

退火对原子层沉积W/Al₂O₃纳米薄膜形貌与电学性能的影响

高管哗, 王国政*, 蒋恩桐, 王天昊

长春理工大学物理学院, 吉林 长春

收稿日期: 2026年2月27日; 录用日期: 2026年5月20日; 发布日期: 2026年5月28日

摘要

在氮气气氛下对原子层沉积法制备的W/Al₂O₃薄膜进行了退火处理, 利用高阻测试仪、扫描电子显微镜及能量色散X射线谱对薄膜进行表征, 研究了退火对薄膜电学性能及形貌的影响。结果表明, 在1 h退火时间下, 400°C~600°C退火不仅使薄膜方块电阻数值明显降低, 而且随退火温度升高呈持续下降趋势, 当退火温度上升至700°C~800°C时, 方块电阻偏离下降趋势, 出现了明显上升趋势; 当退火时间延长至2 h时, 薄膜在400°C~500°C条件下仍保持下降趋势, 但在600°C条件下方块电阻出现明显跃升。SEM与EDS结果表明, 电学异常与薄膜表面连续性下降密切相关。

关键词

原子层沉积, W/Al₂O₃纳米薄膜, 退火, 方块电阻, 表面形貌

Effect of Annealing Conditions on the Morphology and Electrical Properties of Atomic Layer Deposited W/Al₂O₃ Nanofilms

Guanhua Gao, Guozheng Wang*, Entong Jiang, Tianhao Wang

School of Physics, Changchun University of Science and Technology, Changchun Jilin

Received: February 27, 2026; accepted: May 20, 2026; published: May 28, 2026

Abstract

The W/Al₂O₃ thin films deposited by atomic layer deposition (ALD) were annealed in a nitrogen

*通讯作者。

文章引用: 高管哗, 王国政, 蒋恩桐, 王天昊. 退火对原子层沉积 W/Al₂O₃ 纳米薄膜形貌与电学性能的影响[J]. 物理化学进展, 2026, 15(2): 110-121. DOI: 10.12677/japc.2026.152012

atmosphere and characterized by a high-resistance meter, scanning electron microscopy (SEM), and energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) to investigate the effects of annealing on their electrical properties and surface morphology. The results show that under a 1 h annealing duration, annealing at 400°C~600°C not only significantly reduced the sheet resistance of the films but also led to a continuous decrease with increasing temperature; however, when the annealing temperature increased to 700°C~800°C, the sheet resistance deviated from the decreasing trend and exhibited a pronounced increase. When the annealing time was extended to 2 h, the films maintained a decreasing trend in sheet resistance at 400°C~500°C, whereas a marked increase in sheet resistance was observed at 600°C. SEM and EDS analyses indicate that the electrical anomalies are closely correlated with the degradation of surface continuity in the films.

Keywords

Atomic Layer Deposition, W/Al₂O₃ Nanofilms, Annealing, Sheet Resistance, Surface Morphology

Copyright © 2026 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

微通道板(Microchannel Plate, MCP)作为高灵敏电子倍增器件的核心组件,在弱光探测和成像探测等领域具有重要应用价值。近年来,基于原子层沉积(Atomic Layer Deposition, ALD)技术构建功能薄膜结构的新型 MCP 制备方法逐渐受到关注[1][2]。ALD 技术具有优异的厚度可控性和高覆盖能力,能够在高纵横比微结构内壁形成均匀膜层[3],为提升器件性能与一致性提供了重要技术手段[4]。

在新型 ALD 微通道板的制备过程中,沉积完成后的膜层通常需要经历一定的热处理步骤,以满足后续工艺或器件使用要求[5][6]。然而,热处理过程可能对薄膜的表面形貌、连续性以及电学性能产生显著影响[7]-[9]。特别是在复合纳米薄膜体系中,退火温度和退火时间的变化可能导致膜层性能发生波动,若控制不当,可能引起表面结构破坏或电学性能异常[10],从而影响器件的稳定性和可靠性[11][12]。因此,明确退火条件对薄膜形貌与电学性能的影响规律,对于优化 ALD 微通道板的工艺参数具有重要意义。

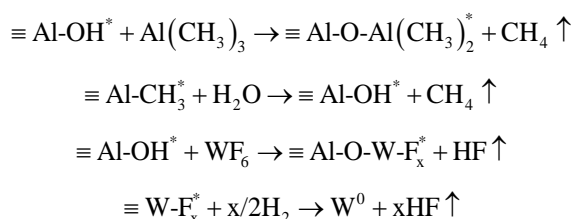
W/Al₂O₃ 纳米薄膜作为潜在功能结构体系,其性能对热处理条件较为敏感[13][14]。围绕 ALD 微通道板制备过程中所涉及的热处理环节,本文系统研究了不同退火温度与退火时间条件下 W/Al₂O₃ 纳米薄膜表面形貌及电学性能的变化特征。通过方块电阻测试、扫描电子显微镜(SEM)及能量色散 X 射线谱(EDS)分析退火过程中薄膜性能演化及异常行为的出现规律,为新型 ALD 微通道板热处理工艺的合理设计提供实验依据。

2. 实验材料及方法

实验使用的衬底是双面抛光,全片厚度变化(TTV)在 1~3 μm 以内,表面粗糙度(RMS)小于 0.2 nm 的矩形石英基片,厚度为 1 mm,长 1.5 cm,宽 1 cm。

衬底采用食人鱼溶液进行羟基化处理[15],以去除有机污染并引入表面活性位点。处理后依次在无水乙醇和超纯水中超声清洗各 15 min,随后以高纯 N₂ 吹干备用。W/Al₂O₃ 复合薄膜采用原子层沉积(ALD)方法制备,总循环数为 20,生长温度为 250°C。Al₂O₃ 层以前驱体三甲基铝(TMA)和 H₂O 交替沉积,W 层以前驱体 WF₆ 和 Si₂H₆ 交替沉积,并采用滞留法提高沉积质量。WF₆ 与 Si₂H₆ 脉冲时间为 0.02 s,滞留时间为 3 s,吹扫时间为 10 s;TMA 与 H₂O 脉冲时间为 0.04 s,吹扫时间为 10 s,载气为高纯 N₂。ALD 过

程中涉及的化学反应方程式如下[3]:



薄膜在氮气气氛中进行退火处理, 升温速率为 $20^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, 升至设定温度后保温 1 h 或 2 h, 随后在 N_2 气氛中吹拂冷却至室温。退火温度范围为 $400^\circ\text{C}\sim 800^\circ\text{C}$, 其中 $400^\circ\text{C}\sim 600^\circ\text{C}$ 设置 1 h 与 2 h 两种时间, 考虑到高温长时间退火可能引起薄膜明显粗化或结构失稳[16] [17], 700°C 与 800°C 仅设置 1 h 作为高温对照。

据此, 样品分组以及编号如表 1 所示:

Table 1. Sample number and annealing conditions
表 1. 样品编号与退火条件

样品编号	退火时间/h	退火温度/ $^\circ\text{C}$
A1-S400	1	400
A2-S500	1	500
A3-S600	1	600
A4-S700	1	700
A5-S800	1	800
A6-L400	2	400
A7-L500	2	500
A8-L600	2	600
A9-N	-	-

通过上述分组设计, 可以在中低温退火区间内系统比较退火时间效应, 同时利用高温退火样品作为对照, 分析退火温度进一步升高对 $\text{W}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 纳米薄膜形貌与电性能的影响。薄膜的电学性能采用方块电阻进行表征。使用了型号为 ADVANTEST R8340A 的超高阻计在室温条件下进行测试, 测试腔体内压强约为 $1.7 \times 10^{-2} \text{ Pa}$, 测试电压为 1000 V。每片样品选取 3 个不同位置进行测量, 以降低局部不均匀性对结果的影响, 取各测量点的平均值作为该样品的代表性方块电阻。薄膜表面形貌采用 SEM 进行观察, 加速电压为 3.0 kV, 放大倍率范围为 $500\times\sim 2000\times$, 通过对不同退火条件样品的形貌对比, 分析退火温度与时间对薄膜表面连续性、特征尺寸及均匀性的影响。为辅助分析退火处理对薄膜表面形貌及元素分布特征的影响, 采用能量色散 X 射线能谱(EDS)进行表征。EDS 分析结合 SEM 结果使用, 用于判断薄膜表面元素分布的均匀性, 并分析高温或长时间退火条件下特征区域的元素组成, 为后续结构演化讨论提供依据。

3. 结果与讨论

3.1. 方块电阻随退火温度与时间的变化

各样品在退火处理前后均进行了方块电阻测试。为避免样品间初始沉积状态差异对分析结果的影响,

本文中电学性能对比均基于同一样品退火前后的方块电阻变化。需要说明的是，样品 A9-N 仅用于 SEM 表面形貌表征，不参与退火后电学性能分析。

为分析退火温度与退火时间对 W/Al₂O₃ 复合薄膜电学性能的影响，整理了不同退火时间条件下样品方块电阻在退火前后的变化情况。表 2 汇总给出了 1 h 与 2 h 退火条件下，各温度对应样品的方块电阻测试结果。

Table 2. Comparison of sheet resistance changes of samples under different annealing time and temperature conditions
表 2. 不同退火时间与退火温度条件下样品方块电阻变化对比

样品编号	退火时间/h	退火温度/°C	退火前方块电阻/ $\Omega \cdot \square^{-1}$	退火后方块电阻/ $\Omega \cdot \square^{-1}$
A1-S400	1	400	1.72637×10^{13}	1.38659×10^{11}
A2-S500	1	500	1.80766×10^{13}	5.40702×10^8
A3-S600	1	600	9.79671×10^{12}	9.69191×10^6
A4-S700	1	700	2.90757×10^{13}	2.55039×10^{11}
A5-S800	1	800	6.13821×10^{12}	5.40702×10^{12}
A6-L400	2	400	5.01328×10^{12}	7.97254×10^9
A7-L500	2	500	1.20517×10^{13}	5.67811×10^7
A8-L600	2	600	3.78636×10^{12}	2.95114×10^{14}

为更直观地比较不同退火时间条件下方块电阻随退火温度的变化趋势，基于表 2 中低温区间测试结果，将 1 h 与 2 h 退火条件下的退火后方块电阻按温度顺序绘制为趋势对比图，如图 1 所示。

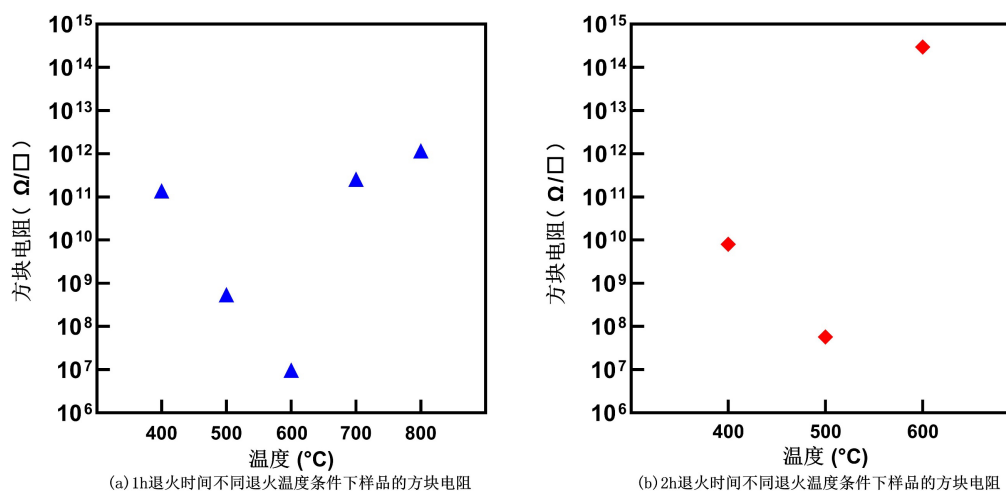


Figure 1. Variation of sheet resistance with annealing temperature after annealing in the medium-low temperature range under different annealing time

图 1. 不同退火时间条件下中低温区间退火后方块电阻随退火温度的变化图

由图 1(a)可见，在 1 h 退火过程中，与退火前相比，各温度退下方块电阻均出现数量级显著降低，薄膜方块电阻在 400°C~600°C 区间内随退火温度升高呈持续降低趋势，说明在该时间尺度内，升温更可

能促进导电通道的形成与连通(例如 W 相的聚集/长大、界面缺陷态演化或氧相关缺陷增多导致的有效载流通道增强),从而使整体电导提高,而当退火温度进一步升高至 700℃及以上时,该下降趋势不再延续,方块电阻出现明显偏离;在 400℃和 500℃条件下,延长退火时间至 2 h 后,样品方块电阻相对于退火前均明显降低,与 1 h, 400℃~600℃区间总体趋势一致;而在 600℃、2 h 条件下,样品 A8-L600 的方块电阻则显著升高。

值得注意的是,样品 A4-S700, A5-S800, A8-L600 方块电阻出现上升趋势,除晶化相关的结构失稳外,亦可能与高温长时导致的导电相去连通化、W 相氧化/包覆、或热应力诱发的微裂纹/局部剥离等因素有关;其主导机制仍需结合形貌与成分表征进一步判定。

上述结果表明,无论通过提高退火温度还是延长退火时间,当退火条件增强至一定程度后, W/Al₂O₃ 纳米薄膜的电学性能均可能发生变化,不同退火条件下电阻跃升点的出现,显示出退火条件对薄膜电学行为具有明显的阈值特征,为后续结合薄膜表面形貌、元素分布及结构演化开展进一步分析提供了依据。

3.2. 退火对薄膜表面形貌与均匀性的影响

为分析退火条件对 W/Al₂O₃ 纳米薄膜表面形貌与均匀性的影响,对不同退火条件样品进行了 SEM 表面观察,如图 2 所示。图 2(a)~(i)分别对应样品 A1-S400~A9-N。

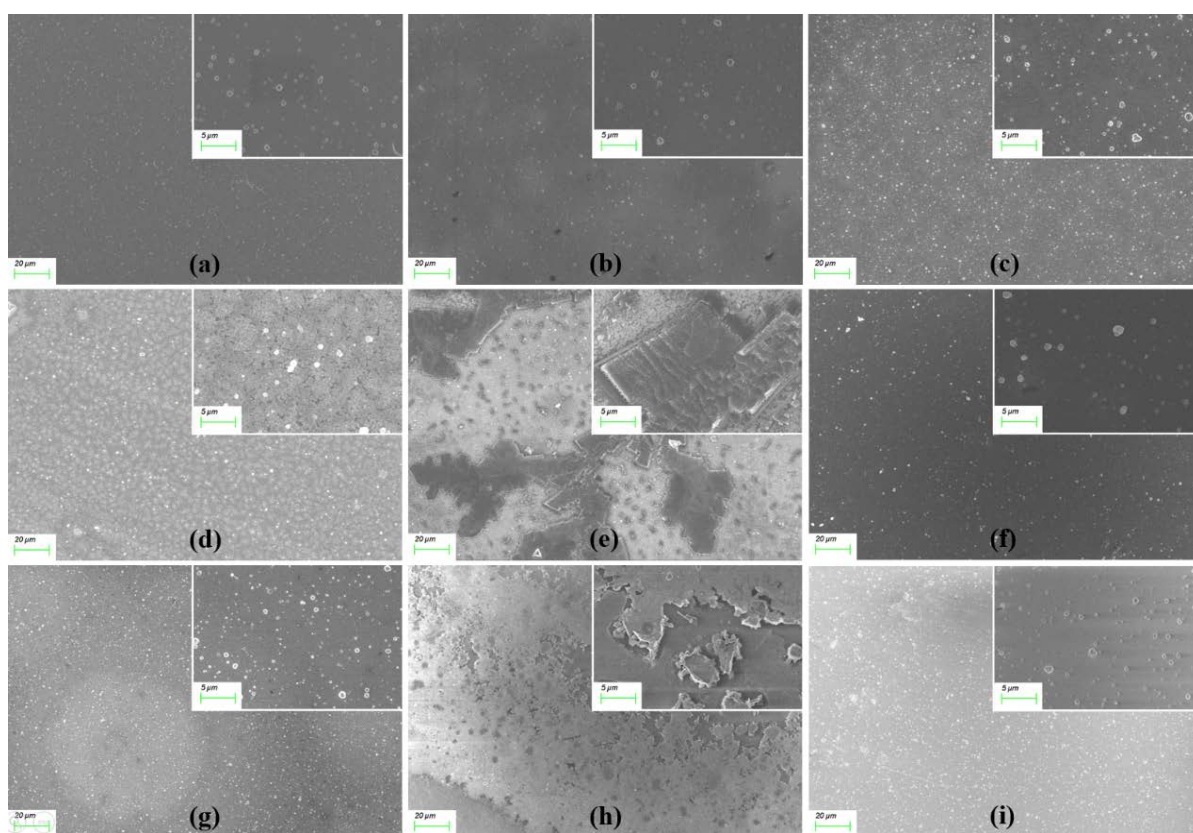


Figure 2. SEM surface morphologies of W/Al₂O₃ nanofilms under different annealing conditions

图 2. 不同退火条件下 W/Al₂O₃ 纳米薄膜的 SEM 表面形貌

未退火样品 A9-N (图 2(i))整体背景较为均一,表面可见大量分散的细小亮点特征,呈现“点状特征均匀弥散”的形貌特征;同时在局部区域可观察到弱的条纹状背景纹理(可能与基底表面状态或成像条件

相关), 但未见大面积破裂、卷曲或明显的片状剥离结构。该结果表明薄膜沉积后的表面连续性整体良好, 可作为后续退火样品形貌变化的对照基准。

A1-S400 (图 2(a), 400°C, 1 h) 表面以细小亮点为主, 整体均匀性较好, 未见明显的岛状团聚或片状结构。

A2-S500 (图 2(b), 500°C, 1 h) 整体仍保持连续, 但可观察到少量暗色点/微小缺陷散布, 均匀性较 A1-S400 略有下降。

A3-S600 (图 2(c), 600°C, 1 h) 表面亮点密度明显增加, 局部出现相对更大的亮点/颗粒特征, 但总体仍呈连续膜形貌, 未见大面积剥离或贯穿裂纹。

A4-S700 (图 2(d), 700°C, 1 h) 与 400°C~600°C 样品相比差异显著: 表面出现较为清晰的网状/胞状纹理结构, 背景起伏感增强, 亮点特征仍存在且局部分布不均。该形貌变化提示在更高温度下薄膜表面发生了显著重构, 均匀性与稳定性开始下降。

A5-S800 (图 2(e), 800°C, 1 h) 表面形貌发生强烈变化, 可观察到大面积不规则片状结构、明显边界与台阶状/层状特征, 局部区域呈现类似“翘起/剥离/堆叠”的形貌特征, 整体连续性明显劣化。该样品表明在 800°C、1 h 条件下薄膜表面稳定性显著不足。

A6-L400 (图 2(f), 400°C, 2 h) 整体背景较为平滑, 点状特征仍存在, 但可见少量相对更大的亮点/颗粒分布; 总体仍呈连续膜形貌。

A7-L500 (图 2(g), 500°C, 2 h) 表面亮点特征密度较 A6-L400 增加, 并出现较多“环状/空心”亮点特征, 局部还可见暗色斑块, 表明表面形貌的非均匀性进一步增强。

A8-L600 (图 2(h), 600°C, 2 h) 形貌失稳最为显著: 表面出现大面积不规则片状结构与边界清晰的剥离/卷曲特征, 连续膜区域被明显破坏, 整体均匀性与连续性均显著下降。

综合图 2 可见: 在中低温区间内, 1 h 退火(A1-S400~A3-S600) 总体仍保持连续膜形貌, 但表面点状特征随温度升高呈增强趋势; 当退火温度升高至 700°C~800°C(A4-S700、A5-S800) 时, 薄膜表面出现明显重构与失稳特征, 尤其在 800°C 时片状结构与不连续特征突出; 在 2 h 退火条件下(A6-L400~A8-L600), 随温度从 400°C 提升至 600°C, 表面非均匀性逐步增强, 并在 600°C、2 h (A8-L600) 出现显著的连续性破坏与片状剥离特征。

上述形貌演化结果表明, 退火温度升高与退火时间延长均可能降低 W/Al_2O_3 纳米薄膜的表面形貌稳定性。结合前述方块电阻测试结果可以发现, 在 1 h 退火条件下的 700°C 和 800°C 以及 2 h 退火条件下的 600°C, 薄膜电学性能均出现明显异常变化; 对应的 SEM 图像中, 这些样品亦表现出显著的表面重构、连续性劣化或片状结构特征。上述对应关系表明, 薄膜在这些退火条件下已发生明显的形貌失稳, 其可能与电学性能异常跃升行为密切相关。后续可结合 EDS 与结构表征进一步分析其与电学异常行为之间的关联。

3.3. 退火样品表面的 EDS 分析

为进一步分析高温或长时间退火条件下 W/Al_2O_3 纳米薄膜表面异常形貌结构的组成特征, 在 SEM 表面形貌观察的基础上, 对具有代表性的区域进行了 EDS 分析。EDS 测试主要选取 SEM 图像中具有明显对比差异的区域, 包括片状或不规则结构区域以及相邻的相对平整背景区域, 以对比不同形貌区域的元素分布特征。

需要指出的是, EDS 分析主要用于获得薄膜表面元素分布的定性或半定量信息, 其结果旨在反映不同形貌区域之间的相对成分差异, 而非对元素的化学状态进行判定。

针对在方块电阻测试中表现出异常变化的 700°C、1 h 退火样品(A4-S700), 对其 SEM 图像中具有明

显网状/胞状纹理特征的区域进行了 EDS 分析，并与相邻较为平整的背景区域进行对比。如图 3、表 3 所示，EDS 结果显示，不同形貌区域中 W、Al 与 O 元素的相对信号强度存在一定差异，表明该退火条件下薄膜表面成分分布已不再完全均一。

结合 SEM 观察结果可以看出，在 700℃、1 h 条件下薄膜表面已发生明显重构，EDS 所反映的元素分布差异与表面形貌变化在空间位置上具有一致性，为该样品在电学性能上偏离中低温退火趋势提供了成分分布层面的证据。

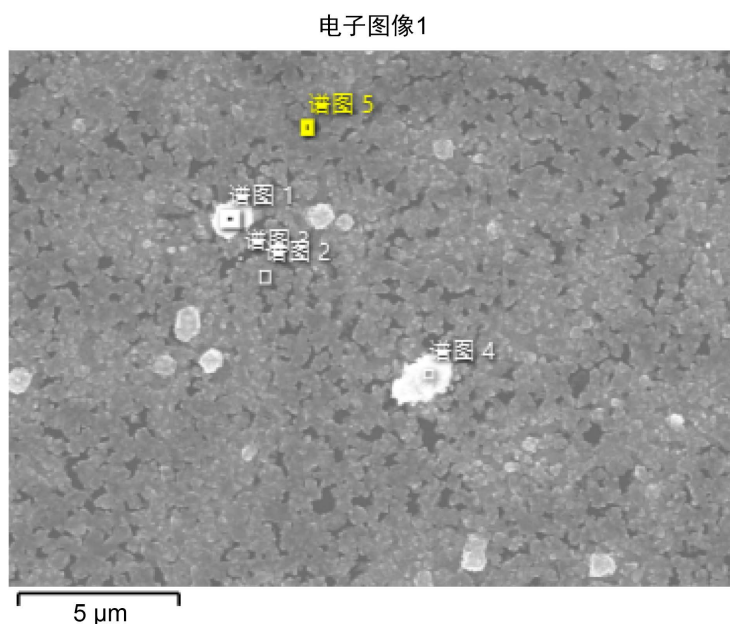


Figure 3. Schematic diagram of EDS analysis points for sample A4-S700
图 3. 样品 A4-S700 EDS 分析点位示意图

Table 3. EDS test results of sample A4-S700
表 3. 样品 A4-S700 EDS 检测结果表

元素	信号类型	线	谱图 1		谱图 2	
			wt%	at%	wt%	at%
O	EDS	K 线系	37.38	64.45	38.07	55.01
Al	EDS	K 线系	29.98	30.65	50.89	43.60
W	EDS	L 线系	32.64	4.90	11.04	1.39
总量			100.00	100.00	100.00	100.00

对 800℃、1 h 退火样品(A5-S800)中 SEM 观察到的片状结构及边界清晰的特征区域进行了 EDS 分析。如图 4、表 4 所示，结果表明，片状结构区域与相邻背景区域之间的元素信号分布存在明显差异，显示高温条件下薄膜表面成分分布的非均匀性进一步增强。

与 700℃、1h 样品相比，800℃、1 h 退火样品中表面形貌失稳更为显著，EDS 所揭示的元素分布差异范围亦更大。这一结果与该样品在方块电阻测试中表现出的异常变化在退火条件上具有一致性，说明在更高退火温度下薄膜表面结构与成分分布均发生了更剧烈的变化。

电子图像2

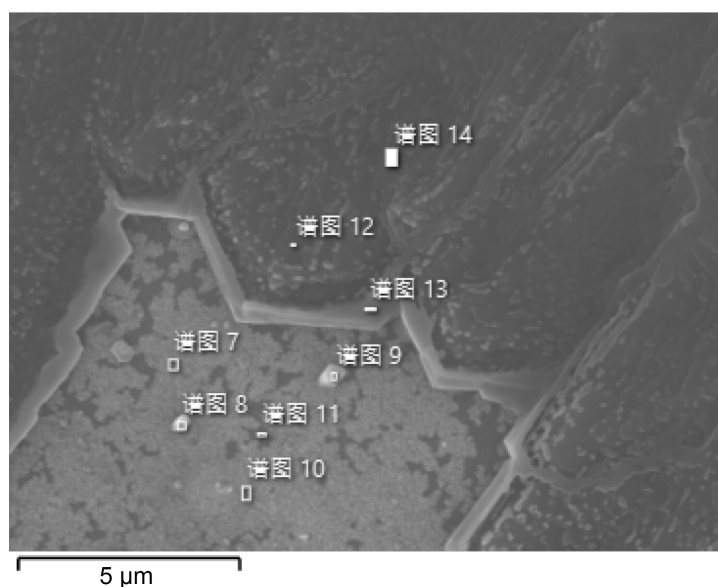


Figure 4. Schematic diagram of EDS analysis points for sample A5-S800
图 4. 样品 A5-S800 的 EDS 分析点位示意图

Table 4. EDS test results of sample A5-S800
表 4. 样品 A5-S800 EDS 检测结果表

元素	信号类型	线	谱图 14		谱图 7	
			wt%	at%	wt%	at%
O	EDS	K 线系	26.81	53.35	40.53	56.22
Al	EDS	K 线系	33.74	39.81	52.15	42.90
W	EDS	L 线系	39.46	6.83	7.32	0.88
总量			100.00	100.00	100.00	100.00

针对在中低温长时间退火条件下电学性能出现显著异常的 600℃、2 h 退火样品(A8-L600), 对其 SEM 图像中不规则结构区域及相邻背景区域进行了 EDS 对比分析, 如图 5、表 5 所示。

Table 5. EDS test results of sample A8-L600
表 5. 样品 A8-L600 EDS 检测结果表

元素	信号类型	线	谱图 12		谱图 9	
			wt%	at%	wt%	at%
O	EDS	K 线系	78.50	86.06	79.05	86.63
Al	EDS	K 线系	21.43	13.93	20.52	13.33
W	EDS	L 线系	0.07	0.01	0.43	0.04
总量			100.00	100.00	100.00	100.00

电子图像2

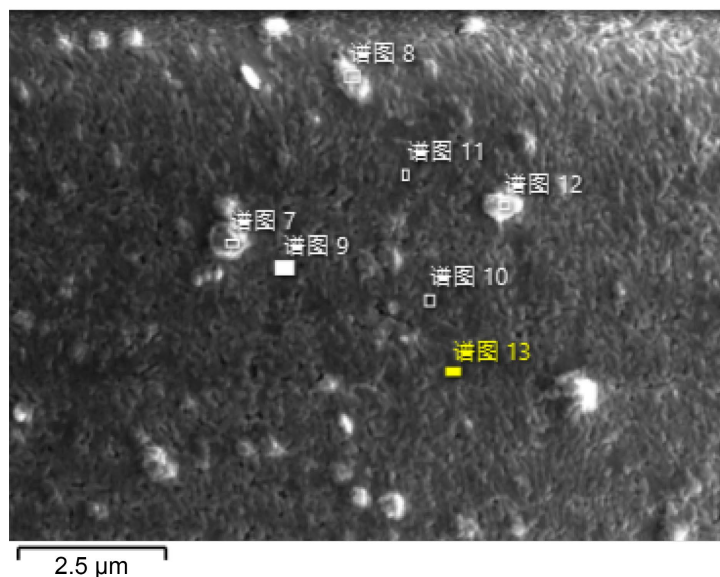


Figure 5. Schematic diagram of EDS analysis points for sample A8-L600
图 5. 样品 A8-L600 的 EDS 分析点位示意图

综合 EDS 分析结果可以看出，600℃、2 h 退火样品中薄膜整体成分分布仍相对均匀，未表现出明显的成分富集或缺失现象。结合 SEM 表面形貌观察结果推测，该样品在电学性能上出现的异常变化更可能与长时间退火条件下薄膜表面连续性破坏及结构完整性下降有关，而非由整体成分分布变化直接引起。

综合高温短时间退火样品与中低温长时间退火样品的 EDS 分析结果可以发现，在出现显著表面形貌异常的退火条件下，薄膜表面不同形貌区域之间均表现出一定程度的元素分布不均。这表明退火条件的增强不仅影响薄膜的表面形貌稳定性，同时也会对其表面成分分布产生影响，为后续结合电学性能变化进行讨论提供了成分层面的实验依据。

3.4. 退火条件对 W/Al₂O₃ 纳米薄膜电学特性影响的综合讨论

综合方块电阻测试、SEM 表面形貌观察以及 EDS 分析结果，可以对不同退火条件下 W/Al₂O₃ 纳米薄膜电学性能的演化特征进行归纳讨论。

在 1 h 退火路径中，薄膜在 400℃~600℃ 区间内随退火温度升高表现出方块电阻持续降低的趋势，对应样品的 SEM 表面形貌整体保持连续，仅表现为点状特征密度的逐步变化；当退火温度进一步升高至 700℃ 与 800℃ 时，薄膜方块电阻不再延续原有下降趋势，而 SEM 图像中则出现明显的表面重构、片状结构及均匀性下降等特征，表明在高温条件下薄膜的结构与形貌稳定性已发生显著改变。

在 2 h 退火路径中，薄膜在 400℃~500℃ 条件下的电学行为与 1 h 退火样品表现出相似趋势，而在 600℃、2 h 条件下，薄膜方块电阻发生显著跃升。对应的 SEM 与 EDS 结果显示，该样品表面出现大面积不连续结构，并伴随明显的元素分布不均现象，显示长时间退火在中低温区间内同样可能导致薄膜结构稳定性的破坏。

从渗流理论角度看，W/Al₂O₃ 复合薄膜可视为导电相分散于绝缘基体中的非均匀传输体系，其宏观电学性能主要取决于导电相之间的有效连通程度。当体系中导电单元的连接概率低于渗流阈值时，电子传输主要依赖局部跃迁或隧穿过程，薄膜整体电阻较高；随着中低温退火温度升高，热处理促进了薄膜内部结构弛豫及界面重排，缩短了导电单元之间的有效间距并改善了局部接触状态，使更多分散的 W 导电

单元参与面内贯通网络中。该过程等效于提高了体系的有效连通度,使薄膜逐步接近并进一步越过渗流阈值,因此方块电阻随退火温度升高呈持续下降趋势。

对于高强度退火条件下出现的方块电阻异常跃升,可从渗流网络退化的角度进行理解。 W/Al_2O_3 复合薄膜的电学性能取决于导电单元在绝缘基体中的有效连通程度。当退火条件适中时,热处理有利于导电单元之间局部接触的改善和导电路径的完善;而当退火温度过高或退火时间过长时,导电相可能发生进一步迁移、团聚及表面重构,使原有较均匀的二维导电网络被削弱甚至局部中断。该过程等效于体系有效连通度下降,使薄膜由充分越过渗流阈值的状态重新接近临界阈值,从而导致宏观电导显著下降、方块电阻异常升高。同时,高强度退火还可能引起膜层连续性破坏和面内传输路径受阻,进一步放电阻跃升行为。

上述结果表明,无论通过提高退火温度还是延长退火时间,当退火条件增强至一定程度后, W/Al_2O_3 纳米薄膜的电学性能均可能由改善转变为异常变化。这种电学异常行为在退火条件上与薄膜表面形貌失稳及成分分布不均现象具有一致性,表明退火条件对薄膜电学性能、表面形貌及成分分布具有协同影响。

本文的分析主要基于形貌与成分分布层面的实验结果,关于薄膜结构演化及其对电学性能影响的具体机理仍有待进一步研究。上述讨论为后续从结构表征角度深入理解退火条件下 W/Al_2O_3 纳米薄膜电学异常行为提供了实验基础。

4. 结论

本文研究了退火温度与退火时间对原子层沉积 W/Al_2O_3 纳米薄膜表面形貌及电学性能的影响。结果表明,在中低温退火区间($400^{\circ}C\sim 600^{\circ}C$)内,1 h 退火可显著降低薄膜方块电阻,且随退火温度升高电阻持续下降,对应样品的 SEM 表面形貌整体保持连续,均匀性较好。当在相同温度区间内延长退火时间至 2 h 时,薄膜在 $400^{\circ}C\sim 500^{\circ}C$ 条件下仍表现出电阻降低行为,但在 $600^{\circ}C$ 、2 h 条件下方块电阻出现显著跃升,对应 SEM 图像中出现明显的表面不连续结构,EDS 分析显示该样品表面不同区域的元素分布不再均一。

在高温退火条件下($700^{\circ}C\sim 800^{\circ}C$, 1 h),薄膜方块电阻不再延续中低温区间的下降趋势,而表现出明显偏离;相应的 SEM 表面形貌中出现片状结构、表面重构及均匀性下降等特征,EDS 结果亦表明局部区域存在元素分布不均现象。综合不同退火路径的结果可以看出,无论通过提高退火温度还是延长退火时间,当退火条件增强至一定程度后, W/Al_2O_3 纳米薄膜的电学性能均可能由改善转变为异常变化,其电学异常行为在退火条件上与薄膜表面形貌失稳及元素分布不均现象具有一致性。

平整石英基底上的退火阈值温度可为新型 ALD 微通道板热处理工艺提供重要参考,但其结论不能不加区分地平行转移到具有复杂曲率和受限空间的 MCP 微孔内部。其原因在于,微孔内壁与平整基底在几何边界条件、热传递环境以及膜层演化约束方式上均存在明显差异。对于平整基底,膜层处于相对开放的表面环境中,退火过程中表面扩散、应力释放和局部形貌重构更容易沿膜面自由进行;而在 MCP 微孔内部,薄膜沉积于高长径比曲面与受限空间内,局部热场分布、气体交换效率、挥发性副产物脱附条件以及膜层受限收缩行为均可能不同于平面样品。这意味着,在平面石英基底上对应于“导电网络优化”与“形貌失稳”转折点的阈值温度,在微孔内部未必保持数值上的一致性,其临界条件更可能表现为一个与孔径、长径比、膜层厚度及孔内覆盖均匀性相关的工艺窗口,而非简单可复制的单一温度值。

因此,本研究关于中低温退火有利于降低方块电阻、高强度退火可能引发电学异常与形貌失稳的结论,更适宜理解为一种规律性判据,而不是可直接照搬到 MCP 微孔内部的绝对温度界限。换言之,平整石英基底上的结果能够用于识别退火作用由“结构优化主导”向“连续性破坏主导”转变的基本趋势,并为 MCP 热处理参数筛选提供初始依据,但对于阈值温度本身仍需结合微孔内壁样品或实际器件结构

进一步验证。也就是说, 本文所得阈值温度更适用于平面模型体系下的相对比较与工艺预判, 其对 MCP 微孔内部的适用性应限定在趋势参考与窗口估计层面, 而不宜直接作为最终工艺定值。这一适用边界的明确, 有助于避免将平面基底上的热处理结果过度外推, 同时也为后续面向真实 MCP 结构开展进一步研究提供了方向。

基金项目

吉林省科技厅面上项目 Science and Technology Department project of Jilin Province (Grant/Award Number: 20250102142JC)。

参考文献

- [1] Bohórquez Martínez, C., Vazquez Arce, J.L., Cuentas Gallegos, A.K. and Tiznado, H. (2025) Enhanced Oxygen Sensing in ZrO₂ Thin Films via Atomic Layer Deposition by Post-Deposition Annealing. *Ceramics International*, **51**, 9464-9471. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.12.380>
- [2] 郭俊江, 朱香平, 许彦涛, 等. 原子层沉积微通道板的研究进展[J]. 材料导报, 2020, 34(3): 86-95.
- [3] Kawasaki, S., Yamashita, Y., Oka, N., Yagi, T., Jia, J., Taketoshi, N., *et al.* (2013) Thermal Boundary Resistance of W/Al₂O₃ Interface in W/Al₂O₃/W Three-Layered Thin Film and Its Dependence on Morphology. *Japanese Journal of Applied Physics*, **52**, Article 065802. <https://doi.org/10.7567/jjap.52.065802>
- [4] Xu, Y., Xu, T., Liu, H., Cai, H. and Wang, C. (2017) Gain Regulation of the Microchannel Plate System. *International Journal of Mass Spectrometry*, **421**, 234-237. <https://doi.org/10.1016/j.ijms.2017.07.017>
- [5] Mamun, M.A., Baumgart, H. and Elmustafa, A.A. (2015) ALD Zirconium Oxide (ZrO₂) Thin Films Mechanical/Structural Properties for High-Tech Applications. *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, **4**, Q35-Q37. <https://doi.org/10.1149/2.0051505jss>
- [6] Xu, R., Selvaraj, S.K., Jursich, G., Feinerman, A. and Takoudis, C. (2013) Nucleation Behavior-Morphology-Resistivity of Atomic Layer Deposited Pt on Atomic Layer Deposited Yttria-Stabilized Zirconia Films. *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, **2**, P452-P456. <https://doi.org/10.1149/2.017311jss>
- [7] Cui, Y., Zhao, Y., Zhang, G., Zhu, M., Song, C., Tao, C., *et al.* (2021) Influence of Annealing Temperature on the Performance of TiO₂/SiO₂ Nanolaminated Films. *Chinese Optics Letters*, **19**, Article 121406. <https://doi.org/10.3788/col202119.121406>
- [8] Wang, J., Russo, P.A. and Pinna, N. (2023) Impact of Surface Hydroxyl Groups on CuO Film Growth by Atomic Layer Deposition. *Langmuir*, **39**, 11603-11609. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.3c01109>
- [9] Zhao, H., Yang, P., Li, S., *et al.* (2022) Effects of Microwave Annealing Time on the Structure, Optical and Electrical Properties of HfO₂ Thin Films. *Rare Metal Materials and Engineering*, **51**, 1325-1331.
- [10] Golovina, I.S., Falmbigl, M., Plokhikh, A.V., Parker, T.C., Johnson, C. and Spanier, J.E. (2018) Effect of Annealing Conditions on the Electrical Properties of Ald-Grown Polycrystalline BiFeO₃ Films. *Journal of Materials Chemistry C*, **6**, 5462-5472. <https://doi.org/10.1039/c7tc05755e>
- [11] Wang, X., Qin, X., Wang, W., Liu, Y., Shi, X., Sun, Y., *et al.* (2018) Interface Chemistry and Surface Morphology Evolution Study for InAs/Al₂O₃ Stacks Upon in Situ Ultrahigh Vacuum Annealing. *Applied Surface Science*, **443**, 567-574. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.03.009>
- [12] Kim, C.R., Lee, J.Y., Heo, J.H., Shin, C.M., Lee, T.M., Park, J.H., *et al.* (2010) Effects of Annealing Temperature and Al₂O₃ Buffer Layer on ZnO Thin Films Grown by Atomic Layer Deposition. *Current Applied Physics*, **10**, S298-S301. <https://doi.org/10.1016/j.cap.2009.07.033>
- [13] Kim, C.R., Shin, C.M., Lee, J.Y., Heo, J.H., Lee, T.M., Park, J.H., *et al.* (2010) Influence of Annealing Duration on Optical Property and Surface Morphology of ZnO Thin Film Grown by Atomic Layer Deposition. *Current Applied Physics*, **10**, S294-S297. <https://doi.org/10.1016/j.cap.2009.11.071>
- [14] Wang, Y., Shen, H., Bai, Y., Tang, Y., Liu, K., Li, C., *et al.* (2013) Influences of High-Temperature Annealing on Atomic Layer Deposited Al₂O₃/4H-SiC. *Chinese Physics B*, **22**, Article 078102. <https://doi.org/10.1088/1674-1056/22/7/078102>
- [15] Bhattacharjee, A. and Kim, T. (2021) Extensive Analysis on the Effects of Post-Deposition Annealing for ALD-Deposited Al₂O₃ on an N-Type Silicon Substrate. *Materials*, **14**, Article 3328. <https://doi.org/10.3390/ma14123328>
- [16] Langston, M.C., Dasgupta, N.P., Jung, H.J., Logar, M., Huang, Y., Sinclair, R., *et al.* (2012) In Situ Cycle-by-Cycle Flash Annealing of Atomic Layer Deposited Materials. *The Journal of Physical Chemistry C*, **116**, 24177-24183. <https://doi.org/10.1021/jp308895e>

-
- [17] Petrova, D., Napoleonov, B., Minh, C.N.H., Marinova, V., Lan, Y., Avramova, I., *et al.* (2023) The Effect of Post Deposition Treatment on Properties of ALD Al-Doped ZnO Films. *Nanomaterials*, **13**, Article 800. <https://doi.org/10.3390/nano13050800>.