

## (12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织  
国际局(43) 国际公布日  
2017年5月18日 (18.05.2017) WIPO | PCT

(10) 国际公布号

WO 2017/080340 A1

(51) 国际专利分类号:  
G01R 27/02 (2006.01) B82Y 15/00 (2011.01)  
G01R 3/00 (2006.01)

210044 (CN)。杨敏 (YANG, Min); 中国江苏省南京市浦口区宁六路 219 号, Jiangsu 210044 (CN)。

(21) 国际申请号: PCT/CN2016/102073

(22) 国际申请日: 2016 年 10 月 14 日 (14.10.2016)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:  
201510758072.7 2015 年 11 月 9 日 (09.11.2015) CN

(71) 申请人: 南京信息工程大学 (NANJING UNIVERSITY OF INFORMATION SCIENCE &amp; TECHNOLOGY) [CN/CN]; 中国江苏省南京市浦口区宁六路 219 号, Jiangsu 210044 (CN)。

(72) 发明人: 张加宏 (ZHANG, Jiahong); 中国江苏省南京市浦口区宁六路 219 号, Jiangsu 210044 (CN)。赵阳 (ZHAO, Yang); 中国江苏省南京市浦口区宁六路 219 号, Jiangsu 210044 (CN)。李敏 (LI, Min); 中国江苏省南京市浦口区宁六路 219 号, Jiangsu

(74) 代理人: 南京纵横知识产权代理有限公司  
(NANJING ZONGHENG INTELLECTUAL PROPERTY AGENCY CO., LTD.); 中国江苏省南京市浦口高新区高新路 9 号自主创新广场 3 楼, Jiangsu 210032 (CN)。

(81) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

(84) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ,

[见续页]

(54) Title: NANOWIRE GIANT PIEZO-RESISTIVE PROPERTY MEASUREMENT DEVICE AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

(54) 发明名称: 纳米线巨压阻特性测量装置及其制造方法

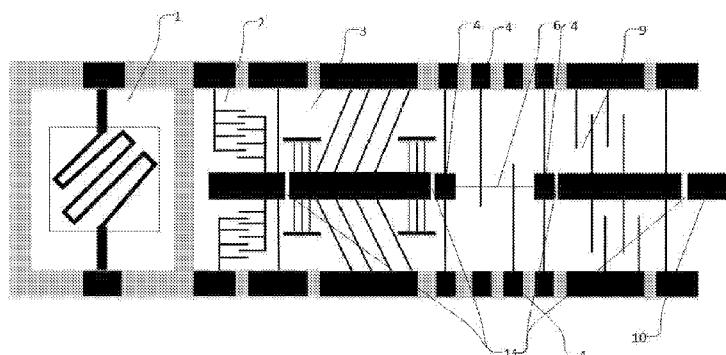


图 1

(57) Abstract: Provided are a nanowire giant piezo-resistive property measurement device and a manufacturing method therefor. The measurement device comprises: a nanowire (6); a platinum resistance temperature sensor (1); an electrothermal actuator (2); a capacitive measurement-based displacement sensor (3); an electrode (4); and a capacitive measurement-based load sensor (9). The platinum resistance temperature sensor (1), the electrothermal actuator (2), the displacement sensor (3), and the load sensor (9) are connected sequentially. There are four electrodes (4). The four electrodes (4) are disposed between the displacement sensor (3) and the load sensor (9). The nanowire (6) is disposed between two horizontally placed electrodes (4). The electrodes (4) are disposed at an upper side and a lower side of the nanowire (6). The measurement device and the manufacturing method therefor can realize concurrent measurement of a mechanical property and an electrical property of the nanowire (6), thereby completing characterization of a piezo-resistive coefficient. The invention is applicable to a variety of measurement samples.

(57) 摘要:

[见续页]



本国际公布:

BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

— 包括国际检索报告(条约第 21 条(3))。

---

一种纳米线巨压阻特性测量装置及其制造方法，所述测量装置包括：纳米线（6）、铂电阻温度传感器（1）、电热致动器（2）、基于电容测量的位移传感器（3）、电极（4）、基于电容测量的负荷传感器（9），所述铂电阻温度传感器（1）、电热致动器（2）、位移传感器（3）、负荷传感器（9）依次连接，所述电极（4）数量设置为四个，所述四个电极（4）设置在位移传感器（3）与负荷传感器（9）之间，两个水平放置的电极（4）之间设置有纳米线（6），所述纳米线（6）上下两侧均设置有电极（4）。所述测量装置及其制造方法，能够实现纳米线（6）的机械特性与电气特性的同时测量，从而完成压阻系数的表征，可适用于多种不同测量样本。

## 纳米线巨压阻特性测量装置及其制造方法

### 技术领域

本发明涉及纳米线巨压阻特性测量装置及其制造方法，属于微纳机电系统技术领域。

### 背景技术

纳米线作为典型的一维半导体纳米材料，除具有一般纳米材料的特征外，还具有与现代大规模集成电路工艺相兼容，易于大量制备，且便于表面修饰等特点。由于纳米线的半导体性质显示出独特的电学、力学、热学和化学特性，使其研究范围及应用领域覆盖了从化学、物理、生物、环境传感器、场效应晶体管和逻辑电路等众多领域。除此之外，硅纳米线还显示出不同于体硅材料的场发射、热导率、可见光致发光及量子限制效应，在纳米电子器件、光电子器件以及新能源等方面具有巨大的潜在应用价值。

一方面，在探索纳米线的性能与应用时，巨压阻效应由于其在机电传感器和应变工程中潜在的利用价值成为人们所最感兴趣的特性。尽管如此，目前纳米线巨压阻结构的制备还是比较困难的，其制备方法主要有：1、通过反复的热氧化与腐蚀工艺减薄减小纳米线的直径形成显著的量子限制效应来提升纳米线的压阻特性；2、利用化学工艺对纳米线进行表面修饰；3、制备半导体-金属异质结构。

另一方面，目前对纳米结构压阻系数的表征主要可以分成两大类：一类是基于原子力显微镜(Atomic Force Microscope, AFM)或者是其他探针技术的加载方法，主要特点在于需要对 AFM/探针集成纳米力学传感器以及纳

米精度执行器、需要采用纳米操纵技术把纳米结构组装到针尖上去等等。但这类实验测试系统十分复杂，实验成本也十分昂贵。而且，AFM 针尖结构的尺寸要比纳米结构大得多，机械加载过程中的控制精度很难达到纳米量级。此外，大多数 AFM 机械加载实验都是在扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscopy,SEM)内进行，SEM 的成像技术会对电气特性的测量产生影响。另一类则是利用微电子机械系统微驱动器对纳米结构进行加载，目前主要有压电驱动、静电梳齿驱动、热驱动三种 MEMS 驱动器件，其电阻的测量全部采用两点测量，由于接触电阻等因素的存在，无疑加大了纳米线的压阻系数的测量误差。

值得注意的是，由于温度漂移使得半导体巨压阻传感器的灵敏度和稳定性产生一定影响，而且降低了测量的精度，所以针对应用于各种温度环境的半导体压阻传感器需要考虑其温度漂移效应，然而目前针对纳米线的压阻系数的温度特性的研究却较少，因而迫切需要相关的测量与研究方法。

## 发明内容

**目的：**为了克服现有技术中存在的不足，本发明提供一种纳米线巨压阻特性测量装置及其制造方法。

**技术方案：**为解决上述技术问题，本发明采用的技术方案为：

一种纳米线巨压阻特性测量装置，包括：纳米线、铂电阻温度传感器、电热致动器、基于电容测量的位移传感器、电极、基于电容测量的负荷传感器，所述铂电阻温度传感器、电热致动器、基于电容测量的位移传感器、基于电容测量的负荷传感器依次连接，所述电极数量设置为四个，所述四

一个电极设置在基于电容测量的位移传感器与基于电容测量的负荷传感器之间，两个水平放置的电极之间设置有纳米线，所述纳米线上下两侧均设置有电极。

还包括校准探针，所述校准探针与基于电容测量的负荷传感器相连接。

还包括电气绝缘模块，其特征在于：所述电热致动器与基于电容测量的位移传感器之间，基于电容测量的位移传感器与电极之间，电极与基于电容测量的负荷传感器之间，基于电容测量的负荷传感器与校准探针之间均设置有电气绝缘模块。

所述纳米线采用外生长硅纳米线，通过在纳米线上制备银的纳米粒子对其进行表面修饰形成巨压阻特性。

所述纳米线采用化学气相沉积方法，基于径向与轴向生长的控制合成具有巨压阻特性的硅锗径向异质结构纳米线。

所述纳米线采用溶液气象法自生长自组装具有巨压阻特性的硅锗纵向异质结纳米线。

所述纳米线采用 STM 针尖操作将制备完成的具有巨压阻特性的纳米线在两个悬挂电极上表面相应位置进行定位、校准、拉紧纳米线等装配操作，利用电子束诱导沉积将纳米线阵列固定在悬挂电极上。

纳米线巨压阻特性测量装置制造方法，其特征在于：包括如下步骤：

步骤一：选用顶层硅  $25\mu\text{m}$ ，掩埋氧化层  $2\mu\text{m}$ ，底层硅  $300\mu\text{m}$  的 SOI 硅片，将硅片先后放入丙酮、双氧水和浓硫酸的混合溶液中进行超声清洗，再用去离子水反复清洗干净；然后将清洗干净的硅片放入稀释的 HF 溶液中反应，以除去硅片表面的氧化层；

步骤二：通过 LPCVD 技术在 SOI 硅片的顶层与底层硅沉积  $1\mu\text{m}$  的  $\text{SiO}_2$  氧化层；

步骤三：通过 RIE 技术刻蚀顶层  $\text{SiO}_2$  氧化层形成铂电阻区域；通过 DRIE 技术刻蚀铂电阻区域；

步骤四：通过 RIE 技术刻蚀顶层  $\text{SiO}_2$  氧化层，形成硼掺杂电阻区；通过扩散工艺，在电阻区进行硼掺杂，所述电阻区的电阻率设置为  $1.7\sim1.9\times10^{-5}\Omega\cdot\text{m}$ ，形成 P 型掺杂硅电阻区；

步骤五：采用缓冲氧化物蚀刻 BOE 剥离硅表面的  $\text{SiO}_2$  氧化层；

步骤六：通过 RIE 技术刻蚀底层  $\text{SiO}_2$  氧化层，形成绝缘模块图形；

步骤七：在 SOI 硅片底层旋涂光刻胶；利用掩膜版，光刻形成氧化物层蚀刻掩膜图案；

步骤八：通过 DRIE 技术对底层硅刻蚀  $100\mu\text{m}$ ；

步骤九：通过 RIE 技术刻蚀未被光刻胶保护的底层  $\text{SiO}_2$  氧化层；

步骤十：通过 DRIE 技术对未被光刻胶与氧化层保护的底层硅刻蚀；

步骤十一：使用正性光刻胶形成铂金电阻图形，采用剥离工艺方法，在  $\text{SiO}_2$  掩埋层上制作出温度单元的铂金电阻；

步骤十二：使用正性光刻胶形成电极及引线区图形；溅射铝，采用剥离工艺方法，形成引线与铝上电极；

步骤十三：通过 RIE 技术刻蚀  $\text{SiO}_2$  掩埋层，露出绝缘模块；

步骤十四：剥离残余光刻胶，底层的  $\text{SiO}_2$  氧化层；

步骤十五：通过 DRIE 技术对顶层硅刻蚀完成器件结构，形成完整结构后退火，利用光刻、刻蚀、剥离工艺在测量结构衬底形成铝下电极。

有益效果：本发明提供的纳米线巨压阻特性测量装置及其制造方法，采用外置电场与化学工艺表面修饰相结合的方法对纳米线的表面态结构进行改性，或者利用自生长的硅锗异质结构来完成具有巨压阻特性的纳米线制备。

采用适合于大批量生产的标准 CMOS 工艺兼容的 MEMS 技术完成纳米线巨压阻特性测量装置，该 MEMS 测量装置可以实现纳米线的机械特性与电气特性的同时测量，从而完成压阻系数的表征，并且可适用于多种不同测量样本。

该测量装置通过基于电容测量的位移传感器与负荷传感器外接的电容数字转换芯片得到纳米线的伸长和负荷数据，因而不依赖于扫描式电子显微镜成像，从而避免了电子束照射对电气特性测量的影响。同时针对被测样品的温度影响压阻系数测量的问题，该测量装置还集成了温度传感器用于压阻系数的温度补偿，降低环境系统的影响，从而完成多种测量样本巨压阻系数的高精度测量的目的。

1. 本发明提供了 5 种具有巨压阻特性的纳米线的制备方法，巨压阻特性的 MEMS 测量装置具有施加偏置电场的能力，可以调制纳米线的压阻特性。

2. 本发明将 MEMS 温度传感器与测量装置集成在一起进行温度补偿，保证其一致性，提高了巨压阻系数精确度。

3. 本发明结合四探针结构消除了接触电阻的影响从而使得纳米线巨压阻系数的测量结果更加精确。

4. 本发明提供了一个更高的采样率，在突发事件，例如：塑性变形和破坏的数据点都可以捕获。

5. 本发明所涉及的装置可置于真空室外部表征，使其更容易研究环境因素对纳米材料的特性，如气、光或温度的影响。

6. 本发明获取的所有测量数据力和位移，不依靠扫描式电子显微镜成像，避免了电子束照射对样品的电气特性测量的影响。

7. 本发明的测量样本可以是二维薄膜，一维纳米结构，其纳米结构可分为单一的半导体纳米线结构，可为异质结纳米线，也可为纳米线阵列。

## 附图说明

图 1 为纳米线巨压阻特性测量装置的结构示意图；

图 2 为纳米线巨压阻特性测量装置的工作流程图；

图 3 为纳米线巨压阻特性测量装置制备工艺流程图；

图 4 为硅锗径向异质结纳米线的制备示意图；

图 5 为硅锗纵向异质结纳米线的生长示意图；

图 6 为 STM 探针操作将纳米线固定于电极上的示意图；

图 7 为纳米线自生长于电极上的示意图；

图 8 为电子束光刻纳米线的集成测量结构制备的 MEMS 工艺流程图；

图 9 为纳米线四个电极测量的结构示意图；

图 10 为纳米线样本的力学表征装置的机械模型；

图 11 为基于改进遗传算法的小波神经网络温度补偿流程图。

## 具体实施方式

下面结合附图对本发明作更进一步的说明。

如图 1 所示，一种纳米线巨压阻特性测量装置自左向右分别是铂电阻温度传感器 1，用于温度补偿；电热致动器 2，用来作为驱动装置使位移传感器、纳米线以及负荷传感器移动；基于电容测量的位移传感器 3，用来测量热致动器的位移，同时实现为热致动器的驱动电压去耦功能；用于四探针测量的四个电极 4；具有巨压阻特性的纳米线 6；基于电容测量的负荷传感器 9，用来完成本身的位移与拉力的测量；校正探针 10，用于为力传感器进行校准。上述所有单元由一组锚定在顶层硅的梁来稳定在同一平面内做单轴运动，以确保整个纳米线标本均布载荷。

电热致动器 2 与位移传感器 3，位移传感器 3 与电极 4，电极 4 与负荷传感器 9，负荷传感器 9 与校准探针 10 分别通过四个 SOI 掩埋层的电气绝缘模块 11 来实现机械连接，以对纳米线样本提供独立的电气测量；也用于负荷传感器 9 与校准探针 10 的机械连接，实现有效测量。两个悬挂电极 4 与纳米线 6 实现机械连接。

如图 2 所示，一种纳米线巨压阻特性测量装置的测量步骤：第一步，在显微镜下完成位移传感器与负荷传感器校准；第二步，电热致动器作为驱动装置通过绝缘模块推动位移传感器向左移动，同时通过绝缘模块拉动纳米线向左移动，而纳米线也通过绝缘模块拉动负荷传感器向左移动；第三步，通过基于电容测量的负荷传感器和位移传感器外接的电容数字转换

芯片得到纳米线的负荷和伸长数据，与此同时通过四探针的测量得到压阻变化；第四步，通过应变系数表征压阻效应。

如图 3 所示，一种纳米线巨压阻特性测量装置的制备方法，该方法具体步骤：

- 1) 选用顶层硅 25μm，掩埋氧化层 2μm，底层硅 300μm 的 SOI 硅片，将硅片先后放入丙酮、双氧水和浓硫酸的混合溶液中进行超声清洗，再用去离子水反复清洗干净；然后将清洗干净的硅片放入稀释的 HF 溶液中反应，以除去硅片表面的氧化层；
- 2) 通过 LPCVD 技术在 SOI 硅片的顶层与底层硅沉积 1μm 的 SiO<sub>2</sub> 氧化层；
- 3) 通过 RIE（反应离子蚀刻）技术刻蚀顶层 SiO<sub>2</sub> 氧化层形成铂电阻区域；通过 DRIE（深反应离子蚀刻）技术刻蚀铂电阻区域；
- 4) 通过 RIE 技术刻蚀顶层 SiO<sub>2</sub> 氧化层，形成硼掺杂电阻区；通过扩散工艺，在电阻区进行硼掺杂（电阻率：1.7~1.9×10<sup>-5</sup>Ω·m），形成 P 型掺杂硅电阻区；
- 5) 采用缓冲氧化物蚀刻（BOE）剥离硅表面的 SiO<sub>2</sub> 氧化层；
- 6) 通过 RIE 技术刻蚀底层 SiO<sub>2</sub> 氧化层，形成绝缘模块图形；
- 7) 在 SOI 硅片底层旋涂光刻胶；利用掩膜版，光刻形成氧化物层蚀刻掩膜图案；

- 8) 通过 DRIE 技术对底层硅刻蚀 100μm;
- 9) 通过 RIE 技术刻蚀未被光刻胶保护的底层 SiO<sub>2</sub> 氧化层;
- 10) 通过 DRIE 技术对未被光刻胶与氧化层保护的底层硅刻蚀;
- 11) 使用正性光刻胶形成铂金电阻图形，采用剥离工艺方法，在 SiO<sub>2</sub> 掩埋层上制作出温度单元的铂金电阻;
- 12) 使用正性光刻胶形成电极及引线区图形；溅射铝，采用剥离工艺方法，形成及引线与铝上电极;
- 13) 通过 RIE 技术刻蚀 SiO<sub>2</sub> 掩埋层，露出绝缘模块;
- 14) 剥离残余光刻胶，底层的 SiO<sub>2</sub> 氧化层;
- 15) 通过 DRIE 技术对顶层硅刻蚀完成器件结构，形成完整结构后退火，利用光刻、刻蚀、剥离工艺在测量结构衬底形成铝下电极。

值得注意的是，在 MEMS 测量装置的悬挂电极与衬底之间加入偏置电压，可以耗尽纳米线中导电沟道形成部分区域夹断从而有利于实现纳米线巨压阻特性。

其次完成负荷传感器与位移传感器的校准。装置校准的数据采样率为 45Hz。给电热制动器上电后使位移传感器与电热致动器向左移动，读出在显微成像中位移传感器的位移和与位移相对应电容数字转换芯片电路的输

出电压，得到位移传感器分别与相对应的电压输出的关系。使用探针设备推动校正探针移动，读出在显微成像中负荷传感器的位移和与位移相对应电容数字转换芯片电路的输出电压，得到负荷传感器分别与相对应的电压输出的关系。同时使用精密微量天平校准负荷传感器，得到位移与负荷的关系。

本发明给出了 5 种具有巨压阻特性的纳米线设置方法，具体如下：

#### 实施例 1：带银的硅纳米线

Si 纳米线制备的实验过程为：首先用 2% 的 HF 溶液(HF:H<sub>2</sub>O=1:50)对 Si 片清洗 3 分钟，以去除 Si 片表面的自然氧化层；接着，将硅片先后放入丙酮、双氧水和浓硫酸的混合溶液中进行超声清洗，再用去离子水反复清洗干净；然后利用真空蒸发镀膜机蒸发高纯 Au，在 Si 衬底表面沉积一定厚度的金属催化剂；最后，将沉积好金属催化剂的样品放置在自动控温管式氧化炉的石英管中，在温度为 800-1100℃ 和一定流量的保护气氛下，进行高温退火以生长 Si 纳米线。用氢氟酸处理掉纳米线上氧化膜，硅的纳米线的表面被氢钝化，把表面被氢所钝化的硅纳米放入硝酸银溶液中，在硅纳米线上制备了银的纳米粒子。

#### 实施例 2：硅锗径向异质结纳米线

金纳米簇沉积在氧化的硅晶片，并放置在一石英管式炉。在 450℃ 条件下，使用硅烷作为前导气体，使得硅纳米线芯在轴向约以 2μm/min 的增长速率生长，然后使用硅烷和 100ppm 氦气的乙硼烷作为前导气体沉积 p 型硅壳，并以 10nm /min 的径向生长速率。随后在 380℃ 条件下，锗纳米线 10%

的相关氩气中以轴向生长速率为 0.72um/min 的速率生长，而锗壳在炉内通过改变生长衬底的位置环境以 10nm/min 的径向速度沉积。通过重复以上工艺可以完成各种壳核结构的纳米线，如 Si/Ge, Ge/Si, 或者 Si/Ge/Si, Ge/Si/Ge 等。其工艺流程图如图 4。

#### 实施例 3：硅锗纵向异质结纳米线

第一步，将用有机溶剂洗好的干净硅片置于真空溅射镀膜仪中，在硅片表面溅射一层大约 10 nm 的锡，加热到 600℃，锡团聚成纳米颗粒；第二步，在 450-470℃下，通过笨硅烷热分解得到硅烷气，然后将硅烷气体作为前导气体在锡纳米颗粒催化剂层表面生长硅纳米片段，反应完全后通入 (Ar+5%H<sub>2</sub>) 气体，清除残余的不同前导气体；第三步，在 420-440℃下，将三苯基锗烷液体热分解得到锗烷气体，然后将之作为生长锗纳米片段的前导气体，在硅纳米片段上生长锗纳米片段，反应完全后通入 (Ar+5%H<sub>2</sub>) 气体，清除残余的不同前导气体。通过反复重复以上两个步骤形成突变界面的硅锗异质结纳米线，其结构直至生长出合适长度的硅锗异质结纳米线 (Si/Ge/Si/Ge)。其工艺流程图如图 5。

针对上述三种实施案例，利用 STM (扫描隧道显微镜) 针尖操作将制备完成的纳米线在两个悬挂电极上表面相应位置进行定位、校准、拉紧纳米线等装配操作，利用电子束诱导沉积将纳米线阵列固定在悬挂电极，其效果见图 6。

#### 实施例 4：自生长的表面修饰的硅纳米线

在模型上形成 30-60 纳米薄的氧化层，再光刻定位去除槽侧壁的氧化

层，形成生长硅纳米线的窗口。采用光刻辅助定位生长区域，利用电沉积方法在生长区域得到高密度的锡纳米颗粒催化剂，沉积过程中将衬底浸没在含有锡盐溶液、氢氟酸溶液和表面活性剂的微乳液中，成半径为 10-20 纳米的颗粒。将笨硅烷（PS）在 450-470℃下进行热分解，得到硅烷气；后以硅烷气体作为前导气体在锡纳米颗粒催化剂层表面生长硅纳米线，使得悬挂电极通过纳米线阵相连，对纳米线进行 Ba,Hf,Zr 掺杂的表面修饰处理，提高表面态密度，增加表面效应和压阻特性，如图 7 所示。

#### 实施例 5：基于 MEMS 工艺的表面修饰硅纳米线

针对上述结构完成了负荷传感器与位移传感器的校准，运用电子束光刻纳米线，完成硅纳米线巨压阻特性测量装置的制备，如图 8 所示。具体步骤如下：

- 1) 选用顶层硅 25 $\mu\text{m}$ ，掩埋氧化层 2 $\mu\text{m}$ ，底层硅 300 $\mu\text{m}$  的 SOI 硅片，将硅片先后放入丙酮、双氧水和浓硫酸的混合溶液中进行超声清洗，再用去离子水反复清洗干净；然后将清洗干净的硅片放入稀释的 HF 溶液中反应，以除去硅片表面的氧化层；
- 2) 通过 LPCVD 技术在 SOI 硅片的顶层与底层硅沉积 1um 的 SiO<sub>2</sub> 氧化层；
- 3) 通过 RIE（反应离子蚀刻）技术刻蚀顶层 SiO<sub>2</sub> 氧化层形成铂电阻区域；通过 DRIE（深反应离子蚀刻）技术刻蚀铂电阻区域；

- 4) 通过 RIE 技术刻蚀顶层  $\text{SiO}_2$  氧化层，形成硼掺杂电阻区；通过扩散工艺，在电阻区进行硼掺杂（电阻率： $1.7\sim1.9\times10^{-5}\Omega\cdot\text{m}$ ），形成 P 型掺杂硅电阻区；
- 5) 采用缓冲氧化物蚀刻（BOE）剥离硅表面的  $\text{SiO}_2$  氧化层；
- 6) 通过 RIE 技术刻蚀底层  $\text{SiO}_2$  氧化层，形成绝缘模块图形；
- 7) 在 SOI 硅片底层旋涂光刻胶；利用掩膜版，光刻形成氧化物层蚀刻掩膜图案；
- 8) 通过 DRIE 技术对底层硅刻蚀  $100\mu\text{m}$ ；
- 9) 通过 RIE 技术刻蚀未被光刻胶保护的底层  $\text{SiO}_2$  氧化层；
- 10) 通过 DRIE 技术对未被光刻胶与氧化层保护的底层硅刻蚀；
- 11) 通过 RIE 技术刻蚀  $\text{SiO}_2$  掩埋层，露出绝缘模块，剥离残余光刻胶，底层的  $\text{SiO}_2$  氧化层；
- 12) 使用正性光刻胶形成铂金电阻图形，采用剥离工艺方法，在  $\text{SiO}_2$  掩埋层上制作出温度单元的铂金电阻；
- 13) 用 LPCVD 方法在 SOI 硅片顶层积淀一层  $1\mu\text{m}$  的氮化硅，采用 RIE 的方法刻蚀出纳米线区域；

- 14) 在 1100 度纯氧环境下氧化上层硅，采用 BOE 溶液腐蚀掉二氧化硅，然后进行多次同样环境下氧化，腐蚀二氧化硅，直到纳米线厚度达到 100nm；对纳米线区域掺杂 Hf，Ba 或者 Zr；
- 15) 用氢氟酸处理掉纳米线上氧化膜，硅的纳米线的表面被氢钝化，把表面被氢所钝化的硅纳米放入硝酸银溶液中，在硅纳米线上制备了银的纳米粒子；采用 RIE 的方法刻蚀掉残余的氮化硅；
- 16) 使用正性光刻胶形成电极及引线区图形；溅射铝，采用剥离工艺方法，形成及引线与铝电极；
- 17) 第一步是将 SOI 硅片旋涂上负光刻胶，涂胶后进行软烘；第二步电子束在光刻胶表面扫描得到需要的各种尺寸的纳米线条图形及其器件图形；第三步将曝光的图形进行显影，然后去除曝光的部分通过 DRIE 技术对顶层硅刻蚀完成器件结构；最后将未曝光部分的光刻胶去除。利用光刻、刻蚀、剥离工艺在测量结构衬底形成下电极。

然后，求得纳米线初始电阻。如图 9 所示，通过水平方向两个电极为纳米线提供恒流源 I，垂直方向两个电极为纳米线提供电压  $V_0$ ，得到纳米线的初始电阻  $R_0 = \frac{V_0}{I \cdot d_0}$ 。 $d_1$  垂直方向两个电极之间纳米线的距离， $d_0$  水平方向两个电极之间纳米线的距离；如前面所强调的，同时在纳米线悬挂电极与衬底之间加入偏置电压，耗尽纳米线导电沟道形成部分区域夹断可有利于充分实现纳米线巨压阻特性。

随之，为电热致动器提供电压，使整个装置工作。电热致动器作为驱动装置通过绝缘模块推动位移电容传感器向左移动移动，同时通过绝缘模块拉动纳米线向左移动，纳米线通过绝缘模块拉动负荷传感器向左移动。纳米线拉伸长度  $d_s$  为纳米为位移传感器的位移  $d_a$  减去负荷传感器的位移  $d_f$ ，求得纳米线应变  $\epsilon = d_s/d_0$ 。纳米线长度伸长度  $d_s$  后，垂直方向两个电极的电压变为  $V_1$ ，纳米线变化后的电阻  $R_1$  为  $R_1 = \frac{V_1 s \delta_s}{I_s d_s}$ ， $\Delta R = R_1 - R_0$ 。通过压阻系数  $G = \frac{\Delta R}{R_0 \epsilon}$  表征压阻效应。

如图 10，由于纳米线的样品成为该装置的测试过程中的机械系统的一部分， $k_s d_s = k_f d_f$ ， $F_a = k_a d_a + k_s d_s$ ，其中  $k_s$ 、 $k_a$ 、 $k_f$  分别为纳米线、负荷传感器、电热致动器的刚度； $d_s$ 、 $d_a$ 、 $d_f$  分别为纳米线、负荷传感器、电热致动器的位移；电热致动器产生的力  $F_s = 2NEAG\alpha T \sin \theta$ ，其中  $\alpha$  是硅的热膨胀系数， $\Delta T$  是 V 型梁的平均温度， $N$  是 V 型梁的数目， $A$  是 V 型梁的横截面积。纳米线的刚度  $k_s$  可由输出电压所对应的负荷传感器负荷与位移之比得到。可得纳米线刚度  $k_s = F/d_s$ ，纳米线应力  $\delta = F/S$ ， $F$  为负荷传感器负荷， $S$  为纳米线的横截面积。从而得到纳米线杨氏模  $E = \delta/\epsilon$ 。

通过以上步骤完成了纳米线机械特性与电气特性的测量，同时表征了纳米线的巨压阻效应。在测量过程中，被测样品的温度和电阻率有直接的关系，从而影响压阻系数的测量，所以在测量之前首先要掌握被测样品的温度，如果测量时样片的温度不在适合测量的范围，就会影响到最终的压阻系数，则必须采用基于改进遗传算法的小波神经网络模型进行修正，具体流程如图 11 所示：

步骤 1：种群初始化：随机初始化种群，对小波神经网络输入层和隐层之间的链接权值、隐层到输出层的链接权值、伸缩因子和平移因子进行编码，产生一定规模的初始化种群。

步骤 2：根据个体得到的小波神经网络的链接权值，伸缩和平移因子。输入测量得到的压阻系数与温度数据作为训练数据，训练小波神经网络后得到系统的预测输出与目标值之间的误差作为适应值 F。

步骤 3：进行选择，交叉和变异操作。

步骤 4：判断进化是否结束，这里由两个结束条件：适应度值是否满足关系，遗传算法达到设定的迭代数，满足这两个条件就可以利用搜索完成的权值，伸缩和平移因子进行小波神经网络计算。

本发明通过纳米线巨压阻特性测量装置及其 MEMS 测量方法，实现多种测量样本的机械特性与电气特性的测量，并表征压阻系数。可以拓展到其他类型的纳米线，比如金属-硅异质结纳米线的力学、电学和压阻特性的测量。

以上所述仅是本发明的优选实施方式，应当指出：对于本技术领域的普通技术人员来说，在不脱离本发明原理的前提下，还可以做出若干改进和润饰，这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

## 权利要求书

1 一种纳米线巨压阻特性测量装置，其特征在于：包括：纳米线、铂电阻温度传感器、电热致动器、基于电容测量的位移传感器、电极、基于电容测量的负荷传感器，所述铂电阻温度传感器、电热致动器、基于电容测量的位移传感器、基于电容测量的负荷传感器依次连接，所述电极数量设置为四个，所述四个电极设置在基于电容测量的位移传感器与基于电容测量的负荷传感器之间，两个水平放置的电极之间设置有纳米线，所述纳米线上下两侧均设置有电极。

2 根据权利要求 1 所述的纳米线巨压阻特性测量装置，其特征在于：还包括校准探针，所述校准探针与基于电容测量的负荷传感器相连接。

3 根据权利要求 2 所述的纳米线巨压阻特性测量装置及其制造方法，还包括电气绝缘模块，其特征在于：所述电热致动器与基于电容测量的位移传感器之间，基于电容测量的位移传感器与电极之间，电极与基于电容测量的负荷传感器之间，基于电容测量的负荷传感器与校准探针之间均设置有电气绝缘模块。

4 根据权利要求 1 所述的纳米线巨压阻特性测量装置中设置纳米线的方法，其特征在于：所述纳米线采用外生长硅纳米线，通过在纳米线上制备银的纳米粒子对其进行表面修饰形成巨压阻特性。

5 根据权利要求 1 所述的纳米线巨压阻特性测量装置中设置纳米线的方法，其特征在于：所述纳米线采用化学气相沉积方法，基于径向与轴向生长的控制合成具有巨压阻特性的硅锗径向异质结构纳米线。

6 根据权利要求 1 所述的纳米线巨压阻特性测量装置中设置纳米线的方

法，其特征在于：所述纳米线采用溶液气象法自生长自组装具有巨压阻特性的硅锗纵向异质结纳米线。

7 根据权利要求1所述的纳米线巨压阻特性测量装置中设置纳米线的方法，其特征在于：所述纳米线采用 STM 针尖操作将制备完成的具有巨压阻特性的纳米线在两个悬挂电极上表面相应位置进行定位、校准、拉紧纳米线等装配操作，利用电子束诱导沉积将纳米线阵列固定在悬挂电极上。

8 纳米线巨压阻特性测量装置制造方法，其特征在于：包括如下步骤：

步骤一：选用顶层硅  $25\mu\text{m}$ ，掩埋氧化层  $2\mu\text{m}$ ，底层硅  $300\mu\text{m}$  的 SOI 硅片，将硅片先后放入丙酮、双氧水和浓硫酸的混合溶液中进行超声清洗，再用去离子水反复清洗干净；然后将清洗干净的硅片放入稀释的 HF 溶液中反应，以除去硅片表面的氧化层；

步骤二：通过 LPCVD 技术在 SOI 硅片的顶层与底层硅沉积  $1\mu\text{m}$  的  $\text{SiO}_2$  氧化层；

步骤三：通过 RIE 技术刻蚀顶层  $\text{SiO}_2$  氧化层形成铂电阻区域；通过 DRIE 技术刻蚀铂电阻区域；

步骤四：通过 RIE 技术刻蚀顶层  $\text{SiO}_2$  氧化层，形成硼掺杂电阻区；通过扩散工艺，在电阻区进行硼掺杂，所述电阻区的电阻率设置为  $1.7\sim1.9\times10^{-5}\Omega\cdot\text{m}$ ，形成 P 型掺杂硅电阻区；

步骤五：采用缓冲氧化物蚀刻 BOE 剥离硅表面的  $\text{SiO}_2$  氧化层；

步骤六：通过 RIE 技术刻蚀底层  $\text{SiO}_2$  氧化层，形成绝缘模块图形；

步骤七：在 SOI 硅片底层旋涂光刻胶；利用掩膜版，光刻形成氧化物层蚀刻掩膜图案；

步骤八：通过 DRIE 技术对底层硅刻蚀 100μm；

步骤九：通过 RIE 技术刻蚀未被光刻胶保护的底层 SiO<sub>2</sub> 氧化层；

步骤十：通过 DRIE 技术对未被光刻胶与氧化层保护的底层硅刻蚀；

步骤十一：使用正性光刻胶形成铂金电阻图形，采用剥离工艺方法，在 SiO<sub>2</sub> 掩埋层上制作出温度单元的铂金电阻；

步骤十二：使用正性光刻胶形成电极及引线区图形；溅射铝，采用剥离工艺方法，形成引线与铝上电极；

步骤十三：通过 RIE 技术刻蚀 SiO<sub>2</sub> 掩埋层，露出绝缘模块；

步骤十四：剥离残余光刻胶，底层的 SiO<sub>2</sub> 氧化层；

步骤十五：通过 DRIE 技术对顶层硅刻蚀完成器件结构，形成完整结构后退火，利用光刻、刻蚀、剥离工艺在测量结构衬底形成铝下电极。

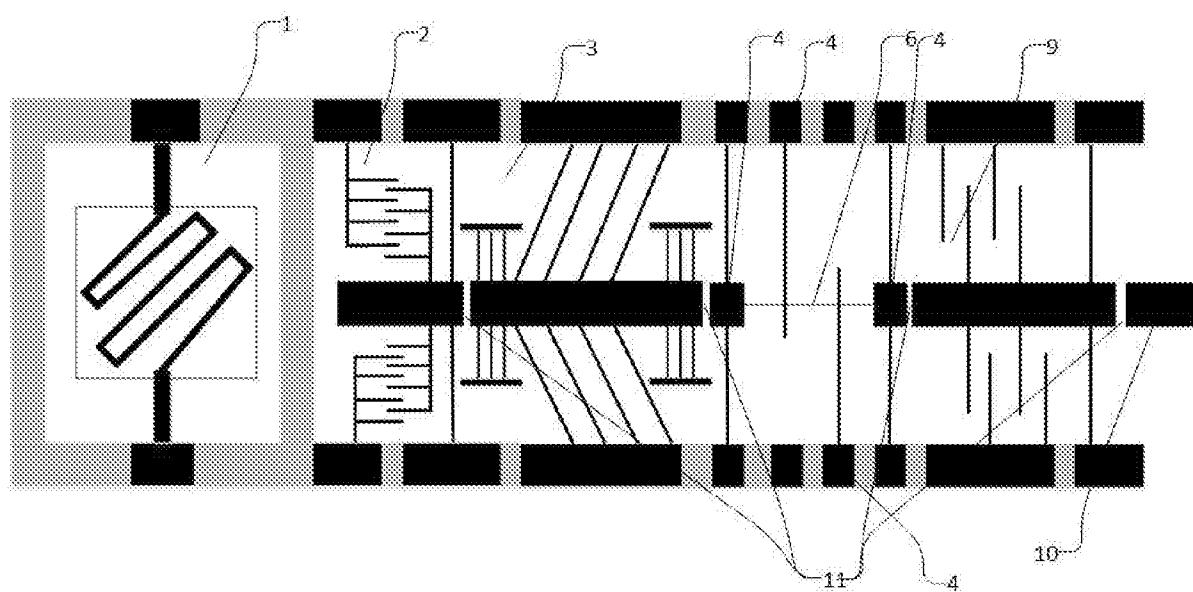


图 1

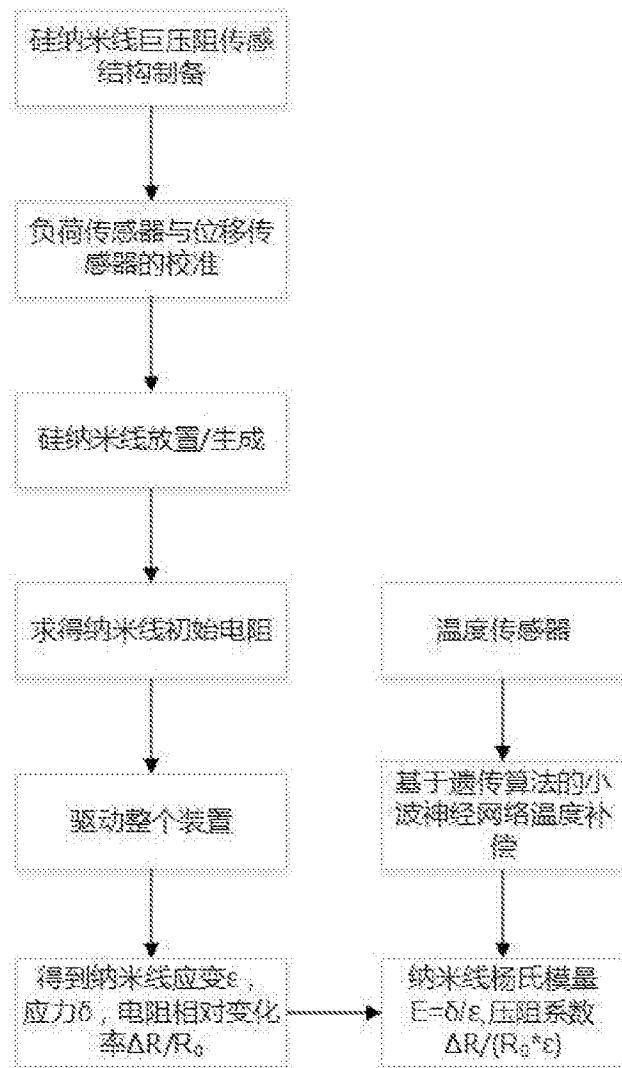


图 2

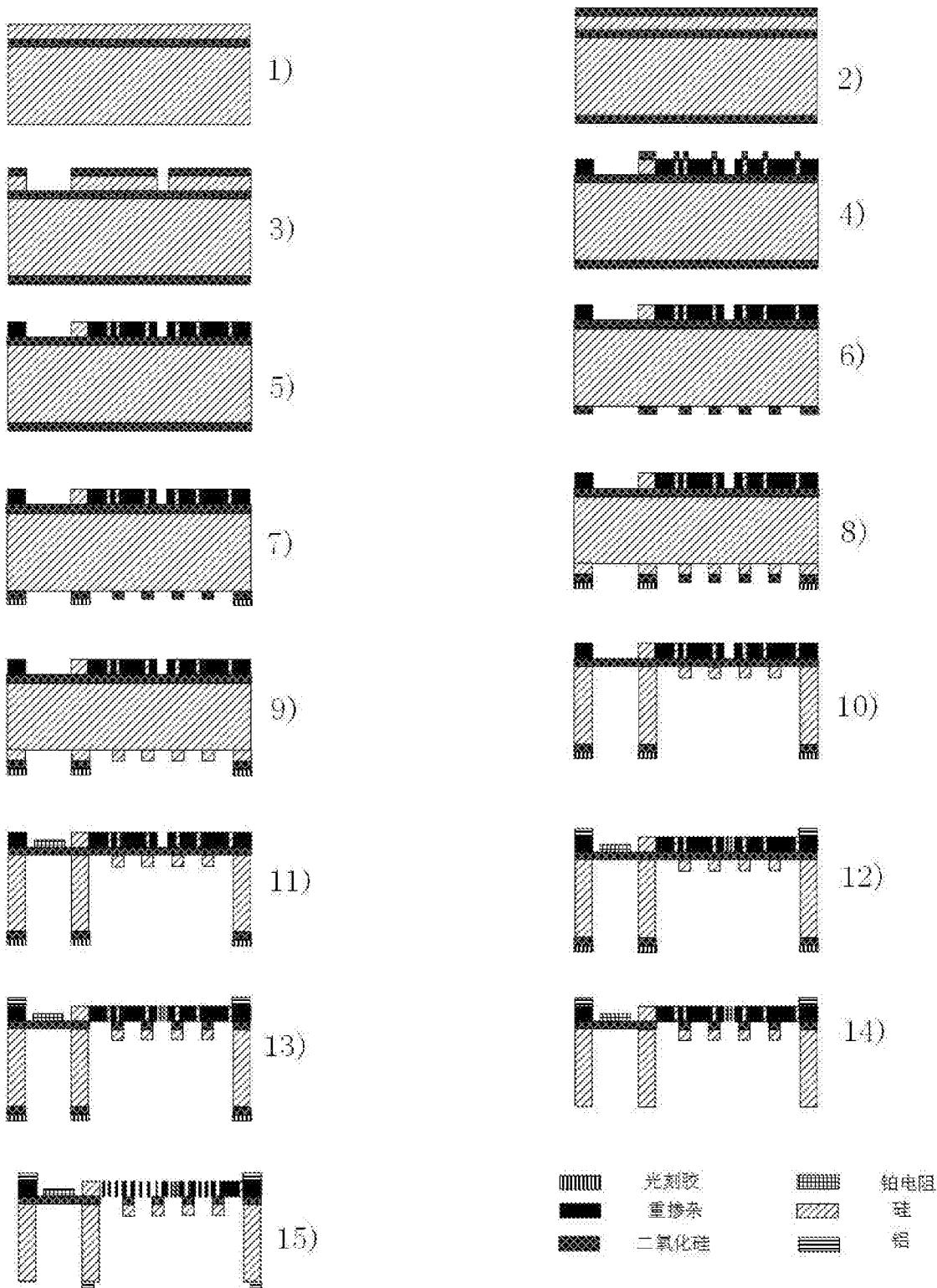


图 3

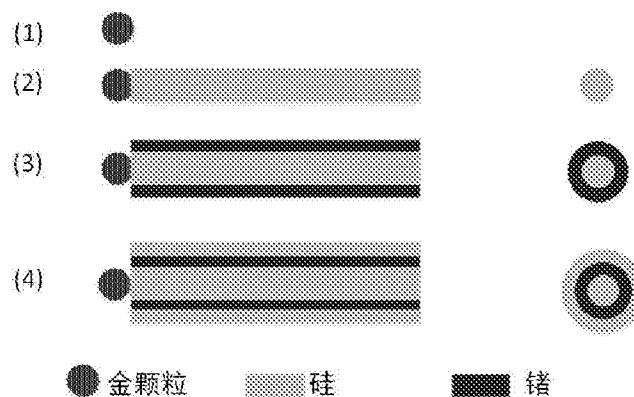


图 4

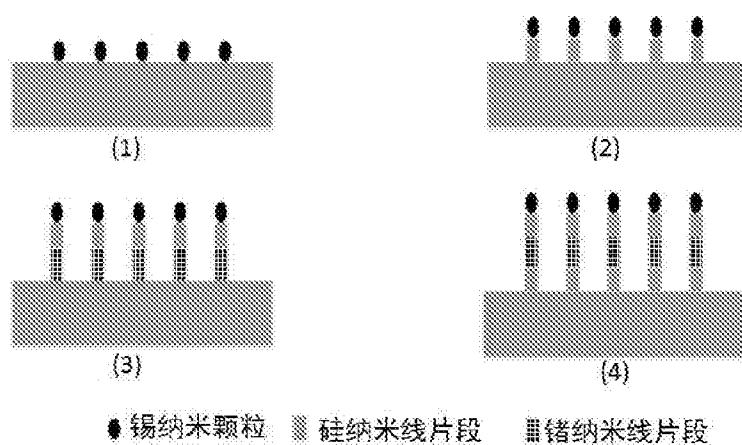


图 5

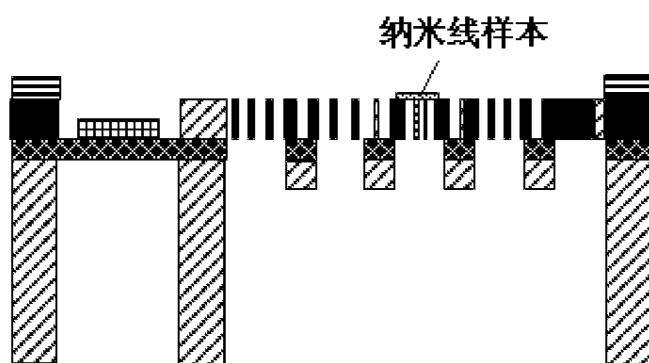


图 6

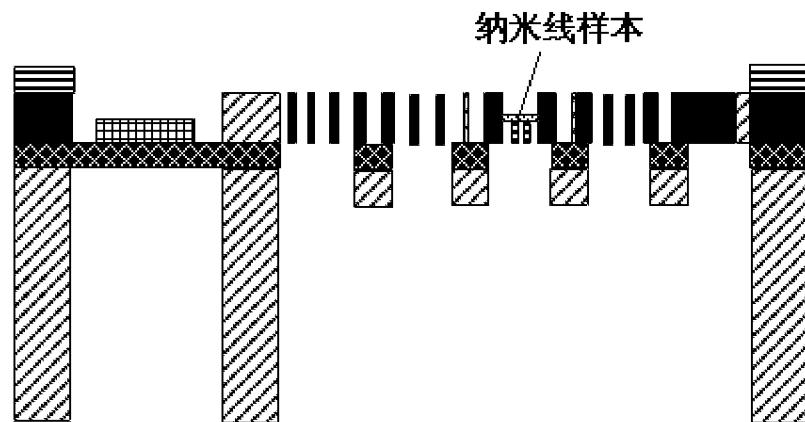


图 7

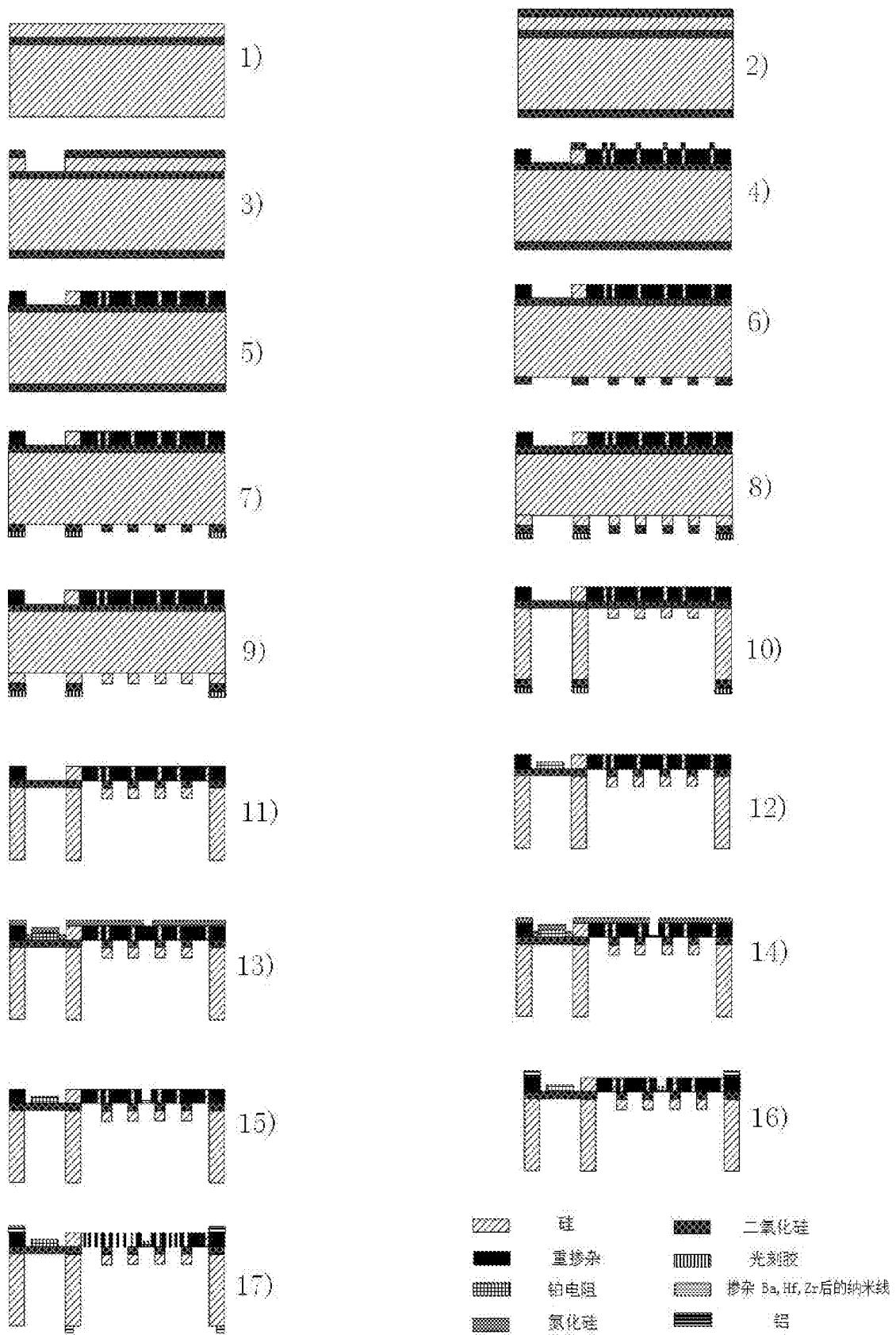


图 8

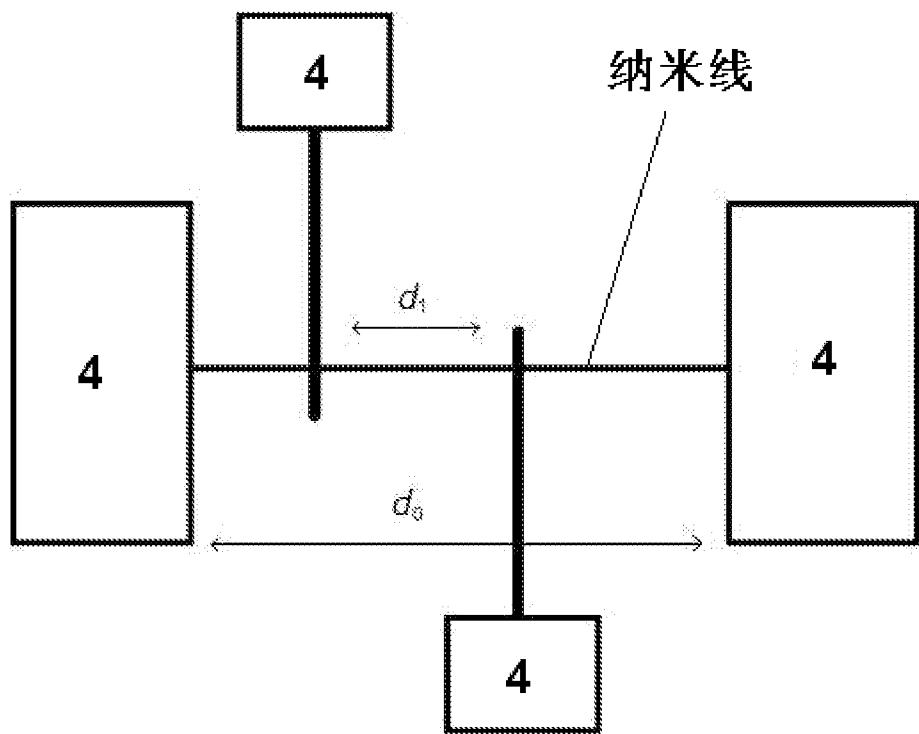


图 9

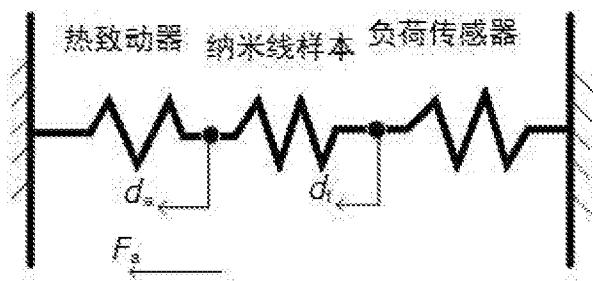


图 10

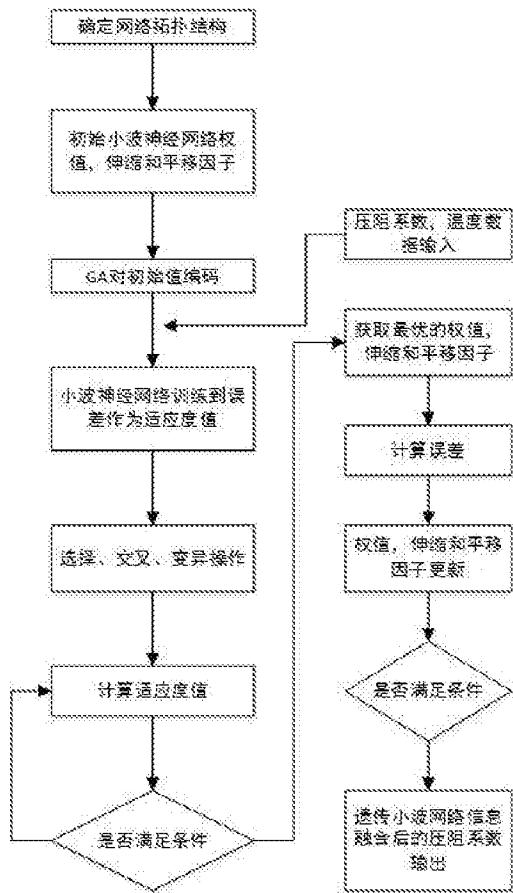


图 11

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2016/102073

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01R 27/02 (2006.01) i; G01R 3/00 (2006.01) i; B82Y 15/00 (2011.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G10R; B82Y 15/-

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNPAT, WPI, EPODOC, CNKI, USTXT, EPTXT, WOTXT: resistance value, actuate, stretch, shrinkage, piezoresist+, characteristic, measur+, resistance, nano+, temperature, capacitance, displacement, length, width, pull+, forc+, load, electrode?, pole?, insulat+

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	CN 105223421 A (NANJING UNIVERSITY OF INFORMATION SCIENCE & TECHNOLOGY), 06 January 2016 (06.01.2016), claims 1-8, description, paragraphs 0007-0046, and figures 1-11	1-8
PX	CN 205193157 U (NANJING UNIVERSITY OF INFORMATION SCIENCE & TECHNOLOGY), 27 April 2016 (27.04.2016), claims 1-3, description, paragraphs 0007-0111, and figures 1-11	1-8
A	CN 104090165 A (NANJING UNIVERSITY OF INFORMATION SCIENCE & TECHNOLOGY), 08 October 2014 (08.10.2014), description, paragraphs 0028-0035, and figures 1-9	1-8
A	CN 102502479 A (ADVANCED SEMICONDUCTOR MANUFACTURING CORPORATION LIMITED), 20 June 2012 (20.06.2012), the whole document	1-8
A	CN 101251426 A (SHANGHAI INSTITUTE OF MICROSYSTEM AND INFORMATION TECHNOLOGY, CHINESE ACADEMY OF SCIENCES), 27 August 2008 (27.08.2008), the whole document	1-8
A	CN 102253285 A (HUAIYIN INSTITUTE OF TECHNOLOGY), 23 November 2011 (23.11.2011), the whole document	1-8

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

- “A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- “E” earlier application or patent but published on or after the international filing date
- “L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- “O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- “P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
22 December 2016 (22.12.2016)

Date of mailing of the international search report  
**16 January 2017 (16.01.2017)**

Name and mailing address of the ISA/CN:  
State Intellectual Property Office of the P. R. China  
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao  
Haidian District, Beijing 100088, China  
Facsimile No.: (86-10) 62019451

Authorized officer  
**TANG, Shaliang**  
Telephone No.: (86-10) **82246996**

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

**PCT/CN2016/102073****C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CN 101565162 A (SHANGHAI INSTITUTE OF MICROSYSTEM AND INFORMATION TECHNOLOGY, CHINESE ACADEMY OF SCIENCES), 28 October 2009 (28.10.2009), the whole document	1-8
A	WO 2009038579 A2 (CALIFORNIA INSTITUTE OF TECHNOLOGY), 26 March 2009 (26.03.2009), the whole document	1-8

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International application No.

**PCT/CN2016/102073**

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 105223421 A	06 January 2016	CN 105223421 B	24 August 2016
CN 205193157 U	27 April 2016	None	
CN 104090165 A	08 October 2014	CN 104090165 B	17 August 2016
CN 102502479 A	20 June 2012	CN 102502479 B	11 February 2015
CN 101251426 A	27 August 2008	CN 100573071 C	23 December 2009
CN 102253285 A	23 November 2011	None	
CN 101565162 A	28 October 2009	CN 101565162 B	06 March 2013
WO 2009038579 A2	26 March 2009	None	

## 国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2016/102073

## A. 主题的分类

G01R 27/02(2006.01)i; G01R 3/00(2006.01)i; B82Y 15/00(2011.01)i

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类

## B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

G10R; B82Y 15/-

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

CNPAT, WPI, EPODOC, CNKI, USTXT, EPTXT, WOTXT: 压阻, 电阻, 阻值, 特性, 测量, 纳米, 温度, 致动, 电容, 位移, 长度, 宽度, 拉伸, 收缩, 负荷, 载荷, 力, 电极, 绝缘, piezoresist+, characteristic, measur+, resistance, nano+, temperature, capacitance, displacement, length, width, pull+, forc+, load, electrode?, pole?, insulat+

## C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
PX	CN 105223421 A (南京信息工程大学) 2016年 1月 6日 (2016 - 01 - 06) 权利要求1-8, 说明书第0007-0046段, 图1-11	1-8
PX	CN 205193157 U (南京信息工程大学) 2016年 4月 27日 (2016 - 04 - 27) 权利要求1-3, 说明书第0007-0111段, 图1-11	1-8
A	CN 104090165 A (南京信息工程大学) 2014年 10月 8日 (2014 - 10 - 08) 说明书第0028-0035段, 图1-9	1-8
A	CN 102502479 A (上海先进半导体制造股份有限公司) 2012年 6月 20日 (2012 - 06 - 20) 全文	1-8
A	CN 101251426 A (中国科学院上海微系统与信息技术研究所) 2008年 8月 27日 (2008 - 08 - 27) 全文	1-8
A	CN 102253285 A (淮阴工学院) 2011年 11月 23日 (2011 - 11 - 23) 全文	1-8

 其余文件在C栏的续页中列出。 见同族专利附件。

\* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

“&amp;” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期  2016年 12月 22日	国际检索报告邮寄日期  2017年 1月 16日
ISA/CN的名称和邮寄地址  中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN) 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088 传真号 (86-10)62019451	受权官员  汤莎亮 电话号码 (86-10) 82246996

## 国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2016/102073

## C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
A	CN 101565162 A (中国科学院上海微系统与信息技术研究所) 2009年 10月 28日 (2009 - 10 - 28) 全文	1-8
A	WO 2009038579 A2 (CALIFORNIA INSTITUTE OF TECHNOLOGY) 2009年 3月 26日 (2009 - 03 - 26) 全文	1-8

国际检索报告  
关于同族专利的信息

国际申请号  
PCT/CN2016/102073

检索报告引用的专利文件		公布日 (年/月/日)		同族专利		公布日 (年/月/日)	
CN	105223421	A	2016年 1月 6日	CN	105223421	B	2016年 8月 24日
CN	205193157	U	2016年 4月 27日		无		
CN	104090165	A	2014年 10月 8日	CN	104090165	B	2016年 8月 17日
CN	102502479	A	2012年 6月 20日	CN	102502479	B	2015年 2月 11日
CN	101251426	A	2008年 8月 27日	CN	100573071	C	2009年 12月 23日
CN	102253285	A	2011年 11月 23日		无		
CN	101565162	A	2009年 10月 28日	CN	101565162	B	2013年 3月 6日
WO	2009038579	A2	2009年 3月 26日		无		

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2009年7月)