

文章编号: 1672-8785(2024)09-0007-10

基于 3ω 法的微测辐射热计像元 薄膜热导率测试

柴星涛 程 龙 史 杰 董 珊 陈文礼

(烟台艾睿光电科技有限公司, 山东 烟台 264006)

摘 要: 热导是微测辐射热计像元的重要参数之一, 其大小直接影响像元的响应高低。热导与组成像元的薄膜材料的热导率相关, 薄膜的特征尺寸、温度和淀积工艺皆会影响热导率。监控工艺线上薄膜的热导率, 对像元的设计具有重要意义。根据 3ω 谐波探测技术, 搭建了薄膜热导率的测试系统, 测试了厚度为 20~100 nm 的氮化硅(SiN_x)及二氧化硅(SiO_2)薄膜的热导率, 包括温度特性和尺寸特性。根据尺寸特性计算得到 SiN_x 的本征热导率为 $0.747 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$, SiO_2 的本征热导率为 $1.085 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 。测得厚度为 100 nm 的钛(Ti)金属薄膜的热导率为 $6.708 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 。与基于光热法的测试系统相比, 基于 3ω 法的测试台架搭建更简单。该方法利用微机电系统(Micro-Electromechanical Systems, MEMS)制造工艺制备测试样品, 是 MEMS 产品设计与制造中表征微纳尺度薄膜热导率的理想方案。

关键词: 微测辐射热计; 热导; 薄膜热导率; 3ω 谐波探测技术

中图分类号: TN215 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2024.09.002

Thermal Conductivity Testing of Microbolometer Pixel Films Based on 3ω Method

CHAI Xing-tao, CHENG Long, SHI Jie, DONG Shan, CHEN Wen-li

(IRay Technology Co., Ltd., Yantai 264006, China)

Abstract: Thermal conductivity is one of the important parameters of microbolometer pixels, and its magnitude directly affects the response of the pixel. Thermal conductivity is related to the thermal conductivity of the thin film materials that make up the pixels. The characteristic size, temperature, and deposition process of the thin film all affect the thermal conductivity. Monitoring the thermal conductivity of thin films on the production line is of great significance for the design of pixels. Based on the 3ω harmonic detection technology, a testing system for the thermal conductivity of thin films was built, and the thermal conductivity of SiN_x and SiO_2 thin films with a thickness of 20~100 nm was tested, including temperature and dimensional characteristics. According to the dimensional characteristics, the intrinsic thermal conductivity of SiN_x is $0.747 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$, and that of SiO_2 is $1.085 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$. The thermal conductivity of a titanium film with a thickness of 100 nm

收稿日期: 2024-03-08

作者简介: 柴星涛(1998-), 男, 湖南人, 硕士, 主要从事微测辐射热计研发工作。

E-mail: xingtao.chai@raytrontek.com

was tested to be $6.708 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$. Compared with the testing system based on photo-thermal method, the construction of the 3ω method testing system is simpler. This method utilizes the manufacturing process of micro-electromechanical systems (MEMS) to prepare test samples, which is an ideal solution for characterizing the thermal conductivity of micro-nano scale thin films in MEMS product design and manufacturing.

Key words: microbolometer; thermal conductance; thermal conductivity of thin films; 3ω harmonic detection technology

0 引言

微测辐射热计是目前非制冷红外成像的主流技术方案。热导是微测辐射热计像元的重要参数,其大小直接影响像元的响应高低。热导与组成像元的薄膜材料的热导率及尺寸相关,常见的组成薄膜材料包括氮化硅(SiN_x)、二氧化硅(SiO_2)与金属钛(Ti)等。在微纳尺度下,薄膜材料表现出与其在宏观尺度下不同的热物性:(1)当薄膜的厚度小于声子或电子的平均自由程或与之相当时,薄膜的热导率将远小于块体材料,且随厚度的增加而上升^[1]。(2)不同的薄膜制备工艺会造成薄膜内部微结构的差异,因此用不同工艺制备的薄膜具有不同的热导率。在相同温度及相当膜厚下,用常压化学气相沉积(Atmospheric Pressure Chemical Vapor Deposition, APCVD)法制备的氮化硅薄膜的热导率约为用等离子增强化学气相沉积(Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition, PECVD)法制备的薄膜的两倍。这是因为两种薄膜内部的孔隙度不同^[2]。(3)实验表明,金属薄膜的热导率随温度变化的趋势与块体材料不同。较厚的金属薄膜和块体材料的热导率随温度的上升而增大,而较薄($<40 \text{ nm}$)的金属薄膜(Cu)则与之相反^[3-5]。(4)计算金属材料热导率与电导率的威德曼-弗朗兹定律在微纳尺度下的应用存在分歧。部分学者认为洛伦兹数应是与温度及厚度相关的函数而不是常数^[3-4],而 Linseis V 等人^[6]通过实验发现在宏

观尺度和微纳尺度下该定律的误差较小。(5)薄膜的热导率存在各向异性^[7]。

为监测在线工艺对材料热物性的影响,提升产品设计的准确性,需要能测试微测辐射热计像元薄膜热导率的系统。表 1 列出了目前常见的用于测试薄膜热导率的方法。其中,光热法通常具有复杂的测试台架和相对简单的样品制备流程;电热法的测试台架相对更简单,样品制备相对更复杂^[7],但电热法与 MEMS 制造工艺是兼容的。本文选择搭建基于瞬态电热法的测试台架。

瞬态电热法通常需要在待测物体(块体材料或薄膜材料)上淀积金属丝。在该金属丝两端通入交流电流,通过测试金属丝两端的三次谐波电压信号分量随频率的变化关系,求得待测物体的热导率^[8]。Lee S M 等人^[2]首次提出了差分 3ω 法,用于测试衬底上介质薄膜的热导率。

本文基于半导体工艺制备了衬底上薄膜结构,并搭建了测试台架,测试了介质和金属薄膜的热导率。该方法可用于表征微测辐射热计像元薄膜的热物性。

1 测试原理

在衬底(s)表面的薄膜(f)上淀积一根具有线性电阻温度特性的金属丝(R),并在金属丝中通入一倍频(ω)的交流电流信号。金属丝两端会产生一倍频和三倍频的交流电压信号:

表 1 常见的薄膜热导率/热扩散系数测试方法^[7]

光热法		电热法
稳态法	—	稳态电热法
瞬态法(频域)	频域热反射法(Frequency-Domain Thermoreflectance, FDTR)	3ω 谐波探测技术
瞬态法(时域)	时域热反射法(Time-Domain Thermoreflectance, TDTR)	—

$$U(t) = I_0 R [(1 + TCR \cdot \theta_{DC}) \cos(\omega t) + \frac{TCR}{2} \theta_{AC} \cos(\omega t + \varphi)] + \frac{I_0 R}{2} \cdot TCR \cdot \theta_{AC} \cos(3\omega t + \varphi) \quad (1)$$

式中, θ_{DC} 和 θ_{AC} 分别是金属丝的直流温升和交流温升幅值; TCR 为金属丝的电阻温度系数 (Temperature Coefficient of Resistance, TCR)。

通过测量金属丝两端交流电压信号中的三倍频 (3ω) 电压信号的实部分量 $\text{Re}(U_{3\omega})$, 可以计算金属丝温升的交流分量的实部 $\text{Re}(\theta_{3\omega})$ 。其数学关系为

$$\text{Re}(U_{3\omega}) = \frac{I_0}{2} \cdot \frac{dR}{dT} \cdot \text{Re}(\theta_{AC}) \quad (2)$$

式中, I_0 为交流电流的幅值; dR/dT 为金属丝的电阻温度特性曲线斜率。由于衬底通常不绝缘, 所以在金属丝下方需淀积绝缘介质层。测试结构如图 1 所示。

Cahill D G 给出了半无限大物体表面有限宽度 ($2b$) 加热丝的温度波动 $\theta_{AC}(\omega)$ 的近似解^[9]:

$$\theta_{AC} = -\frac{P}{2\pi l k_s} [\ln(\omega) + \text{const}] - i \frac{P}{4l k_s} \quad (3)$$

式中, P/l 表示单位加热丝长度的焦耳功率幅值, $P/l = I_0^2 R / (2l)$; k_s 为半无限大衬底样品的热导率; $i = \sqrt{-1}$ 。联立式(2)与式(3):

$$k_s = -\frac{P}{2\pi l} \left[\frac{d\text{Re}(\theta_{AC})}{d\ln(\omega)} \right]^{-1} \quad (4)$$

当薄膜的热导率 k_f 远小于衬底的热导率 k_s , 且金属丝的宽度 $2b$ 远大于薄膜厚度 d_f 时 ($2b > 5d_f$ 时测试误差在 1% 以内), 薄膜内部的温度波动与频率无关。此时, 衬底表面薄膜上金属丝的温升 $\theta_{AC,s+f}$ 为衬底温升 $\theta_{AC,s}$ 与薄膜温升 $\theta_{AC,f}$ 之和:

$$\theta_{AC,f} = \theta_{AC,s+f} - \theta_{AC,s} = \frac{Pd_f}{2bk_f} \quad (5)$$

通过分别测试衬底上金属丝 (图 1 左)、衬底-待测薄膜结构上金属丝 (图 1 右) 的三倍频电压与频率的关系 $\text{Re}(U_{3\omega}) - \ln(\omega)$, 可根据式(2)与式(5)获得薄膜的热导率 k_f 。

2 测试样品与测试台架

差分 3ω 法需要制备薄膜差分结构。图 2 给出了其制备工艺流程: (1) 在硅衬底上淀积待测薄膜; (2) 刻蚀掉一半面积的待测薄膜并露出硅衬底; (3) 使用 PECVD 工艺淀积一层约 100 nm 厚的致密的氮化硅薄膜, 并将其作为电绝缘层; (4) 淀积金属铝, 并将其作为后续铝焊盘材料; (5) 光刻并刻蚀出铝焊盘图案; (6) 光刻并使用剥离 (lift-off) 工艺制备总厚度约为 40 nm 的 Ti/Pt/Au 金属丝。使用剥离工艺而非刻蚀工艺, 是为了避免在金属丝下方形成过刻蚀的氮化硅台阶, 以免制造出额外的界面热阻。

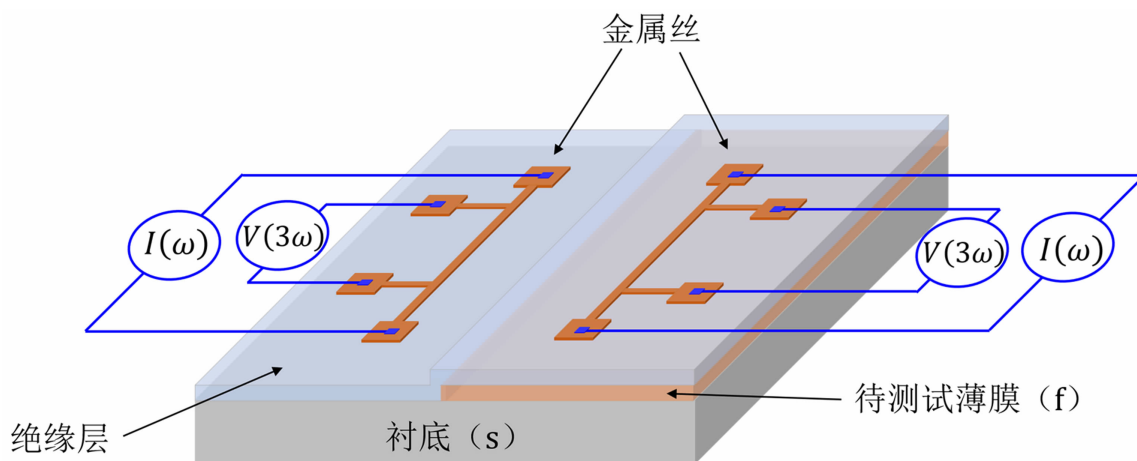


图 1 用差分 3ω 法测试薄膜热导率的原理图

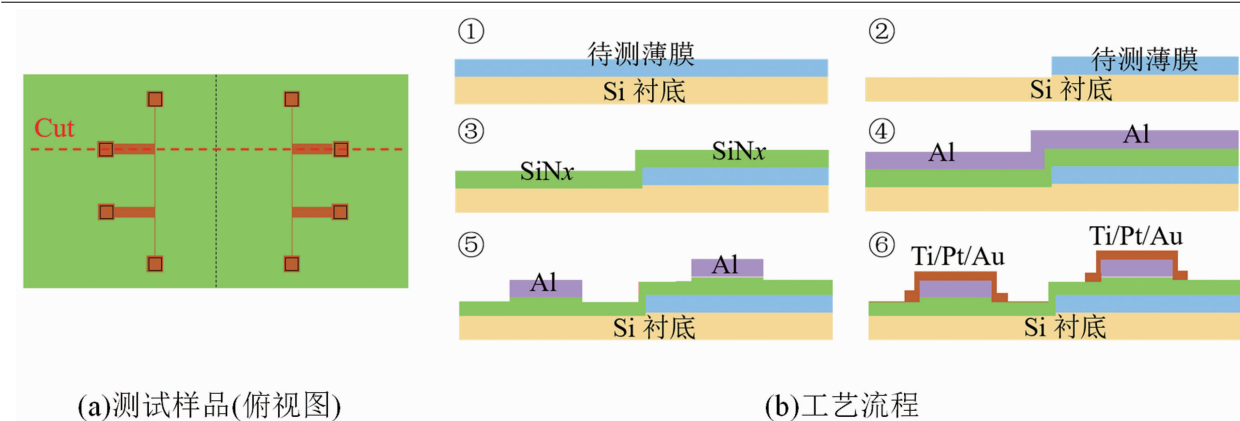
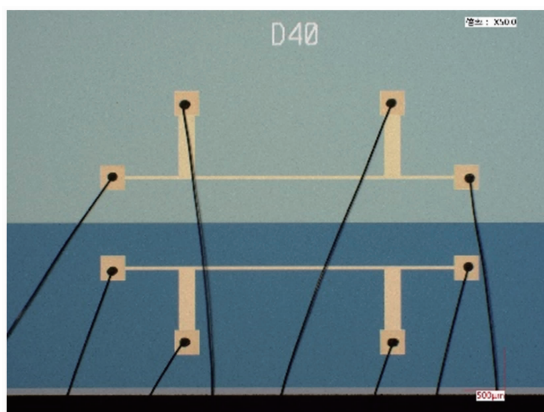


图 2 测试样品及工艺流程

图 3 薄膜测试样品(金属丝宽度 $2b$ 为 $40\ \mu\text{m}$)

本文分别制备了 $10\sim 40\ \mu\text{m}$ 等多个不同宽度的金属丝, 因此测试时可选择不同阻值的金属丝, 配合不同大小的交流电流, 产生合适的测试温升。电压焊盘之间的间距 L 为 $2.5\ \text{mm}$ 。图 3 为样品实物图, 通过引线键合至密封管壳内测试。采用四线法测试了不同宽度金属丝在 $300\ \text{K}$ 时的 TCR(结果见图 4)。

3ω 法测试属于微弱信号测试。如式(1)所示, 噪声(一倍频电压)通常比所需信号(三倍频电压)高 3 个数量级, 故测试系统对设备有较高的要求。如图 5 所示, 选择 Keithley 6221 交流和直流电流源作为交流信号源, 选择 SR860 锁相放大器作为信号采集器。参考信号由 Keithley 6221 后面板的 TRIGGER LINK 接口输出至锁相放大器。低温漂电阻与运算放大模块用于消除一倍频电压。低温漂电阻箱型号为上海东贸 ZX21A, 电阻温度测试表明其 TCR 为 $0.007\% @ 24.7^\circ\text{C}$, 约为金属丝 TCR

的 $1/28$ 。信号差分采用由 AD8421 仪表放大器与 OP177 运算放大器组成的单增益差分放大器^[10], 可满足低频与高频信号测试的需求。

测试样品通过引线键合至密封管壳中。管壳内侧为光滑的铝箔, 常温下其表面发射率小于 0.05 ^[11], 测试时管壳内压强为 $10^{-5}\sim 10^{-4}\ \text{Pa}$, 可最大程度地降低热辐射与热对流对测试的影响。

3 测试结果

3.1 本征硅块体材料

首先测试了 $300\ \text{K}$ 时的本征硅块体材料, 其热导率为 $142.0\ \text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 。表 2 列出了与其它文献测试值的对比数据, 相对误差小于等于 5% , 说明测试系统及数据处理的准确性较高。图 6 所示为测试的三倍频电压及交流温升与频率的关系曲线。为验证测试系统测试结果的稳定性, 设置了不同大小的交流电流, 以获得不同交流焦耳功率下的测试结果。如图 7 所示, 测试结果在 2% 以内变化, 表明测试系统具有较高的稳定性, 测试结果具有较好的重复性。

3.2 氮化硅(SiN_x)薄膜

氮化硅(SiN_x)薄膜在 MEMS 结构中主要用作薄膜结构、电学钝化层或腐蚀掩模层, 在微测辐射热计像元结构中主要起机械支撑及光学吸收的作用。它是微测辐射热计像元的主要组成材料之一, 其典型厚度约为 $100\ \text{nm}$ 左右。氮化硅薄膜在 MEMS 结构中的主要制备工艺

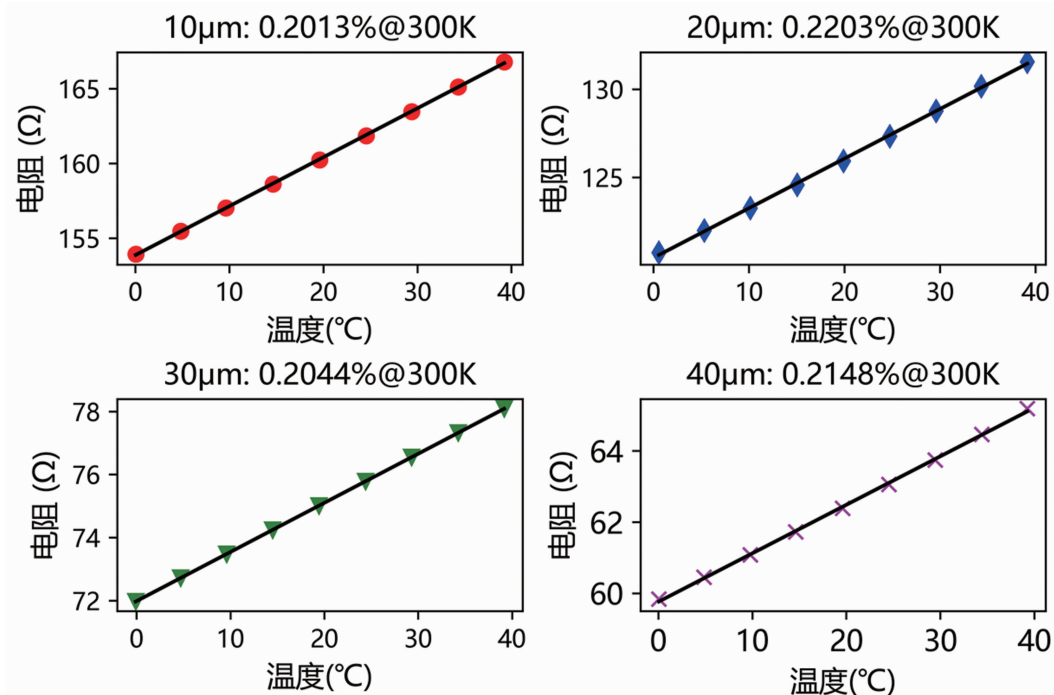
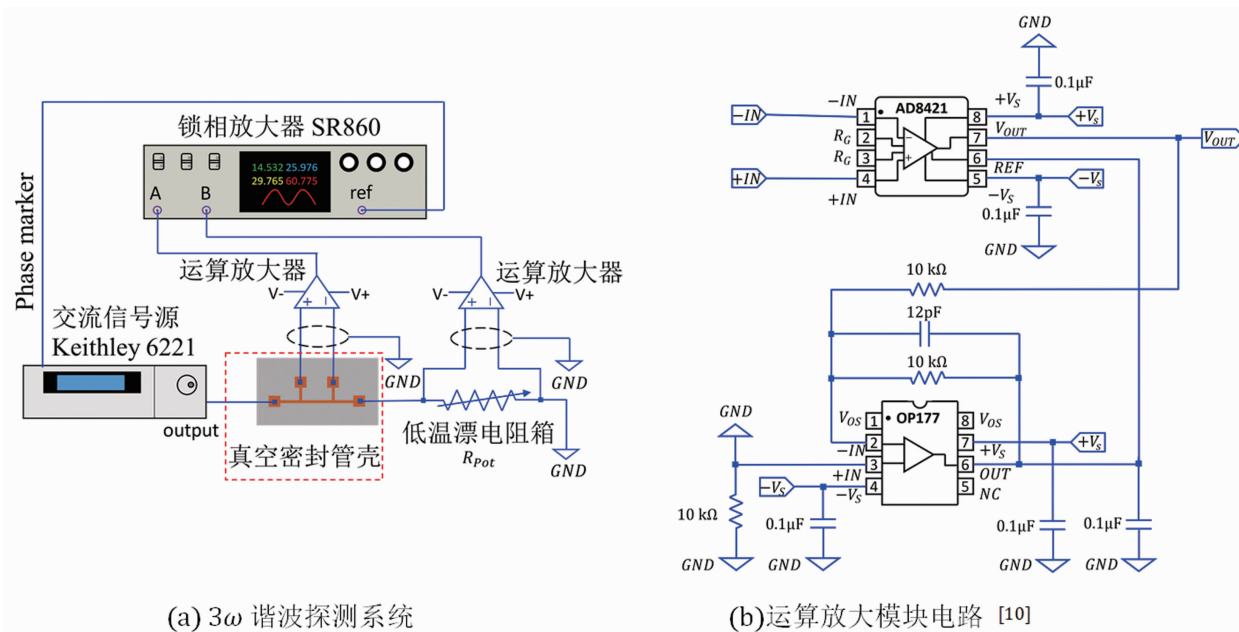
图 4 不同宽度金属丝的 $R-T$ 曲线

图 5 测试台架

表 2 本征硅热导率测试值与参考文献的对比

来源	热导率/($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	测试方法
本文	142.0	3ω 法
文献[12]	142.2	轴向热流法
文献[13]	148.0	3ω 法
文献[14]	145.0	3ω 法

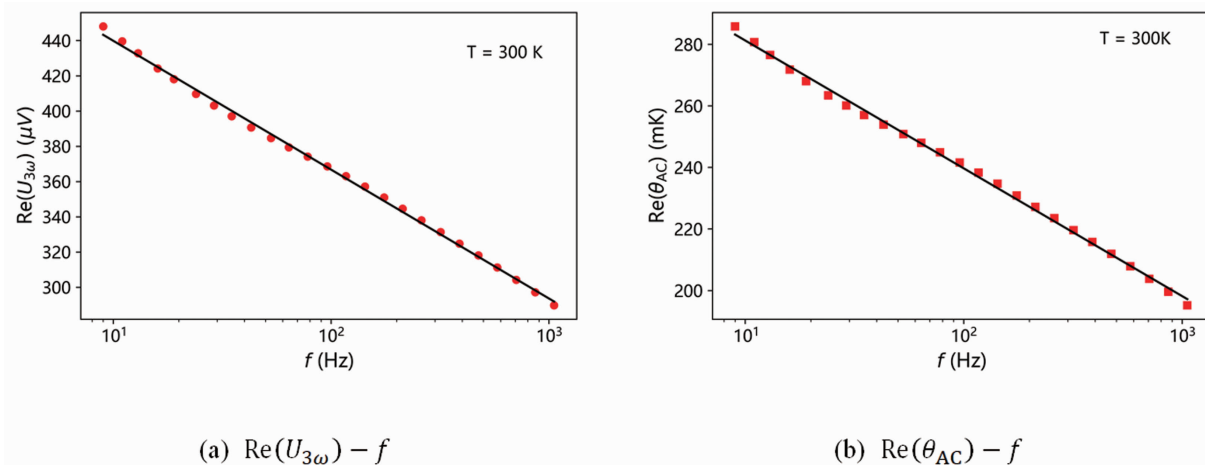
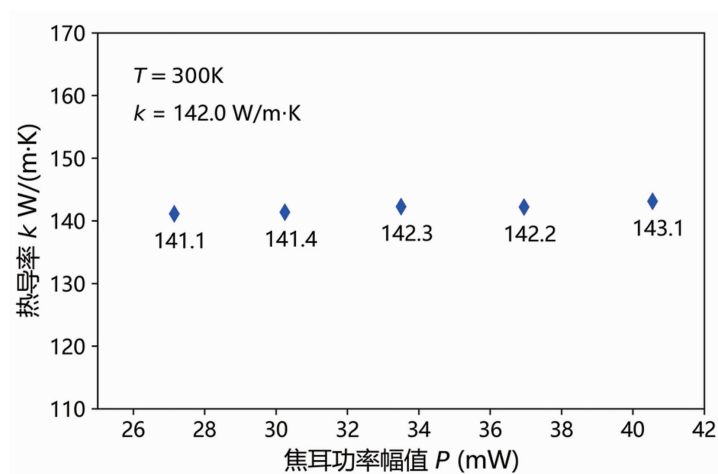
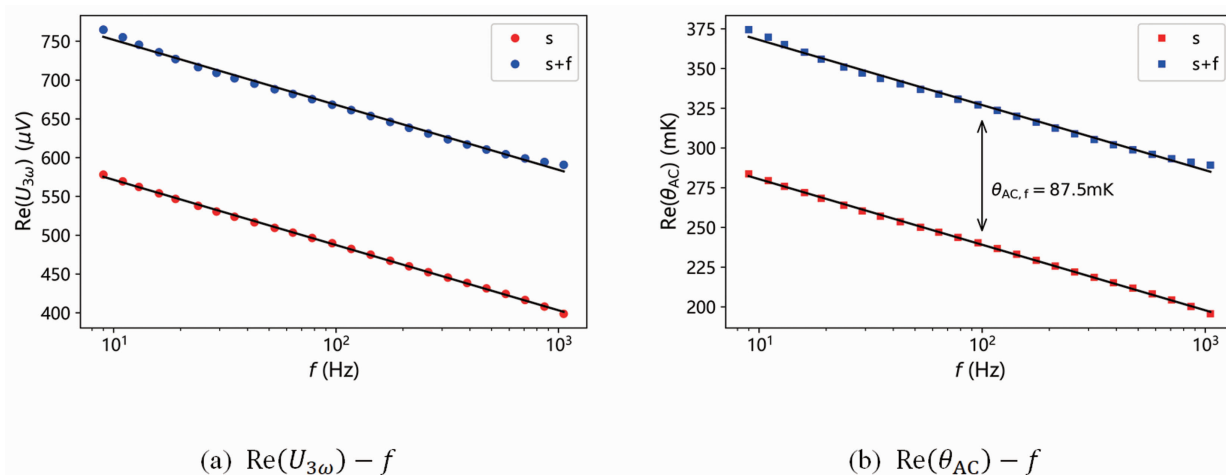


图 6 本征硅(Si)热导率的测试数据(300 K)

图 7 不同焦耳功率 P 下的测试结果图 8 用差分 3ω 法测试氮化硅(SiN_x)薄膜热导率数据(20 °C)

包括低压化学气相沉积(Low Pressure Chemical Vapor Deposition, LPCVD)、原子层沉积(Atomic Layer Deposition, ALD)、磁控反应溅射

和 PECVD^[15]。

本文使用 PECVD 在硅衬底上淀积了 20 nm、40 nm、60 nm、80 nm 和 100 nm 厚的氮

化硅薄膜, 并制备了 3ω 法测试所需的测试结构及金属丝。在高低温烘箱中测试了 $-40 \sim 80^\circ\text{C}$ 下氮化硅薄膜热导率的温度特性。其中, 100 nm 厚的氮化硅薄膜在 20°C 时的测试数据如图 8 所示。图 9 所示为热导率随温度的变化曲线。可以看出, 热导率随温度的上升而增大, 这与文献[2]所述的趋势一致。

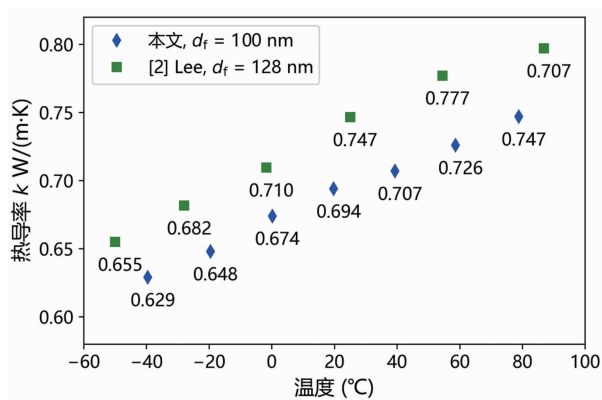


图 9 氮化硅(SiN_x)的热导率与温度的关系

对于厚度在 100 nm 以下的薄膜的热导率测试, 不可忽略薄膜与衬底之间的界面热阻 R_i 的影响。Lee S M 等人[2]给出了差分 3ω 测试中薄膜与衬底之间的界面热阻 R_i 的计算假定式:

$$\frac{d_f}{k_a} = \frac{d_f}{k_i} + R_i \quad (6)$$

式中, k_i 为薄膜的本征热导率, 与薄膜厚度 d_f 无关; k_a 为根据差分 3ω 测试的表观热导率。

通过测试不同厚度的氮化硅薄膜的表观热导率 k_a , 拟合 $d_f/k_a - d_f$ 曲线, 结果如图 10(b) 所示。可以看出, 测试结果与假定式吻合, 表明 Lee S M 等人提出的界面热阻假定式也适用于 PECVD 淀积的非晶介质薄膜; 通过曲线斜率的倒数和截距可得氮化硅的本征热导率 $k_i = 0.747\text{ W/(m}\cdot\text{K)}$, 界面热阻 $R_{\text{Si/SiN}_x} = 6.15 \times 10^{-9}\text{ m}^2\cdot\text{K/W}$, 界面热阻相当于厚度为 4.6 nm 的氮化硅薄膜。

3.3 二氧化硅(SiO_2)薄膜

二氧化硅(SiO_2)薄膜被广泛应用于集成电路、光学薄膜器件和 MEMS 传感器中, 也是微测辐射热计像元的重要组成薄膜之一。它具

有良好的透光性、耐腐蚀性和介电性能, 其主要制备方法包括热氧化法和化学气相沉积 (Chemical Vapor Deposition, CVD) 法[15]。

图 11 给出了设计厚度为 100 nm (实际厚度为 96.2 nm) 的 SiO_2 薄膜在 20°C 时的测试数据。图 12 所示为热导率随温度的变化曲线, 其趋势与文献[2]所述一致。

基于不同厚度二氧化硅热导率的测试结果, 根据式(6)计算了薄膜的本征热导率及界面热阻: 二氧化硅的本征热导率 $k_i = 1.085\text{ W/(m}\cdot\text{K)}$, 界面热阻 $R_{\text{Si/SiO}_2} = 3.59 \times 10^{-9}\text{ m}^2\cdot\text{K/W}$, 界面热阻相当于厚度为 4.0 nm 的二氧化硅薄膜。其中, 界面热阻与 Chen J 等人[16]的预测值 $R_{\text{Si/SiO}_2} = 4.27 \times 10^{-9}\text{ m}^2\cdot\text{K/W}$ (300 K) 及 Deng S C 等人[17]的预测值 $R_{\text{Si/SiO}_2} = 6.88 \times 10^{-9}\text{ m}^2\cdot\text{K/W}$ (298 K) 较为接近。

3.4 钛(Ti)金属薄膜

钛(Ti)金属薄膜在微测辐射热计像元中连接热敏材料与电极, 较高的热导率使得钛薄膜的热导成为总热导的主要部分。

本文在硅衬底上溅射了厚度为 100 nm 的钛金属薄膜。使用金属丝线宽不同 ($2b$ 为 $10\text{ }\mu\text{m}$ 和 $40\text{ }\mu\text{m}$) 的样品进行测试, 获得的薄膜温升如图 14 所示, 热导率结果如图 15 所示。可以看出, 线宽为 $40\text{ }\mu\text{m}$ 的样品在不同功率下的热导率测试值波动相对较大, 而线宽为 $10\text{ }\mu\text{m}$ 的样品则呈现出更稳定可信的结果, 其热导率测试均值为 $6.708\text{ W/(m}\cdot\text{K)}$ 。

差分 3ω 法常用于低热导率薄膜的测试。由于金属的热导率较高, 测试时存在信噪比较低的问题。根据式(5), 在相同的加热功率 P 下, 薄膜热导率 k_i 越高、膜厚 d_f 越小, 可探测到的温差 ($\theta_{\text{AC},s+f} - \theta_{\text{AC},s}$) 越小。可通过提升测试功率 P 或缩小金属丝线宽 $2b$ 来提升测试信噪比。根据图 14, 使用较小的线宽测试, 有利于探测更高的温差 $\theta_{\text{AC},f}$ 。但目前最小的线宽下获得的薄膜温升 ($9.5 \sim 15.8\text{ mK}$) 仍远小于氮化硅和二氧化硅等低热导率材料的可探测温差 (SiN_x : 87.5 mK ; SiO_2 : 57.9 mK), 信

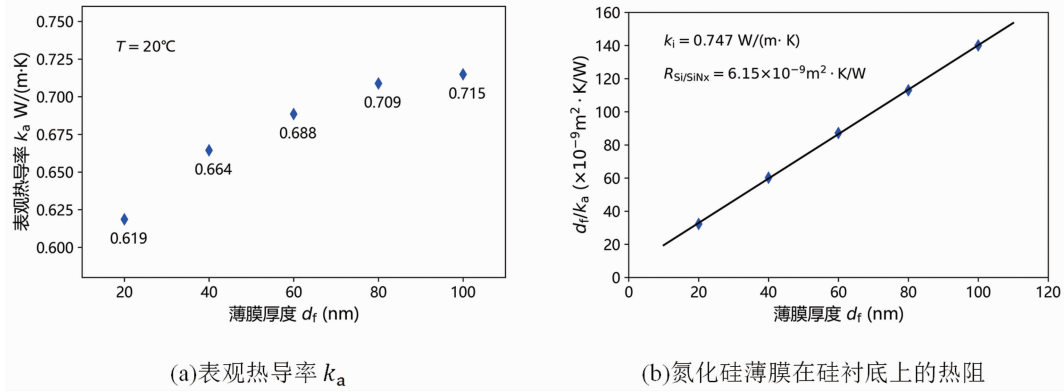
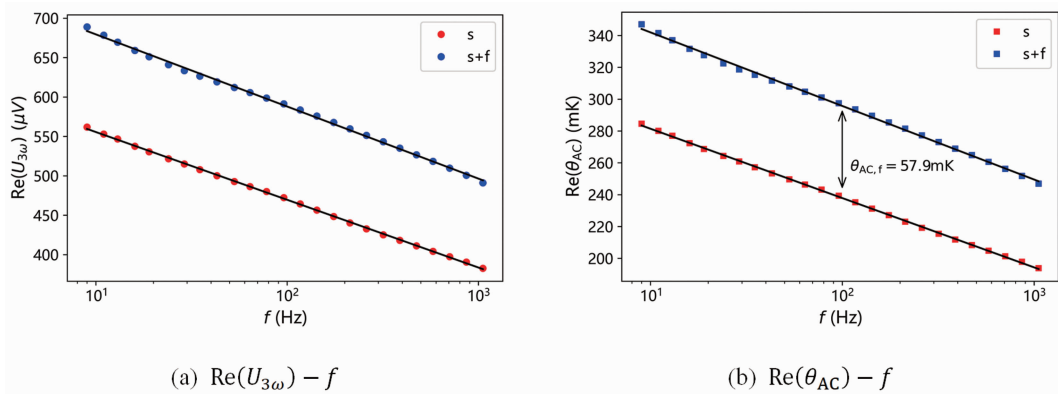
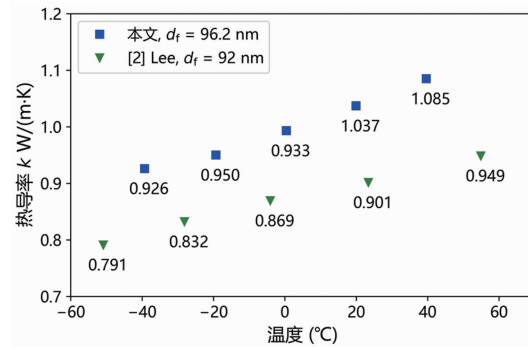
图 10 计算氮化硅(SiN_x)的本征热导率图 11 用差分 3ω 法测试二氧化硅薄膜的热导率数据 (20°C)

图 12 二氧化硅的热导率与温度的关系

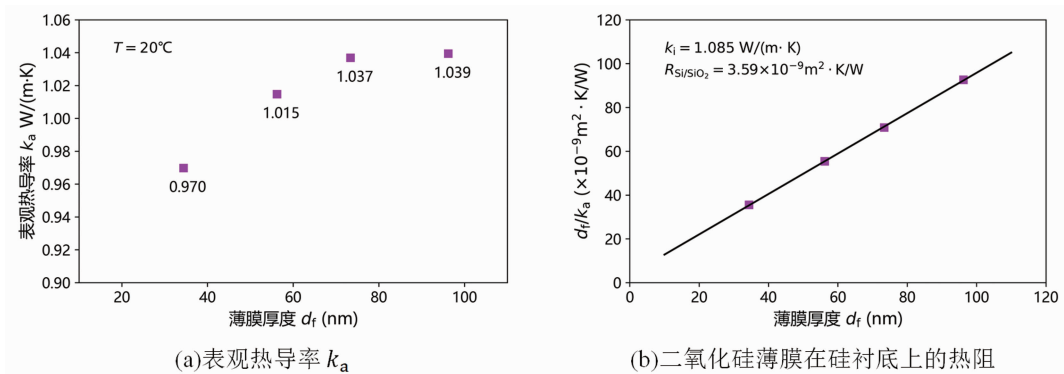
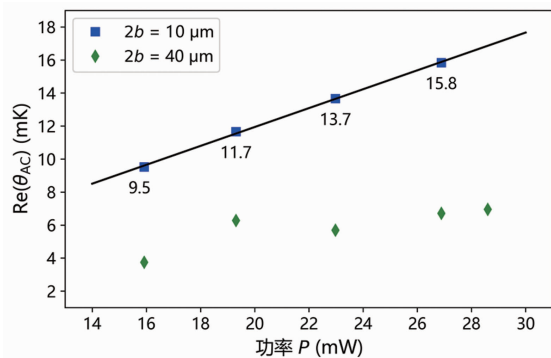
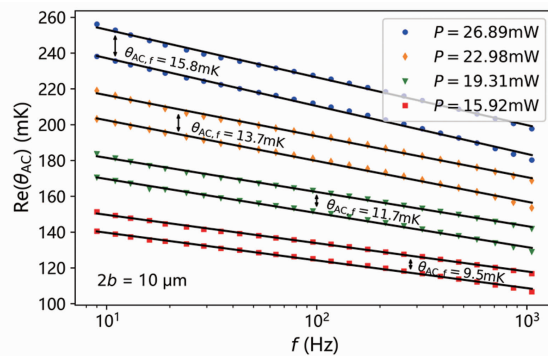


图 13 计算二氧化硅的本征热导率



(a) 不同加热功率下的薄膜温升



(b) 样品(线宽为 10 μm)的薄膜温升

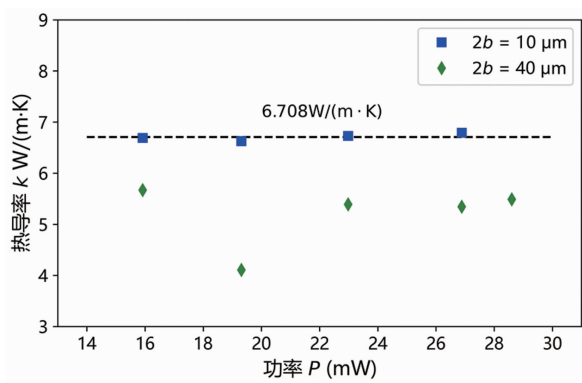
图 14 用差分 3ω 法测试钛金属薄膜的热导率数据(24℃)

图 15 钛金属薄膜热导率测试结果(24℃)

噪比处于相对较低的水平。增加测试功率并不能明显提升可探测温差。进一步增大功率($P > 28.6$ mW)时,测试中发现测得的三倍频电压 $U_{3\omega}$ 与频率的对数 $\ln(\omega)$ 不再呈线性关系。为提高测试的信噪比,后续尝试设计线宽更小的金属丝^[8]。

4 结束语

本文根据 3ω 谐波探测原理,搭建了表征微测辐射热计像元薄膜热导率的测试台架。先后测试了 20~100 nm 厚的氮化硅、二氧化硅以及厚度为 100 nm 的钛薄膜的热导率。结果表明,两种介质薄膜的热导率随温度的上升而增大;293 K 时用 PECVD 制备的氮化硅薄膜的本征热导率为 0.747 W/(m·K),二氧化硅薄膜的本征热导率为 1.085 W/(m·K);由溅射法制备的钛薄膜的热导率为 6.708 W/(m·K)。为进一步提高系统测试高热导率薄膜的信噪比,后续还需设计线宽更小的金属丝。本系统为探究低热导率的薄膜材料提供了测试平

台,对于开发高性能微测辐射热计具有重要意义。后续拟在本平台的基础上继续搭建测试薄膜的面内热导率、单臂或多臂梁结构热导率的测试系统。

参考文献

- [1] Chen G. Nanoscale Energy Transport and Conversion: A Parallel Treatment of Electrons, Molecules, Phonons, and Photons [M]. New York: Oxford Academic, 2005.
- [2] Lee S M, Cahill D G. Heat Transport in Thin Dielectric Films [J]. *Journal of Applied Physics*, 1997, **81**: 2590–2595.
- [3] Yang B, Chen G. Thermal conductivity theory, properties, and applications [M]. Boston: Springer, 2004.
- [4] Cheng Z, Liu L J, Xu S, et al. Temperature Dependence of Electrical and Thermal Conduction in Single Silver Nanowire [J]. *Scientific Reports*, 2015, **5**: 10718.
- [5] Yoneoka S, Lee J, Liger M, et al. Electrical and Thermal Conduction in Atomic Layer Deposition Nanobridges Down to 7 nm Thickness [J]. *NANO Letters*, 2012, **12**(2): 683–686.
- [6] Linseis V, Volklein F, Reith H, et al. Thermoelectric Properties of Au and Ti Nanofilms, Characterized with a Novel Measurement Platform [J]. *Materials Today: Proceedings*, 2019, **8**: 517–522.
- [7] Zhao D L, Qian X, Gu X K, et al. Measurement Techniques for Thermal Conductivity and Interfa-

- cial Thermal Conductance of Bulk and Thin Film Material [J]. *Journal of Electronic Packaging*, 2016, **138**(4): 040802.
- [8] 唐大伟, 王照亮. 微纳米材料和结构热物理特性表征 [M]. 北京: 科学出版社, 2010.
- [9] Cahill D G. Thermal Conductivity Measurement from 30 to 750 K: the 3ω Method [J]. *Review of Scientific Instruments*, 1990, **61**(2): 808–808.
- [10] Analog Devices. $3\text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$, Low Power Instrumentation Amplifier, AD8421 [EB/OL]. www.analog.com/en/products/ad8421.html, 2023.
- [11] 杨风暴. 红外物理与技术(第 2 版) [M]. 北京: 电子工业出版社, 2020.
- [12] Shanks H R, Maycock P D, Sidles P H, et al. Thermal Conductivity of Silicon from 300 to 1400 K [J]. *Physical Review*, 1963, **130**(5): 1743.
- [13] Assy A, Gomes S, Chanterne P, et al. New Thermal Method for the Characterization of Solid Materials at Different Temperature Levels [C]. Budapest: 18th International Workshop on THERMal INvestigation of ICs and Systems, 2013.
- [14] 朱豪. 非均质石墨烯复合材料热物性测量 [D]. 武汉: 华中科技大学, 2022.
- [15] 王跃林, 吴国强. 硅基 MEMS 制造技术 [M]. 北京: 电子工业出版社, 2022.
- [16] Chen J, Zhang G, Li B W. Thermal Contact Resistance Across Nanoscale Silicon Dioxide and Silicon Interface [J]. *Journal of Applied Physics*, 2012, **112**(6): 064319.
- [17] Deng S C, Xiao C D, Yuan J L, et al. Thermal Boundary Resistance Measurement and Analysis Across SiC/SiO₂ Interface [J]. *Applied Physics Letters*, 2019, **115**(10): 1–5.