



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 108398456 B

(45)授权公告日 2020.06.09

(21)申请号 201810067584.2

审查员 郭欣悦

(22)申请日 2018.01.24

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 108398456 A

(43)申请公布日 2018.08.14

(73)专利权人 武汉嘉仪通科技有限公司

地址 430000 湖北省武汉市东湖新技术开
发区高新大道999号

(72)发明人 缪向水 童浩 周杨 王愿兵
蔡颖锐

(74)专利代理机构 北京汇泽知识产权代理有限
公司 11228

代理人 程殿军

(51)Int.Cl.

G01N 25/20(2006.01)

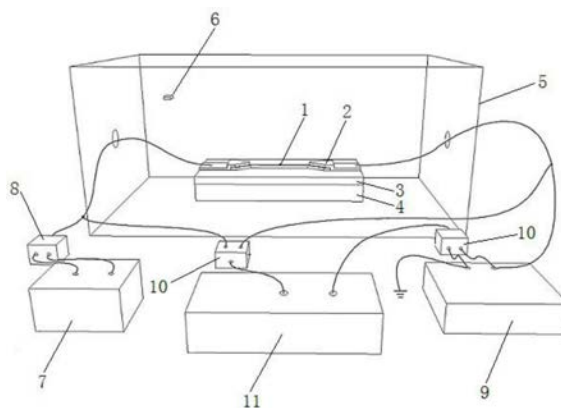
权利要求书2页 说明书8页 附图3页

(54)发明名称

纳米尺度材料热导率的测试方法及装置

(57)摘要

本发明提供了一种纳米尺度材料热导率的测试方法及装置,该方法包括以下步骤:在衬底上制备或放置待测纳米尺度材料并在两端镀电极;将待测纳米尺度材料及衬底置于环境温度 T 可变的气体氛围中,测得不同环境温度下待测纳米尺度材料的电阻值,由此确定待测纳米尺度材料的电阻温度系数 R 以及环境温度 T_0 下的电阻 R_0 ;在气体氛围的环境温度 T_0 下,在待测纳米尺度材料两端施加频率为 ω 的激励电流,待测纳米尺度材料上将产生频率 3ω 的小信号电压 $V_{3\omega}$;测得该小信号电压 $V_{3\omega}$,并结合各测试数据,根据公式计算得到待测纳米尺度材料在环境温度 T_0 时的热导率 κ 。本发明能准确测定各种材料在纳米尺度下的热导率,使测试结构和测试环境更加简单。



1. 一种纳米尺度材料热导率的测试方法,其特征在于,包括以下步骤:

在衬底上制备或放置待测纳米尺度材料并在待测纳米尺度材料两端镀电极,所述衬底包括基片介质层以及位于基片介质层上方的绝缘介质层,所述绝缘介质层的厚度为 d_1 、热导率为 κ_1 ,所述基片介质层的热导率为 κ_2 、热容为 C_2 ;所述待测纳米尺度材料位于两电极之间的部分为用于热导率测试的部分,所述用于热导率测试的部分的长度为 L 、线宽为 w 、厚度为 d ;

将待测纳米尺度材料及衬底置于环境温度 T 可变的气体氛围中,改变气体氛围的环境温度,测得不同环境温度下待测纳米尺度材料的电阻值,由此确定待测纳米尺度材料的电阻温度系数 R 以及环境温度 T_0 下的电阻 R_0 ;

在气体氛围的环境温度 T_0 下,气体氛围的填充气体的热导率为 κ_3 、热容为 C_3 ,在待测纳米尺度材料两端施加频率为 $\omega = 2\pi f$ 的激励电流 $I_0 \sin \omega t$,待测纳米尺度材料上将产生频率 3ω 的小信号电压 $V_{3\omega}$;

测得该小信号电压 $V_{3\omega}$,并结合上述各测试数据,根据以下公式计算得到待测纳米尺度材料在环境温度 T_0 时的热导率 κ :

$$\kappa = \left[\frac{2I_0^3 R_0' L}{V_{3\omega}} - \frac{\pi^2 L A_1}{\left(\frac{d_1}{\kappa_1} + \frac{\sqrt{\kappa_2 / c_2 \pi f}}{\kappa_2} \right)} - \frac{\pi^2 L A_2}{\frac{\sqrt{\kappa_3 / c_3 \pi f}}{\kappa_3}} \right] / \pi^4 S$$

其中 A_1 为待测纳米尺度材料与衬底接触面积, A_2 为待测纳米尺度材料暴露于环境气体的面积, S 为待测纳米尺度材料的截面积。

2. 如权利要求1所述的纳米尺度材料热导率的测试方法,其特征在于:所述待测纳米尺度材料用于热导率测试的部分为一维线型结构。

3. 如权利要求1所述的纳米尺度材料热导率的测试方法,其特征在于:若所述待测纳米尺度材料用于热导率测试的部分与基片介质层直接相接触,即所述绝缘介质层的厚度为零,则热导率 κ 公式中 $\frac{\pi^2 L A_1}{\left(\frac{d_1}{\kappa_1} + \frac{\sqrt{\kappa_2 / c_2 \pi f}}{\kappa_2} \right)}$ 项简化为 $\frac{\pi^2 L A_1}{\frac{\sqrt{\kappa_2 / c_2 \pi f}}{\kappa_2}}$ 。

4. 如权利要求1所述的纳米尺度材料热导率的测试方法,其特征在于:在气体氛围的环境温度为 T_0 时,若气体氛围的填充气体为真空,则热导率 κ 公式中 $\frac{\pi^2 L A_2}{\frac{\sqrt{\kappa_3 / c_3 \pi f}}{\kappa_3}}$ 项值为0。

5. 如权利要求1所述的纳米尺度材料热导率的测试方法,其特征在于:所述待测纳米尺度材料用于热导率测试部分的线宽 w 和厚度 d 范围均为 $1\text{nm} \sim 1000\text{nm}$ 。

6. 如权利要求1所述的纳米尺度材料热导率的测试方法,其特征在于:所述待测纳米尺度材料用于热导率测试部分的线宽 w 和线长 L 之间满足 $L \geq 10 * w$ 。

7. 如权利要求1所述的纳米尺度材料热导率的测试方法,其特征在于:所述待测纳米尺度材料为半导体材料。

8. 如权利要求1所述的纳米尺度材料热导率的测试方法,其特征在于:所述绝缘介质层厚度小于热波在其中的穿透深度 λ_1 , $\lambda_1 = \sqrt{\kappa_1 / c_1 \pi f}$,所述基片介质层厚度大于热波在其

中的穿透深度 λ_2 , $\lambda_2 = \sqrt{\kappa_2 / c_2 \pi f}$ 。

纳米尺度材料热导率的测试方法及装置

技术领域

[0001] 本发明涉及材料热学性能测试技术领域,尤其涉及一种纳米尺度材料热导率的测试方法及装置。

背景技术

[0002] 热导率是表征材料热物理性能的重要参数之一。随着器件的不断小型化、高速化,微电子器件和正在发展中的纳米电子器件在很小的空间产生大量的热量,器件材料热导率较低导致热量积聚已经成为阻碍其发展的重要一环,另一方面以热量为操作方式的相变存储器却要求纳米相变材料单元有较低的热导率以提高器件性能。同时当材料尺寸减至纳米尺度时,会出现特异的表面效应、体积效应和量子效应,其热学及其他性质也就相应地发生十分显著的变化,具备其它一般材料所没有的优越性能,可广泛应用于电子、医药、化工、军事、航空航天等众多领域。因此准确地确定材料在纳米尺度下热导率有重要的现实意义。

[0003] 现有的材料热导率测试方法多数为适用于块材或薄膜材料的测试方法,而材料在纳米尺度下奇异或反常特性使其热导率值显著变化并难以兼容现有的多数测试方法,如材料颗粒尺寸小,声子边界散射明显,直接影响材料的热导率值;具有极大的比表面积,经由表面的热扩散会造成较大误差,测试时环境变动将显著影响测试结果等等。目前针对材料在纳米尺度下所提出的热导率测试方法主要分为稳态法和非稳态法。稳态法是通过电流、激光等在悬空的纳米尺度材料上建立稳定的温度梯度分布,然后用拉曼光谱、荧光光谱等方法确定温度稳定状态下材料上的温度分布情况,由此确定纳米尺度下材料的热导率。中国发明专利“同时测量单根微纳米线材激光吸收率和热导率的方法”(公开号:CN102944573A,公开日:2013.02.27)、“一种测量单根半导体纳米线材材料热导率的方法”(公开号:CN102053101A,公开日:2011.05.11)均属于稳态法测热导率,这些方法获得材料特别是纳米尺度下的温度分布的方法复杂,易受测试环境因素干扰,测试仪器门槛较高。非稳态法中常见的为 3ω 法,有关理论推导及计算公式由Lu,L.等人在Review of scientific instruments,2001,72(7):2996-3003.中给出并验证。该测试方法所需结构相对简单,主要包含高真空环境下用于测试的四电极结构以及置于四电极结构上相对于衬底基片悬空的纳米尺度材料。该测试方法需要纳米尺度材料具有悬空的结构,因此目前用于测试的纳米尺度材料多单独制备,再经由探针转移至预先制备的四电极结构上进行测试。

[0004] 上述纳米尺度材料热导率的测试方法均是从测试条件上解决材料比表面积大、经由表面的热扩散明显的问题,制备了悬空的纳米材料结构以及置于真空的测试环境中,因此其测试条件繁多、结构复杂、仪器门槛较高。此外,由于上述测试材料均具有悬空的结构,因此用于测试的纳米尺度材料多为单独制备如使用电化学沉积等,导致该工艺下的纳米尺度材料无法大规模地在特定区域生长特定尺寸的纳米尺度结构;其次不同制备方法合成的纳米尺度材料,晶粒、晶格等微结构有很大的差别,这种微结构的差别直接影响到宏观测得的热导率,因此对使用其他工艺如半导体行业中典型的lift-off工艺制备的纳米尺度材料的热导率值参考价值有限。目前半导体行业中广泛应用的lift-off工艺为自下而上的生长

方式,其决定了所制备出的纳米尺度材料必然和下层材料相接触,而两者接触带来的热量传导违背现有 3ω 法的假定条件使 3ω 法失效。Lee, Hsiao-Fang等人在Journal of thermal analysis and calorimetry, 2010, 99 (2): 495-500. 中对原有公式进行修正,介绍了纳米尺度材料和下层材料相接触下的热导率测试方法,但是仍需要高真空环境以及理论推导时将衬底简单化视为单一介质,使测试条件复杂、理论推导模型存在缺陷以及最终测试结果存在误差。因此,目前迫切地需要一种能适用于纳米尺度材料与衬底接触情况下测试条件简便、测试结果准确的热导率测试方法。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种纳米尺度材料热导率的测试方法及装置,旨在用于解决现有的纳米尺度材料热导率的测试方法测试条件复杂、理论推导模型存在缺陷以及最终测试结果存在误差的问题。

[0006] 本发明是这样实现的:

[0007] 一方面,本发明提供一种纳米尺度材料热导率的测试方法,包括以下步骤:

[0008] 在衬底上制备或放置待测纳米尺度材料并在待测纳米尺度材料两端镀电极,所述衬底包括基片介质层以及位于基片介质层上方的绝缘介质层,所述绝缘介质层的厚度为 d_1 、热导率为 κ_1 ,所述基片介质层的热导率为 κ_2 、热容为 C_2 ;所述待测纳米尺度材料位于两电极之间的部分为用于热导率测试的部分,所述用于热导率测试的部分的长度为 L 、线宽为 w 、厚度为 d ;

[0009] 将待测纳米尺度材料及衬底置于环境温度 T 可变的气体氛围中,改变气体氛围的环境温度,测得不同环境温度下待测纳米尺度材料的电阻值,由此确定待测纳米尺度材料的电阻温度系数 R 以及环境温度 T_0 下的电阻 R_0 ;

[0010] 在气体氛围的环境温度 T_0 下,气体氛围的填充气体的热导率为 κ_3 、热容为 C_3 ,在待测纳米尺度材料两端施加频率为 $\omega = 2\pi f$ 的激励电流 $I_0 \sin \omega t$,待测纳米尺度材料上将产生频率 3ω 的小信号电压 $V_{3\omega}$;

[0011] 测得该小信号电压 $V_{3\omega}$,并结合上述各测试数据,根据以下公式计算得到待测纳米尺度材料在环境温度 T_0 时的热导率 κ :

$$[0012] \quad \kappa = \left[\frac{2I_0^3 R_0' L}{V_{3\omega}} - \frac{\pi^2 L A_1}{\left(\frac{d_1}{\kappa_1} + \frac{\sqrt{\kappa_2 / c_2 \pi f}}{\kappa_2}\right)} - \frac{\pi^2 L A_2}{\frac{\sqrt{\kappa_3 / c_3 \pi f}}{\kappa_3}} \right] / \pi^4 S$$

[0013] 其中 A_1 为待测纳米尺度材料与衬底接触面积, A_2 为待测纳米尺度材料暴露于环境气体的面积, S 为待测纳米尺度材料的截面积。

[0014] 进一步地,所述待测纳米尺度材料用于热导率测试的部分为一维线型结构。

[0015] 进一步地,若所述待测纳米尺度材料用于热导率测试的部分与基片介质层直接相

接触,即所述绝缘介质层的厚度为零,则热导率 κ 公式中 $\frac{\pi^2 L A_1}{\left(\frac{d_1}{\kappa_1} + \frac{\sqrt{\kappa_2 / c_2 \pi f}}{\kappa_2}\right)}$ 项简化为 $\frac{\pi^2 L A_1}{\frac{\sqrt{\kappa_2 / c_2 \pi f}}{\kappa_2}}$ 。

[0016] 进一步地,在气体氛围的环境温度为 T_0 时,若气体氛围的填充气体为真空,则热导

率 κ 公式中 $\frac{\pi^2 L A_2}{\sqrt{\kappa_3 / c_3} \pi f}$ 项值为0。

[0017] 进一步地,所述待测纳米尺度材料用于热导率测试部分的线宽 w 和厚度 d 范围均为1nm~1000nm。

[0018] 进一步地,所述待测纳米尺度材料用于热导率测试部分的线宽 w 和线长 L 之间满足 $L \geq 10 * w$ 。

[0019] 进一步地,所述待测纳米尺度材料为半导体材料。

[0020] 进一步地,所述绝缘介质层厚度小于热波在其中的穿透深度 λ_1 , $\lambda_1 = \sqrt{\kappa_1 / c_1 \pi f}$, 所述基片介质层厚度大于热波在其中的穿透深度 λ_2 , $\lambda_2 = \sqrt{\kappa_2 / c_2 \pi f}$ 。

[0021] 另一方面,本发明还提供一种纳米尺度材料热导率的测试装置,包括加热炉、信号发生器、功率放大器、可调电阻箱、单增益差动放大器以及锁相放大器,所述加热炉内放置有衬底,用于放置两端镀完电极的待测纳米尺度材料,所述加热炉内设有测温热电偶;所述信号发生器与所述功率放大器电连接,所述功率放大器用于与待测纳米尺度材料一端的电极电连接,所述可调电阻箱用于与待测纳米尺度材料另一端的电极电连接,所述信号发生器用于产生已知频率和幅值的正选交变信号并传递给所述功率放大器,所述功率放大器用于将信号发生器输入的电信号转变为电流信号并放大,以驱动加热待测纳米尺度材料和驱动可调电阻箱,所述可调电阻箱用于提供电流激励下仅含基波电压的电压信号;所述单增益差动放大器具有两个,其中一个单增益差动放大器用于与待测纳米尺度材料两端的电极电连接,另外一个单增益差动放大器与所述可调电阻箱电连接,两个所述单增益差动放大器分别用于从电极提取待测纳米尺度材料两端电压信号以及从可调电阻箱提取电压信号,并将上述两电压信号输入至锁相放大器;所述锁相放大器用于在待测纳米尺度材料上电压信号、可调电阻箱上电压信号中分离出基波电压以及三倍频电压。

[0022] 进一步地,所述衬底包括基片介质层以及位于基片介质层上方的绝缘介质层。

[0023] 与现有技术相比,本发明具有以下有益效果:

[0024] 本发明提供的这种纳米尺度材料热导率的测试方法及装置,能准确测定各种材料在纳米尺度下的热导率,该方法针对现有3 ω 法需要纳米尺度材料待测段悬空、高真空测试环境以及纳米尺度材料制备工艺与半导体工艺不兼容导致所测热导率值参考价值有限的劣势进行改进,从测试原理上进行修正,增加对待测纳米尺度材料向所接触的多层膜基片以及向周围空气环境热传导过程分析,消除其在测试过程中造成的误差,使得该方法中的待测纳米尺度材料能直接生长或放置在多层膜衬底上,去除了待测段悬空、高真空测试环境的限制条件。因此使待测纳米尺度材料的测试结构和测试环境更加简单、制备方式更加多样化,特别是与现有的半导体工艺相兼容,使其所制备待测纳米尺度材料的热导率值更具参考意义。

附图说明

[0025] 图1为本发明实施例提供的一种纳米尺度材料热导率的测试装置的结构示意图;

[0026] 图2为如图1所示装置中待测纳米尺度材料与衬底组合结构的俯视图;

[0027] 图3为如图1所示装置中待测纳米尺度材料与衬底组合结构的前视图；

[0028] 图4为本发明实施例提供的一种材料经本测试装置的电阻-温度测试结果示意图；

[0029] 图5为本发明实施例提供的一种材料经本测试装置的三倍频电压测试结果示意图。

[0030] 附图标记说明：1.待测纳米尺度材料,2.电极,3.绝缘介质层,4.基片介质层,5.加热炉,6.热电偶,7.信号发生器,8.功率放大器,9.可调电阻箱,10.单增益差动放大器,11.锁相放大器。

具体实施方式

[0031] 下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其它实施例,都属于本发明保护的范围。

[0032] 本发明所采用的原理如下:利用特定频率 ω 的交变电流使材料上产生相应电压波动,考虑到材料向其下方双层介质衬底以及周围环境气体的热传导耗散部分 Q_{sub} 和 Q_{air} ,从而求解出材料的热导率,其相应理论推导及计算公式如下:

[0033] 基于一维热传导方程,对纳米尺度材料施加交变电流进行加热,考虑基片以及空气散热后有:

$$[0034] \quad \rho C_p \frac{\partial \theta_{(x,t)}}{\partial t} - \kappa \frac{\partial^2 \theta_{(x,t)}}{\partial x^2} = \frac{I_0^2 \sin \omega t}{LS} [R_0 + R' \theta_{(x,t)}] - Q_{\text{sub}} - Q_{\text{air}} \quad (1)$$

[0035] 其边界条件为:

$$[0036] \quad \begin{cases} \theta_{(0,t)} = 0 \\ \theta_{(L,t)} = 0 \\ \theta_{(x,-\infty)} = 0 \end{cases}$$

$$[0037] \quad Q_{\text{sub}} = \frac{A_1 \theta_{(x,t)}}{LS \left(\frac{d_1}{\kappa_2} - \frac{\sqrt{\kappa_2/c_2 \pi f}}{\kappa_2} \right)} \text{ 为经由绝缘层和衬底散热; } Q_{\text{air}} = \frac{A_2 \theta_{(x,t)}}{LS \frac{\sqrt{\kappa_3/c_3 \pi f}}{\kappa_3}} \text{ 为经由空气}$$

散热量。

[0038] 对上述一维热传导方程求解得到纳米材料上温度波动 $\theta_{(x,t)}$,并由 $dR = \frac{R'}{L} \int_0^L \theta_{(x,t)} dx$ 得到纳米材料上相应的电阻波动。纳米尺度材料在 $I_0 \sin \omega t$ 电流激励下两端电压为 $V_{(t)} = I_0 \sin \omega t (R_0 + dR)$,其中三倍频电压信号分量为:

$$[0039] \quad V_{3\omega} = \frac{2 I_0^3 R_0' L}{\pi^4 \kappa S + \frac{\pi^2 L A_1}{\left(\frac{d_1}{\kappa_1} + \frac{\sqrt{\kappa_2/c_2 \pi f}}{\kappa_2} \right)} + \frac{\pi^2 L A_2}{\frac{\sqrt{\kappa_3/c_3 \pi f}}{\kappa_3}}} \quad (2)$$

[0040] 因此纳米尺度材料热导率表达式为:

$$[0041] \quad K = \left[\frac{2I_0^3 R_0' L}{V_{3\omega}} - \frac{\pi^2 L A_1}{\left(\frac{d_1}{\kappa_1} + \frac{\sqrt{\kappa_2/c_2} \pi f}{\kappa_2} \right)} - \frac{\pi^2 L A_2}{\frac{\sqrt{\kappa_3/c_3} \pi f}{\kappa_3}} \right] / \pi^4 S \quad (3)$$

[0042] 其中 A_1 为纳米尺度材料与衬底接触面积, A_2 为纳米尺度材料暴露于环境气体的面积, S 为纳米尺度材料截面积。

[0043] 实施例1:

[0044] 本发明实施例提供一种纳米尺度材料热导率的测试方法,包括以下步骤:

[0045] S1,在衬底上制备或放置待测纳米尺度材料并在待测纳米尺度材料两端镀电极,所述衬底包括基片介质层以及位于基片介质层上方的绝缘介质层,所述绝缘介质层的厚度为 d_1 、热导率为 κ_1 ,所述基片介质层的热导率为 κ_2 、热容为 C_2 ;所述待测纳米尺度材料位于两电极之间的部分为用于热导率测试的部分,所述用于热导率测试的部分的长度为 L 、线宽为 w 、厚度为 d 。

[0046] 其中,所述待测纳米尺度材料可以直接在所述衬底上进行制备,或将已有的待测纳米尺度材料放置在所述衬底上,所述待测纳米尺度材料与所述衬底上的绝缘介质层相接触,并暴露于气体氛围中,所述电极与纳米尺度材料用于热导率测试部分的两端相接触,用于施加激励电流,同时用于测试电压信号,电极形状任意,电极材料任意,如金(Au)、银(Ag)、铂(Pt)、钛钨合金(TiW)等。

[0047] S2,将待测纳米尺度材料及衬底置于环境温度 T 可变的气体氛围中,改变气体氛围的环境温度,测得多个不同环境温度 T_0 、 T_1 、 $T_2 \dots$ 下待测纳米尺度材料的电阻值 R_0 、 R_1 、 $R_2 \dots$,进行温度和电阻之间的线型拟合,由此确定待测纳米尺度材料的电阻温度系数 R 以及环境温度 T_0 下的电阻 R_0 。

[0048] S3,在气体氛围的环境温度 T_0 下,气体氛围的填充气体的热导率为 κ_3 、热容为 C_3 ,在待测纳米尺度材料两端施加频率为 $\omega = 2\pi f$ 的激励电流 $I_0 \sin \omega t$,待测纳米尺度材料上由于电流的热效应会产生频率为 2ω 的温度波动,由于待测纳米尺度材料存在一定的电阻温度系数,待测纳米尺度材料上会产生频率为 2ω 的电阻波动,该频率 2ω 的电阻波动同频率 ω 的电流耦合将产生频率 3ω 的小信号电压 $V_{3\omega}$ 。

[0049] S4,测得该小信号电压 $V_{3\omega}$,并结合上述各测试数据,根据以下公式计算得到待测纳米尺度材料在环境温度 T_0 时的热导率 κ :

$$[0050] \quad K = \left[\frac{2I_0^3 R_0' L}{V_{3\omega}} - \frac{\pi^2 L A_1}{\left(\frac{d_1}{\kappa_1} + \frac{\sqrt{\kappa_2/c_2} \pi f}{\kappa_2} \right)} - \frac{\pi^2 L A_2}{\frac{\sqrt{\kappa_3/c_3} \pi f}{\kappa_3}} \right] / \pi^4 S$$

[0051] 其中 A_1 为待测纳米尺度材料与衬底接触面积, A_2 为待测纳米尺度材料暴露于环境气体的面积, S 为待测纳米尺度材料的截面积。

[0052] 本发明能准确测定各种材料在纳米尺度下的热导率,该方法针对现有 3ω 法需要纳米尺度材料待测段悬空、高真空测试环境以及纳米尺度材料制备工艺与半导体工艺不兼容导致所测热导率值参考价值有限的劣势进行改进,从测试原理上进行修正,增加对待测纳米尺度材料向所接触的多层膜基片以及向周围空气环境热传导过程分析,消除其在测试过程中造成的误差,使得该方法中的待测纳米尺度材料能直接生长或放置在多层膜衬底上,去除了待测段悬空、高真空测试环境的限制条件。因此使待测纳米尺度材料的测试结构

和测试环境更加简单、制备方式更加多样化,特别是与现有的半导体工艺相兼容,使其所制备待测纳米尺度材料的热导率值更具参考意义。

[0053] 作为上述实施例的优选,所述待测纳米尺度材料用于热导率测试的部分为一维线型结构,如纳米线、纳米管、纳米带等,镀电极部分的形状任意。

[0054] 上述实施例中,所述衬底上也可以不包括绝缘介质层,仅具有基片介质层,待测纳米尺度材料直接与基片介质层相接触,对应的热导率 κ 公式也会发生相应改变。作为上述实施例的一种特殊的实现方式,若所述待测纳米尺度材料用于热导率测试的部分与基片介质

层直接相接触,即所述绝缘介质层的厚度为零,则热导率 κ 公式中 $\frac{\pi^2 L A_1}{(\frac{d_1}{\kappa_1} + \frac{\sqrt{\kappa_2 / c_2} \pi f}{\kappa_2})}$ 项简化为

$$\frac{\pi^2 L A_1}{\frac{\sqrt{\kappa_2 / c_2} \pi f}{\kappa_2}}。$$

[0055] 上述实施例中,在气体氛围的环境温度为 T_0 时进行的相应测试中,所述气体氛围也可以不填充任何气体,直接为真空,对应的热导率 κ 公式也会发生相应改变。作为上述实施例的一种特殊的实现方式,在气体氛围的环境温度为 T_0 时,若气体氛围的填充气体为真

空,则热导率 κ 公式中 $\frac{\pi^2 L A_2}{\frac{\sqrt{\kappa_3 / c_3} \pi f}{\kappa_3}}$ 项值为0。

[0056] 优选地,为保证测量结果的准确性,所述待测纳米尺度材料用于热导率测试部分的线宽 w 和厚度 d 范围均为1nm~1000nm。

[0057] 优选地,所述待测纳米尺度材料用于热导率测试部分的线宽 w 和线长 L 之间满足 $L \geq 10 * w$,以保证对纳米丝进行分析时可视为一维线型结构。

[0058] 优选地,所述待测纳米尺度材料为半导体材料,如Si、GeTe、 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ 、 Sb_2Te_3 等。

[0059] 优选地,所述绝缘介质层厚度小于热波在其中的穿透深度 λ_1 , $\lambda_1 = \sqrt{\kappa_1 / c_1 \pi f}$, 所述基片介质层厚度大于热波在其中的穿透深度 λ_2 , $\lambda_2 = \sqrt{\kappa_2 / c_2 \pi f}$ 。

[0060] 实施例2:

[0061] 如图1至图3所示,本发明实施例还提供一种纳米尺度材料热导率的测试装置,其可以用于实现上述纳米尺度材料热导率的测试方法,该装置包括加热炉5、信号发生器7、功率放大器8、可调电阻箱9、单增益差动放大器10以及锁相放大器11,所述加热炉5内放置有衬底,用于放置两端镀完电极2的待测纳米尺度材料1,所述加热炉5内设有测温热电偶6;所述信号发生器7与所述功率放大器8电连接,所述功率放大器8用于与待测纳米尺度材料1一端的电极2电连接,所述可调电阻箱9用于与待测纳米尺度材料1另一端的电极2电连接,所述信号发生器7用于产生已知频率和幅值的正弦交变信号并传递给所述功率放大器,所述功率放大器用于将信号发生器输入的电信号转变为电流信号并放大,以驱动加热待测纳米尺度材料1和驱动可调电阻箱9,所述可调电阻箱9用于提供电流激励下仅含基波电压的电压信号;所述单增益差动放大器10具有两个,其中一个单增益差动放大器10用于与待测纳米尺度材料1两端的电极2电连接,另外一个单增益差动放大器10与所述可调电阻箱9电连

接,两个所述单增益差动放大器10分别用于从电极提取待测纳米尺度材料1两端电压信号以及从可调电阻箱9提取电压信号,并将上述两电压信号输入至锁相放大器11;所述锁相放大器11用于在待测纳米尺度材料上电压信号、可调电阻箱上电压信号中分离出基波电压以及三倍频电压。

[0062] 作为优选地,所述衬底包括基片介质层4以及位于基片介质层4上方的绝缘介质层3,防止施加激励电流时会有漏电流。

[0063] 使用时,将加热炉内温度升至 T_0 ,稳定后通过热电偶6记录炉内温度 T_0 。信号发生器7输出 $I_0 \sin \omega t$ 的电信号,经功率放大器8转变为电流信号并驱动加热待测纳米尺度材料1和可调电阻箱9,待测纳米尺度材料1和可调电阻箱9上电压信号分别经相应的单增益差动放大器10输入至锁相放大器11,选择基频 ω 的电压信号并进行差分。调节可调电阻箱9的阻值至锁相放大器11示数为0,此时可调电阻箱9的阻值 R_0 即待测纳米尺度材料1在温度 T_0 时的阻值。调节加热炉5内温度,重复上述操作,测得一系列不同温度下待测纳米尺度材料的电阻值。调节加热炉5内温度至 T_0 、可调电阻箱9阻值至 R_0 ,信号发生器7输出 $I_0 \sin \omega t$ 的电信号,经功率放大器8转变为电流信号并驱动加热待测纳米尺度材料1和可调电阻箱9,待测纳米尺度材料1和可调电阻箱9上电压信号分别经相应的单增益差动放大器10输入至锁相放大器11,选择频率为 3ω 的三倍频电压信号并进行差分,锁相放大器11电压示数即为待测纳米尺度材料上的三倍频电压 $V_{3\omega}$ 。调节信号发生器7输出电信号幅值,测得不同电流幅值驱动下待测纳米尺度材料1上的三倍频电压。将上述测试结果带入热导率公式(3)中即可得到待测纳米尺度材料1在温度 T_0 时的热导率值。

[0064] 下面以一种相变材料 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ (GST) 为例演示本测量方法和测试系统测定材料纳米尺度下热导率的过程:

[0065] 取一片长有二氧化硅绝缘层的单晶硅基片,其二氧化硅层厚度为1000nm,二氧化硅热导率为 1.34W/mK ;单晶硅基片厚度500um,热导率为 149W/mK ,热容为 $2.1364\text{J/K}\cdot\text{cm}^3$ 。通过lift-off工艺使用电子束曝光并显影出纳米图形,并用激光脉冲沉积GST材料,剥离得到GST纳米结构,该待测纳米尺度材料用于热导率测试的部分的尺寸为线长 $L=2\mu\text{m}$ 、线宽 $w=100\text{nm}$ 、厚度 $d=80\text{nm}$ 。进行再一次的lift-off工艺在GST材料两端覆盖电极,电极材料为铂。由于使用激光脉冲沉积得到的GST材料为非晶态,阻值极高不便于测试,需要进行退火操作至介稳的阻值较低的四方态。将上述的纳米尺度GST材料测试结构置于加热炉中,升温至 190°C 保持30min后缓慢降温至室温,完成退火操作。通过加热炉加热,测试不同温度下纳米尺度GST材料的电阻值,得到温度及电阻数据参见图4,并根据炉内温度和相应温度下纳米尺度GST材料的电阻值计算出材料的温度电阻系数为 $-461.2\Omega/\text{K}$ 。

[0066] 待炉内温度降至室温稳定,炉内气体氛围为空气,室温下空气热导率为 0.02552W/mK ,热容为 $0.0001479\text{J/K}\cdot\text{cm}^3$,经测试GST纳米线电阻为 $215\text{K}\Omega$ 。通过信号发生器产生频率200HZ幅值2uA的正弦交变电流信号施加于待测纳米尺度GST材料上,将锁相放大器调至差分模式并选择基频信号“Harm#”为1,调节可变电阻箱阻值,至锁相放大器上两端信号之差为0。调节锁相放大器调至差分模式并选择三倍频信号“Harm#”为3,测量该频率及激励电流下纳米尺度GST材料上的三倍频电压信号 $V_{3\omega}$,相关数据参见图5,取均值为 0.001626V 。利用 $\lambda=\sqrt{\kappa/c\pi f}$ 计算该频率下热波在二氧化硅以及单晶硅中的热穿透深度分别为 $33.18\mu\text{m}$ 和 $333.33\mu\text{m}$,说明热波完全穿过二氧化硅层但未穿透单晶硅层,因此符合本发明中热导率公

式描述的情形,将上述数据带入纳米材料热导率表达式(3)中计算得到上述尺寸GST纳米材料在室温下的热导率值为0.84477W/mK。相比于使用原适用于纳米尺度材料悬空下的热导率公式 $\kappa = \frac{\sqrt{2}I_0^3 R_0 R' L}{V_{3\omega} \pi^4 S}$ 计算得到的热导率值1.77073W/mK,使用本发明中的公式能有效修正经由衬底接触传热以及空气氛围散热造成的影响,使测试结果更加准确。

[0067] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

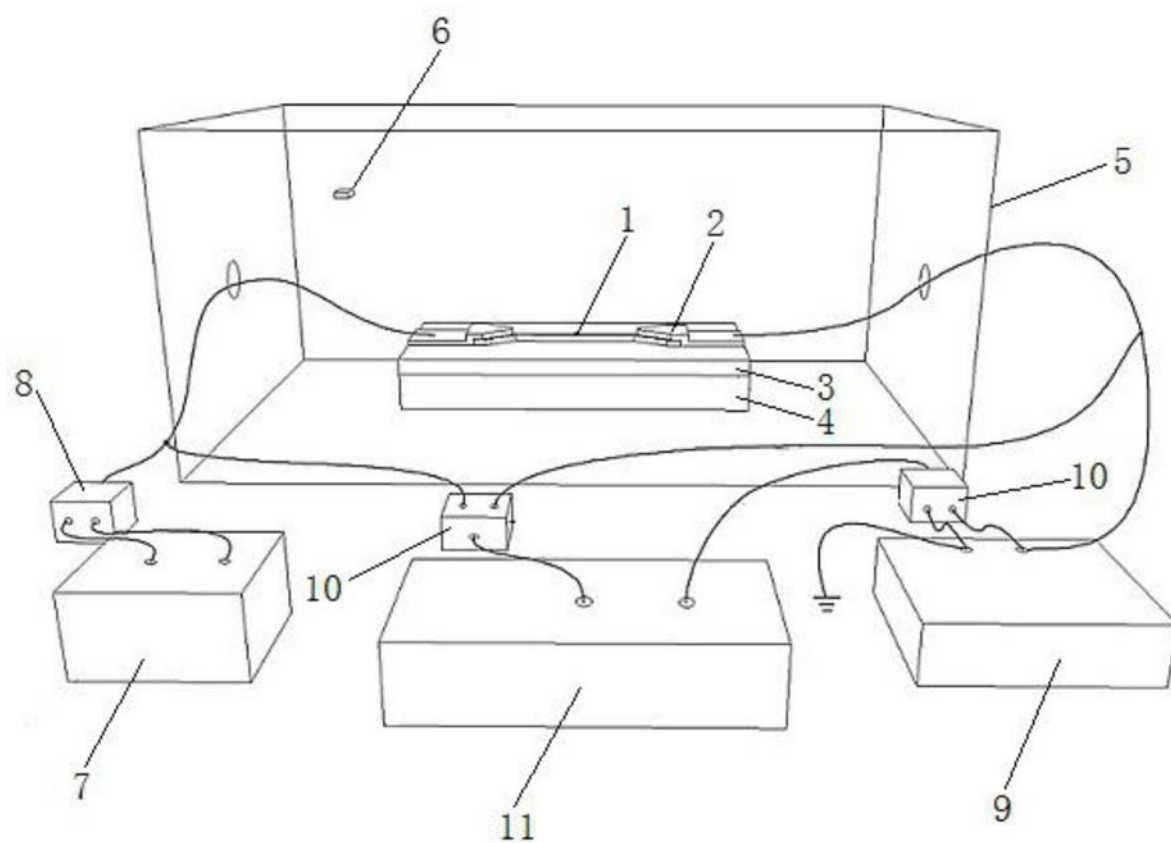


图1

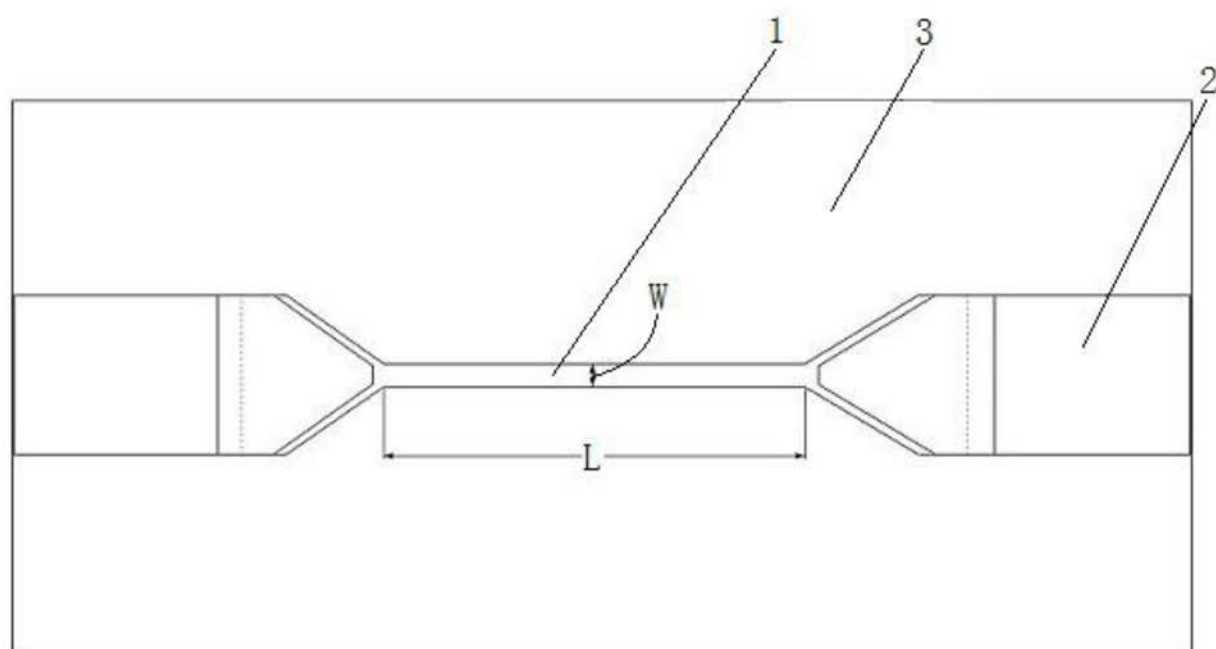


图2

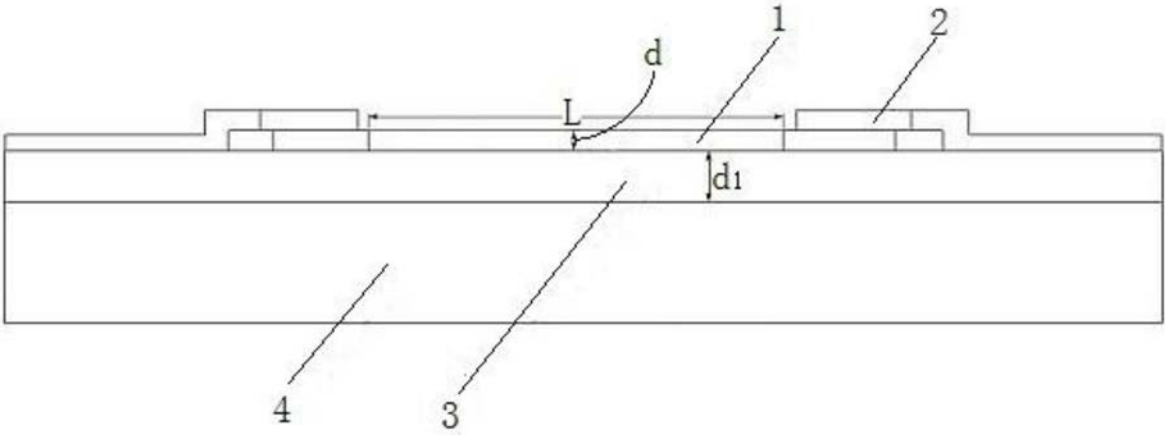


图3

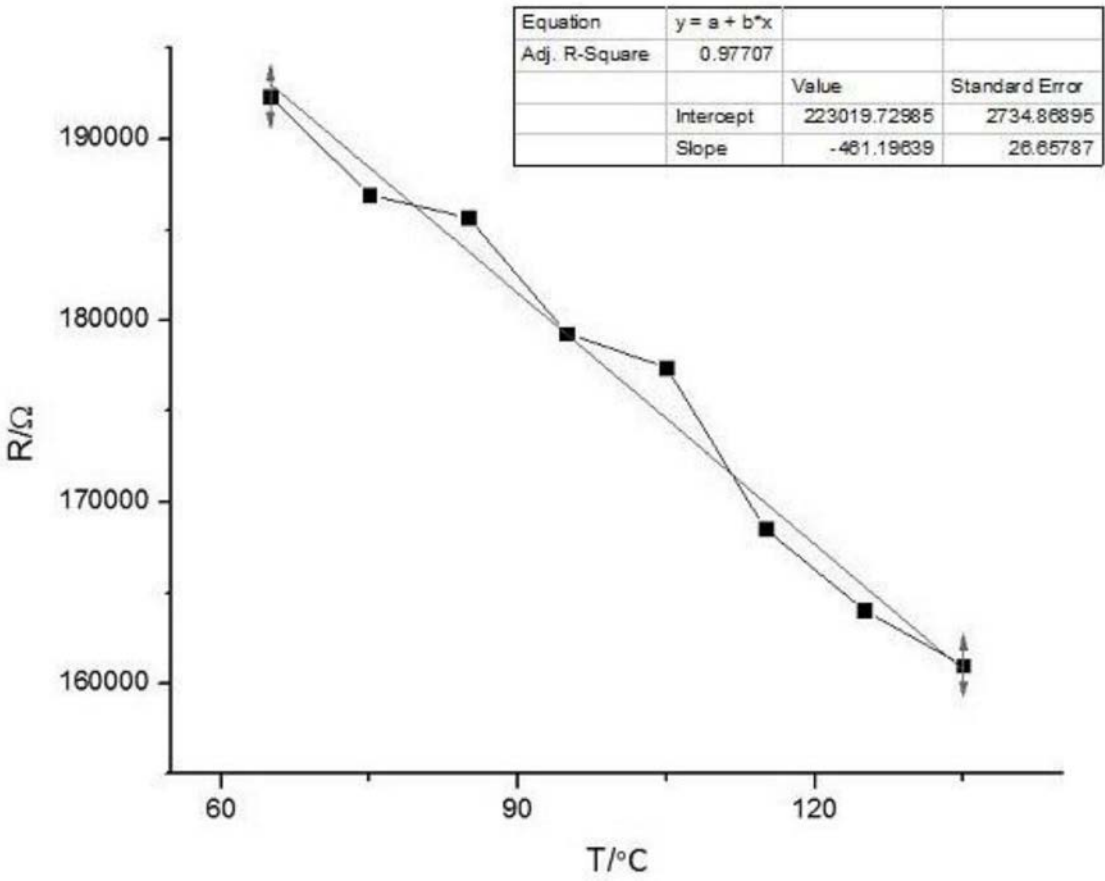


图4

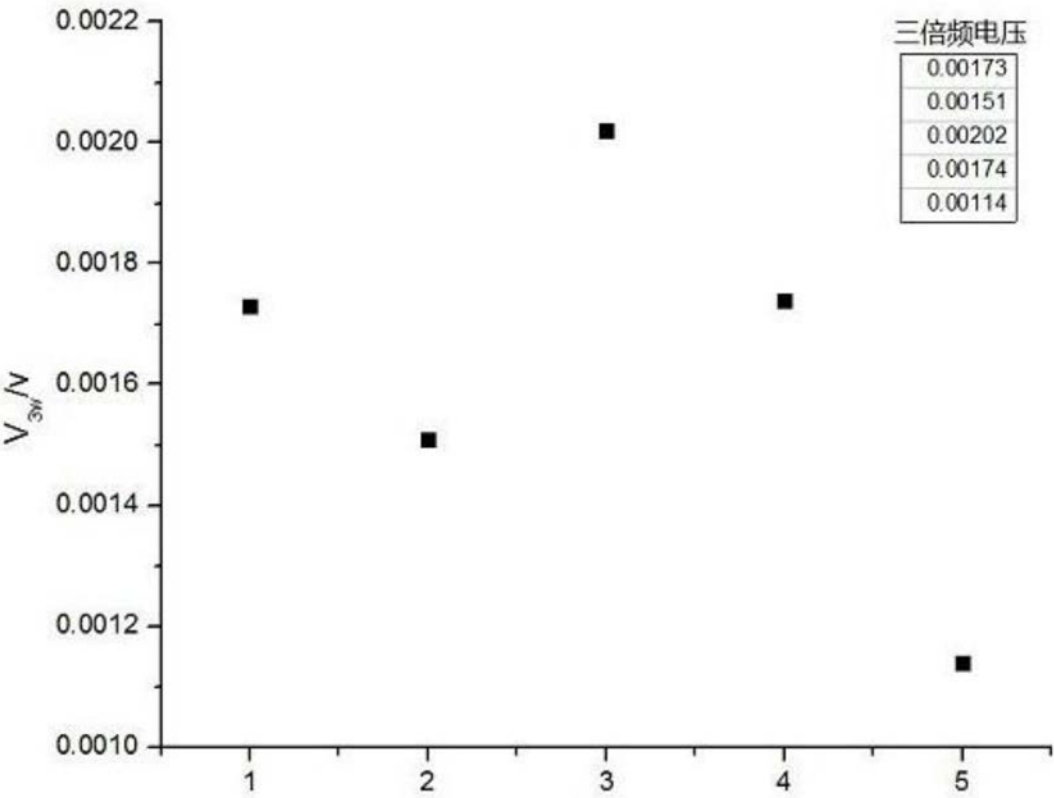


图5