ICS号

中国标准文献分类号

团体标准

T/CMES XXXX—2019

代替 T/CMES XXXX—201X

**磁控溅射法制备钨铼合金氧化铟锡复合薄膜热电偶温度传感器工艺规范**

Process specification for thermocouple temperature sensor with tungsten rhenium alloy indium tin oxide composite film prepared by magnetron sputtering

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国机械工程学会 发布

中国机械工程学会（英文简称CMES）是具备开展国内、国际标准化活动资质的全国性社会团体。制定中国机械工程学会团体标准，以满足企业需要和市场需求，推动机械工业创新发展，是中国机械工程学会团体标准的工作内容之一。中国境内的团体和个人，均可提出制、修订中国机械工程学会团体标准的建议并参与有关工作。

中国机械工程学会团体标准按《中国机械工程学会团体标准管理办法》进行制定和管理。

中国机械工程学会团体标准草案经向社会公开征求意见，并得到参加审定会议的3/4以上的专家、成员的投票赞同，方可作为中国机械工程学会团体标准予以发布。

在本标准实施过程中，如发现需要修改或补充之处，请将意见和有关资料寄给中国机械工程学会，以便修订时参考。

本标准版权为中国机械工程学会所有。除了用于国家法律法规或事先得到中国机械工程学会正式许可外，不得以任何形式或手段复制、再版或使用本标准及其章节（包括电子版、影印件、发布在互联网及内部网络等）以及用于其他商业目的。

中国机械工程学会地址：北京市海淀区首体南路9号主语国际4座11层

邮政编码：100048 电话：010-68799027 传真：010-68799050

网址：[www.cmes.](http://www.cmes.)org 联系人：袁俊瑞 电子信箱：yuanjr@cmes.org

目 次

[目 次 II](#_Toc112074176)

[前 言 IV](#_Toc112074177)

[引 言 5](#_Toc112074178)

[1 范围 6](#_Toc112074179)

[2 规范性引用文件 6](#_Toc112074180)

[3 术语和定义 6](#_Toc112074181)

[3.1 磁控溅射physical vapor deposition; PVD 6](#_Toc112074182)

[3.2 热电偶 6](#_Toc112074183)

[3.3 基底 6](#_Toc112074184)

[3.4 保护层 6](#_Toc112074185)

[3.5 引线 6](#_Toc112074186)

[4 要求 7](#_Toc112074187)

[4.1 人员 7](#_Toc112074188)

[4.2 环境 7](#_Toc112074189)

[4.3 材料 7](#_Toc112074190)

[4.4 设备 7](#_Toc112074191)

[4.5 工艺参数选择 7](#_Toc112074192)

[5 工艺控制 8](#_Toc112074193)

[5.1 工艺流程 8](#_Toc112074194)

[5.2 基底清洗 8](#_Toc112074195)

[5.3 图形转移 8](#_Toc112074196)

[5.4 仿形掩膜 8](#_Toc112074197)

[5.5 溅射气体参数调节 8](#_Toc112074198)

[5.6 薄膜制备 8](#_Toc112074199)

[5.7 关机 9](#_Toc112074200)

[5.8 薄膜后期处理 9](#_Toc112074201)

[5.9 保护层制备 9](#_Toc112074202)

[6 安全要求 9](#_Toc112074203)

[6.1 操作人员行为规范 9](#_Toc112074204)

[6.2 装卸试样与靶材 9](#_Toc112074205)

[6.3 清理工作及离开注意事项 9](#_Toc112074206)

[6.4 紧急情况处理 9](#_Toc112074207)

[附录A（规范性附录） 11](#_Toc112074208)

前 言

本文件依据 T/CAS 1.1—2017《团体标准的结构和编写指南》的有关要求编写。

本文件起草单位：西安交通大学；中北大学，中冶赛迪工程技术股份有限公司；上海交通大学；清华大学；北京临济空间飞行器系统工程研究所。

本文件起草人：张仲恺；田边；赵立波；董和磊；余维江；钟星立；冯科；张丛春；阮勇。

考虑到本文件中的某些条款可能涉及专利，中国机械工程学会不负责对任何该类专利的鉴别。

本标准首次制定。

引 言

高温测试技术作为研判高温装备工作性能与安全性的关键技术，在钢铁冶金、航空航天与石油化工等领域有着十分迫切的应用需求，国内高温温度传感器在材料、加工、标定、工程应用等方面尚不成熟，尤其在更高温度、更快响应的测量需求下，存在着“量不了”、“测不准”的高温测试瓶颈；国外在高温测量领域对我国进行长期技术封锁与产品垄断，国内“得不到”成熟产品、“摸不清”关键技术，无法满足高温装备运行维护过程中对温度精准获取与控制的迫切需求。针对这类高温热流场测量问题，结合MEMS制备工艺，研制出了一种新型薄膜热电偶温度传感器。

**磁控溅射法制备钨铼合金氧化铟锡复合薄膜热电偶温度传感器工艺规范**

范围

本标准规定了磁控溅射钨铼合金氧化铟锡复合薄膜热电偶的基底材料的选择；磁控溅射钨铼-氧化铟锡复合薄膜热电偶的工艺参数要求；保护层材料的选择及其制备方法的选择；引线的连接。

本标准适用于钨铼合金氧化铟锡复合薄膜热电偶温度传感器工艺规范（磁控溅射法）。

规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 34649-2017 磁控溅射用钌靶

YS/T 718-2009 平面磁控溅射靶材 光学薄膜用铌靶

SJ/T 10478-1994 磁控溅射设备通用技术条件。

T/ZZB 0639—2018 氧化锌铝磁控溅射靶材。

术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

磁控溅射physical vapor deposition; PVD

物理气相沉积镀膜的一种方法：通过在靶材表面引入电场和磁场,利用磁场对带电粒子的约束来提高等离子体密度,并利用电场对惰性气体(通常为Ar气)粒子加速轰击靶表面﹐从而溅射出材料原子或原子团,最后沉积形成膜镀层。

热电偶

能直接测量温度，并把温度信号转换成[热电动势](https://baike.baidu.com/item/%E7%83%AD%E7%94%B5%E5%8A%A8%E5%8A%BF/5489044" \t "https://baike.baidu.com/item/%E7%83%AD%E7%94%B5%E5%81%B6/_blank)信号，通过电气仪表（二次仪表）转换成被测介质的温度的测温器件。

基底

承载薄膜热电偶的平台。

保护层

用来保护热电偶性能的薄膜层。

引线

薄膜热电偶测量段引出导线。

要求

人员

从事航空产品磁控溅射的操作人员必须经过培训和考核，持证上岗。

环境

千级洁净室

每立方英尺中大于0.5微米的粒子数目小于1000个。

材料

基底材料选择

选用是氮化硅与氧化铝陶瓷材料，其加工性能良好、加工成本低，并且强度和硬度高，抗氧化性和热稳定性也好。

热电薄膜材料选择

钨铼合金靶材成本相对于R型、S型贵金属热电偶材料靶材成本更低，而且WRe26- In2O3在理论上，应具有比传统热电偶更大的灵敏度系数，综合考虑，选择WRe26-In2O3的组合方式，实现超大灵敏度输出。

同时，磁控溅射靶材表面应清洁光亮,无指痕、油污和锈蚀,无颗粒附加物和其他沾污﹐无凹坑、划伤、裂纹、凸起等缺陷。

保护层材料选择

保护层主要目的是为了保护内部的热电极不会在高温条件下发生氧化，同时隔绝外界污染、抗冲蚀等，本工艺规范采用高温下物理化学性质稳定的Al2O3作为保护层，采用磁控溅射和溶胶-凝胶法制备多层Al2O3保护层。

引线连接材料

在热电偶制备完成后，热电偶受热产生的热电势需要在冷端利用导线和微米级薄膜粘接引出，对热电电压进行采集。合理的引线连接对热电偶电压采集是非常关键的。高温导电胶是实验室常用的一种引线连接方法，本工艺规范选用贵金属导电银胶。

设备

采用RF磁控溅射制备薄膜样品，在真空抽取过程中，机械泵在抽取低真空后（<10 Pa）后，开启插板阀并由分子泵提供高真空，其极限真空度为6.6×10-5 Pa。真空溅射腔室尺寸为450mm×280mm，腔室内包含四个溅射靶位，靶枪尺寸4英寸，两个靶之间的夹角为90°，其中两个靶可以接射频电源，另外二个靶接直流电源。在制备样品过程中，开机械泵抽取低真空，当真空度低于1.0Pa后，打开分子泵抽取本底真空。该实验设备可以制备各种纯金属薄膜、半导体薄膜、氧化物薄膜和介电薄膜等。

工艺参数选择

薄膜的制备过程中，其工艺参数（主要包括溅射功率、溅射气压、气体比例等）对薄膜的微观结构和性能有着重要的影响，从而引起热电偶性能的变化。工艺参数如下：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 材料 | 溅射功率（w） | 真空度（Pa） | Ar气流量 | 溅射时间 |
| WRe26 | 400 | 1\*10-6 | 90Sccm | 90min |
| In2O3 | 150 | 1\*10-6 | 60Sccm | 5h |
| Al2O3 | 150 | 1\*10-5 | 30Sccm | 10h |

工艺控制

工艺流程

敏感薄膜制备工艺一般包括基片清洗、样品安装、抽取本底真空、溅射气体参数调节、薄膜制备、关机、薄膜后期处理、保护层沉积。

基底清洗

该复合式薄膜热电偶选用圆柱形陶瓷基底，所设计的圆柱体侧面为一个深度为0.5mm的直槽，采用超声清洗，去除表面上的有机物和无机物，清洗工艺步骤如下：将基片放入培养皿中，依次加入适量丙酮、酒精，每次超声清洗的时间为10分钟。清洗完毕后，用去离子水冲洗，然后用N2把圆柱形陶瓷基底的侧面直槽和端面水分吹干，放入干燥箱中100℃烘干30分钟。

图形转移

防止加热时留下水渍，在加热板上进行烘干，设置加热温度120℃，加热保持15分钟。

仿形掩膜

在圆柱形陶瓷基底侧面涂覆EPG533光刻胶，只暴露基底的一侧直槽，在涂覆光刻胶的时候，必须保证光刻胶不能渗入直槽内侧壁，防止后续剥离时直槽内薄膜产生鼓包和断裂。

溅射气体参数调节

在溅射气体参数调节之前，打开射频电源和气体流量计开关进行预热，预热大概需要10分钟。因为In2O3薄膜需要高温退火处理，所以溅射次序首先制备In2O3薄膜，然后高温退火处理，再沉积WRe26薄膜。当本底真空达到设定值时，向真空腔中通入氩气，溅射In2O3时，溅射功率为150W、气体流量为60sccm、真空度为1\*10-6Pa；溅射WRe26时，溅射功率为150W、气体流量为90sccm、真空度为1\*10-6Pa；溅射Al2O3时，溅射功率为150W、气体流量为90sccm、真空度为1\*10-5Pa。手动调节插板阀，使得真空腔室真空度至，打开射频电源使靶材起辉，关闭挡板预溅射15min。按照实验要求，可同时通入其他气体如O2气，并调节气体流量计使气体流量达到比例。

薄膜制备

当衬底温度和工作气压都稳定在预定值的时候，设定射频电源功率，打开靶材挡板开始沉积薄膜。当沉积到所需要的时间后，关闭射频电源，关闭流量计，关闭加热电源。

关机

溅射完成后，关闭进气阀、高真空阀、分子泵和机械泵，最后关闭电源，当温度降至常温时，取出样品。

薄膜后期处理

在薄膜沉积完成后，为了改善薄膜性能需要对薄膜进行热处理，目的是改善薄膜质量和性能。

在溅射完In2O3薄膜后，在空气中高温1000℃下对In2O3薄膜进行退火八小时，接着再溅射WRe26电极。

保护层制备

本工艺规范选用Al2O3采用磁控溅射和溶胶-凝胶法制备多层Al2O3保护层。磁控溅射制备氧化铝保护层：其溅射参数选择：功率为150W，Ar气流量为30Sccm，真空度为1x10-5Pa，时长为10h。。

安全要求

操作人员行为规范

操作人员应在安全区域，并着装防尘服。

操作人员应在溅射过程中戴防尘口罩。

装卸试样与靶材

6.2.1打开磁控溅射机的总电源（在B9面板上)，电源三相指示灯全亮为正常。

提升或降落（“升”或“降”）样品台要注意点动操作，不要连续操作。装卸试样与靶材要戴一次性薄膜手套，避免油污、灰尘等污染。

5.2.2磁控靶的屏蔽罩与阴极间距为2-3毫米，屏蔽罩与阴极应该为断路状态。

装载试样要注意试验所用样品座位置与档板上溅射孔的对应，并记录样品座的编号及目前所对应的靶位。

6.2.3降落样品台时要注意样品台与溅射室的吻合，并用工业酒精擦洗干净样品台与溅射室的配合面。

清理工作及离开注意事项

6.3.1 将所用工具放回原处，整理室内卫生;

6.3.2在离开之前，应确定拉闸断电，关闭门窗。

紧急情况处理

忽然停电后方法：立即关闭闸板阀，然后关闭各路气阀，关闭电路按钮开关。

附录A（规范性附录）

标准中有关专利的说明:

“本标准的发布机构提请注意，声明符合本标准时，可能涉及到一种金属—氧化物型薄膜热电偶及其制备方法相关的专利的使用。”

本标准的发布机构对于该专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

该专利持有人已向本标准的发布机构保证，他愿意同任何申请人在合理且无歧视的条款和条件下,就专利授权许可进行谈判。该专利持有人的声明已在本标准的发布机构备案。相关信息可以通过以下联系方式获得：

专利持有人姓名：西安交通大学

地址：中国陕西省西安市咸宁西路28号

请注意除上述专利外，本标准的某些内容仍可能涉及专利。本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

参考文献

[1] JJF 1262-2010《铠装热电偶校准规范》；

[2]JJF 41—2014《300℃～1000℃表面热电偶校准规范》；

[3]JJF 105—2015《1500℃～2300℃套管式钨铼热电偶校准规范》；

[4]JJF 130—2017《Fe-C、Co-C、Pd-C共晶点法热电偶校准规范》；

[5]GBT 34035-2017《热电偶现场试验方法》

**ICS号**

**中国标准文献分类号**

**关键词：**