

引文格式: 董依依, 衷洪杰. 阵列式高频热流信号薄膜传感器制备工艺与参数研究 [J]. 航空制造技术, 2022, 65(8): 107-112.  
DONG Yiyi, ZHONG Hongjie. Preliminary stage of preparation technology and parameters of flexible thin-film sensor[J].  
Aeronautical Manufacturing Technology, 2022, 65(8): 107-112.

## 阵列式高频热流信号薄膜传感器制备工艺与参数研究\*

董依依, 衷洪杰

(中国航空工业空气动力研究院, 沈阳 110034)

[摘要] 阵列式高频热流信号柔性薄膜传感器在流体力学风洞试验中有着十分重要的应用前景。聚酰亚胺具有优良的力学性能、化学稳定性和耐高温特性, 是微加工制备薄膜传感器的理想衬底材料之一。但该材料表面有疏水基团, 制备的金属镀层极容易被破坏, 降低了应用价值。针对阵列式高频热流信号柔性薄膜传感器制备中衬底材料与镀层金属结合力欠佳的情况, 使用等离子体表面处理技术改善聚酰亚胺薄膜表面的亲水性, 提高了与金属材料的结合力。同时根据光刻胶紫外曝光变性的特点, 通过匀胶与光刻工艺相结合的方式, 将设计的传感器图案转移到薄膜上。再使用磁控溅射镀膜机对所需金属层进行物理沉积, 实现微纳米图案化薄膜传感器的制备, 并且对磁控溅射这一关键工艺步骤定性研究确定最佳溅射功率和时间等参数。

关键词: 微加工; 柔性薄膜; 等离子体表面处理; 光刻工艺; 磁控溅射

### Preliminary Stage of Preparation Technology and Parameters of Flexible Thin-Film Sensor

DONG Yiyi, ZHONG Hongjie

(AVIC Aerodynamics Research Institute, Shenyang 110034, China)

[ABSTRACT] Flexible thin film sensors for arrays high frequency heat flux fluctuating signals have promising future in wind tunnel testing. With excellent mechanical properties, chemical stability and high temperature resistance, polyimide is one of the ideal substrate materials for micro fabrication of thin film sensors. However, due to the hydrophobic group on the surface of the material, the prepared metal coating is easy to be destroyed, limiting the applications. In this paper, plasma surface treatment is used to improve the hydrophilicity of the polyimide thin film in the preparation of flexible thin film sensor, The bonding force with the metal material is improved. With the characteristics of UV photoresist denaturation, the design sensor pattern is transferred to the film through the combination of uniform photoresist and photoresist technology. Then the required metal layer is physically deposited by a magnetron sputtering coater to realize the fabrication of micro-nano patterned thin film sensors, the optimum parameters of sputtering power and time are determined by qualitative study of the key process of magnetron sputtering.

Keywords: Micromachining; Flexible film; Plasma surface treatment; Photolithography process; Magnetron sputtering

DOI: 10.16080/j.issn1671-833x.2022.08.107

从 19 世纪 80 年代 Osborne Reynolds 的开创性工作起, 由层流向湍流的转捩现象一直是流体力学的研究热点<sup>[1]</sup>。对于高速飞行器, 转捩直接影响总阻力与表面气动加热。从 3 种经典流体力学研究手段来看, 在数值

分析方面, 求解转捩问题使用的湍流模型是经验公式, 无法解释所有的现象; 通过 N-S 方程或线性稳定性方程求解的计算量极大。相比于飞行试验, 风洞试验具有成本低、可重复、边界层流动信息测量精细的优势<sup>[2]</sup>, 是

\* 基金项目: 国家自然科学基金(1187020184)。

研究高超声速边界层转换的重要手段。

高超声速流场本质是高度非均匀、非非常的复杂的三维流动,存在流动参数变化梯度很大的激波、滑流面、分离剪切层等<sup>[3]</sup>。随着马赫数增大到高超声速,边界层转换机制和影响因素变得更为复杂,相互作用尤为突出。其边界层转换的预测和控制问题至今仍然没有被很好地解决,边界层转换仍然是制约高超声速技术突破的基础科学问题之一,是当前国际学术研究的热点与难点<sup>[2]</sup>。其中传感器的选择会对风洞试验结果造成巨大的影响,例如 Craig 等<sup>[4]</sup>使用热线风速仪对 Ward 等<sup>[5]</sup>的圆锥模型深入研究横流驻波的二次失稳测量试验时,由于热线频率响应量程不同,他们不但没有测量到原试验中的高频信号,反而得到了两个低频信号,甚至没有监测到湍流和转换的出现。

由于传统的表面热线易被吹断、红外测量边界层转换方法受相机帧率限制难以捕捉到高超声速流场中的高频信号, Ling 等<sup>[6]</sup>于 1956 年开始引入热膜探头作为湍流研究的工具。韩建<sup>[7]</sup>通过铂膜电阻传感器测量高超声速风洞中圆锥壁面瞬时热流,但由于该类型传感器普遍采用内埋式,仅圆柱状传感器顶端受感部为薄膜构型,在飞机模型加工时仍需打孔改造。当前国内应用阵列式热流信号传感器测量边界层转换的研究较少,故对此开展研究工作。柔性薄膜传感器相比于传统测压、测热传感器而言,体积大大减小,可以方便地安装在风洞试验模型的表面,对模型的流场干扰程度达到了最小。同时由于传感器的探测端为薄膜,不受模型表面弯曲的影响。

本文针对阵列式高频热流信号柔性薄膜传感器的前端制备开展初步工艺研究,并在掌握了相关工艺流程的基础上,进一步确定相关材料和使用设备的最佳参数。

## 1 柔性薄膜传感器主要材料的选择

### 1.1 衬底材料的选择及表面改性处理工艺

制备柔性薄膜传感器需选择合适的绝缘材料作为衬底。大多数高分子材料在外电场作用下,体电流很小,同时体电阻率很高(约  $10^{10} \sim 10^{20} \Omega \cdot m$ ),是良好的绝缘材料。其中聚酰亚胺(PI)是有机聚合物类绝缘材料,具有优良的力学性能、良好的化学稳定性以及很高的抗辐射、耐高/低温性能(理论上可正常工作的温度区间为  $-269 \sim +400 \text{ }^\circ\text{C}$ ),能够在  $250 \sim 280 \text{ }^\circ\text{C}$  的空气中长期使用,适宜用作柔性印制电路板基材和各种耐高温电机电器绝缘材料,相关参数详见表 1。在本文中拟使用厚度为  $0.06\text{mm}$  的成品聚酰亚胺薄膜作为衬底材料。

聚酰亚胺材料也存在一些不利的特性,由于其表面疏水性基团多、表面能低,导致其黏连性能欠佳,与胶黏

剂、金属的黏合性均较差,限制了该材料在柔性电路板等方面的进一步应用。例如直接使用匀胶、光刻工艺图案化并进行磁控溅射沉积金属后,用去胶液清洗聚酰亚胺表面时会出现图 1 所示的情况,图案化的金属薄膜在清洗过程中也会随光刻胶一起剥离。

在优化其黏连性能的过程中,曾采用 5000# 的砂纸对聚酰亚胺薄膜表面打磨,虽然可通过增加表面粗糙度实现图案化的基础要求,但测量铜引线时发现电阻阻值极大,等同于断路,该方法处理后的薄膜如图 2 所示。

使用扫描电子显微镜可以观察到,砂纸打磨会在聚酰亚胺薄膜表面形成肉眼不可见的极细划痕,如图 3 (a)所示。导致薄膜表面凹凸不平,待溅射基底性能过低,进而使溅射沉积时产生大量的微裂纹,如图 3 (b)所示,最终导致电路断路。

使用聚酰亚胺薄膜作为传感器的柔性基底,仍需进一步提高其表面的接触特性,增加其黏连性<sup>[8-10]</sup>。聚酰亚胺薄膜的表面改性采用等离子体轰击的方式<sup>[11-12]</sup>,空气中的水、氧气、氮气等电离或激发,形成粒子产物撞击聚酰亚胺薄膜,引入了羟基、胺基等极性亲水基团,与薄膜表面的材料发生交联。这样不仅可以提高其亲水性和表面能,还增加了刻蚀的粗糙度<sup>[13]</sup>。接触角可衡量薄膜表面亲水性,如图 4 所示,其中  $\theta$  即为接触角。接触角由薄膜的表面特性决定:接触角越小,表明薄膜表面的亲水性越强,表面能越大<sup>[14-16]</sup>。

对聚酰亚胺薄膜表面进行等离子体轰击处理后,在未处理与处理后的薄膜表面分别用滴管滴加一滴水,现

表 1 材料参数  
Table 1 Material parameter

材料	密度 / ( $\text{kg} \cdot \text{cm}^{-3}$ )	比热容 / ( $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ )	导热系数 / ( $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ )	电阻率 / ( $\Omega \cdot \text{m}$ )
PI	1420	1090	0.1	$1 \times 10^{16}$
空气	1.205	1.005	0.0259	—

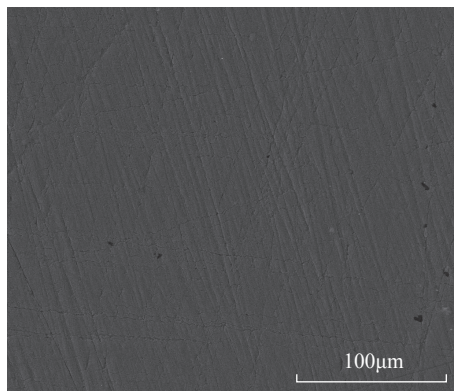


图 1 未进行表面改性  
Fig.1 No surface modification

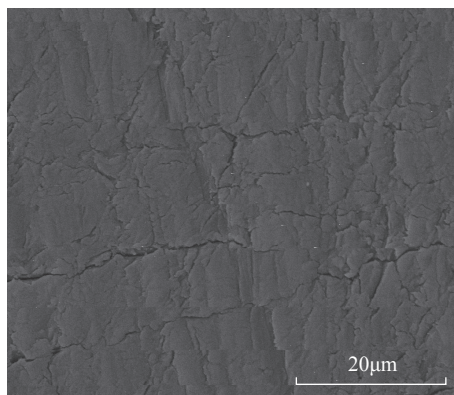


图 2 进行砂纸打磨  
Fig.2 Sandpaper finish

象如图 5 所示。从图 5 (a) 可以明显观察到未处理的薄膜上水滴圆润饱满, 接触角较大, 亲水性不好; 而处理后的薄膜, 水滴扁平铺开于薄膜表面, 亲水性明显提高 (图 5 (b))。



(a) 1000倍电镜成像



(b) 5000倍电镜成像

图 3 扫描电子显微镜观测铜图像

Fig.3 Scanning electron microscope image of Cu

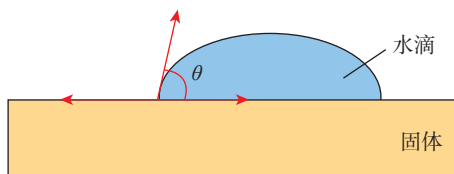
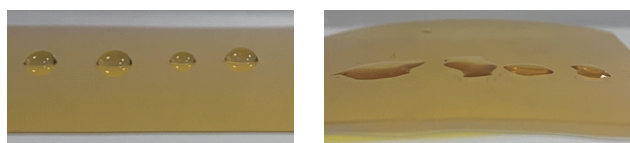


图 4 接触角

Fig.4 Contact angle



(a) 未处理

(b) 处理后

图 5 等离子未处理与处理后效果

Fig.5 Plasma untreated and treated effect

## 1.2 光刻胶的选择

按照曝光后光刻胶是否可溶、得到的图案与遮光区是否相同, 可将光刻胶分为正胶和负胶两种, 正胶曝光可溶故得到的图案与遮光区相同, 负胶反之, 显影、曝光示意图如图 6 所示。考虑到试验需要的感光灵敏度较低, 但需要较高的图形分辨率、黏附性, 且对曝光和显影具有较大宽容度, 因此该选择 RZJ-304 (50CP) 型正性光刻胶进行光刻。

## 1.3 溅射金属靶材的选择

在选取受感部材料时, 需要合适的金属作为热敏电阻材料, 常见的金属电阻特性如表 2 所示。可知, 镍的电阻温度系数大于其他几种材料, 从而在相同温度变化时可以获得更大的电阻变化值, 测试灵敏度更高。因此选择金属镍作为柔性薄膜传感器薄膜受感部的材料。

考虑到铜的电阻率较小, 温度电阻系数较低, 电阻值随温度变化不明显, 且造价相对较低, 故可作为导线材料。

## 2 薄膜传感器的制备

### 2.1 制备工艺

薄膜传感器制备工艺的主要示意图, 如图 7 所示。

(1) 首先, 进行匀胶、光刻工艺。将洁净的聚酰亚胺薄膜放在匀胶机转盘上, 用滴管抽取约 2mL 的光刻胶滴加于薄膜表面, 先以 900r/min 的低速旋转 15s, 后以 2500r/min 的高速旋转 40s。匀胶后, 在 105℃ 的烘箱

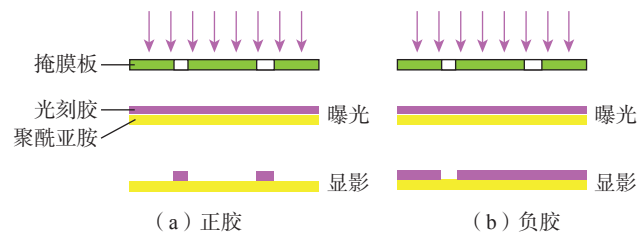


图 6 光刻正 / 负胶显影和曝光示意图

Fig.6 Development and exposure of positive/negative photoresist in lithography

表 2 5 种典型金属的电阻率及温度电阻系数

Table 2 Resistivity and temperature resistance coefficient of five typical metals

材料	电阻率 $\rho$ (20℃) / ( $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ )	电阻温度系数 $\alpha$ / ( $10^{-3}\text{℃}^{-1}$ )
Au	2.400	3.90
Pt	10.600	3.92
Ag	1.586	3.80
Cu	1.678	3.86
Ni	6.840	6.81

中烘烤 90s,完成光刻胶的旋涂。

(2)其次,将固化完毕的聚酰亚胺薄膜放在 URE-2000/35A 型光刻机的承片台上,将掩膜置于掩膜架,如图 8 所示,使用紫外光曝光系统曝光,时间为 10s,曝光过程如图 9 所示。紫外曝光后,将样片放入盛有 ZX-238 显影液的玻璃皿中显影约 30s。取出样片后用纯水清洗,此时掩膜图案已经定义在光刻胶图形层上。

在用等离子体轰击聚酰亚胺薄膜完成表面改性后,进行磁控溅射工艺。磁控溅射原理如图 10 所示, Ar<sup>+</sup> 在电场作用下加速飞向阴极靶,轰击靶材发生溅射。溅射金属材料时,将图案化完成的聚酰亚胺薄膜放入 Sputter100T 型磁控溅射镀膜机中,选择合适的参数进行金属原子的溅射沉积。

溅射沉积的最关键的优势是它能够控制最终的样片性能。沉积后的微观结构是由沉积设备的型号和状

态、工艺参数、靶材基础参数以及衬底状态等多种因素共同决定。研究表明,对结果影响最大的可变参数是功率、压力(受本底真空度和气体流量共同影响)和时间。针对试验中使用的 Sputter100T 型磁控溅射设备,由于功率与压力存在固定比率关系,因此主要决定磁控溅射状态的变量是溅射功率和时间。

(3)最后,使用专用去胶液浸泡去除光刻胶部分,同时剥离掉光刻胶层上附着的金属镀层,保留所需的图案部分。将去胶后的聚酰亚胺薄膜放入去离子水中清洗后,放入烘箱中烘干。制备完成后对样片编号,在适宜的环境中妥善保存。

柔性薄膜传感器存在受感部与电路部分(图 11),需两次循环上述制备工艺,针对图案化要求分别选择不同的掩膜与金属靶材,完成套刻。

2.2 试验设置与结果分析

采用不同长宽的线条开展了两组试验,其中 1 号试验的掩膜采用长 60mm、宽 1.2mm 的线条阵列。线条两端设计正方形触点,便于后续的电阻值测试,而阵列化的设计可实现电阻值多次测量,取平均值减小随机

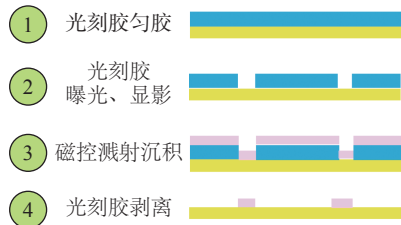
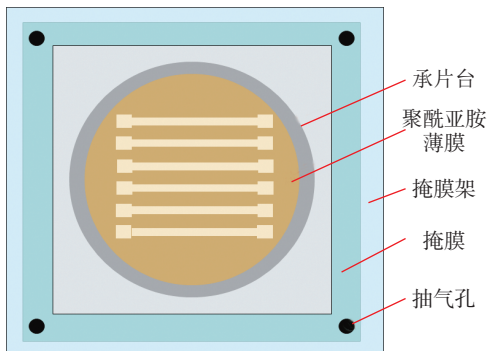
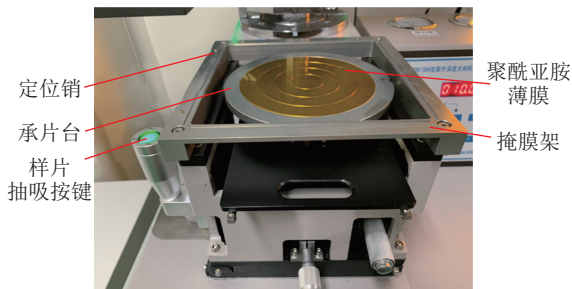


图 7 薄膜传感器制备工艺示意图 Fig.7 Schematic of film sensor fabrication



(a) 光刻机承片示意图



(b) 光刻机局部构造

图 8 光刻位置示意图 Fig.8 Schematic of photolithography position

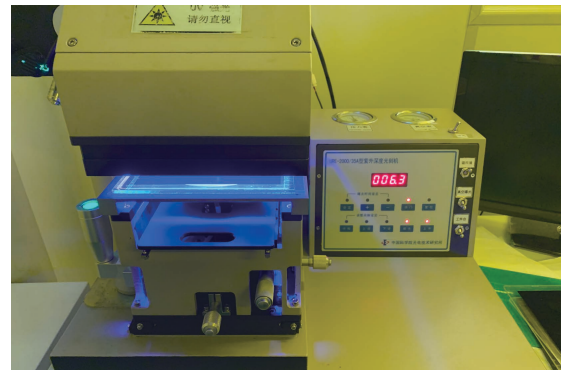


图 9 光刻曝光过程 Fig.9 Photolithography exposure process

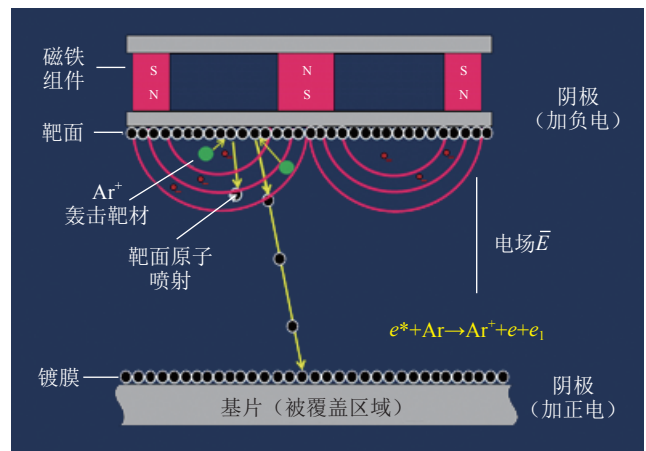


图 10 磁控溅射工作原理 Fig.10 Principle of magnetron sputtering

误差。在溅射沉积的试验中分别设置3种溅射功率：40W、60W、80W，溅射时间分别为1000s、1200s、1500s和1800s。在不同功率下，磁控溅射时间  $t_1$  与薄膜阵列电阻值  $R_1$  的关系如图12所示，其中电阻值均为千欧量级。

由图12可知，相同时间下，溅射功率越大阻值越小。即提高溅射功率，等离子体产生的电流密度会增加，增大靶材被轰击概率，从而表现为功率增大，这样溅射靶材的效率提高，阻值减小。同时，功率的提高也会使溅射出的靶材原子的动能增加，从而提高沉积速率和衬底的温度，在实际现象中表现为功率增大，结晶速度提高。

1号试验过程中，采用的是长60mm、宽1.2mm的线条阵列，其长度、宽度相对较大，难以达到薄膜表面清洁度和溅射均匀性的要求。于是重新设计长30mm、宽0.5mm的2号线条阵列，测试到的阻值相对平均、稳定。

Sputter100T设备的最大功率为500W，故在初期试验基础上，将功率分别设置为200W、300W和400W。对于该设备而言，400W功率过高，易发生二次溅射，将已附着的靶材原子剥离于样片，降低结晶速度。且设置400W时会在沉积过程中多次出现射频功率不稳定的情况，亦会使衬底过热。沉积后表面存在肉眼可见裂纹，用40倍显微镜观测到表面状况如图13所示，故不宜设置400W的溅射功率。

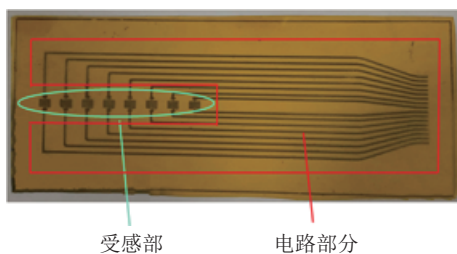


图11 柔性薄膜传感器样片  
Fig.11 Flexible film sensor sample

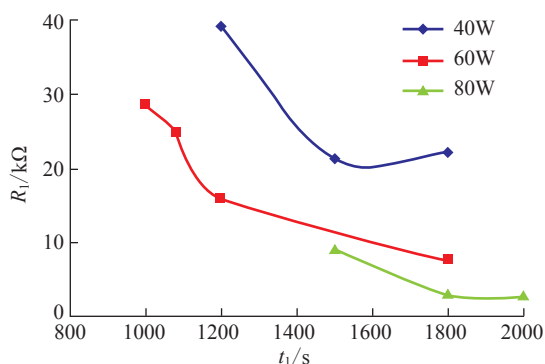


图12 不同功率下磁控溅射时间与电阻的关系  
Fig.12 Relationship between magnetron sputtering time and resistance at different power

重新设置200W和300W的溅射功率，溅射时间设为1800s、2700s、3600s，得到与之对应的阻值和标准差，如表3所示。

阻值  $R_2$  与溅射时间  $t_2$  对应的曲线图如图14所示。由两条曲线对比可知，随着时间的增加200W的阻值变化剧烈且阻值的标准差过大、不稳定。故要想得到表面质量良好且阻值较小的薄膜传感器阵列，300W的溅射功率较为适合。

通过扫描电子显微镜的测试，可得到表3中沉积金

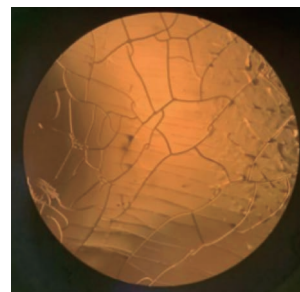


图13 溅射功率400W的表面状态  
Fig.13 Surface state of 400W sputtering power

表3 靶材镍分别在200W和300W功率下的不同溅射时间与阻值的关系

Table 3 Different sputtering time and resistance of target Ni at 200W and 300W

功率 / W	线长 $L/mm$	线宽 $b/mm$	溅射时间 $t/s$	电阻阻值 $R/\Omega$	电阻阻值 $R$ 的标准差 $/\Omega$	膜厚 $h/nm$
200	30	0.5	1800	344.33	54.11	147.15
	30	0.5	2700	214.88	21.58	168.37
	30	0.5	3600	132.08	14.47	220.23
300	30	0.5	1800	198.34	15.06	180.43
	30	0.5	2700	147.31	15.86	207.23
	30	0.5	3600	115.25	10.87	288.23

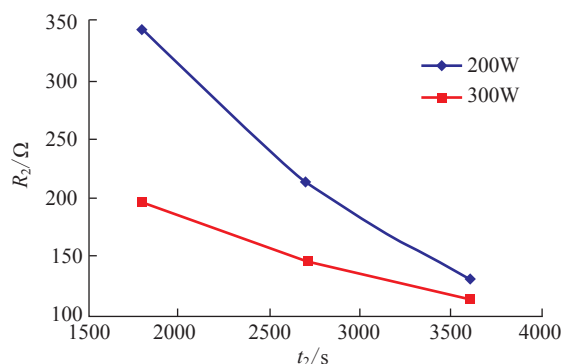


图14 两种功率下阻值与溅射时间的关系  
Fig.14 Relationship between resistance value and sputtering time at two kinds of power

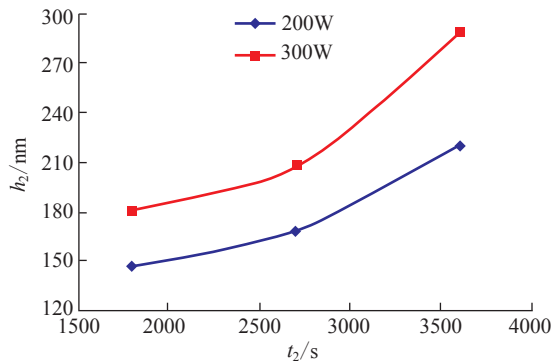


图 15 两种功率下厚度与溅射时间的关系

Fig.15 Relationship between thickness and sputtering time at two kinds of power

属的厚度数据。由图 15 厚度  $h_2$  与溅射时间  $t_2$  对应的曲线可知,相同时间条件下,溅射效率与结晶速度均随功率增加而提高。

### 3 结论

本文从材料选择入手,提出一套详尽的流程化薄膜传感器制备工艺,可实现阵列式高频热流信号传感器的前端生产,并重点研究磁控溅射沉积工艺的影响因素及参数结果。针对聚酰亚胺表面黏连性能不佳的情况,采用等离子体表面改性工艺,改变其表面疏水情况,从而保证图案符合预期,同时满足信号传输测试需求。通过对磁控溅射沉积这一关键工艺进行分析,探索了主要工艺参数—功率和时间对柔性薄膜传感器阻值、表面状态等性能的影响,确定 300W 溅射功率是较为适宜的工作参数。在该功率下既可以保证薄膜传感器表面质量,又能减少磁控溅射时间。

后续试验中,拟从增加阵列布点或设计多层薄膜传感器等方面入手,获得更为紧凑的受感部,满足阵列式高频热流信号传感器丰富、详实数据的测量需求,将其应用于探究高超声速三维边界层转捩问题。

### 参 考 文 献

[1] ANDERSON J D JR. Introduction to flight[M]. 5th ed., New York: McGraw-Hill, 2005.

[2] 陈久芬,凌岗,张庆虎,等. 7° 尖锥高超声速边界层转捩红外测量实验 [J]. 实验流体力学, 2020, 34(1): 60-66.

CHEN Jiufen, LING Gang, ZHANG Qinghu, et al. Infrared thermography experiments of hypersonic boundary-layer transition on a 7° half-angle sharp cone[J]. Journal of Experiments in Fluid Mechanics, 2020, 34(1): 60-66.

[3] 陈坚强,涂国华,张毅锋,等. 高超声速边界层转捩研究现状与发展趋势 [J]. 空气动力学学报, 2017, 35(3): 311-337.

CHEN Jianqiang, TU Guohua, ZHANG Yifeng, et al. Hypersonic boundary layer transition: What we know, where shall we go[J]. Acta

Aerodynamica Sinica, 2017, 35(3): 311-337.

[4] CRAIG S A, SARIC W S. Experimental study of crossflow instability on a Mach 6 yawed cone[C]//45th AIAA Fluid Dynamics Conference. Virginia: AIAA, 2015.

[5] WARD C, HENDERSON R, SCHNEIDER S P. Secondary instability of stationary crossflow vortices on an inclined cone at Mach 6[C]//45th AIAA Fluid Dynamics Conference. Virginia: AIAA, 2015.

[6] LING S C, HUBBARD P G. The hot film anemometer: A new device for fluid mechanics research[J]. Journal of the Aeronautical Sciences, 1956(23): 890-891.

[7] 韩健. 高超声速尖锥边界层流动稳定性的子波分析与互双谱分析 [D]. 天津: 天津大学, 2010.

HAN Jian. Wavelet analysis and cross bispectrum analysis of flow instability for hypersonic sharp cone boundary layer[D]. Tianjin: Tianjin University, 2010.

[8] HUANG X D, BHANGALE S M, MORAN P M, et al. Surface modification studies of Kapton® HN polyimide films[J]. Polymer International, 2003, 52(7): 1064-1069.

[9] GHOSH I, KONAR J, BHOWMICK A K. Surface properties of chemically modified polyimide films[J]. Journal of Adhesion Science and Technology, 1997, 11(6): 877-893.

[10] LEE K W, KOWALCZYK S P, SHAW J M. Surface modification of PMDA-oxydianiline polyimide. Surface structure-adhesion relationship[J]. Macromolecules, 1990, 23(7): 2097-2100.

[11] FANG Z, YANG J R, LIU Y, et al. Surface treatment of polyethylene terephthalate to improving hydrophilicity using atmospheric pressure plasma jet[J]. IEEE Transactions on Plasma Science, 2013, 41(6): 1627-1634.

[12] YAN X X, YANG L X, AN Y P, et al. Surface roughness and hydrophilicity enhancement of polyolefin-based membranes by three kinds of plasma methods[J]. Surface and Interface Analysis, 2015, 47(4): 545-553.

[13] 张兴涛,吴广宁,吴旭辉,等. 聚酰亚胺薄膜的等离子体改性及其机理探究 [J]. 高压电器, 2019, 55(9): 208-214.

ZHANG Xingtao, WU Guangning, WU Xuhui, et al. Plasma modification of polyimide film and its mechanism[J]. High Voltage Apparatus, 2019, 55(9): 208-214.

[14] LUO H L, XIONG G Y, REN K J, et al. Air DBD plasma treatment on three-dimensional braided carbon fiber-reinforced PEEK composites for enhancement of in vitro bioactivity[J]. Surface and Coatings Technology, 2014, 242: 1-7.

[15] JANG J, NISHIYAMA H. Discharge study of argon DC arc jet assisted by DBD plasma for metal surface treatment[J]. IEEE Transactions on Plasma Science, 2015, 43(10): 3688-3694.

[16] OLIVEIRA F R, ERKENS L, FANGUEIRO R, et al. Surface modification of banana fibers by DBD plasma treatment[J]. Plasma Chemistry and Plasma Processing, 2012, 32(2): 259-273.

通讯作者: 袁洪杰, 研究员, 博士, 研究方向为流体力学、风洞试验技术。

(责编 阳光)