

## 氧化钒/多孔硅/硅结构的微观形貌、纳米力学及温敏特性

杨海波\* 胡明\* 梁继然 张绪瑞 刘志刚

(天津大学电子信息工程学院, 天津 300072)

**摘要:** 采用电化学腐蚀法在硅晶片表面形成多孔硅, 利用直流对靶反应磁控溅射方法在不同电流密度条件下制备的多孔硅样品表面上溅射沉积了  $\text{VO}_x$  薄膜, 获得了氧化钒/多孔硅/硅( $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$ )结构. 采用场发射扫描电镜(FESEM)观测多孔硅及  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的微观形貌, 采用纳米压痕仪器测量  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的纳米力学特性, 通过电阻-功率曲线分析研究其温度敏感特性. 实验结果表明, 在 40 和 80  $\text{mA}\cdot\text{cm}^{-2}$  电流密度下制备多孔硅的平均孔径分别为 18 和 24 nm, 用显微拉曼光谱法(MRS)测量其热导率分别为 3.282 和 1.278  $\text{kW}\cdot\text{K}^{-1}$ ;  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的电阻随功率变化的平均速率分别为  $60\times 10^9$  和  $100\times 10^9 \Omega\cdot\text{W}^{-1}$ ,  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的显微硬度分别为 1.917 和 0.928 GPa. 实验结果表明, 多孔硅的微观形貌对  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的纳米力学及温敏特性有很大的影响, 大孔隙率多孔硅基底上制备的  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构比小孔隙率多孔硅基底上制备的具有更高的温度灵敏度, 但其机械稳定性也随之下降.

**关键词:** 氧化钒; 多孔硅; 微观结构; 纳米力学; 温敏特性

**中图分类号:** O647; TN402

## Microstructure, Nano-Mechanical and Temperature Sensitive Properties of $\text{VO}_x$ /Porous Silicon/Si Structure

YANG Hai-Bo\* HU Ming\* LIANG Ji-Ran ZHANG Xu-Rui LIU Zhi-Gang

(School of Electronic Information Engineering, Tianjin University, Tianjin 300072, P. R. China)

**Abstract:** Porous silicon (PS) was formed on the surface of silicon wafer by electrochemical etching method under different current densities. In order to form  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  structure, vanadium oxide thin films were deposited on PS surface utilizing novel facing targets DC reactive sputtering technique. Field emission scanning electron microscope (FESEM) was utilized to observe the microstructure of PS and  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  structure, the nano-mechanical property of  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  structure was studied by nanoindenter instrument, and the temperature sensitive property was analyzed with resistance-power curves. The results showed that the average pore sizes of PS samples prepared under current densities of 40 and 80  $\text{mA}\cdot\text{cm}^{-2}$  were 18 and 24 nm, and the thermal conductivities tested by micro Raman spectroscopy were 3.282 and 1.278  $\text{kW}\cdot\text{K}^{-1}$ , respectively. The average speeds of resistance varying with power for  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  structure were  $60\times 10^9$  and  $100\times 10^9 \Omega\cdot\text{W}^{-1}$ , and the nano-hardness were 1.917 and 0.928 GPa, respectively. The experimental results indicated that the microstructure of PS had great influence on the nano-mechanical property and temperature sensitivity of  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  structure; this structure formed on PS with high porosity had better temperature sensitivity than PS with low porosity, but a worse mechanical stability.

**Key Words:** Vanadium oxide; Porous silicon; Microstructure; Nano-mechanical; Temperature sensitivity

在微机电系统(MEMS)材料中, 氧化钒( $\text{VO}_x$ )薄膜以其优异的物理和化学性能, 已被广泛地应用于光开关器件<sup>[1]</sup>、可擦写存储器<sup>[2]</sup>、锂离子电池电极<sup>[3]</sup>、薄膜电池<sup>[4]</sup>、化学催化剂<sup>[5]</sup>、热红外探测器<sup>[6]</sup>等诸多领

Received: January 15, 2008; Revised: February 26, 2008; Published on Web: April 25, 2008.

\*Corresponding authors. Email: yanghaibo23@163.com, huming@tju.edu.cn; Tel: +8622-27402372.

国家自然科学基金(60371030, 60771019)资助项目

域. 尤其在非制冷红外测辐射热计应用中, 氧化钒 ( $\text{VO}_x$ ) 薄膜以其适中的电阻、高的电阻温度系数 TCR ( $-2 \sim -6 \% \cdot \text{K}^{-1}$ )<sup>[7]</sup> 以及可与半导体工艺兼容的制备工艺, 成为首选的敏感元热敏电阻材料. 在非制冷红外微测辐射热计的制作过程中, 除了采用各种方法提高  $\text{VO}_x$  薄膜的 TCR 外, 还应该努力提高  $\text{VO}_x$  敏感元结构的绝热性能, 以提高器件的响应率和探测率. 目前, 微测辐射热计的绝热结构一般是通过以下两种方式实现的, 一种是采用 MEMS 工艺实现的悬浮结构<sup>[8]</sup>, 它具有优异的绝热性能, 但是其制作工艺过程复杂, 机械性能可靠性差; 另一种是在探测元材料与基底之间采用热导率比较低的材料如石英<sup>[9]</sup>、聚合物膜<sup>[10]</sup>等, 但这些材料的制作工艺往往与 MEMS 工艺不兼容, 会造成成本的上升.

多孔硅(PS)以其独特的多孔结构使其拥有远低于硅的热导率, 可以作为绝热层材料应用于 MEMS 低功耗微测辐射热计工艺中<sup>[11]</sup>. 采用多孔硅作为绝热层以替代传统的热隔离结构, 可以大大提高微热敏传感器的灵敏度和稳定性<sup>[12]</sup>. 由于多孔硅的微观结构及表面形貌影响其上所沉积薄膜的热学<sup>[13]</sup>、电学<sup>[14]</sup>、光学<sup>[15]</sup>等性质, 在多孔硅上沉积薄膜的微观结构及性能与多孔硅结合情况与传统的基底不同. 在微测辐射热计制作工艺过程中,  $\text{VO}_x$  薄膜材料沉积在多孔硅上制作器件时对多孔硅薄膜强度及微观结构提出要求, 例如: 工艺应力和残余应力的存在容易导致器件在工艺过程中发生诸如龟裂、褶皱、脱落等形式的损伤和损坏<sup>[16]</sup>, 也会导致微器件单元发生形变、失稳、信号误传导<sup>[17]</sup>. 因此, 对于以多孔硅为基底的  $\text{VO}_x$  薄膜体系的性能研究成为必要, 如何在多孔硅基底上制备出具有优良性能的  $\text{VO}_x$  薄膜以及解决薄膜沉积过程中的工艺问题具有重要意义.

本文制备了微测辐射热计中热敏感材料  $\text{VO}_x$  薄膜以及绝热层多孔硅, 并对形成的  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  薄膜体系进行了力学和绝热性能测试. 研究了多孔硅基底的表面微观结构对其上沉积  $\text{VO}_x$  薄膜的微观结构及晶粒生长过程的影响, 同时进行了  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  薄膜体系的纳米力学性能研究, 并对其热敏性能

进行了电阻-功率曲线比较测试, 获得了多孔硅基底上制备优良性能  $\text{VO}_x$  薄膜的条件.

## 1 实验

实验中所用单晶硅片采用(100)晶向的单面抛光  $p^+$ 型硅片, 其厚度为 380–420  $\mu\text{m}$ , 电阻率  $<0.01 \Omega \cdot \text{cm}$ . 采用双槽电化学腐蚀法在室温条件下进行多孔硅的制备, 为进行对比实验, 腐蚀电流密度分别采用 40 和 80  $\text{mA} \cdot \text{cm}^{-2}$ , 腐蚀液氢氟酸(HF)浓度为 20%, 腐蚀时间均为 30 min. 采用对靶磁控溅射镀膜法在所形成的多孔硅基底表面沉积  $\text{VO}_x$  薄膜, 实验装置为 DPS-III 型超高真空对靶磁控溅射镀膜机(中国科学院沈阳科学仪器研制中心有限公司), 靶材采用金属钒(纯度为 99.95%), 溅射氧化钒薄膜时本底真空度为  $2 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ , 工作气压为 2 Pa, 所用功率为 200 W, 溅射时间 1 h, 工作气体 Ar、反应气体  $\text{O}_2$  的流量分别为 48 和 0.4  $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ , 形成的  $\text{VO}_x$  薄膜电极尺寸为 0.2  $\text{cm} \times 1.9 \text{ cm}$ , 厚度约为 200 nm. 为了在电性能测试中电源的两个电极与  $\text{VO}_x$  电阻间有良好的欧姆接触, 采用磁控溅射的方法在氧化钒薄膜电极两端再溅射一层铜金属膜作为接触电极,  $\text{VO}_x$  薄膜电极尺寸为 0.6  $\text{cm} \times 0.6 \text{ cm}$ .

实验采用质量称重法测量多孔硅样品的孔隙率; 多孔硅厚度测量采用 Olympus STM6-LM 型测量显微镜, 精确度为 0.1  $\mu\text{m}$ ; 多孔硅样品的表面微观形貌采用 JEOL JSM-6700F 型场致发射扫描式电子显微镜(FESEM)(日本电子株式会社)来观测. 采用 Renishaw 公司生产的 RM2000 型显微拉曼光谱仪(MRS)来测量不同电流密度下制备多孔硅样品的热导率, 拉曼位移范围 100–4000  $\text{cm}^{-1}$ , 光谱分辨率为 1  $\text{cm}^{-1}$ , 氦离子激光波长为 514 nm, 束斑直径为 5  $\mu\text{m}$ , 激光最大功率为 4.7 mW; 采用美国 MTS 公司生产的纳米压入测量仪器 Nano Indenter XP 来测量  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的显微硬度和杨氏模量, 压头为三棱锥的玻氏针(Berkovich tip), 半锥角 70.3°, 压头曲率半径 40–50 nm, 中心线和面的夹角精度  $\pm 0.025^\circ$ , 位移分辨率  $<0.01 \text{ nm}$ , 实验中压入深度为 200 nm; 采

表 1 多孔硅及氧化钒薄膜实验参数

Table 1 Experimental parameters of PS and  $\text{VO}_x$  thin films

Sample	Current density ( $\text{mA} \cdot \text{cm}^{-2}$ )	Etch time (min)	Porosity (%)	Thickness ( $\mu\text{m}$ )	Average pore diameter (nm)	Thermal conductivity ( $\text{kW} \cdot \text{K}^{-1}$ )	Hardness of $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$ (GPa)	Young's modulus of $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$ (GPa)
1#	40	30	50	52	18	3.282	1.917	31.087
2#	80	30	75	80	24	1.278	0.928	16.921

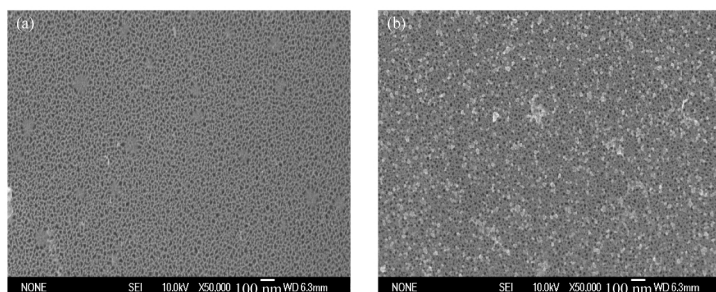


图1 不同腐蚀电流密度下制备的多孔硅表面 FESEM 照片  
 Fig.1 FESEM images of PS prepared under different current densities  
 (a)  $40 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-2}$ , (b)  $80 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-2}$

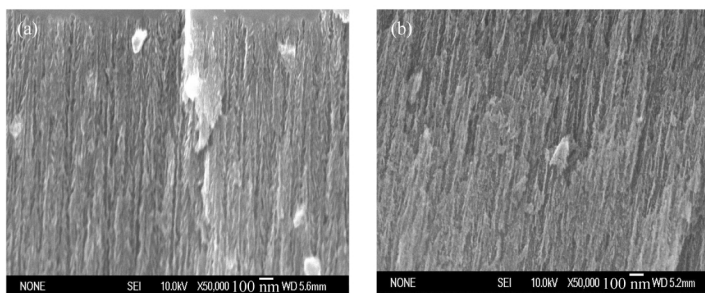


图2 不同腐蚀电流密度下制备的多孔硅断面 FESEM 照片  
 Fig.2 FESEM cross-sectional images of PS prepared under different current densities  
 (a)  $40 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-2}$ , (b)  $80 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-2}$

用 ZF-9 恒电位-恒电流仪(上海正方电子电器有限公司)测量  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的温度敏感性. 测量所得不同电流密度条件下制备的多孔硅样品的孔隙率、厚度、平均孔径、热导率以及  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的平均硬度及杨氏模量数值, 如表 1 所示.

## 2 结果与讨论

### 2.1 $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$ 结构绝热层 PS 微观结构

由电化学腐蚀方法得到的多孔硅厚度在微米量级, 它属于一种薄膜材料, 如图1和图2为不同腐蚀电流密度条件下制备的多孔硅表面和断面的 FESEM 照片, 从图中可以看出电流密度为  $80 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-2}$  形成多孔硅的孔径要比电流密度为  $40 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-2}$  形成多孔硅的孔径大, 这是由于多孔硅的形成过程是硅片内部的空穴载流子向表面运动, 与腐蚀液反应, 对硅片进行横向及纵向腐蚀, 电流密度的增大加速了载流子运动, 从而促进了反应过程的进行. 这种现象可以用量子限制效应来解释<sup>[19]</sup>: 随着多孔硅孔径逐渐变大, 孔与孔之间就会形成一个硅柱, 硅柱的尺寸逐渐减小, 当小到一定程度时, 就可以把这些硅柱看作是一个个的硅量子线. 许多硅量子线组成量子线阵列. 量子线阵列在硅和多孔硅的接触处形成势垒, 此

时空穴需要附加的能量  $E_q$  才能跃过此势垒以形成对硅的腐蚀. 随着腐蚀的进行, 量子线阵列形成的势垒会越来越高, 当势垒大于外加电压时, 腐蚀就会停止. 电流密度越大, 量子限制效应就会越明显<sup>[19]</sup>.

### 2.2 PS 表面 $\text{VO}_x$ 薄膜生长过程分析

图3为  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的薄膜表面 SEM 形貌, 可以看到室温溅射的表层  $\text{VO}_x$  薄膜样品由长约 100 nm, 直径 10–20 nm 的棒状微粒组成, 并呈现随机取向分布.  $\text{VO}_x$  薄膜先多孔硅孔洞之间的硅柱上生长, 逐渐将多孔硅孔洞覆盖, 最后形成独立微粒, 连接成微粒均匀的致密薄膜. 与图1相比, 沉积氧化钒薄膜后, 多孔硅孔密度变得稀疏, 孔径变小, 部分孔洞已被填

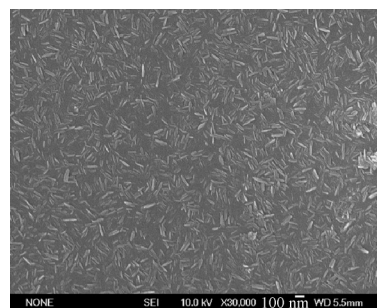


图3 PS 表面  $\text{VO}_x$  薄膜 SEM 形貌  
 Fig.3 SEM image of  $\text{VO}_x$  thin films on PS surface

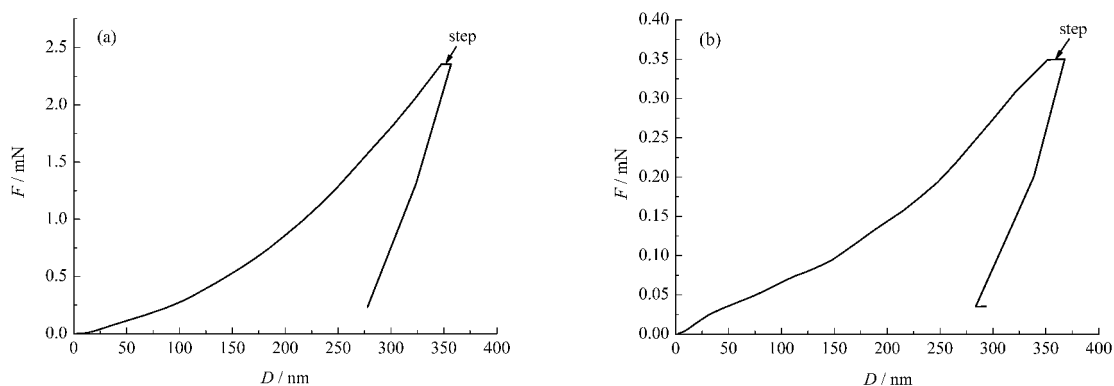


图4 不同腐蚀电流密度下 VO<sub>x</sub>/PS/Si 薄膜载荷-深度曲线

Fig.4 Load-depth curves of VO<sub>x</sub>/PS/Si thin film prepared under different corrosion current densities (a) 40 mA·cm<sup>-2</sup>, (b) 80 mA·cm<sup>-2</sup>

上;由于VO<sub>x</sub>微粒尺寸比多孔硅的孔洞尺寸要大,微粒不能完全填充到多孔硅孔洞内部,VO<sub>x</sub>表面形貌并未完全体现出多孔硅的表面形貌,但是,多孔硅的微观结构在一定程度上影响了VO<sub>x</sub>微粒分布。

实验结果与文献[20]中所提到的在Si基底表面形成VO<sub>x</sub>薄膜的表面形貌并没有太大差异,这说明多孔硅多孔状的微观结构可以作为良好绝热层的同时并不影响沉积在其表面的VO<sub>x</sub>薄膜性能,表面仍然能够形成微粒均匀、膜层致密的VO<sub>x</sub>薄膜,比Si基底具有更大的优势。但是,从微观结构角度分析,基底表面的形态是影响溅射离子在基底表面扩散运动的重要因素之一<sup>[21]</sup>,它能够影响薄膜的形核密度和粒子之间的反应程度。薄膜在尺寸为几十纳米硅颗粒和孔洞组成的多孔硅基底表面生长行为不同于在光滑基底表面的凝聚态行为,由于多孔硅表面具有多孔性结构对薄膜生长过程中到达基底表面粒子的扩散有抑制作用,会降低稳定核的大小。这就需要增加反应活性粒子在多孔硅表面的表面迁移能量

(如利用提高基底温度等方法<sup>[22]</sup>)促进粒子在表面的扩散运动,使得粒子之间碰撞结合几率增大,稳定核尺寸增大<sup>[23]</sup>。

### 2.3 VO<sub>x</sub>/PS/Si 薄膜纳米力学特性分析

实验对于不同孔隙率多孔硅样品形成的VO<sub>x</sub>/PS/Si结构进行纳米压痕力学性能测量。纳米压痕测试的关键问题是如何从载荷-深度数据中提取可靠的力学参数<sup>[24]</sup>,首先要建立加载卸载载荷-深度关系,以获得诸如硬度和弹性模量等力学参数。

测试过程中以一定载荷压入被测材料表面,由压痕的深度求出材料的硬度。用载荷与压入深度曲线可完整地描述涂层材料的力学特性,载荷与压入深度曲线上的台阶可用于描述薄膜的断裂失效<sup>[25]</sup>。图4为VO<sub>x</sub>/PS/Si结构纳米压痕试验中典型的载荷-深度曲线。曲线在加载过程(曲线上升阶段)中试样表面首先发生的是弹性变形,随着载荷进一步提高,塑性变形开始出现并逐步增大;卸载过程(曲线下降阶段)主要是弹性变形恢复的过程,而塑性变形

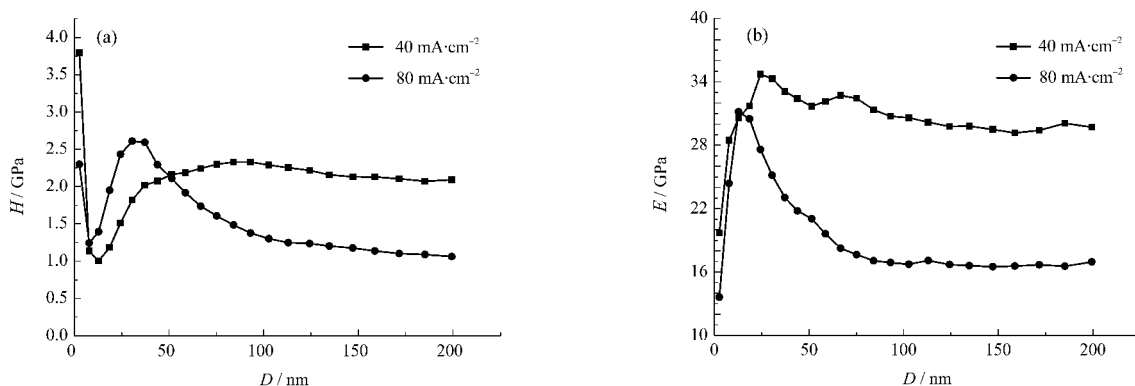


图5 VO<sub>x</sub>/PS/Si 结构硬度(a)和弹性模量(b)与深度关系曲线

Fig.5 Relationship between hardness (a), Young's modulus (b) and depth curves of VO<sub>x</sub>/PS/Si structure

最终使得样品表面形成了压痕. 两个样品最大加载载荷力分别为 2.35 和 0.35 mN, 1# 品所需加载力较大, 2# 样品所需最大加载力较小, 这是因为 1# 样品中多孔硅更多的残存互联硅柱使之需要克服较大的加载载荷. 另外, 在两条曲线顶端, 出现一小段近乎水平线段, 即顶端均有明显台阶出现, 说明在保压阶段, 随着深度继续增加, 样品材料有蠕变现象, 这主要是由于表层  $\text{VO}_x$  薄膜的破裂所致, 这说明  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构可能出现了径向裂纹和沿厚度方向的环向裂纹<sup>[26]</sup>. 原因是多孔硅上  $\text{VO}_x$  薄膜与多孔硅结合时存在应力, 结合不牢, 容易造成功能薄膜裂纹, 在今后的研究中需要在中间沉积缓冲层薄膜(如  $\text{SiO}_2$  等<sup>[27]</sup>)来解决复合薄膜开裂等应力问题.

图 5 为  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的硬度与弹性模量随压入深度的变化曲线, 实验结果表明不同孔隙率多孔硅基底制备的  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的力学性能有显著不同(参见表 1),  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的平均硬度和杨氏模量随着多孔硅孔隙率的增加而降低, 这说明较大孔隙率多孔硅基底上制备  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的力学性能较差. 这是因为, 随着孔隙率的增加, 多孔硅层中残存硅柱与气孔所形成的海绵状互联微结构变得越来越松散, 这种微观结构的变化使得多孔硅的机械强度不断下降<sup>[28]</sup>, 多孔硅样品微结构的松散程度也影响着沉积到其表面薄膜的以及  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的机械性能.

#### 2.4 $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$ 结构温度敏感特性分析

实验通过显微拉曼光谱法测得不同电流密度条件下(40, 80  $\text{mA}\cdot\text{cm}^{-2}$ )制备的多孔硅样品的热导率分别为 3.282 和 1.278  $\text{kW}\cdot\text{K}^{-1}$ , 说明大孔隙率的多孔硅具有更好的绝热性能. 同时, 为比较  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的温度敏感特性, 进行了薄膜电阻-功率测试, 测试结构如图 6 所示. 选用 ZF-9 恒电位-恒电流仪. 将电源的两极固定在两个铜电极上, 给  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  通过电流值, 待 30 s 电压值稳定后, 记录下数据. 按此

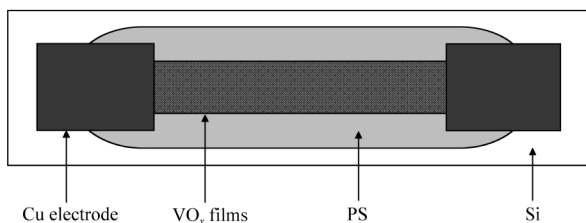


图 6  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构电阻-功率测试图

Fig.6 Scheme of  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  structure for resistance-power test

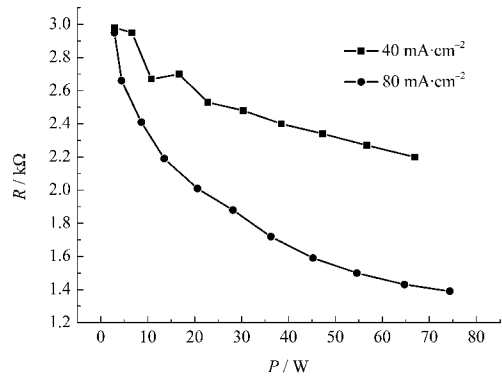


图 7  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构电阻-功率曲线

Fig.7 Resistance-power curves of  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  structure

方法将电流值逐次加大, 重复上述操作, 分别读出各个电流所对应的电压值.

当向多孔硅基底的  $\text{VO}_x$  薄膜电阻条通以固定的电流时, 电流通过薄膜电阻条时产生热效应, 使薄膜的温度升高, 当电流产生的热量和电阻的温升以及热传导达到平衡时, 由于不同孔隙率多孔硅基底的绝热性能不同,  $\text{VO}_x$  热敏电阻的温升也不同, 这一差别可通过电阻值降低的程度反映出来. 不同制备条件下的多孔硅上  $\text{VO}_x$  热敏电阻随功率变化的曲线如图 7 所示.

由于  $\text{VO}_x$  具有负的电阻温度系数, 因此其电阻值随功率的增加而下降. 当  $\text{VO}_x$  薄膜上施加功率增大时, 整个基片温度升高, 多孔硅良好的热绝缘性使得沉积在其表面上的  $\text{VO}_x$  薄膜所获得的热量不易散失. 从图 7 中曲线可以看出, 两条曲线各点处切线斜率是不同的, 1# 样品的电阻随功率变化的平均速率约为  $60\times 10^9 \Omega\cdot\text{W}^{-1}$ , 2# 样品的电阻随功率变化的平均速率约为  $100\times 10^9 \Omega\cdot\text{W}^{-1}$ , 表明在同一加热功率条件下, 后者基片温度较高, 导致  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的温度下降较快. 这是由于 2# 样品孔隙率和厚度都较前者大, 其热导率降低. 实验结果与显微拉曼光谱法实验结果相一致. 另外, 实验测试了  $\text{VO}_x$  薄膜的电阻温度系数, 得到的  $\text{VO}_x$  薄膜的室温方块电阻为 14  $\text{k}\Omega/\square$ , 电阻温度系数(TCR)为  $-2.78 \%\cdot\text{K}^{-1}$ , 这与在 Si 基底制备的  $\text{VO}_x$  薄膜性能差别不大, 说明多孔状的 PS 绝热层上制备的  $\text{VO}_x$  薄膜在具有良好的温度敏感特性的同时, 也具有良好的电阻温度系数, 适合在非制冷红外探测器中应用.

### 3 结论

制备了  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构并进行了性能测试, 研

究了多孔硅基底的表面微结构对  $\text{VO}_x$  薄膜的微观结构及生长过程的影响,同时测试了  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的纳米力学性能,并对其热敏感性进行了研究,实验结论如下。

1) 40 和 80  $\text{mA}\cdot\text{cm}^{-2}$  电流密度下制备多孔硅的孔隙率分别为50%和75%,平均孔径分别为18和 24 nm,在其它制备条件相同时,多孔硅表面孔径尺寸会随着电流密度的增加而增大。

2)  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构制备过程中,室温溅射的表层  $\text{VO}_x$  薄膜先在多孔硅孔洞之间的硅柱上形核生长,逐渐将多孔硅孔覆盖,最后联接成膜; $\text{VO}_x$  样品由长约 100 nm、直径 10–20 nm 的棒状的微粒组成,并呈现随机取向分布;其表面形貌与在 Si 基底沉积的  $\text{VO}_x$  差别不大,说明多孔硅作为绝热层的同时并不影响在其表面沉积  $\text{VO}_x$  薄膜的形貌,仍然能够形成连续致密的  $\text{VO}_x$  薄膜。

3) 通过对  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的纳米力学分析,测得其纳米硬度分别为1.917和0.928 GPa,杨氏模量分别为31.087和16.921 GPa,这说明小孔隙率多孔硅基底上制备  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  薄膜系统比大孔隙率多孔硅基底具有更高的机械稳定性,差异的原因是多孔硅的微观结构对  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构性能造成了巨大影响。

4) 采用显微拉曼光谱法测量不同孔隙率(50%和75%)多孔硅的热导率分别为3.282和1.278  $\text{kW}\cdot\text{K}^{-1}$ ,形成  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构的电阻随功率变化的平均速率分别为  $60\times 10^9$  和  $100\times 10^9 \Omega\cdot\text{W}^{-1}$ ,大孔隙率多孔硅表面  $\text{VO}_x/\text{PS}/\text{Si}$  结构电阻–功率曲线斜率较大,表明绝热性能较好,这与显微拉曼实验结果保持一致。

## References

- Wang, H. C.; Yi, X. J.; Li, Y. *Optics Communications*, **2005**, **256**: 305
- Huang, K. L.; Li, X. G.; Liu, S. Q.; Tan, N.; Chen, L. Q. *Renewable Energy*, **2008**, **33**(2): 186
- Wei, J. Y.; Li, X.; Wang, C. Z.; Zhan, S. Y.; Chen, G. *Acta Phys.-Chim. Sin.*, **2007**, **23**(7): 1090 [魏英进, 李旭, 王春忠, 詹世英, 陈岗. 物理化学学报, **2007**, **23**(7): 1090]
- Qian, P.; Zhang, H. M.; Chen, J.; Wen, Y. H.; Luo, Q. T.; Liu, Z. H.; You, D. J.; Yi, B. L. *J. Power Sources*, **2008**, **175**(1–3): 613
- Liu, J.; Zhao, Z.; Xu, C. M. *Acta Phys.-Chim. Sin.*, **2005**, **21**(2): 156 [刘坚, 赵震, 徐春明. 物理化学学报, **2005**, **21**(2): 156]
- Wang, S. B.; Xiong, B. F.; Zhou, S. B.; Huang, G.; Chen, S. H.; Yi, X. J. *Sensors and Actuators A: Physical*, **2005**, **117**(1–3): 110
- Dultsev, F. N.; Vasilieva, L. L.; Maroshina, S. M.; Pokrovsky, L. D. *Thin Solid Films*, **2006**, **510**(1–2): 255
- Fürjes, P.; Dücs, C. *Superlattices and Microstructures*, **2004**, **35**(5): 455
- Lysenko, V.; Perichon, S.; Remaki, B.; Barbier, D. *Sensors and Actuators A: Physical*, **2002**, **99**: 13
- Dong, L.; Yue, R. F.; Liu, L. T. *Sensors and Actuators A: Physical*, **2004**, **116**: 257
- Dou, Y. W.; Hu, M.; Zhong, Y.; Cui, M. *Nanotechnology and Precision Engineering*, **2005**, **3**(2): 107 [窦雁巍, 胡明, 宗杨, 崔梦. 纳米技术与精密工程, **2005**, **3**(2): 107]
- Shailesh, N.; Sharma, R. K.; Lakshmikummar, S. T. *Physica E*, **2005**, **28**: 264
- Vladimir, L.; Fabrice, B.; Sergei, A.; Vladimir, Z.; Daniel, B. *J. Phys. Chem. B*, **2005**, **109**: 19711
- Andrzej, K.; Waclaw, B.; Artur, B. *Optical Materials*, **2006**, **28**: 143
- Liu, Y.; Xiong, Z. H. *Solid State Communications*, **2003**, **127**: 583
- Balagurov, L. A.; Bayliss, S. C.; Yarkin, D. G. *Solid-State Electronics*, **2003**, **47**: 65
- Kovács, A.; Kovács, Á.; Pogány, M.; Mescheder, U. *Sensors and Actuators B: Chemical*, **2007**, **127**(1): 120
- Dong, C. J.; Kaviany, M. *J. Heat and Mass Transfer*, **2000**, **43**: 521
- Zhao, Y.; Li, D. S. *Applied Surface Science*, **2007**, **253**(10): 4566
- Lü, Y. Q. Ph. D. Dissertation. Tianjin: Tianjin University, 2007 [吕宇强. 博士学位论文. 天津: 天津大学, 2007]
- Liu, W. L.; Xing, S.; Lian, J. *Materials Science in Semiconductor Processing*, **2004**, **7**: 253
- Liu, Y.; Meng, M.; Yao, J. S.; Zha, Y. Q. *Acta Phys.-Chim. Sin.*, **2007**, **23**(5): 643 [刘咏, 孟明, 姚金松, 查宇清. 物理化学学报, **2007**, **23**(5): 643]
- Wang, H.; Li, X. D.; Jin, D. S. *Acta Phys.-Chim. Sin.*, **2006**, **22**(5): 530 [王浩, 李效东, 金东杓. 物理化学学报, **2006**, **22**(5): 530]
- Zhang, T. H. Micro/nano mechanics testing technology and application. Beijing: Machine Press, 2005, 76–80 [张泰华. 微米力学测试技术及其应用. 北京: 机械工业出版社, 2005, 76–80]
- Kaul, V. S.; Faber, K. T.; Sepúlveda, R.; Arellano, López, A. R.; Martínez-Fernández, J. *Materials Science and Engineering: A*, **2006**, **428**(1–2): 225
- Lei, Z. K.; Kang, Y. L.; Qiu, Y.; Hu, M.; Cen, H. *Chinese Physics Letters*, **2004**, **21**(7): 1377
- Yu, G. H.; Chai, C. L. *Chinese Science Bulletin*, **2002**, **47**(13): 978 [于广华, 柴春林. 科学通报, **2002**, **47**(13): 978]
- Kanjilal, A.; Song, M.; Furuya, K. *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures*, **2006**, **35**(1): 152