sutter. Epitaxial graphene: How silicon leaves the scene[J]. Nature Materials, 2009, 8(3): 171-172.
12. S. Park, Ruoff R. S. Chemical methods for the production of graphenes[J]. Nature nanotechnology, 2009, 4(4): 217-224.
13. 柴正. 基于化学气相沉积的石墨烯场效应晶体管研究 [D]. Xidian University,2014.
14. L. Gao, Ren W., Xu H., etc. Repeated growth and bubbling transfer of graphene with millimetre-size single-crystal grains using platinum[J]. Nature communications, 2012, 3: 699.
15. Kui-Qing Peng and Shuit-Tong Lee,Silicon Nanowires for Photovoltaic Solar Energy Conversion,Adv.Mater,2011,23,198-215.
16. Stankovich S,Dikn D A,Piner R D,Kohlhass K A,Kleinhammes A,Jia Y,Wu Y,Nguyen S T,Synthesis of graphene-based nanosheets via chemical reduction of exfoliated graphite oxide,Carbon,2007,45(7) 1558-1565
17. K.S.Kim,et al.Large-scale pattern growth of graphene films for stretchable transparent electrodes.Nature,2009,457:706-10.
18. X.Li,et al.Large-area synthesis of high-quality and uniform graphene films on copper foils.Science,2009,324:1312-4.
19. O. Englander, Christensen D., Lin L. Local synthesis of silicon nanowires and carbon nanotubes on microbridges[J]. Applied Physics Letters, 2003, 82(26): 4797-4799.
20. Q. Zhou, Lin L. Micro chemical vapor deposition system: Design and verification. in Micro Electro Mechanical Systems, 2009. MEMS 2009. IEEE 22nd International Conference on. 2009, IEEE. p. 72-75.
21. Q. Zhou, Lin L. Synthesis of graphene using micro chemical vapor deposition. in Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 2010 IEEE 23rd International Conference on. 2010, IEEE. p. 43-46.
22. Q. Zhou, Lin L. Enhancing mass transport for synthesizing single-walled carbon nanotubes via micro chemical vapor deposition[J]. Journal of Microelectromechanical Systems, 2011, 20(1): 9-11.
23. Q. Zhou, Liu K., Lin L. Direct growth of single walled carbon nanotubes on paper. in Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference (TRANSDUCERS), 2011 16th International. 2011, IEEE. p. 2590-2593.
24. 迎九.《尤政院士谈中国制造与传感器/MEMS的发展前景》 [J].电子产品世界，2017，(1):3-11
25. [Carlos Ramón Báez Álvarez](http://ieeexplore.ieee.org/search/searchresult.jsp?searchWithin="Authors":.QT.Carlos Ram.AND..HSH.x00F3;n B.AND..HSH.x00E1;ez .AND..HSH.x00C1;lvarez.QT.&newsearch=true), Mónico Linares Aranda. A Set of Test Structures for the Development of a CMOS-MEMS Technology. Electrical Engineering,Computing Science and Automatic Control(CCE),2016 13th International Conference on.2016,IEEE.p.1-6
26. A.Ray Chaudhuri,S.Severi,P.Helin. Challenges of monolithic integration for SiGe MEMS technology. 2016 IEEE SENSORS.2016,IEEE.p.1-3.
27. 李冬花. CVD法生长石墨烯 [D]. Zhejiang University,2013.
28. 常全鸿. 化学气相沉积(CVD)生长高质量的石墨烯及其性能的研究 [D].上海师范大学,2012
29. 王浪. 石墨烯的化学气相沉积(CVD)法制备及其性能研究 [D].上海大学,2014.
30. S H Dalal,D L Baptista,K B K Teo.Controllable growth of vertically aligned zinc oxide nanowires using vapour deposition. Institute of Physics Publishing.2006,17:4811-4818.
31. Ehmann M, Ruther P, Von Arx M, et al. Operation and short-term drift of polysilicon-heated CMOS microstructures at temperatures up to 1200 K[J]. Journal of Micromechanics & Microengineering, 2001, 11(11):397.
32. Belmonte J C, Puigcorbé J, Arbiol J, et al. High-temperature low-power performing micromachined suspended micro-hotplate for gas sensing applications[J]. Sensors & Actuators B Chemical, 2006, 114(2):826-835.
33. 郭联峰, 许宗珂, 段国韬,等. 基于微加热器平台的高性能甲烷传感器[J]. 郑州大学学报(工学版), 2016, 37(3):40-43.
34. 许士才. 石墨烯的制备、表征及光电性质应用研究[D]. 山东师范大学, 2014.
35. Franklin A D. Electronics: the road to carbon nanotube transistors.[J]. Nature, 2013, 498(7455):443.
36. 周子超, 王小林, 张汉伟等. 基于分布式传感的全光纤放大器增益光纤纤芯温度测量 [J] .中国激光,2017,44(02):0201003.
37. 唐人, 李爱永. 高精度铂电阻温度测量新方法探讨[J]. 现代工业经济和信息化, 2016, 6(2):82-84.
38. 张兴红, 陈鑫, 蒋洪庆,等. 高精度分体式超声波温度测量仪研究[J]. 传感技术学报, 2015, 28(9):1389-1394.
39. 于洋. 温度测量方法选择策略[J]. 装备制造技术, 2015(9):79-81.
40. 鱼沉鱼. 红外辐射温度测量关键技术及其应用[J]. 硅谷, 2014(15):131-131.
41. 邵海龙. 基于遗传算法的PID控制参数整定研究[J]. 无线互联科技, 2016(21):111-112.
42. 冯达. 基于遗传算法的自整定PID控制器[J]. 通讯世界, 2016(2):94-95.
43. 郝少杰, 方康玲. 基于模糊PID参数自整定的温度控制系统的研究[J]. 现代电子技术, 2011, 34(7):196-198.
44. 郭紧, 史成芳. 基于模糊控制的温度控制系统[J]. 电子世界, 2017(1).
45. 余尧, 王先全, 朱桂林等. 基于BP神经网络自整定的PID温度控制系统的设计[J]. 电子器件, 2015(6):1360-1363.
46. 屈毅, 宁铎, 赖展翅,等. 温室温度控制系统的神经网络PID控制[J]. 农业工程学报, 2011, 27(2):307-311.
47. 刘兴池, 王树青. SR70模糊控制器在电加热炉中的应用[J]. 工业仪表与自动化装置, 1999(3):16-18.
48. 许玉忠. 基于自适应模糊PID控制的电阻炉温度控制系统[J]. 华北水利水电大学学报(自然科学版), 2011, 32(2):83-86.
49. 董伟,郭昌耀,赵轻领. 基于PID与误差补偿的炉温控制系统设计[J]. 自动化与仪器仪表,2017,01:29-31.
50. Kim W, Choi H C, Shim M, et al. Synthesis of Ultralong and High Percentage of Semiconducting Single-walled Carbon Nanotubes[J]. Nano Letters, 2002, 2(7):703-708.
51. † B H H, Young Lee ‡ J, Tobias Beetz §, et al. Quasi-Continuous Growth of Ultralong Carbon Nanotube Arrays[J]. Journal of the American Chemical Society, 2008, 127(44):15336.
52. 丁欣硕,凌桂龙. Ansys Workbench14.5有限元分析案例详解[M]. 清华大学出版社, 2014.
53. Wang J, Hu P, Huang B, et al. Free Vibrations of Finite Quartz Crystal Cylinders with the Rayleigh-Ritz Method[C]// IEEE International Frequency Control Symposium. IEEE, 2016.
54. 王泽鹏,胡仁喜等.ANSYS Workbench 14.5有限元分析从入门到精通[M].机械工业出版社.2014.
55. 周庆福, 杨永军, 吕国义. 红外辐射测温仪及校准方法探讨[C] 国防军工热学、流量计量与测试技术交流会. 2008.
56. 韩玉阁, 宣益民. 大气传输特性对目标与背景红外辐射特性的影响[J]. 应用光学, 2002, 23(6):8-11.

致谢