

Si₃N₄ 微尺度薄膜的热物性*

宋青林 夏善红 陈绍凤 张建刚

(中国科学院电子学研究所 传感技术国家重点实验室, 北京 100080)

摘要: Si₃N₄ 薄膜被广泛应用于微机械和微电子器件中, 其热物性在某些器件中显得很重要. 为了研究 Si₃N₄ 薄膜的热容、辐射、对流等热物性, 文中设计出一种悬膜结构, 并从理论上分析了此结构的传热机理. 实验中利用微机械加工技术制作出不同尺寸和厚度的 Si₃N₄ 微尺度悬膜, 并通过测试得到了 Si₃N₄ 薄膜的热学参数.

关键词: 热物性; 热容; 悬膜

PACC: 6480G; 6860; 7360H; 9160K

中图分类号: O484.4

文献标识码: A

文章编号: 0253-4177(2003)S0-0047-04

1 引言

薄膜尤其是超薄薄膜在微机械和微电子器件中占有重要的地位, 准确地对微/纳米薄膜热参数进行定量分析对器件的研究和发展具有重要的意义. Si₃N₄ 薄膜作为优良的绝缘材料, 广泛地应用于半导体器件中的表面钝化、氧化和扩散保护、DRAM、半导体场效应晶体管(MISFET)的门绝缘层、光学覆盖膜及红外探测器等器件中. 另外, Si₃N₄ 薄膜具有良好的硬度和弹性, 还被用于微电子器件和微机械传感器中作为支撑结构或运动部件^[1]. 随着器件向集成化、小型化方向发展, 这些薄膜的热物性显得越来越重要, 其热学特性决定着微电子器件工作的稳定性和可靠性.

目前, 薄膜热物性研究主要集中在热导率、热扩散率的测量上, 用于 Si₃N₄ 薄膜热导率测量技术已发展成包括静态法^[2]、3 ω 方法^[3]、瞬态反射法^[4]及扫描热显微技术^[5]在内的多种方法. 大量报道^[6]已证实薄膜材料的热物性和体材料相比有很大的差别, 这主要是由于薄膜和体材料中声子的传导机制不同造成的. 但迄今为止对微薄膜的热容、辐射及对流的研究报道较少.

一般来讲, 测量微薄膜热容、辐射、对流面临两个基本问题. 首先, 量热器和加热器占据部分热容, 并且对传热的影响较大. 第二, 用普通结构测量热参数, 由于热量损失快, 很难估算热量的损失情况. 本文针对这些问题, 提出以下方法及方案. 对于第一个问题, 采用 Pt 薄膜电阻及四端法测量技术, 薄膜电阻同时作为加热器和量热器, 减少金属膜面积并能准确测量加热器的发热功率; 对于第二个问题, 用如图 1 所示的悬膜结构来减缓热量的损失, 并在支撑腿根部制作温度补偿薄膜电阻来减缓支撑腿传热损失, 这样可以较准确地估算热量损失情况. 悬膜结构被广泛应用于红外探测器、流量传感器、微热量计等多种基于热传原理的传感器中^[7], 其热物性的研究对这些传感器的发展有着重要的意义.

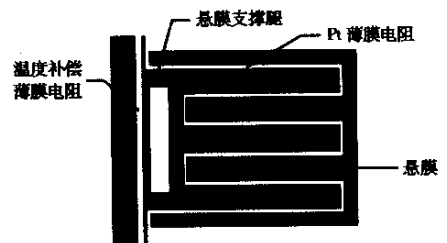


图 1 悬膜的结构示意图

Fig. 1 Structure of floating membrane

* 国家重点基础研究发展规划资助项目(No. G1999033102)

宋青林 男, 1975 年出生, 博士生, 研究方向为微传感技术及微光机电系统.

2002-09-16 收到, 2002-10-23 定稿

2 原理分析

根据传热介质的不同,悬膜总的热导 G 可以分成三部分:支撑腿热导 G_{leg} 、辐射热导 G_{rad} 、气体热导 G_{gas} ,其传热等效电路如图 2 所示。

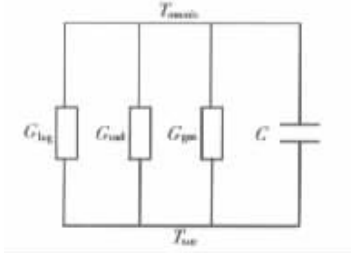


图 2 悬膜的传热等效电路

Fig. 2 Equivalent circuit for thermal transfer of the floating membrane

$$G = G_{\text{leg}} + G_{\text{rad}} + G_{\text{gas}} \quad (1)$$

支撑腿热导 G_{leg} 包括两部分: Si_3N_4 薄膜支撑腿的热导 G_{SiN} 和 Pt 薄层电阻的热导 G_{Pt} , 即:

$$G_{\text{leg}} = G_{\text{SiN}} + G_{\text{Pt}} \quad (2)$$

G_{SiN} 和 G_{Pt} 与各自的形状及材料的热导率有关。

辐射热导 G_{rad} 与薄膜的发射率 ϵ 、悬膜温度 T_{memb} 、环境温度 T_{sur} 及悬膜面积 A_{memb} 有关。如果视其上下两面的热辐射相等,悬膜辐射损失的热功率可表示为:

$$E = 2\sigma\epsilon A_{\text{memb}} (T_{\text{memb}}^4 - T_{\text{sur}}^4) \quad (3)$$

当悬膜的温度和环境温度相差不大时,上式可以转化成:

$$G_{\text{rad}} = 8\sigma\epsilon A_{\text{memb}} T_{\text{memb}}^3 \quad (4)$$

根据传热方式的不同,气体热导 G_{gas} 可以分成两部分:悬膜上一部分热量以对流形式传递,这部分可称为气体对流热导 G_{conv} ;还有一部分热量同周围气体以传导形式发生热交换,这部分可称为气体传导热导 G_{cond} ,当悬膜和衬底的距离小时,这部分热导起较大的作用,有:

$$G_{\text{cond}} = k_{\text{gas}} \frac{A_{\text{memb}}}{d} \quad (5)$$

其中 d 为膜与衬底之间的距离; k_{gas} 为空气的热导率。

悬膜损失热功率 E 和薄膜的热导 G 满足:

$$E = G(T_{\text{memb}} - T_{\text{sur}}) \quad (6)$$

在悬膜被加热及冷却的瞬态过程中,由于整个

系统处于非绝热状态,其升温 and 降温过程随时间的变化规律分别如下:

$$T(t) = \begin{cases} \Delta T(1 - \exp(-\frac{t}{\tau})) & p(t) \neq 0 \\ \Delta T(1 - \exp(\frac{t}{\tau})) & p(t) = 0 \end{cases} \quad (7)$$

其中 t 为升温或降温的时间; ΔT 为升高或降低的温度; $p(t)$ 为加热器的功率,其值不为零时代表升温过程,其值为零时代表降温过程; τ 为时间常数且满足^[8]:

$$C = G\tau \quad (8)$$

其中 C 为悬膜的热容。

3 制作工艺

利用微机械加工技术,按图 1 所示的结构制作出 Si_3N_4 微悬膜,其实物照片如图 3 所示。在 Si 片上制作出具有两支支撑腿,面积分别为 $250\mu\text{m} \times 250\mu\text{m}$ 、 $500\mu\text{m} \times 500\mu\text{m}$ 、 $1\text{mm} \times 1\text{mm}$ 的悬膜,每种悬膜的

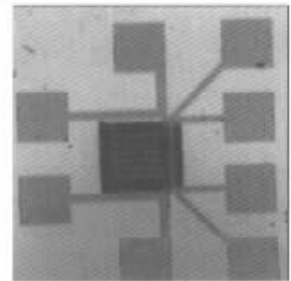


图 3 Si_3N_4 悬膜实物俯视照片

Fig. 3 A planform photograph of a floating membrane of Si_3N_4

厚度又包括 0.2、0.5、1 和 $2\mu\text{m}$ 四种。在悬膜上有加热/测温的 Pt 薄膜电阻,其线宽依次为 15、20、 $20\mu\text{m}$ 。在支撑腿根部附近处有一温度补偿电阻,其线宽依次为 30、50、 $50\mu\text{m}$ 。下面介绍一下制作此悬膜的工艺过程:

选取厚度为 $350\mu\text{m}$ 的 (100) 双面抛光 n 型单晶硅片作衬底,用低压强化学气相淀积 (LPCVD) 方法在其表面生长一层 Si_3N_4 薄膜,如图 4(a) 所示,使用的反应气体为氨气和硅烷。用 LPCVD 法生长 Si_3N_4 与常压 CVD 相比,具有均匀性好、片量大、成本低、安全性好等优点。

在 Si_3N_4 薄膜的一面溅射厚度为 100nm Pt 薄膜电阻,其形状如图 4(b)所示。Pt 薄膜电阻包括两部分:一是加热电阻,其作用是加热悬膜,为悬膜提供热量,同时也作测温用。二是温度补偿电阻,通过控制其电流的大小,达到控温作用,进而可以控制支撑腿的热传导。

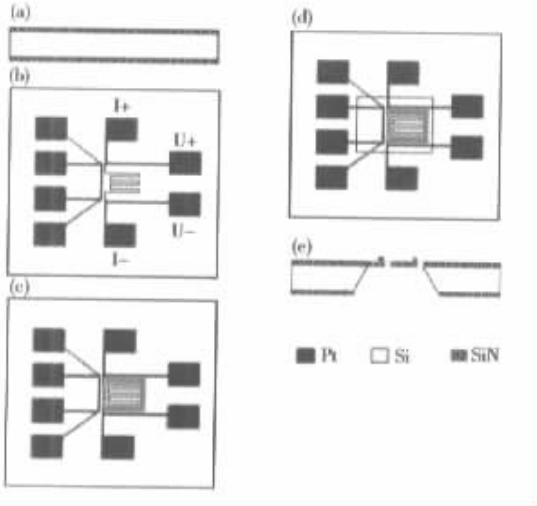


图 4 悬膜结构的工艺过程 (a)沉积 Si_3N_4 ; (b)溅射 Pt 薄膜电阻; (c)等离子刻蚀槽; (d)背面去 Si_3N_4 ; (e)腐蚀成膜
Fig. 4 Fabrication process of the floating membrane (a) Depositing Si_3N_4 ; (b) Sputtering platinum thin film as resistances; (c) Forming groove by reaction ion etching; (d) Removing the back Si_3N_4 ; (e) Etching and forming floating membrane

在 I_+ 、 I_- 两电极上通一恒电流 I , 测得 U_+ 、 U_- 两电极上的电压 U , 此电流在加热电阻上产生的焦耳热功率为 $P=UI$, 而有效加热电阻的阻值为 $R=U/I$ 。

Pt 材料是一种温度敏感材料, 薄膜加热电阻可以表示为:

$$R(T) = R_0[1 + a(T - T_0)] \quad (9)$$

其中 R_0 为温度 T_0 时 Pt 加热电阻的阻值; a 为 Pt 加热电阻的温度系数。薄膜 Pt 电阻的温度系数要比体材料温度系数小, 一般认为是由于薄膜中电子表面散射与体材料不同造成的^[9]。

由于 Si_3N_4 薄膜的热导率小, 而且又是悬膜结构, 所以加很小的电流(mA 数量级)就能使悬膜的温度升高。热量通过辐射、对流和传导的方式向周围扩散, 通过支撑腿传递的热量在所有的损失热量中占有相当的部分。为了补偿这部分热量损失, 在支撑

腿根部附近设计了一温度补偿电阻, 当悬膜的温度和温度补偿电阻附近的温度相等或接近时, 那么将有很小的热流通过支撑腿。

用 SF_6 惰性气体反应离子刻蚀方法去掉如图 4(c)所示形状的 Si_3N_4 层, 中间剩余部分的 Si_3N_4 就是悬膜的形状, 三种不同面积的悬膜所对应刻蚀槽的宽度分别为 50、100 和 100 μm , 支撑腿的宽度分别为 50、100 和 200 μm 。

正面的工艺完成后, 进行反面的工艺。为了制作出悬膜结构, 需要把反面的部分 Si_3N_4 和 Si 衬底去掉。首先, 根据硅片的厚度、悬膜的位置和大小以及(100)晶面的固定腐蚀角度, 计算出初始腐蚀面的位置和尺寸。在硅片反面相应的位置, 如图 4(d)所示方框内, 用等离子刻蚀的方法去掉 Si_3N_4 层。背面用剩余的 Si_3N_4 作掩膜, 正面用黑胶保护, 然后用 KOH 腐蚀液腐蚀掉 Si, 得到结构如图 4(e)所示的悬膜结构。

4 测试结果

4.1 Pt 薄膜电阻的温度系数

用一面积为 $250\mu\text{m} \times 250\mu\text{m}$, 厚度为 $1\mu\text{m}$ 的悬膜做实验, 分别测得不同温度时 Pt 薄膜电阻的阻值, 由(9)式计算出其温度系数约为 0.26%, 本实验中用的 Pt 溅射靶材的温度系数为 0.39%。显然, Pt 薄膜电阻的温度系数要比体材料温度系数小。

4.2 悬膜的热学特性

在室温条件下, 将所用悬膜分别放置在暴露的空气中及真空中, 在加热电阻中通直流电, 到稳定状态时, 测得电流 I 及其两端电压 U , 此时悬膜损失的热功率 $E=UI$ 。根据(9)式得到悬膜的升高的温度 ΔT , 再由(6)式得到其热导 G 的值分别为 $8.37 \times 10^{-6} \text{W/K}$, $3.1 \times 10^{-6} \text{W/K}$ 。

在真空中测量, 由于总热导 G 中缺少了气体热导 G_{gas} , 热量损失较在空气中要小, 两者的差值就是气体的热导 G_{gas} , 这里为 $5.27 \times 10^6 \text{W/K}$ 。由于悬膜温度不高且和环境温度相差不大, 此时有 $G_{\text{leg}} \approx G = 3.1 \times 10^6 \text{W/K}$ 。

利用此测量结构还可以测量出薄膜的热导率 k 、悬膜的热容 C 、辐射热导 G_{rad} 等参数, 由于篇幅有限, 这里只做简单介绍。(2)式经过进一步推导后, 可

得到 G_{leg} 与薄膜的热导率 k 的关系, 由此便可得出 k 值; 测得时间常数 τ , 根据(8)式便可以求 C 值; 在真空条件下, 对悬膜加较高的温度, 辐射热导 G_{rad} 变大, 测量得到此时的热导, 由(1)式便能得到辐射热导 G_{rad} .

5 小结

我们利用微机械加工技术, 制作出不同尺寸和厚度的 Si_3N_4 悬膜, 其热导包括支撑腿热导 G_{leg} 、辐射热导 G_{rad} 及气体热导 G_{gas} , 这三个参数以及薄膜的热导率 k 、热容 C 都可以经过测量得到.

本文中介绍的测量结构还可以进一步改进. 支撑腿的长度还可以加长变细, 这样可以减小其支撑腿的热导 G_{leg} , 使辐射热导 G_{rad} 和气体热导 G_{gas} 的测量更容易, 结果更精确; 加热器和电极之间的连接线, 可以由 Pt 薄膜改为 Ni-Cr 合金薄膜, Ni-Cr 合金薄膜的特点是导电性能好而导热性能差, 利用这一特点可以减小导电薄膜的那部分热导.

参考文献

[1] Dauderstädt U A, De Vries P H S, Hiratsuka R, et al. Silicon

accelerometer based on thermopiles. *Sensors and Actuators A*, 1995, 46~47:201

[2] Zhang Xiang, Grigoropoulos C P. Thermal conductivity and diffusivity of free standing silicon nitride thin films. *Rev Sci Instrum*, 1995, 66:127:1115

[3] Lee S M, Cahill D G. Heat transport in thin dielectric films. *J Appl Phys*, 1997, 81:2590

[4] Käding O W, Skurk H, Goodson K E. Thermal conduction in metallized silicon-dioxide layers on silicon. *Appl Phys Lett*, 1994, 65(13):1629

[5] Callard S, Tallarida G, Borghesi A, et al. Thermal conductivity of SiO_2 films by scanning thermal microscopy. *J Non-Cryst Solides*, 1999, 245:203

[6] Lee S M, Cahill D G. Transport in thin dielectric films. *J Appl Phys*, 1997, 81:2590

[7] Van Herwaarden A W, Van Duyn D C, Van Oudheusden B W, et al. Integrated thermopile sensors. *Sensors and Actuators*, 1989, A21~23:621

[8] Erisson P, Andersson J Y, Stemme G. Thermal characterization of surface micromachined silicon nitride membranes for thermal infrared detectors. *J MEMS*, 1997, 6(1):55

[9] Liddiard K C. Thin-film resistance bolometer IR detectors. *Infrared Phys*, 1984, 24(1):57

Thermal Characteristics of Silicon Nitride Thin Membrane*

Song Qinglin, Xia Shanhong, Chen Shaofeng and Zhang Jiangan

(State Key Laboratory of Transducer Technology, Institute of Electronics,
The Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080, China)

Abstract: For researching on the thermal characteristics of silicon nitride thin membrane such as heat capacity, radiation, convection, and so on, a kind of floating membrane is designed. And thermal transfer mechanism of the floating membrane is analyzed. Si_3N_4 floating membranes with different areas and thicknesses are fabricated by using micro-fabrication techniques, and their several thermal parameters of them are obtained from experiments.

Key words: thermal characteristics; heat capacity; floating membrane

PACC: 6480G; 6860; 7360H; 9160K

Article ID: 0253-4177(2003)S0-0047-04

* Project supported by State Key Development Program for Basic Research of China(No. G1999033102)

Song Qinglin male, was born in 1975, PhD candidate. He is engaged in the research on the micro-transducer technology and micro-opto-electro-mechanical system.