

文章编号: 1671-7449(2026)05-0600-10

J. Test Measur. Technol., 2026, 40(5): 600-609.

NiCr/NiSi 薄膜热电偶制备及 TiO₂ 薄膜沉积温度精准测量技术

刘智慧^{1,2}, 李燕宁^{1,2}, 田朋^{1,2}, 刘滔^{1,2}, 谭秋林^{1,2*}

(1. 中北大学 微纳器件与系统教育部重点实验室, 山西 太原 030051;

2. 中北大学 极限环境光电动态测试技术与仪器全国重点实验室, 山西 太原 030051)

摘要: 薄膜生长表面温度是磁控溅射薄膜微观结构和核心性能的关键决定因素。然而, 传统测温方法因时空分辨率不足和热惯性大, 难以准确区分薄膜表面温度和基片温度的差异, 导致工艺调控缺乏科学依据。为解决这一问题, 提出了一种基于 NiCr/NiSi 薄膜热电偶的精准测温技术。该技术采用直流脉冲磁控溅射法制备热电偶, 并通过静态标定获得其塞贝克系数为 10.42 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$ 。其次, 搭建了双热电偶同步测温系统, 以 TiO₂ 薄膜为研究对象, 在 0.83~5.00 W/cm² 溅射功率密度范围内, 成功实现了薄膜表面温度与基片温度的同步测量。结果表明, 热能主要在薄膜表面被吸收, 并且薄膜表面与基片之间存在显著温度梯度, 薄膜表面温度远高于基片温度。随着功率密度的提升, 薄膜表面温度从 197 $^\circ\text{C}$ 升至 541 $^\circ\text{C}$, 而基片温度则从 125 $^\circ\text{C}$ 升至 324 $^\circ\text{C}$ 。该技术具有高时空分辨率和快速响应的特点, 能够精准捕捉表面瞬态温度变化, 为优化薄膜工艺和调控其性能提供了可靠的数据支持, 对推动高性能薄膜的可控制备具有重大意义。

关键词: 直流脉冲磁控溅射; NiCr/NiSi 薄膜热电偶; TiO₂ 薄膜; 沉积温度测量

中图分类号: TP212

文献标识码: A

DOI: 10.62756/csjs.1671-7449.2026085

引用格式: 刘智慧, 李燕宁, 田朋, 等. NiCr/NiSi 薄膜热电偶制备及 TiO₂ 薄膜沉积温度精准测量技术[J]. 测试技术学报, 2026, 40(5): 600-609.

Liu Zhihui, Li Yanning, Tian Peng, et al. Preparation of NiCr/NiSi thin-film thermocouples and precise temperature measurement technology for TiO₂ thin-film deposition[J]. Journal of Test and Measurement Technology, 2026, 40(5): 600-609.

Preparation of NiCr/NiSi Thin-Film Thermocouples and Precise Temperature Measurement Technology for TiO₂ Thin-Film Deposition

Liu Zhihui^{1,2}, Li Yanning^{1,2}, Tian Peng^{1,2}, Liu Tao^{1,2}, Tan Qiulin^{1,2*}

(1. Key Laboratory of Micro/Nano Devices and Systems, Ministry of Education,

North University of China, Taiyuan 030051, China;

2. State Key Laboratory of Extreme Environment Optoelectronic Dynamic Technology and Instrument,

North University of China, Taiyuan 030051, China)

Abstract: The surface temperature during thin-film growth is critical in determining the microstructure

【收稿日期】2026-01-01

【修回日期】2026-03-16

【录用日期】2026-04-15

【基金项目】国家自然科学基金青年科学基金资助项目(52501014)

【作者简介】刘智慧(1993—), 男, 副教授, 博士, 主要从事传感器, 燃料电池测温研究。E-mail: 20250183@nuc.edu.cn。

*【通信作者】谭秋林(1979—), 男, 教授, 博士, 主要从事极端环境传感及驱动技术研究。E-mail: tanqiulin@nuc.edu.cn。

and performance of the film's core. However, conventional temperature measurement techniques cannot accurately differentiate between the surface temperature of the film and the temperature of the substrate. This is due to inadequate spatiotemporal resolution and high thermal inertia, consequently providing a scientific foundation for process control that is lacking. To address this issue, this paper presents a precise temperature measurement technique based on NiCr/NiSi thin-film thermocouples. The thermocouples were fabricated using direct current pulse magnetron sputtering, yielding a Seebeck coefficient of $10.42 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ as determined by static calibration. Secondly, a dual-thermocouple synchronous temperature measurement system was established. Using TiO₂ films as the research subject, we successfully achieved the simultaneous measurement of film surface and substrate temperatures across a sputtering power density range of 0.83 to $5.00 \text{ W}/\text{cm}^2$. The study's findings demonstrate that thermal energy absorption predominantly occurs at the film surface, accompanied by a significant temperature gradient between the film surface and the substrate. The temperature of the film surface is evidently considerably higher than that of the substrate. As the power density increased, the surface temperature rose from 197°C to 541°C , while the substrate temperature increased from 125°C to 324°C . This technology is distinguished by its high spatio-temporal resolution and rapid response, facilitating the precise capture of transient surface temperature changes. Reliable data is crucial for optimising thin-film processes and regulating their performance. It is also vital for advancing the controllable fabrication of high-performance thin films.

Key words: DC pulse magnetron sputtering; NiCr/NiSi thin-film thermocouples; TiO₂ thin films; deposition temperature measurement

0 引言

薄膜材料因其独特的物理、化学和力学性质,已成为微电子、光电子、传感器及新能源等领域发展的核心基础材料^[1]。在多种薄膜制备方法中,磁控溅射因其高成膜率和强附着力等优点而得到广泛应用^[2]。薄膜沉积温度被认为是决定薄膜最终性能(例如晶体结构、光学性质、力学性质以及催化活性)的关键参数^[3]。特别是薄膜生长表面温度,作为原子成核、扩散和生长的直接环境,对薄膜的微观结构形成起主导作用^[4]。它直接影响原子的迁移能力、晶核形成速率以及晶粒生长方向,进而影响薄膜的结晶度、晶粒大小、内应力,以及与基片的粘结强度^[5]。因此,准确测量薄膜生长表面温度具有重要的研究意义。然而,目前常规的测温手段存在一些局限性:丝状热电偶的热惯量大,响应速度慢,无法捕捉薄膜生长过程中瞬态的温度变化^[6];此外,红外测温受基片辐射发射系数影响,且时空分辨率不高,难以准确测量薄膜生长表面与基片之间的温差^[7]。尽管薄膜热电偶因其厚度小、热惰性低等特点为解决这一问题带来了可能性,但在磁控溅射薄膜沉积温度的测量中,仍面临着薄膜热电偶制备工艺复

杂、热电特性一致性差,以及测温系统易受等离子体干扰等问题^[8-10]。

为克服上述研究的不足,本研究旨在开发一种基于薄膜热电偶的精准测温技术,以实现磁控溅射薄膜生长表面温度的实时同步监测。具体研究内容包括:利用直流脉冲磁控溅射法制备 NiCr/NiSi 薄膜热电偶,并对其进行静态标定以确保其热电性能的可靠性。其次,构建由薄膜热电偶构成的双测温装置,实现对 TiO₂ 薄膜生长表面温度和基片温度的同步监测。此外,对不同溅射功率密度下,薄膜生长表面温度场及其传热机理进行系统分析,并深入研究薄膜生长表面与基片之间温差产生的原因。本研究的创新点在于开发并应用了具有高时空分辨率和快速响应特性的 NiCr/NiSi 薄膜热电偶精准测温技术,有效克服了传统方法的局限。通过构建独特的双薄膜热电偶同步测温系统,实现了对薄膜表面温度和基片温度的同步、实时和精准测量。在溅射功率密度为 $0.83\sim 5.00 \text{ W}/\text{cm}^2$ 的范围内,成功测量出薄膜表面温度和基片温度之间存在显著温度梯度,即薄膜表面温度远高于基片温度,并对这种传热机理进行了系统分析。该技术为精确测量薄膜生长温度提供了一种可行的方法,并为利用温度控制进一步改善薄膜特性、推动高性能薄膜的可控制备提供了可靠的理论支持。

1 实验原理与系统设计

1.1 薄膜热电偶测温原理

热电偶是根据塞贝克效应(Seebeck Effect)工作的^[11-12],此现象由德国物理学家托马斯·约翰·塞贝克于1821年发现。两种不同的导体A和B构成一个闭合回路,如果这两个接点分别处在温度为 T (测量端)和 T_0 (参考端)的温度不同的场合下($T > T_0$),则在回路中会产生一种电动势,叫作热电动势,并与温度之差($T - T_0$)成比例,又称塞贝克电势^[13-14],可表示为

$$E_{AB}(T, T_0) = S_{AB}(T - T_0), \quad (1)$$

式中: S_{AB} 为两种材料的相对塞贝克系数, $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$; T 为测量端温度, $^\circ\text{C}$; T_0 为参考端温度,通常取 0°C 。

塞贝克系数是热电偶最重要的性能指标之一,其大小由两种导体的材料性质、温度及微观结构决定。对于均质导体,其塞贝克系数与汤姆逊系数^[15]的关系为

$$S = \int_0^T \frac{\sigma}{T} dT, \quad (2)$$

式中: σ 为汤姆逊系数, $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$,反映导体在温度梯度下的热电转换特性。

1.2 热电偶基本定律

热电偶的应用基于三大基本定律,其为温度测量提供了理论基础。

中间导体定律^[16]:

在热电偶回路中接入第三种导体,只要第三种导体的两端温度相同,就不会影响回路的总热电动势。该定律为热电偶与测量仪器的连接提供了理论依据。

中间温度定律^[17]:

若热电偶在温度 T_1 和 T_0 之间的热电动势为 $E_{AB}(T_1, T_0)$,在温度 T_1 和 T_2 之间的热电动势为 $E_{AB}(T_1, T_2)$,则在温度 T_2 和 T_0 之间的热电动势为 $E_{AB}(T_2, T_0) = E_{AB}(T_1, T_0) - E_{AB}(T_1, T_2)$ 。该定律为热电偶参考端温度修正提供了理论支持。

参考电极定律^[18]:

若已知导体A、B分别与标准电极C组成热电偶的热电动势 $E_{AC}(T, T_0)$ 和 $E_{BC}(T, T_0)$,则导体A、B组成热电偶的热电动势为 $E_{AB}(T, T_0) = E_{AC}(T, T_0) - E_{BC}(T, T_0)$,标准电极通常选用高纯铂丝。

1.3 温度修正模型

磁控溅射薄膜沉积温度测试时,薄膜热电偶

的引出端在真空腔体内,在薄膜沉积过程中,薄膜热电偶受基片台传热影响,其温度也会随沉积过程逐步升高,并不是维持在室温下^[19-21],所以应对其结果进行修正。总热电动势为NiCr/NiSi薄膜热电偶所产生的热电动势以及补偿导线所组成的标准K型热电偶所产生的热电动势之和,其修正公式^[22]为

$$E_{\text{总}} = F_1(T_2) - F_1(T_1) + F_2(T_1) - F_2(T_0), \quad (3)$$

式中: T_2 为薄膜生长表面温度; T_1 为引出端温度; T_0 为法兰接线柱温度; F_1 为NiCr/NiSi薄膜热电偶热电动势温度特性函数; F_2 为标准K型热电偶热电动势-温度特性函数。

1.4 磁控溅射原理

磁控溅射是指在真空条件下,用正交的电场和磁场束缚等离子体,使得氩离子(Ar^+)高速撞击靶材表面,将靶材原子溅射出来并沉积到基片上制备成薄膜的方法。其机理如下:

1) 真空腔抽至本底真空后,通入适量氩气(工作气体),在阴极(靶材)与阳极(基片台)之间施加直流脉冲电压,产生辉光放电,使氩气电离形成等离子体;

2) 氩离子在电场作用下高速轰击靶材表面,通过动量转移将靶材原子溅射出来;

3) 溅射出来的靶材原子具有一定的动能,在真空腔中飞行并沉积在基片表面,形成薄膜;

4) 磁场的作用是约束二次电子,延长其在等离子体中的运动轨迹,提高氩气电离效率,进而提高薄膜沉积速率,同时减少二次电子对基片的轰击,降低基片升温。

直流脉冲磁控溅射相比传统直流溅射具有以下优势:可有效抑制靶材表面的电荷积累,避免电弧放电;适用于绝缘靶材或高电阻靶材的溅射;可通过调节脉冲频率和占空比,优化薄膜沉积质量^[23]。

2 实验系统搭建

2.1 薄膜制备系统

实验采用JZFZJ-500S高真空多功能复合镀膜机进行NiCr/NiSi薄膜热电偶与 TiO_2 薄膜的制备,该设备主要由磁控溅射模块、热蒸发模块、真空系统、电气控制系统及水冷系统组成,基底真空可达 $7.0 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ 。磁控溅射模块配备3个溅射靶位,可同时安装不同材质靶材,支持直流、射

频及直流脉冲溅射模式。

真空系统由双级旋片机械泵和复合分子泵组成,抽气流程为先用机械泵粗抽真空至 5.0 Pa,再启动分子泵抽至本底真空。水冷系统用于冷却靶材和基片台,避免因溅射过程中产生的大量热量导致靶材熔化或基片变形。

2.2 测温系统

测温系统包括自制的 NiCr/NiSi 薄膜热电偶、标准 K 型贴片式热电偶以及信号采集和处理单元,其具体分布如图 1 所示。

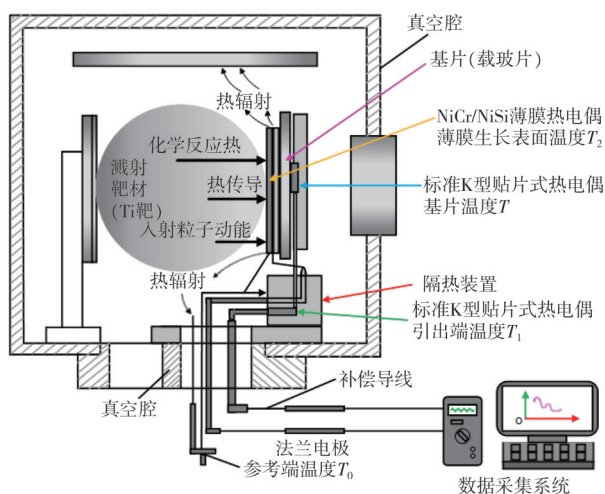


图 1 热电偶测温图

Fig. 1 Thermocouple temperature measurement diagram

NiCr/NiSi 薄膜热电偶用 PI 胶带粘附在载玻片上并与沉积 TiO₂ 薄膜接触来测薄膜生长表面温度;而标准 K 型贴片式热电偶(型号 K 型,精度 $\pm 0.5^\circ\text{C}$)贴在载玻片的背后用来测量基片温度,并且在薄膜热电偶的引出端也设置一个标准 K 型贴片式热电偶,该电极用来测量引出端的温度,并以此来校正温度测试值。为防止引出端直接被溅射粒子轰击以及受到靶表面的热辐射,在引出端上部设置耐高温陶瓷隔热板,保证引出端升温仅仅来源于基片传入的热量。

补偿导线(KXFS-2*0.25-IEC)在真空室内以生料带包扎绝缘后,在外层加贴了铝箔保温,由法兰电极引出热电动势信号。选用 OWONB35 数字万用表作为信号检测模块,该仪表直流电压档位最低分辨率达 0.01 mV,本实验中,热电偶所测得的微小热电动势信号由采样率 2 Hz 的 DAQ(美国 NI 公司生产 PXIe-6358)记录,采样率可设置;法兰电极接线柱处的温度用台湾泰仕 TES-1310 数

显式温度计进行测量,量程为 $-50\sim 1\,300^\circ\text{C}$,分辨率 $\pm 0.1^\circ\text{C}$,可作为热电偶的参考端温度。

2.3 静态标定系统

为了获得 NiCr/NiSi 薄膜热电偶的热电势-温度特性曲线,需搭建静态标定系统^[24-26]。该系统包括 FLUKE-9144 多功能干式计量炉、6190A 冰点仪、补偿导线以及 DMM7510 数字万用表。其中,FLUKE-9144 多功能干式计量炉具有测温范围广($30\sim 660^\circ\text{C}$)、温度精度高($\pm 0.05^\circ\text{C}$)、热场均匀性好等特点,此计量炉可以通过内置程序设定不同测温点并设置保温时间,保证各个温度点热场稳定;6190A 冰点仪作为恒定 0°C 参考温度源代替了传统冰水混合物,具有控温精度高、使用方便等优点;DMM7510 数字万用表为 7-1/2 位图形采样万用表,直流电压测量最低分辨率可达 10 nV,可准确获取薄膜热电偶热电动势信号。

3 NiCr/NiSi 薄膜热电偶制备

NiCr/NiSi 薄膜热电偶制备过程较为繁琐,包括清洗基片、掩膜制作、在真空环境下溅射以及保护膜沉积、补偿导线连接等一系列操作,其流程如下所示。

基片与掩膜清洗:基片选用载玻片,尺寸为 $100\text{ mm}\times 20\text{ mm}\times 1\text{ mm}$ 。基片清洗的质量直接影响薄膜与基片的界面结合力。具体清洗流程为:先用烧杯装有载玻片,倒入一定量丙酮,在超声波清洗器上清洗 10 min,除去表面油污;倒掉丙酮,倒入无水乙醇,超声波清洗 10 min,除去残余油污及丙酮;倒掉无水乙醇,倒入去离子水,超声波清洗 10 min,除去乙醇残余。取洗净的载玻片以 N_2 (99.99%)吹干后置于干燥箱内于 80°C 下干燥 30 min 备用。

机械掩膜用不锈钢制作,大小与基片一样($100\text{ mm}\times 20\text{ mm}\times 0.75\text{ mm}$),用来确定 NiCr/NiSi 热电极的形状及尺寸。掩膜清洗过程为:首先,使用 1000 号砂纸对掩膜的两面进行抛光处理,直到表面无明显划痕;采用与基片相同的清洗流程(丙酮、乙醇、去离子水超声清洗)去除表面油污和杂质;然后用氮气吹干,再放入干燥箱中干燥备用。

热电极沉积:将清洗后的基片和掩膜装夹在基片台上,确保掩膜和基片紧密贴合,避免溅射过程中出现漏膜现象。将基片台送入真空腔,关闭真空

腔门,启动机械泵,粗抽真空至5.0 Pa;启动分子泵,继续抽真空至本底真空(7.0×10^{-3} Pa)。通入氩气(纯度99.99%),调节气体流量至20 sccm,通过插板阀调节工作压强至0.7 Pa;启动溅射电源,设置预溅射参数,预溅射5 min,清除靶材表面氧化层与污染物。预溅射结束后,打开挡板,开始正式溅射沉积NiCr膜,沉积时间35 min。NiCr膜沉积完成后,关闭溅射电源,更换NiSi靶与对应的掩膜,重复以往步骤沉积NiSi膜,沉积时间为41 min。溅射完成后,关闭溅射电源、分子泵和机械泵,打开放气阀。待真空腔内压强与大气压平衡后,取出样品。

保护膜沉积:将已沉积好热电极的样品固定在基片台上,用铝箔包裹热电极引出端,以防止在沉积SiO₂薄膜后引出端绝缘。然后,将基片台送入真空腔,抽本底真空至 6.0×10^{-3} Pa。通入氩气与氧气,流量分别为20 sccm和10 sccm,调节工作压强至0.6 Pa;启动溅射电源,预溅射5 min,清除Si靶表面氧化层;预溅射结束后,打开挡板,正式溅射沉积SiO₂保护膜,沉积时间130 min。沉积完成后,关闭电源和气体,待真空腔冷却至室温后取出样品。

补偿导线连接:选用NiCr/NiSi延长型补偿导线(型号KXFS-2*0.25-IEC),线芯直径0.25 mm。其中,NiCr线为正极(不带磁性),NiSi线为负极(带磁性)。用镊子将补偿导线的粘接端弯成钩状,再用锤子敲打至扁平状以增大与热电极的接触面积。用蘸有乙醇的擦镜纸清洁热电极引出端表面以去除油污与杂质,然后晾干备用。按质量比2.5:1混合DB5015银粉导电胶的甲乙组分,搅拌均匀成可流动的糊状(10 min内用完)。将混合好的导电胶涂覆在热电极引出端与补偿导线的接触部位,按正负极对应关系固定补偿导线,用PI胶带辅助固定。将样品在室温下静置24 h,然后放入电热恒温干燥箱,缓慢升温至80℃,恒温固化2 h。固化完成后,自然冷却至室温,NiCr/NiSi薄膜热电偶制备完成。

4 TiO₂薄膜沉积温度测量实验

利用所搭建的基于TiO₂薄膜的两热电偶同时测温装置对溅射功率密度分别为0.83、1.67、2.50、3.33、4.17和5.00 W/cm²的条件下生长TiO₂薄膜的薄膜生长表面及基片进行实时测温试验,其试验过程描述如下。

样品准备:将制备好的NiCr/NiSi薄膜热电偶

与标准K型贴片式热电偶通过PI胶带固定在载玻片上,确保热电偶与载玻片紧密贴合。

系统安装:将载玻片固定在基片台上,在NiCr/NiSi薄膜热电偶引出端安装隔热装置,将补偿导线通过法兰电极与信号采集系统连接。

真空抽气:关闭真空腔门,启动机械泵和分子泵,将本底真空抽至 7.0×10^{-3} Pa;

气体通入和压强调节:通入氩气和氧气,流量分别设置为20 sccm和5 sccm,将工作压强调节至0.6 Pa。

溅射与测温:启动溅射电源,设置溅射功率密度,同时启动信号采集系统,实时采集NiCr/NiSi薄膜热电偶与标准K型热电偶的热电势信号以及法兰电极接线柱的温度信号。沉积时间为3.5 h。

实验结束:在沉积完成后,关闭溅射电源、气体以及信号采集系统。待真空腔冷却至室温后,再取出样品。

数据处理:根据热电偶的热电势-温度特性曲线以及温度修正模型,将所采集的热电势信号转换为温度值。最后,分析在不同溅射功率密度下,薄膜生长表面温度及基片温度的变化规律。

利用OWONB35数字万用表采集NiCr/NiSi薄膜热电偶以及标准K型贴片式热电偶的热电势信号,采样率为2 Hz,采样时间为3.5 h,每个功率密度下可获取约25 200个数据。同时,采用TES-1310数显式温度计测量法兰上电极接线柱温度,每隔10 min记录一组数据,并取沉积稳态阶段(8 000~11 000 s)的平均值作为参考端温度。然后,利用NiCr/NiSi薄膜热电偶及标准K型热电偶热电势-温度特性曲线将所测得的热电势信号转换为温度。

温度修正:采用温度修正模型对薄膜生长表面温度进行修正,以考虑引出端温度的影响。

稳态温度计算:选取沉积稳态阶段(8 000~11 000 s)的温度数据,计算其平均值,作为该溅射功率密度下的稳态温度。

误差分析:分析测量过程中的系统误差和随机误差。其中,系统误差主要来自于热电偶标定误差和信号采集系统误差;随机误差主要来自于真空腔压强波动和等离子体不稳定性。

5 实验结果分析

5.1 参数设置

实验中NiCr/NiSi薄膜热电偶及TiO₂薄膜制备

参数如表 1、表 2 所示, 溅射功率分别设置为 0.83、1.67、2.50、3.33、4.17 和 5.00 W/cm²(通过控制溅射电流来控制溅射功率), 其他条件相同, 研究溅射功率对沉积温度的影响情况。

表 1 NiCr/NiSi 薄膜热电偶热电极沉积参数

Tab. 1 Deposition parameters for NiCr/NiSi thin-film thermocouple thermocouple electrodes

实验参数	NiCr 膜	NiSi 膜
靶材	NiCr 靶	NiSi 靶
靶基距/mm	120	120
工作气体	Ar	Ar
工作压强/Pa	0.7	0.7
气体流量/sccm	20	20
脉冲频率/kHz	100	100
反转时间/ μ s	1	1
溅射功率密度/(W·cm ⁻²)	1.9	1.9
沉积时间/min	35	41
目标膜厚/nm	800	800

表 2 SiO₂ 保护膜沉积参数/TiO₂ 薄膜沉积与测温参数

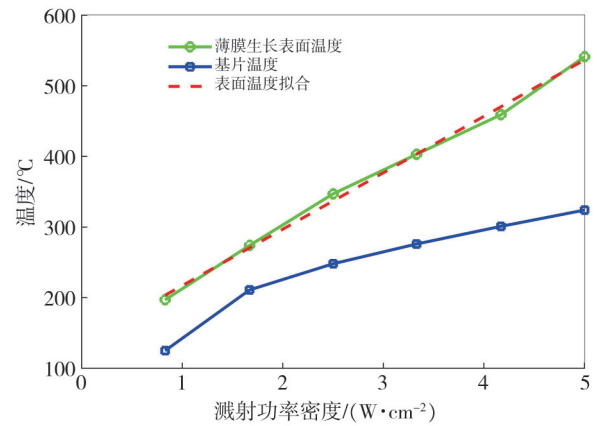
Tab. 2 SiO₂ protective film deposition parameters/TiO₂ film deposition and temperature measurement parameters

SiO ₂ 保护膜参数	数值	TiO ₂ 薄膜参数	数值
靶材	Si 靶	靶材	Ti 靶
靶基距/mm	120	靶基距/mm	120
工作气体	Ar/O ₂	工作气体	Ar/O ₂
工作压强/Pa	0.6	工作压强/Pa	0.6
脉冲频率/kHz	100	脉冲频率/kHz	100
反转时间/ μ s	1	反转时间/ μ s	1
溅射功率密度/(W·cm ⁻²)	3.33	溅射功率密度/(W·cm ⁻²)	0.83~5.00
沉积时间/min	130	沉积时间/h	3.5
膜厚/ μ m	2	信号采样频率/Hz	2

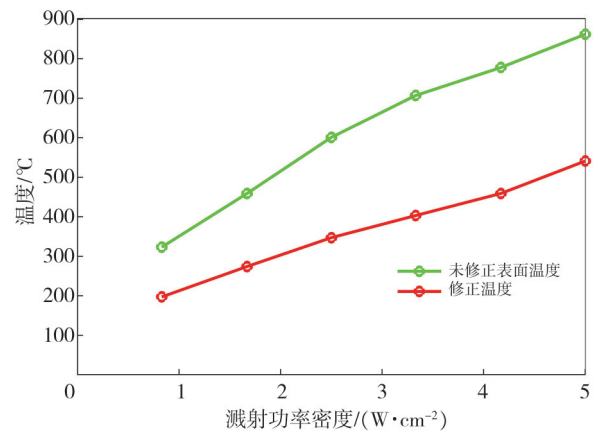
5.2 仿真分析

图 2(a) 聚焦 NiCr/NiSi 薄膜热电偶的制备过程, 直观地展示了在 0.83~5.00 W/cm² 溅射功率密度范围内, 薄膜生长表面温度和基片温度的动态变化及其关联规律。

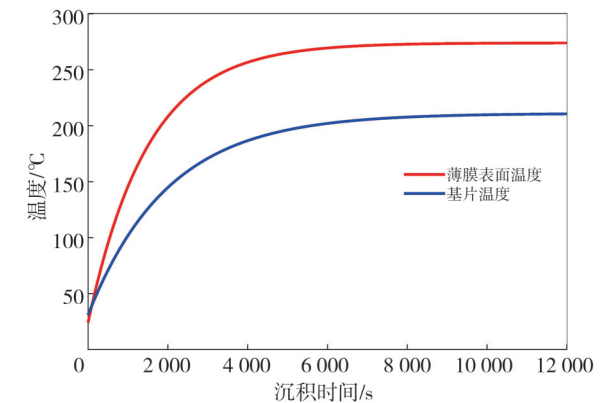
当溅射功率密度由 0.83 W/cm² 增加到 5.00 W/cm² 时, 薄膜生长表面温度由大约 200 °C 上升到 550 °C, 增加了 350 °C; 同时, 基片温度也由大约 125 °C 上升到 325 °C, 增加了 200 °C, 而薄膜生长表面温度均比基片温度高很多。两者间温差随功率密度增加逐渐增大: 在 0.83 W/cm² 功率密度下两者的温差约为 75 °C, 而在 5.00 W/cm² 的条件下, 两者间温差达到 225 °C。这主要是因为薄膜直接受到溅射中等离子体能量的影响, 而基片主要通过薄膜的导热作用获得热量。在高功率密度下, 等离子体能量增加, 薄膜及基片间的能量接受差值也随之增加。



(a) 不同溅射功率密度下的稳态温度对比



(b) 薄膜表面温度修正前后对比



(c) 固定溅射功率下温度变化图

图 2 溅射功率对温度的影响

Fig. 2 Effect of sputtering power on temperature

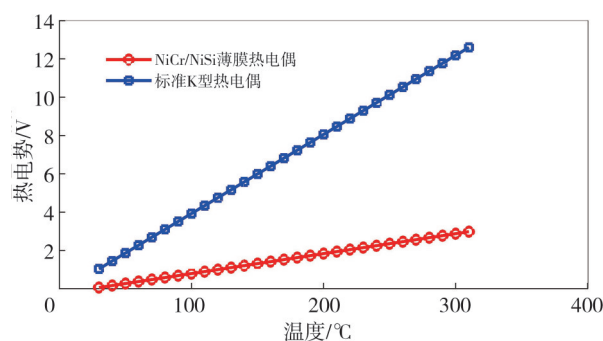
溅射功率密度与薄膜表面温度呈强线性关系, 可以为薄膜的制备提供具体的定量参考, 在后期可通过控制溅射功率密度来调控薄膜生长温度以获得不同所需的微观形貌; 其次, 由于存在明显的温度差值, 后期在进行薄膜表面温度测试时应区分薄膜表面温度和基片温度。功率密度-温度关系曲线为探究薄膜晶粒大小、结晶程度等微结构特征及塞贝克系数等热电性质随生长温度变化的关系提供基础条件参数, 是连接合成方法

与器件应用的重要依据。

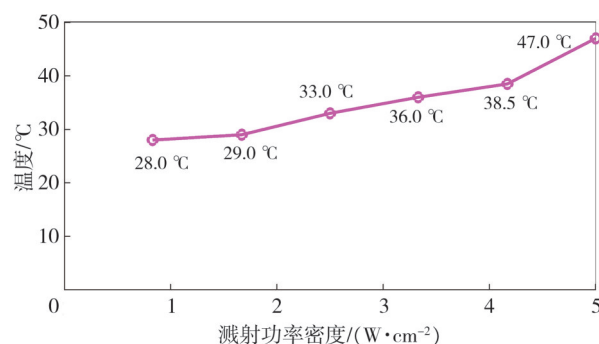
由图 2(b) 可知, 当溅射功率密度由低 (0.83 W/cm^2) 向高 (5.00 W/cm^2) 增加的过程中, 未经修正的表面温度呈明显陡增特征, 从约 325°C 上升到 875°C , 其斜率较大; 修正温度则增长缓慢, 从约 200°C 上升至 550°C , 只增加了 350°C 。两者之差也随功率密度增加而增大: 功率密度为 0.83 W/cm^2 时, 两者差约 125°C ; 当功率密度为 5.00 W/cm^2 时, 两者之差已达到 325°C 。这个误差是薄膜沉积过程中引线升温和环境热辐射等杂散效应给温度测量带来的影响。功率密度越高, 等离子体能量越大, 杂散效应对测量的影响也随之变大, 使得实际温度与未校正得到的温度越偏离, 这也明确证明温度修正的必要性, 原始温度过高估计了薄膜实际的生长温度, 若用原始温度数据进行工艺分析, 可能误判薄膜生长条件而导致工艺参数(如功率、沉积时间)和预期微观结构(如晶粒大小、结晶度)不匹配。经过修正得到的温度是真正表征薄膜生长过程的信息, 可用于指导工艺调控及工艺优化; 同时, 修正前后温差反映了由于测温对被测体造成的影响大小, 有助于下一步进行测温系统优化设计, 如减小引线发热影响可通过优化引出线来实现, 减小辐射干扰则可以通过加装隔热层实现, 从而有利于更好地提升温度测量精准度。

如图 2(c) 所示, 在开始一段时间内(沉积时间 $< 2000 \text{ s}$), 薄膜表面温度和基片温度的升高都从约 50°C 的初始温度迅速增加, 但薄膜表面温度升高的速度比基片快, 且一直高于基片温度; 随着时间的增长, 两条曲线的升高趋势越来越缓慢, 并在近似 12000 s 后达到稳定状态。薄膜表面温度稳定在约 275°C , 而基片温度稳定在约 210°C , 二者存在稳定的约 65°C 温差。这个变化的物理逻辑为: 在沉积初期, 溅射等离子体能量会快速传到薄膜和基片上, 造成其温度迅速升高, 但随着沉积进行, 薄膜和基片间的热传递逐渐与环境散热及设备热耗相平衡, 从而进入稳定状态。基片与薄膜间的温差是由于薄膜直接接受到等离子体的能量, 而基片只能从薄膜的导热作用来吸收热量, 在传输途径上存在一定差别, 从而造成一直存在温差。该图用于确定特定功率密度下薄膜沉积的温度稳态区间。当沉积时长超过 10000 s 后体系进入稳定状态, 该时长可作为后续实验中薄膜稳态生长阶段的时间控制依据。

图 3(a) 为 NiCr/NiSi 薄膜热电偶与 K 型标准热电偶在 $30\sim 320^\circ\text{C}$ 温度区间内热电势-温差特性曲线。当温度从 30°C 升高到 320°C , 两者的热电势均随温度变化呈直线上升, 但标准 K 型热电偶相比 NiCr/NiSi 薄膜热电偶, 其热电势增加幅度更大(从 1.5 V 左右上升到 12 V), 且两条曲线间的偏差随温度升高而增加。这是因为两者的热电偶所用的材料体系不同, K 型(镍铬-镍硅)标准热电偶的塞贝克系数较大, NiCr/NiSi 薄膜热电偶的晶粒尺寸、界面状态等微观组织结构会直接影响该热电传感器的各项性能。



(a) 薄膜热电偶与标准 K 型热电偶热电势-温度特性



(b) 不同溅射功率密度下的参考端温度

图 3 不同温度/溅射功率对热电偶热电势/参考端温度的影响

Fig. 3 Effect of temperature/sputtering power on thermocouple thermopower/reference junction temperature

图 3(a) 给出了 NiCr/NiSi 薄膜热电偶的热电势输出大小, 既可对其作为测温器件的量程及灵敏度提供一定的定量参考, 也为后期通过对薄膜成分以及微观结构进行优化(如增加结晶性等)以提高其热电性能提供对照, 这是评估该薄膜热电偶应用潜力的关键结果。

如图 3(b) 所示, 当输入功率密度为 0.83 W/cm^2 及 1.67 W/cm^2 时, 参考端温度分别为 28.0°C 及 29.0°C ; 当其功率密度升至 2.50 、 3.33 及 4.17 W/cm^2 时, 相应的参考端温度分别为 33.0 、 36.0 及 38.5°C ; 当功率密度为 5.00 W/cm^2 时, 在 47.0°C

达到峰值,并且在后半段时间(即功率密度大于 4.00 W/cm^2)温度升高比较迅速。这个现象本质上是由于溅射功率密度越大,沉积过程中的发热量就越多,它不仅会引起薄膜及基片温度升高,也会通过传热及热辐射引起参考端温度升高,从而随功率增大而增高。后期升温速度变快是因为在大功率下,等离子体能量更大,产生的热辐射会更多地影响到参考端而使其产生更多的热量。功率密度-参考端温度曲线的意义在于它定量描述了两者的关系,提示之后的热电势测量应该考虑参考端温度的影响,否则将造成由于参考端温度变化引起的测量误差,同时为改善参考端的热屏蔽措施提供数据支撑,以降低溅射过程的热影响,是保证薄膜热电偶测量精度的重要参照标准。

图 4 展示了不同溅射功率密度 ($0.83 \sim 5.00 \text{ W/cm}^2$) 下薄膜表面与基片之间温度梯度的变化关系。从图中可以看出,在整个溅射功率密度范围内,薄膜表面与基片之间的温度梯度随着功率密度的增加而持续增大。具体来说,当溅射功率密度为 0.83 W/cm^2 时,薄膜表面与基片之间的温差约为 75°C ;而当溅射功率密度达到 5.00 W/cm^2 时,温差可增加到 225°C 左右。

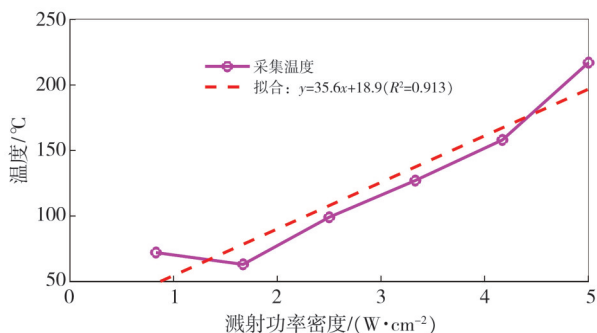


图 4 薄膜表面温度与基片间温度随功率密度变化图

Fig. 4 Surface temperature of thin film and substrate temperature vs. power density

当溅射功率密度超过 2.00 W/cm^2 后,增加的速度显著提高:在较低的溅射功率密度条件下,等离子体能量相对较低,薄膜直接吸收的热量与基片通过传导散失的热量之间的差异也相对较小,因此温差积累缓慢;而在高功率条件下,等离子体能量急剧增加,薄膜直接吸收的热量远超基片通过传导获得的热量,导致薄膜表面温度与基片温度之间的温差迅速扩大。

图 5 为溅射功率密度处于 $0.83 \sim 5.00 \text{ W/cm}^2$ 范围内所对应的 NiCr/NiSi 薄膜的溅射电压、溅射电流密度和沉积速率的变化曲线。随溅射功率密度由

0.83 W/cm^2 上升至 5.00 W/cm^2 时,溅射电压由 280 V 逐渐增大到 360 V ,呈现出一定的线性正相关趋势;电流密度由 0.28 mA/cm^2 上升到 1.5 mA/cm^2 ,增加幅度与电压同步;沉积速率从 0.4 nm/min 增加到 6.0 nm/min ,最后的增长幅度略下降,这是由于到达了该机台沉积速率的最大值。

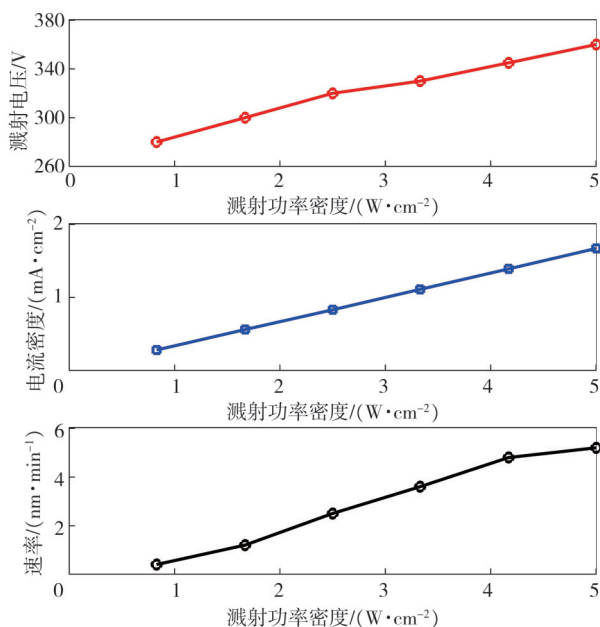


图 5 溅射功率密度对溅射电压/电流密度/沉积速率的影响

Fig. 5 Effect of sputtering power density on sputtering voltage density/current density/deposition rate

以上 3 项指标都随溅射功率密度的增加而呈正相关的增大。增加靶材料原子的离化率和能量,促进了电压和电流的联合增加以适应功率的需求,并增大了原子沉降率。功率密度-电参量-沉积速度之间的耦合规律是该图的主要价值所在。它不仅为在制备工艺中通过调控功率密度以精准匹配目标沉积速率提供了参数依据,还为优化工艺效率提供了直观的参考。

6 结 论

为解决磁控溅射薄膜沉积过程中常规测温手段无法准确分辨出薄膜表面温度和基片温度的问题,本文对 NiCr/NiSi 薄膜热电偶制备及 TiO₂ 薄膜沉积温度测量进行了研究并取得突破性进展。形成了较为完善的制备流程,所制备的热电偶塞贝克系数达 $10.42 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$,具备纳米级厚度及微秒量级的响应时间,可以实现瞬态测温,并建立了两个热电偶同步测温电路以及温度补偿模型,通过增加隔离层及数据补偿提高测量准确度,减少等离子体的影响及系

统误差。结果显示,在功率密度范围为 $0.83\sim 5.00\text{ W/cm}^2$ 内,由于薄膜主要通过辐射吸热,而基片以对流吸热为主,薄膜表面温度($197\sim 541\text{ }^\circ\text{C}$)始终大于基片温度($125\sim 324\text{ }^\circ\text{C}$),两者之差的最大值可达 $225\text{ }^\circ\text{C}$ 。另外,也指出了功率密度越大,则薄膜结晶性越好、沉积速率越快等规律,可用于指导工艺协同优化。此方法为进一步实现高性能薄膜材料的可控制备提供了理论和实验证据,在发展相关的高新技术产业中有着重要的工程应用意义。

利益冲突声明/Conflict of Interests

所有作者声明不存在利益冲突。

All authors declare no relevant conflict of interests.

参考文献

- [1] Conrat P, Comino F, González C J, et al. Experimental and numerical analysis of wet channels for evaporative cooling systems manufactured with polymeric film materials[J]. *Energy*, 2025, 340: 139370.
- [2] Garg R, Gonuguntla S, Sk S, et al. Sputtering thin films: materials, applications, challenges and future directions[J]. *Advances in Colloid and Interface Science*, 2024, 330: 103203.
- [3] Mondal P K, Bera S, Gupta A, et al. Effect of deposition temperature on the quality of Alq3 films and Alq3-Co interfaces[J]. *Physica B: Condensed Matter*, 2025, 706: 417125.
- [4] Liu Z, Yang Y, Sun Y, et al. Measurement and analysis of surface temperature gradients on magnetron sputtered thin film growth studied using NiCr/NiSi thin film thermocouples[J]. *Small*, 2025, 21(1): 2404829.
- [5] Yao T, Hao Y, Ding W. Relationship between growth surface temperature and crystal structure of TiO_2 coatings prepared using direct current pulsed magnetron sputtering technology [J]. *Nano*, 2025, 20(12): 2450150.
- [6] Masaki Y, Hajime N. Spatiotemporal resolutions in the measurement of heat transfer fluctuations on a thin film formed on a window material via an optical method[J]. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 2022, 189: 122723.
- [7] 赵广宇, 徐莉, 范杰, 等. 衬底温度对电子束沉积 ZnSe 薄膜性能影响研究[J]. *光子学报*, 2021, 50(6): 217-224.
- Zhao Guangyu, Xu Li, Fan Jie, et al. Study on the effect of substrate temperature on the properties of electron beam deposited ZnSe films[J]. *Chinese Journal of Photonics*, 2021, 50(6): 217-224. (in Chinese)
- [8] 孙奔. NiCr/NiSi 薄膜热电偶瞬态热冲击过程中热电势振荡机理研究[D]. 大连: 大连交通大学, 2025: 1-52.
- Sun Yi. Study on the oscillation mechanism of thermocouple potential in nicr/nisi thin-film thermocouples during transient thermal shock processes[D]. Dalian: Dalian Jiaotong University, 2025: 1-52. (in Chinese)
- [9] 阮勇, 肖倩, 韩玉宁, 等. 高精度 NiCr/NiSi 薄膜热电偶高温测试系统[J]. *仪表技术与传感器*, 2024(2): 1-5.
- Ruan Yong, Xiao Qian, Han Yuning, et al. High-precision NiCr/NiSi thin-film thermocouple high-temperature testing system[J]. *Instrumentation Technology and Sensors*, 2024(2): 1-5. (in Chinese)
- [10] 王超杰, 陈鹏, 袁广民, 等. 薄膜热电偶在高温下的抗氧化机理[J]. *材料研究学报*, 2017, 31(2): 123-128.
- Wang Chaojie, Chen Peng, Yuan Guangmin, et al. Anti-oxidation mechanism of thin-film thermocouples at high temperatures[J]. *Chinese Journal of Materials Research*, 2017, 31(2): 123-128. (in Chinese)
- [11] 王一达, 田青云, 陈勇, 等. 解决薄膜热电偶静态温度测试难题的箱式炉设计及应用研究[J]. *计测技术*, 2025, 45(6): 153-160.
- Wang Yida, Tian Qingyun, Chen Yong, et al. Design and application research of a box furnace for solving static temperature testing challenges in thin-film thermocouples [J]. *Measurement Technology*, 2025, 45(6): 153-160. (in Chinese)
- [12] 张文琦, 沈统, 王林斌, 等. 基于磁控溅射的 Pt/PtRh 高温薄膜热电偶传感器集成工艺[J]. *材料工程*, 2024, 52(9): 27-33.
- Zhang Wenqi, Shen Tong, Wang Linbin, et al. Integrated fabrication process of Pt/PtRh high-temperature thin-film thermocouple sensors based on magnetron sputtering [J]. *Materials Engineering*, 2024, 52(9): 27-33. (in Chinese)
- [13] 崔云先, 薛生俊, 杜鹏, 等. 高性能薄膜热电偶制备及其铣削应用研究[J]. *仪器仪表学报*, 2020, 41(4): 32-40.
- Cui Yunxian, Xue Shengjun, Du Peng, et al. Preparation of high-performance thin-film thermocouples and their milling application research [J]. *Chinese Journal of Instrument and Measurement*, 2020, 41(4): 32-40. (in Chinese)
- [14] Zhou A, Wang W, Yao X, et al. Impact of the film thickness and substrate on the thermopower measurement of thermoelectric films by the potential-Seebeck

- microprobe (PSM) [J]. *Applied Thermal Engineering*, 2016, 107: 552-559.
- [15] Hiroyuki F, Yasutaka A, Kenjiro O, et al. Development on measurement method for Thomson coefficient of thin film [J]. *Measurement*, 2021, 185: 110010.
- [16] 刘守文, 周艳, 裴一飞. 焊锡对热电偶测温误差影响分析 [J]. *航天器环境工程*, 2010, 27(2): 194-196.
- Liu Shouwen, Zhou Yan, Pei Yifei. Analysis of the influence of solder on thermocouple temperature measurement errors [J]. *Environmental Engineering of Spacecraft*, 2010, 27(2): 194-196. (in Chinese)
- [17] 刘祖应. 热电偶测温原理中的基本定律 [J]. *化工时刊*, 2001, 45(4): 46-48.
- Liu Zuying. Fundamental laws in thermocouple temperature measurement principles [J]. *Chemical Industry Times*, 2001, 45(4): 46-48. (in Chinese)
- [18] 骆伟强. 关于工业用热电偶现场校准相关问题分析 [J]. *科学技术创新*, 2018(1): 57-58.
- Luo Weiqiang. Analysis of issues related to on-site calibration of industrial thermocouples [J]. *Science and Technology Innovation*, 2018(1): 57-58. (in Chinese)
- [19] 薛严冰, 唐祯安, 魏广芬. 金属催化剂对 CO 气敏薄膜特性影响的密度泛函法分析 [J]. *测试技术学报*, 2006, 20(1): 15-20.
- Xue Yanbing, Tang Zhen'an, Wei Guangfen. Density functional theory analysis of the effect of metal catalysts on the properties of CO-sensitive thin films [J]. *Journal of Test and Measurement Technology*, 2006, 20(1): 15-20. (in Chinese)
- [20] Shan M, Jemshihas A P, Jamshina Sanam P K, et al. Magneto thermoelectric effect of nickel thin film synthesized by RF magnetron sputtering [J]. *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures*, 2023, 147: 115591.
- [21] Ying L, Guihong S, Guipeng L, et al. Thin films of thermoelectric Mg₂Sn containing nano-sized metal Sn phase by magnetron sputtering [J]. *Chemical Physics Letters*, 2022, 788: 139305.
- [22] 刘智慧. 热电偶合金成分解析及溅射薄膜生长表面温度测量研究 [D]. 大连: 大连交通大学, 2023: 5-37.
- Liu Zhihui. Analysis of thermocouple alloy composition and measurement of surface temperature during sputtered thin film growth [D]. Dalian: Dalian Jiaotong University, 2023: 5-37. (in Chinese)
- [23] Wang T, Sun T, Yu X, et al. 18-2: Efficient methodology for increasing atomic layer deposition throughput by optimizing deposition rate of SiO₂ film [J]. *SID Symposium Digest of Technical Papers*, 2025, 56(1): 213-216.
- [24] 崔云先, 薛帅毅, 周通, 等. 薄膜瞬态温度传感器的制备及性能研究 [J]. *仪器仪表学报*, 2017, 38(12): 3028-3035.
- Cui Yunxian, Xue Shuaiyi, Zhou Tong, et al. Preparation and performance study of thin-film transient temperature sensors [J]. *Chinese Journal of Instrument and Measurement*, 2017, 38(12): 3028-3035. (in Chinese)
- [25] 谢菲. 悬空结构的薄膜应变传感器及切削力数据采集系统设计 [D]. 太原: 中北大学, 2023: 1-60.
- Xie Fei. Design of a thin-film strain sensor with suspended structure and a cutting force data acquisition system [D]. Taiyuan: North China University of Technology, 2023: 1-60. (in Chinese)
- [26] Ding J, Chen R, Wang J, et al. Static characteristics calibration of Pt/Au thin-film thermocouple by means of laser heating and temperature extrapolation method [J]. *Sensors and Actuators: A. Physical*, 2018, 279: 178-190.