

二氧化硅薄膜导热系数试验研究

胡明雨¹ 陈 震¹ 杨决宽¹ 庄 苹¹ 朱 健² 陈云飞^{1,3}

(¹ 东南大学机械工程系, 南京 210096)

(² 中国电子科技集团公司第五十五研究所, 南京 210092)

(³ 东南大学 MEMS 教育部重点实验室, 南京 210096)

摘要: 根据 3ω 方法测试原理, 搭建了薄膜导热系数测试平台. 在 40~170 K 温度范围内, 测试等离子体增强化学气相淀积 (PECVD) 方法制备的 SiO_2 薄膜导热系数, 同时测试了掺杂体态硅基底的导热系数. 测试结果表明: 在这个温度范围内, SiO_2 薄膜的导热系数随着温度升高而增大; 杂质对体态硅的导热系数存在很大的影响. 基于 Callaway 模型对体态硅导热系数测试结果进行拟合得到的掺杂浓度与实际值吻合较好, 表明 3ω 方法测试原理不仅可以用来测试纳米薄膜的热传导系数, 还可用来测定体态硅基底的掺杂浓度.

关键词: SiO_2 薄膜; 3ω 方法; 导热系数

中图分类号: TK124; TN304.2⁺1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-0505(2005)03-0396-04

Experimental study on thermal conductivity of SiO_2 thin film

Hu Mingyu¹ Chen Zhen¹ Yang Juekuan¹ Zhuang Ping¹ Zhu Jian² Chen Yunfei^{1,3}

(¹ Department of Mechanical Engineering, Southeast University, Nanjing 210096, China)

(² No. 55 Research Institute, China Electronics Technology Group Corporation, Nanjing 210092, China)

(³ Key Laboratory of Microelectromechanical Systems of Ministry of Education, Southeast University, Nanjing 210096, China)

Abstract: An experimental device was set up based on the principle of 3ω method, and thermal conductivities of doped bulk Si and SiO_2 thin film fabricated by plasma enhance chemical vapor deposition (PECVD) were measured with this device. The results indicate that the thermal conductivity of SiO_2 thin film increases with the increase of the temperature from 40 to 170 K, and that the impurity has apparent effect on the thermal conductivity of the bulk Si. It is also found that the deduced doping density from the measured thermal conductivity of bulk Si based on Callaway model agrees well with the practical value, which implies that the 3ω method can also be employed to estimate the doping density.

Key words: SiO_2 thin film; 3ω method; thermal conductivity

硅和二氧化硅广泛应用于微电子技术和大规模集成电路领域, 随着芯片工业的发展, 人们发现利用 SOI (silicon on insulator) 材料制备集成电路能进一步提高芯片的运行速度、集成密度和降低芯片的功耗. SOI 是绝缘层上的硅材料, 即硅下面是一层绝缘层, 这层绝缘层一般是采用氧化方法而形

成的二氧化硅薄膜, 显然, 研究硅和二氧化硅薄膜材料的导热性能具有很现实的意义.

在过去的几十年里, 人们发展了多种试验方法测试薄膜材料的导热特性^[1~4], 在研究中发现, 薄膜材料的导热特性不同于其体态材料, 制备因素^[5]和尺寸效应^[6]对其导热特性有很大的影响. 其中 Cahill 等提出用 3ω 方法^[7]来测试材料的导热系数, 它主要用于测试薄膜材料法向 (垂直于薄膜平面) 导热系数. 相对于其他薄膜导热性能测试方法而言, 3ω 方法是一种瞬态测量方法, 它利用温度频率的变化来确定材料的导热系数, 不需要花很长时间来保持热流密度的稳定, 能有效地降低热辐

收稿日期: 2004-09-09.

基金项目: 国家高技术研究发展计划 (863 计划) 资助项目 (2003AA404160)、国家自然科学基金资助项目 (50276011, 50275026)、江苏省自然科学基金资助项目 (BK2002060).

作者简介: 胡明雨 (1973—), 男, 硕士生; 陈云飞 (联系人), 男, 博士, 教授, 博士生导师, yunfeichen@seu.edu.cn

射对测试精度的影响,提高测试的速度和精度。

Kurabayashi等用该方法测试了多晶硅薄膜的导热系数^[8],分析了多晶硅薄膜导热系数与其厚度、温度的关系。Huxtable等用这种方法测试了 Si/GeSi 超晶格薄膜的热传导系数,分析了材料结构与导热系数的关系^[9]。最近, Song等用该方法测试了多孔铋薄膜的导热系数^[10],分析了微孔结构对薄膜导热系数的影响。

本文依据 3ω 方法测试原理搭建了薄膜导热系数测试平台,测试了 SiO_2 薄膜和掺杂体态硅的导热系数。并结合 Callaway 模型对掺杂体态硅导热系数的测试结果进行拟合分析,确定出体态硅的掺杂浓度。

1 3ω 方法测试原理

3ω 方法是在待测材料上制备一定尺寸规格和形状的金属薄膜,同时把该金属层作为热源发生器和温度传感器,然后依据热波振动频率与温度变化的关系求得待测材料的导热系数。在测试过程中,对金属薄膜通以频率为 ω 的周期性交流电流,由于金属加热器存在电阻,因焦耳效应产生的热量将以 2ω 的频率对金属和待测材料加热,金属层和待测材料吸收了热量后,会产生振动频率为 2ω 的温度波。对于金属而言,温度的上升必然会导致其电阻的增加,而且增加的金属电阻也以 2ω 的频率振动,这个增加的电阻与频率为 ω 的交流电流共同作用就会产生频率为 3ω 的电压。该电压的数学表达式为^[11, 12]

$$\Delta T = 2 \frac{R}{V} \frac{dT}{dR} V_{3\omega} \quad (1)$$

式中, V , $V_{3\omega}$ 分别为金属加热器两端频率为 ω 和 3ω 的电压; R , ΔT 分别为金属薄膜的平均电阻和温度变化; dR/dT 为金属薄膜电阻与温度的关系。

Cahill等认为用 3ω 方法对待测材料进行测试,无论金属薄膜是有限宽度或无限宽度的热源,待测材料温度变化只与加热频率有关;而对于有限宽度和长度的热源,测试时分别利用不同的加热频率对待测材料加热,就可得到其热传导系数^[12]:

$$k = \frac{V^3 \ln(\omega_2/\omega_1)}{4\pi l R^2 (V_{3\omega,1} - V_{3\omega,2}) dT} \quad (2)$$

式中, $V_{3\omega,1}$, $V_{3\omega,2}$ 为金属材料两端频率分别为 $3\omega_1$, $3\omega_2$ 的电压; l 为金属薄膜的长度。

式 (2) 能很好地测试厚度大于热波扩散长度材料的导热系数,然而对于薄膜厚度小于热波长度的薄膜材料,该公式不再适合。在此基础上, Cahill 等提出了扩展的 3ω 方法来测量薄膜热传导系

数^[13]。薄膜材料一般是生长在基底上的,当热流通过薄膜和基底后,薄膜和基底都会因为吸收热量而产生温升。由于薄膜的厚度十分薄,可以认为薄膜产生的温度变化 (ΔT_f) 与频率无关,从而利用式

(2) 求得基底的热传导系数,再利用式 (3)^[14] 求得基底的温升。

$$\Delta T_{\text{sub}} = \frac{p}{\pi l k_{\text{sub}}} \left[\frac{1}{2} \ln \frac{k_{\text{sub}}}{(w/2)^2 C_{\text{sub}}} + \eta - \frac{1}{2} \ln(2\omega) \right] \quad (3)$$

式中, k_{sub} , C_{sub} 分别为基底的导热系数和比热容; p 为加热器产生的热流密度; l , w 分别为加热器的长度和宽度,即热流的长度和宽度; η 为与基底材料有关的常数,对于硅基底而言, $\eta = 0.923$ 。

运用式 (1) 求得基底和薄膜总的温升和利用式 (3) 求得基底的温升后,就可以求得薄膜的温升,即

$$\Delta T_{\text{film}} = \Delta T_{\text{tot}} - \Delta T_{\text{sub}} \quad (4)$$

如果待测薄膜的厚度远远小于热流的宽度,可以认为薄膜的传热是一维的,因而可以采用一维热传导公式求解得到薄膜的导热系数,即

$$k_{\text{film}} = \frac{p l}{\Delta T_{\text{film}} w l} \quad (5)$$

式中, t 为待测薄膜的厚度。

显然,利用 3ω 方法既可测试体态材料导热系数,又可测试厚度很小的薄膜材料的导热系数。根据以上原理,设计一定尺寸宽度和长度的金属薄膜,作为加热器和温度传感器,让设计的加热器宽度远大于待测薄膜的厚度,满足一维热传导模型,就能利用该方法有效地测试出薄膜的法向导热系数。

2 薄膜材料和加热器件的制备

选用硅 (111) 作为基底材料,其厚度为 $380 \mu\text{m}$,电阻率为 $1.75 \times 10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$,掺杂杂质为硼,掺杂浓度为 $0.90 \times 10^{20} \text{cm}^{-3}$ 。制备二氧化硅薄膜和金属加热器的流程如下: ①先把硅基底放入 90°C 丙酮液中浸泡 3 min ,然后放入异丙醇中浸泡 3 min ,用去离子水浸泡 3 min ,最后用 N_2 吹干; ②清洗完后用 PECVD 方法直接在硅基底上生长二氧化硅薄膜,生长温度为 280°C ,厚度为 $120 \mu\text{m}$,然后溅射金属薄膜。在选用金属材料作为加热器和传感器时,为了确保金属材料电阻与温度有很好的线性关系,选用 Au 作为金属加热器和温度传感器。生长金属薄膜时,首先在二氧化硅薄膜上溅射一层 Cr 薄膜,以加强 Au 与二氧化硅薄膜的粘附性,再溅射 Au 薄膜, Cr, Au 金属薄膜的厚度分别为 50 ,

300 μm , 最后再对金属薄膜光刻成形, 形成一定尺寸规格的金属形状, 作为加热器和温度传感器 (见图 1). 其中, 里面两端点之间的距离为 1 000 μm , 外面 2 端点之间的距离为 1 800 μm , 金属细线部分的宽度为 15 μm . 4 个方块用来外接金丝, 外面 2 个方块用来接测试驱动电流 $V = V_0 \cos \omega t$, 里面 2 个方块用来输出中间两端点的交流电压信号 (V_ω , $V_{3\omega}$), 用直径 60 μm 的金丝与这 4 个方块相连, 并连接到外面的测试电路上.

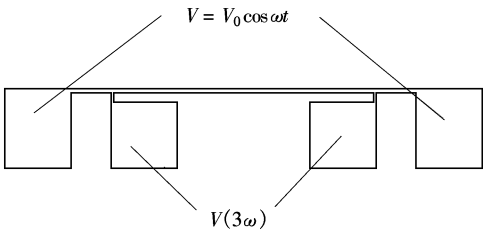


图 1 金属加热线器件的形状

3 测试系统和测试结果

整个信号测试系统如图 2 所示. 图中数字信号锁相放大处理器的型号是 DSP Lock-in Amplifier Model 7265, 它为整个测试系统提供外加驱动交流电流, 并提供参考相位和频率, 同时它还用来测试和处理加热器输出端的交流电压信号. 差动放大器型号是 AD 524AD, 它能保证测试工作的精确性和稳定性; 可调变阻器型号是 ZX 25a, 精度为 0.01 Ω ; 低温恒温器型号是 PPM S Model 6000, 其温度控制精度为 0.01 K. 加热器的尺寸规格和测试时的相关参数见表 1.

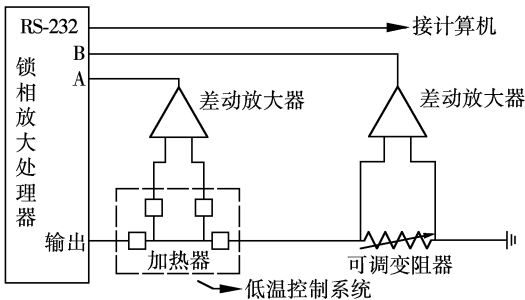


图 2 信号测试系统

表 1 加热器尺寸规格和测试参数

尺寸规格		测试参数				
长/ μm	宽/ μm	V_s /V	V_L /V	温度/K	频率/Hz	真空度/Pa
1 000	15	0.2	2	40~170	200~1 200	1.33×10^{-2}

SiO_2 薄膜导热系数测试的温度范围是 40~170 K, 温度每增加 10 K 测试一组数据. 将制备有温度加热及传感器的 SiO_2 薄膜放入低温控制系统中后, 测试工作分 2 步进行. 第 1 步工作是测试某

一温度条件下加热器的初始电阻值, 以确定金属加热器电阻与温度的函数关系 (dR/dT). 在进行这一步工作时, 输入一个幅值很小的交流电压 V_s , 尽量减小焦耳效应对金属加热器电阻的影响, 从而保证测试所得到的电阻就是这一温度条件下的电阻值. 由于金属加热器与可调变阻器是串联的, 测试出 A, B 两个端口的输出电压信号, 然后依据可调变阻器的电阻值 R_v , 应用公式

$$R_{Au} = \frac{V_A}{V_B} R_v$$

(6)

可求得金属加热器的电阻. 测试得到的电阻与温度的关系如图 3 所示. 测试结果表明金属加热器电阻与温度之间有很好的线性关系, 依此关系确定出 dR/dT . 进行第 2 步测试工作时, 外加一个大幅值的交流电压 V_L , 由于此时外加电压值很大, 金属加热器会因焦耳效应产生显著的温度变化, 从而引起金属加热器电阻明显增大, 具体操作时保持输入电压幅值恒定不变, 然后在一定范围内改变输入电压的频率, 测试出金属加热器在外加不同电压频率时输出的 $V_{3\omega}$, 最后确定 $V_{3\omega}$ 与 $\ln \omega$ 的梯度关系并代入式 (2), 计算得到掺杂硅基底的导热系数 k_{sub} , 结果如图 4 所示.

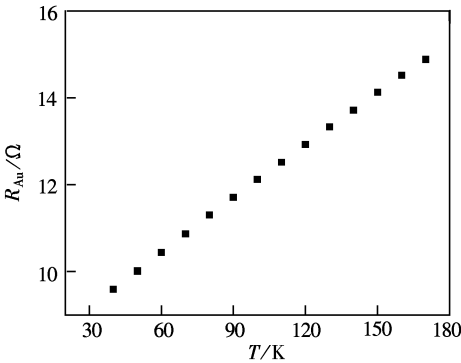


图 3 金属电阻与温度的关系

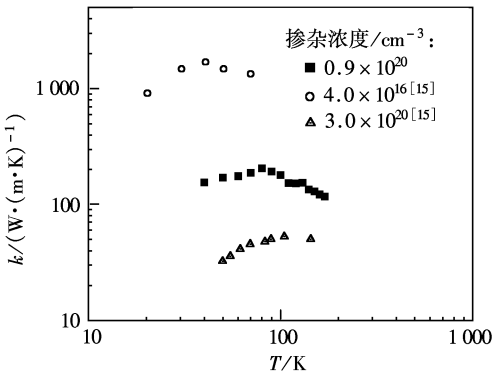


图 4 硅基底的导热系数

图 5 为温度在 60 K 时测试得到的金属温度变化以及基底温度变化的关系图. 从图中可以看到,

在一定温度条件下, SiO_2 薄膜的温度变化与测试频率无关. 从而可以根据式 (4) 确定对应温度条件下 SiO_2 薄膜的温度变化值.

本文测试计算得到 SiO_2 薄膜导热系数的结果如图 6 (图中实心方块) 所示, 图中另外 2 组结果分别是厚度为 92, 180 nm SiO_2 薄膜的导热系数^[14].

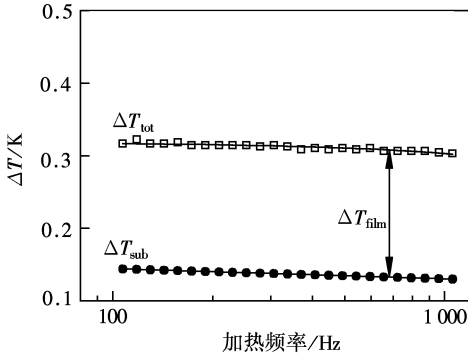


图 5 60 K 时薄膜、基底温度变化与频率的关系

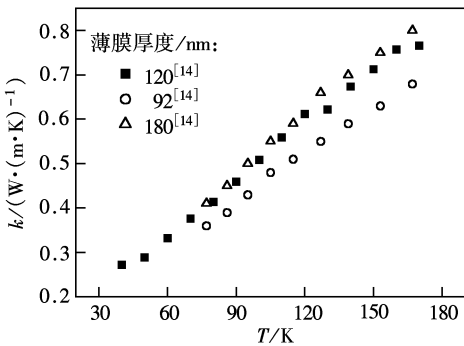


图 6 二氧化硅薄膜的导热系数

4 结 论

1) SiO_2 薄膜导热系数与环境温度存在很密切的关系, 即在 40~170 K 的温度范围内, SiO_2 薄膜导热系数随温度的升高而增大, 同时随着厚度的增加而增大. 这些结果与 Lee 等^[14] 的结果是相符的, 说明本文搭建的实验测试平台是合理的.

2) 杂质对体态硅的导热系数存在很大的影响. A sheghi 等进行过详细的分析^[15], 他认为杂质对声子传输存在很强的散射作用, 从而导致掺杂体态硅的导热系数随着掺杂浓度的增加而减小. 本文测试结果 (见图 4) 表明杂质对声子传输的确存在很强的散射.

3) 采用 Callaway 模型^[16] 对图 4 的实验结果进行了拟合, 根据硅的导热系数测试结果求出硅的掺杂浓度为 $2.023 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, 实际掺杂浓度为 $0.90 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, 两者有较好的吻合, 表明 3ω 测试方法不仅可以用来测试纳米薄膜材料的导热系数, 还可用来测定基底的掺杂浓度.

参考文献 (References)

[1] Hatta Ichiro, Kato Ryoza, Maesono Akikazu, et al Thermal diffusivity measurement of thin films by means of an ac calorimetric method [J]. Review of Scientific Instruments, 1985, 56(8): 1643~ 1647.

[2] Kading O W, Skurk H, Goodson K E Thermal conduction in metallized silicon-dioxide layers on silicon [J]. Applied Physics Letters, 1994, 65 (13): 1629~ 1631.

[3] Zhang Xiang, Gridgoropoulos Costas P Thermal conductivity and diffusivity of free-standing silicon nitride thin films[J]. Review of Scientific Instruments, 1995, 66(2): 1115~ 1120

[4] Yu X Y, Zhang L, Chen G Thermal wave measurement of thin-film thermal diffusivity with different laser beam configurations [J]. Review of Scientific Instruments, 1996, 67(6): 2312~ 2316

[5] Lee S M, Cahill David G. Thermal conductivity of sputtered oxide films[J]. Physical Review B, 1995, 52 (1): 253~ 257.

[6] Cahill David G. Nanoscale thermal transport[J]. Journal of Applied Physics, 2003, 93(2): 793~ 818

[7] Cahill David G, Pohl R O. Thermal conductivity of amorphous solids above the plateau [J]. Physical Review B, 1987, 35(8): 4067~ 4073

[8] Kurabayashi Ktasuo, Touzelbaev Maxat, Goodson Kenneth E, et al Measurement of the thermal conductivity anisotropy in polyimide films[J]. IEEE Journal of Microelectromechanical systems, 1999, 8(2): 180~ 191.

[9] Huxtable S T, Abramson A R, Tien C L, et al Thermal conductivity of Si/SiGe and SiGe/SiGe superlattices[J]. Applied Physics Letters, 2002, 80(10): 1737 ~ 1739.

[10] Song D W, Radetic T, Chen G, et al Thermal conductivity of nanoporous bismuth thin films[J]. Applied Physics Letters, 2004, 84(11): 1883~ 1885

[11] Birge N O, Nagel S R. Wide-frequency specific heat spectrometer [J]. Review of Scientific Instruments, 1987, 58(8): 1464~ 1470.

[12] Cahill David G. Thermal conductivity measurement from 30 to 750 K: the 3ω method[J]. Review of Scientific Instruments, 1990, 61(2): 802~ 808

[13] Cahill D G, Katiyar M, Abelson J R. Thermal conductivity of a-Si H thin films[J]. Physical Review B, 1994, 50(9): 6077~ 6081.

[14] Lee S M, Cahill D G. Heat transport in thin dielectric films[J]. Journal of Applied Physics, 1997, 81(6): 2590 - 2595

[15] A sheghi M, Kurabayashi K Thermal conduction in doped single-crystal silicon films[J]. Journal of Applied Physics, 2002, 91(8): 5079~ 5088

[16] Holland M G. Analysis of lattice thermal conductivity [J]. Physical Review, 1963, 132(6): 2461~ 2471.