

## 热处理温度对 $ZrO_2$ 薄膜表面形貌和结构的影响

冀国俊, 张 薇, 张智慧

(内蒙古工业大学 化工学院, 呼和浩特 010051)

**摘要:** 采用溶胶-凝胶法, 在 302 不锈钢表面制备了经不同温度热处理的  $ZrO_2$  薄膜。通过原子力显微镜 (AFM)、X 射线衍射仪 (XRD) 和傅里叶变换红外光谱仪 (FTIR), 研究了热处理温度对  $ZrO_2$  薄膜表面形貌和相结构的影响。研究表明: 室温下  $ZrO_2$  结构呈非晶态, 随着温度升高, 晶体结构逐渐由四方相 ( $t-ZrO_2$ ) 向单斜相 ( $m-ZrO_2$ ) 转变; 当热处理温度从 400 °C 升高到 600 °C 时, 薄膜表面  $ZrO_2$  晶粒尺寸由 40 nm 逐渐增大到 70.1 nm, 表面粗糙度也由 3.34 nm 缓慢增大到 5.3 nm; 而当热处理温度为 700 °C 时,  $ZrO_2$  晶粒明显增大 (109 nm), 表面粗糙度迅速增大到 33 nm; 红外吸收谱显示, 随着热处理温度的升高, 非晶态  $ZrO_2$  (648 与 460.9  $cm^{-1}$ ) 逐渐向 480.2 和 574.7  $cm^{-1}$  处的  $t-ZrO_2$  结构以及 424.3 和 732.8  $cm^{-1}$  处的  $m-ZrO_2$  结构转变, 与 XRD 结果一致。

**关键词:**  $ZrO_2$  薄膜; 溶胶-凝胶; 热处理; 表面形貌; 晶体结构

中图分类号: O484.5 文献标识码: A 文章编号: 1671-4776 (2015) 03-0173-05

## Influences of the Annealing Temperature on the Surface Morphology and Structure of $ZrO_2$ Thin Films

Ji Guojun, Zhang Wei, Zhang Zhihui

(College of Chemical Engineering, Inner Mongolia University of Technology, Hohhot 010051, China)

**Abstract:** The  $ZrO_2$  thin films annealed at different temperatures were prepared on the surface of the 302 stainless steel substrates by the sol-gel method. The influences of the annealing temperature on the surface morphology and phase structure of  $ZrO_2$  thin films were researched by atomic force microscopy (AFM), X-ray diffractometer (XRD) and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). The results indicate that the  $ZrO_2$  films present amorphous structure at room temperature, and then the crystal structure of  $ZrO_2$  transforms from tetragonal phase ( $t-ZrO_2$ ) to monoclinic phase ( $m-ZrO_2$ ) with the increase of the temperature. When the annealing temperature increases from 400 °C to 600 °C, the grain sizes of  $ZrO_2$  thin films increase from 40 nm to 70.1 nm and the surface roughness slowly increases from 3.34 nm to 5.3 nm. When the annealing temperature is 700 °C, the  $ZrO_2$  grain sizes increase significantly (109 nm) and the surface roughness rapidly increases to 33 nm. The FTIR results show that the amorphous  $ZrO_2$  (648 and 460.9  $cm^{-1}$ ) gradually transforms to  $t-ZrO_2$  (480.2 and 574.7  $cm^{-1}$ ) and  $m-ZrO_2$  (424.3 and

收稿日期: 2014-12-12

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (11462017); 内蒙古自治区自然科学基金资助项目 (2014BS0104)

E-mail: jgj@imut.edu.cn

732.8 cm<sup>-1</sup>) with the increase of the annealing temperature, which are consistent with the results of XRD.

**Key words:** ZrO<sub>2</sub> thin film; sol-gel; annealing; surface morphology; crystal structure

**DOI:** 10.13250/j.cnki.wndz.2015.03.007 **EEACC:** 0590

## 0 引言

近年来, ZrO<sub>2</sub> 因其强度高、硬度好、断裂韧性强和耐磨耐蚀等特征, 成为最有应用前景的涂层材料之一<sup>[1]</sup>。特别是其热膨胀系数 ( $1.2 \times 10^{-5} \sim 1.4 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ ) 与多数金属和高温合金相近<sup>[2]</sup>, 是耐蚀与抗氧化的理想涂层材料<sup>[3]</sup>, 因而可广泛用于航空航天、钢铁冶金、机械制造、光学和电学等领域<sup>[4]</sup>。

目前, 常用的 ZrO<sub>2</sub> 薄膜制备方法有物理气相沉积法 (PVD)、化学气相沉积法 (CVD)、等离子喷涂法、热喷涂法、电沉积法与溶胶-凝胶法等。其中, 溶胶-凝胶法由于反应温度低、前驱溶液配比可控性强、产物粒径小、分布均匀且易于实现高纯化、退火温度低、制造设备简单廉价, 成为最有发展前景的涂层方法。

近年来, 国内外关于 ZrO<sub>2</sub> 薄膜的研究, 主要集中在 ZrO<sub>2</sub> 薄膜结构、性能及其应用领域。如: V. S. Dang 等人<sup>[5]</sup>在不同温度下通过金属有机化学气相沉积法 (MOCVD) 分别在硅片与玻璃基体上沉积了 ZrO<sub>2</sub> 薄膜, 结果表明在 500 °C 下沉积的 ZrO<sub>2</sub> 薄膜可见光透光率大于 80%, 其平均折射率达到 2.14; K. J. Patel 等人<sup>[6]</sup>采用 PVD 法在全固体薄膜电致变色设备上沉积了 ZrO<sub>2</sub> 薄膜, 研究了 ZrO<sub>2</sub> 薄膜厚度对设备透射调制和记忆效应的影响; B. Liang 等人<sup>[7]</sup>利用等离子喷涂法制备了纳米 ZrO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (YSZ) 涂层, 并采用 X 射线衍射技术和透射电镜对涂层的显微结构进行了研究, 发现涂层主要由直径小于 100 nm 的柱状颗粒组成, 且其摩擦系数仅为常规的 1/5, 磨损率也降低一个数量级; D. Min 等人<sup>[8]</sup>通过化学溶液法在高电阻率硅晶片和金属层上制备了 ZrO<sub>2</sub> 薄膜, 采用共面波导与顶部圆形电极的金属层-绝缘层-金属层 (MIM) 电容器对薄膜的介电性能进行了研究, 认为该薄膜可作为射频 (RF) 和微机电系统

(MEMS) 的理想介电层。

目前对 ZrO<sub>2</sub> 薄膜的研究较多, 但对于 ZrO<sub>2</sub> 薄膜通过烧结处理后其表面结构状态等特性的研究还不够深入, 而这些特性对于 ZrO<sub>2</sub> 薄膜的表面结构及性能等有着重要的影响。本文采用浸渍-提拉法在不锈钢基体上制备了 ZrO<sub>2</sub> 薄膜, 研究了不同的烧结处理温度对 ZrO<sub>2</sub> 薄膜晶体结构和表面形貌的影响。

## 1 实验

以尺寸为 20 mm × 10 mm 的 302 奥氏体不锈钢为基体材料, 将试样打磨抛光至镜面, 然后在无水乙醇中超声清洗。以锆酸四丁酯 (C<sub>16</sub>H<sub>36</sub>O<sub>4</sub>Zr)、无水乙醇 (分析纯) 和冰乙酸 (分析纯) 为涂膜原料。首先, 在烧杯中加入一定量无水乙醇, 于室温剧烈搅拌下依次滴加锆酸四丁酯、冰乙酸 (体积比为 20 : 8 : 1), 继续搅拌 20 min 得到均匀透明的淡黄色溶液。然后, 剧烈搅拌下滴加 HCl-乙醇溶液 (HCl、无水乙醇和 H<sub>2</sub>O 的体积比为 1 : 30 : 1), 继续搅拌 0.5 h 得到均匀透明的淡黄色 ZrO<sub>2</sub> 溶胶。将所得溶胶在室温下陈化 24 h, 将基板以 10 cm/min 的速度置于溶胶中并以同样速度提拉基板, 进行涂覆。然后将涂膜样品在 100 °C 下干燥 1 h 后, 在空气中以 5 °C/min 的升温速率至 400 ~ 700 °C, 保温 1 h 进行热处理。将另一部分溶胶液体在 100 °C 下干燥 3 h 后, 同样在空气中以 5 °C/min 的升温速率至 400 ~ 700 °C, 保温 1 h 进行热处理制得干凝胶粉体。

采用日本理学 D/MAX-2500/PC 型 X 射线衍射仪 (阳极靶材料为 Cu, 扫描范围 10° ~ 80°, 扫描速率 3°/min) 对 ZrO<sub>2</sub> 粉末进行物相分析; 采用原子力显微镜 (本原 CSPM4000, 扫描频率为 1.0 Hz) 观察涂膜试样的表面形貌; 采用美国尼高力仪器公司生产的 Nexus670 傅里叶变换红外光谱仪测定 ZrO<sub>2</sub> 的红外光谱。

## 2 结果与讨论

### 2.1 XRD 分析

图 1 为 ZrO<sub>2</sub> 干凝胶经不同热处理温度下的 XRD 图谱。如图 1 (a) 所示, 在 25 °C 时, XRD 谱线没有明显的衍射峰存在, 说明该温度下 ZrO<sub>2</sub> 的结构为非晶态。经 400 °C 热处理后, 如图 1 (b) 所示, 在 30° 和 50° 衍射角附近出现了强度高且较尖锐的衍射峰, 表明此时 ZrO<sub>2</sub> 有晶态结构出现, 该晶态结构为四方相 ZrO<sub>2</sub> (t-ZrO<sub>2</sub>)。当温度上升至 500 °C 时, 如图 1 (c) 所示, 出现了少量单斜相 ZrO<sub>2</sub> (m-ZrO<sub>2</sub>) 衍射峰, 而 t-ZrO<sub>2</sub> 衍射峰明显增强。通常情况下, ZrO<sub>2</sub> 在不同温度范围内有 3 种不同的晶体结构: 常温下的 m-ZrO<sub>2</sub>、1 170 ~ 2 370 °C 的 t-ZrO<sub>2</sub> 和在 2 370 °C 至熔点 (2 680 °C) 的立方相 (c-ZrO<sub>2</sub>)<sup>[9]</sup>。本文用溶胶-凝胶法制备的 ZrO<sub>2</sub> 在低温下为亚稳四方相稳定结构, 可能是由于非晶态短程有序但长程无序的特殊结构, 在 XRD 衍射图中呈现出馒头状特征峰。从图 1 (a) 可以看出, 在 25 °C 时的非晶峰峰顶与 t-ZrO<sub>2</sub> 所具有的最大衍射峰相对应, 这说明 t-ZrO<sub>2</sub> 的晶体结构与非晶态近程有序结构十分相似, 而这种结构上的类似性使非晶态 ZrO<sub>2</sub> 向 t-ZrO<sub>2</sub> 的转变只需克服

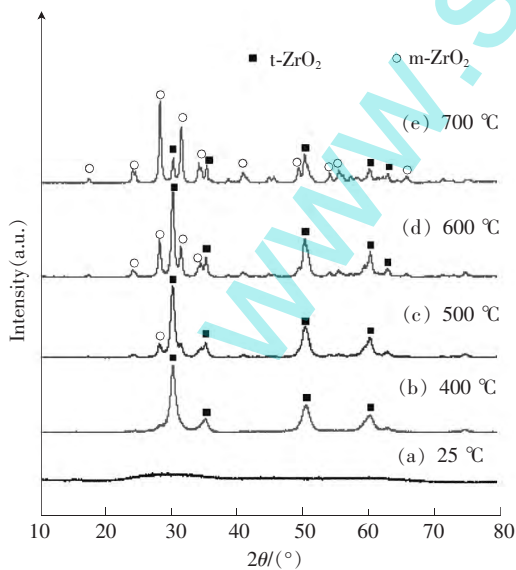


图 1 不同热处理温度下 ZrO<sub>2</sub> 干凝胶的 XRD 图谱  
Fig. 1 XRD patterns of the ZrO<sub>2</sub> xerogel at different annealing temperatures

较低的晶格畸变能。所以凝胶中非晶态的 ZrO<sub>2</sub> 更易向 t-ZrO<sub>2</sub> 转变, 而不是析出通常低温情况下稳定的 m-ZrO<sub>2</sub> 晶体<sup>[10]</sup>。图 1 (d) 所示 t-ZrO<sub>2</sub> 衍射峰强度高、清晰且尖锐, 说明经 600 °C 热处理后, ZrO<sub>2</sub> 已经基本完成了由非晶态向 t-ZrO<sub>2</sub> 转变的过程, 且 m-ZrO<sub>2</sub> 结晶相比例也得到了提高。

通常 t→m 转变温度为 1 045~975 °C, 但如图 1 (e) 所示, 继续升温至 700 °C 时 m-ZrO<sub>2</sub> 的衍射峰强度有所增加, 而 t-ZrO<sub>2</sub> 衍射峰强度急剧减弱, 表明该温度下晶体结构已开始由 t-ZrO<sub>2</sub> 向 m-ZrO<sub>2</sub> 转变。这是因为 t→m 的相变为马氏体相变, 而相变温度与晶粒尺寸间成正比关系, 即晶粒尺寸越小, 相变温度越低。其中马氏体相变过程自由能变化为<sup>[11]</sup>

$$\Delta G_{t \rightarrow m} = \Delta G_{t \rightarrow m}^0 + (A_m \gamma_m - A_t \gamma_t) \quad (1)$$

式中:  $\Delta G_{t \rightarrow m}$  为单位体积 t-ZrO<sub>2</sub> 相变为 m-ZrO<sub>2</sub> 的自由能变化;  $\Delta G_{t \rightarrow m}^0$  为单位体积 t-ZrO<sub>2</sub> 相变为 m-ZrO<sub>2</sub> 的化学自由能变化;  $\gamma_m$  和  $\gamma_t$  分别为 m-ZrO<sub>2</sub> 和 t-ZrO<sub>2</sub> 的比表面能;  $A_t$  和  $A_m$  为单位体积 t-ZrO<sub>2</sub> 相变前后总表面积。因为 m-ZrO<sub>2</sub> 的比表面能大于 t-ZrO<sub>2</sub>, 故有 t-ZrO<sub>2</sub> 晶粒粒径  $R_t$  与临界粒径  $R_0$ , 满足

$$\begin{cases} R_t = R_0, & \Delta G_{t \rightarrow m} = 0 \\ R_t < R_0, & \Delta G_{t \rightarrow m} > 0 \\ R_t > R_0, & \Delta G_{t \rightarrow m} < 0 \end{cases} \quad (2)$$

理论上 t-ZrO<sub>2</sub> 稳定存在临界尺寸  $R_0$  约为 10 nm, 根据谢乐方程  $D = k\lambda / (\beta \cos \theta)$  可计算晶粒尺寸  $D$ , 其中, 系数  $k = 0.94$ ,  $\lambda = 0.154 06$  nm 为 X 光波长,  $\theta$  为布拉格角,  $\beta$  为衍射峰积分半高宽<sup>[12]</sup>。由此可计算得出 700 °C 时晶粒尺寸为 30.7 nm, 已远大于临界尺寸, 故此温度下干凝胶中稳定存在的主要为 m-ZrO<sub>2</sub>。

### 2.2 FTIR 分析

图 2 为对干凝胶经 400~700 °C 热处理后的 FTIR 谱图, 图中  $\sigma$  为波数。图 2 (a) 中, 3 421.2 cm<sup>-1</sup> 的宽广吸收对应 O—H 的伸缩振动, 1 556.3 和 1 444.4 cm<sup>-1</sup> 对应 Zr—O—C 的伸缩振动吸收<sup>[13]</sup>, 648 和 460.9 cm<sup>-1</sup> 对应 Zr—O 的伸缩振动吸收, 1 028 cm<sup>-1</sup> 对应有机基团。在 400 °C 时, 480.2 cm<sup>-1</sup> 对应 t-ZrO<sub>2</sub> 结构的伸缩振动吸收, O—H 伸缩振动消失, 表明材料中的水分已消除,

而由于材料中的有机成分逐渐被烧除, 对应  $1\ 028\ \text{cm}^{-1}$  的吸收峰减弱。随着温度进一步升高,  $574.7\ \text{cm}^{-1}$  对应  $t\text{-ZrO}_2$  伸缩振动吸收, 图 2 (c) 和 (d) 中  $424.3$  和  $732.8\ \text{cm}^{-1}$  对应  $m\text{-ZrO}_2$  伸缩振动吸收<sup>[14]</sup>。由此可知, 随着热处理温度的升高,  $\text{ZrO}_2$  由水合向  $t\text{-ZrO}_2$  和  $m\text{-ZrO}_2$  转变, 上述红外分析结果与 XRD 分析结果相吻合。

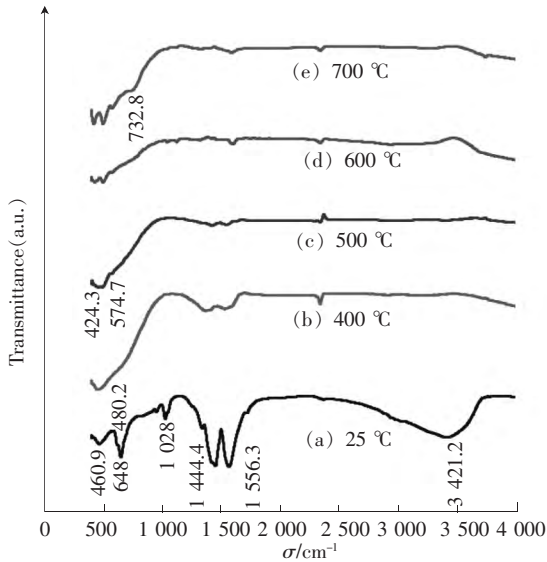


图 2 不同热处理温度下  $\text{ZrO}_2$  的红外光谱  
Fig. 2 Infrared spectra of  $\text{ZrO}_2$  at different annealing temperatures

### 2.3 AFM 分析

通过原子力显微镜观察到不同热处理温度下  $\text{ZrO}_2$  薄膜试样的表面形貌, 同时测得试样表面粗糙度。  $\text{ZrO}_2$  薄膜表面形貌 (扫描范围为  $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ ) 如图 3 所示。图 3 (a) 为  $400\ \text{°C}$  热处理  $\text{ZrO}_2$  薄膜表面 AFM 形貌图。从其二维形貌图中可以看到, 薄膜表面较为平整, 高低起伏均匀, 栅状凹陷为基体表面划痕, 表面粗糙度为  $3.34\ \text{nm}$ , 对应三维形貌图显示薄膜呈现高低起伏状并出现少量晶粒, 晶粒尺寸为  $40\ \text{nm}$ 。  $500\ \text{°C}$  热处理时, 图 3 (b)  $\text{ZrO}_2$  薄膜表面均匀平整, 可见边界清晰的晶粒, 晶粒形态规则, 均匀致密, 表面粗糙度为  $3.47\ \text{nm}$ 。三维图中, 薄膜表面锥状晶粒明显增多, 但尺寸较小, 整体起伏也较小, 晶粒尺寸为  $50.9\ \text{nm}$ , 而由于表面晶粒的长大, 填充凹陷, 使基体表面划痕相对减少。图 3 (c) 为  $600\ \text{°C}$  热处

理温度下的薄膜形貌, 由图可见薄膜表面大的晶粒增多, 颗粒排列密度降低, 呈锥柱状结构, 晶粒尺寸为  $70.1\ \text{nm}$ , 相邻颗粒之间存在较大起伏, 表面粗糙度增加到  $5.3\ \text{nm}$ 。薄膜二维形貌图中可观察到表面存在稀疏微孔, 这是由于薄膜中的有机化合物挥发后, 热处理温度较低无法愈合而形成的<sup>[15]</sup>。当继续升温至  $700\ \text{°C}$ , 如图 3 (d) 所示, 薄膜表面颗粒间间隙较大, 结构较疏松, 并由锥柱状晶变成晶粒尺寸为  $109\ \text{nm}$  的方块状颗粒, 表面粗糙度突变到  $33\ \text{nm}$ 。薄膜表面凹凸不平且小部分区域有团聚现象, 这可能是因为随着温度的升高, 存在于凝胶中的液体不断析出使其中的纳米颗粒之间存在大量空隙并形成凹液面, 于是在毛细收缩作用下将这些颗粒在某个方向上压在一起。同时, 湿颗粒表

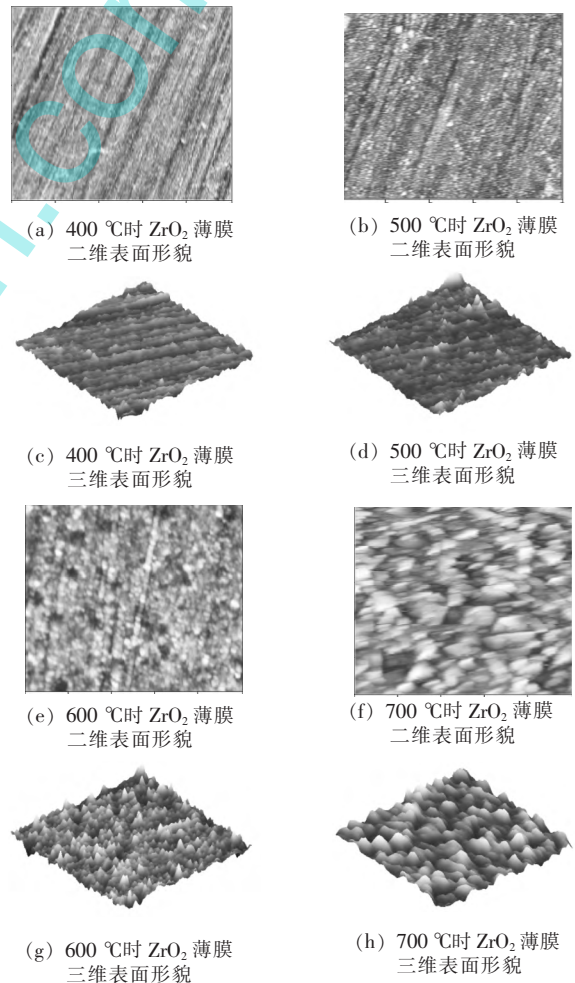


图 3 不同热处理温度下  $\text{ZrO}_2$  薄膜的表面形貌 AFM 图  
Fig. 3 AFM images of the surface morphologies of  $\text{ZrO}_2$  thin films at different annealing temperatures

面的非架桥羟基又形成了氢键, 导致颗粒之间进一步接近而发生表面羟基氢键作用, 进一步进行烧结, 颗粒间产生真正的化学键合而形成难以分散的团聚体<sup>[16]</sup>。

图 4 为  $ZrO_2$  薄膜表面粗糙度 ( $R_a$ ) 及晶粒尺寸 ( $D$ ) 随热处理温度 ( $t$ ) 的变化曲线。结合图 3 和图 4, 可以看出表面粗糙度和晶粒尺寸的观察结果有共同的突变位置。热处理温度低于  $700\text{ }^\circ\text{C}$  时, 表面粗糙度与晶粒尺寸的值分别缓慢地由  $3.34\text{ nm}$  和  $40\text{ nm}$  变化为  $5.3\text{ nm}$  与  $70.1\text{ nm}$ ; 当热处理温度升高到  $700\text{ }^\circ\text{C}$  时, 由于  $t\text{-}ZrO_2$  转变为  $m\text{-}ZrO_2$  的马氏体相变, 引起晶粒  $3\%\sim 5\%$  的体积膨胀, 伴随着体积变化而产生了晶粒膨胀不均的缺陷, 表面粗糙度与晶粒尺寸值迅速变大, 达到  $33\text{ nm}$  和  $109\text{ nm}$ 。

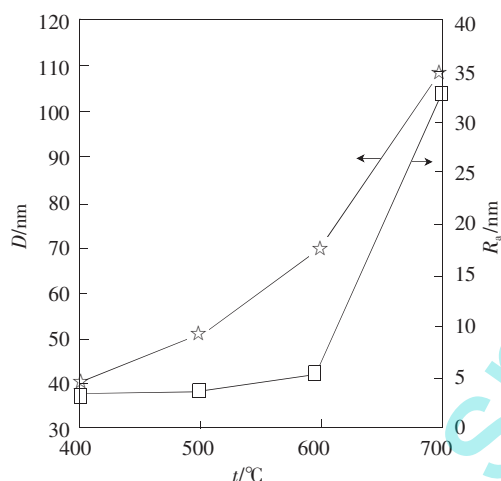


图 4 400~700  $^\circ\text{C}$  时  $ZrO_2$  薄膜表面粗糙度与晶粒尺寸的变化曲线  
Fig. 4 Change curves of surface roughness and grain size of  $ZrO_2$  thin films at 400–700  $^\circ\text{C}$

### 3 结 论

通过锆酸四丁酯水解缩聚制备的  $ZrO_2$ , 在室温下为非晶态, 低温下热处理先形成亚稳  $t\text{-}ZrO_2$ , 在较高温度热处理后才向  $m\text{-}ZrO_2$  转变。

经  $400\text{ }^\circ\text{C}$  热处理后,  $ZrO_2$  薄膜表面晶粒尺寸为  $40\text{ nm}$ , 表面粗糙度为  $3.34\text{ nm}$ 。升温至  $500\sim 600\text{ }^\circ\text{C}$  时, 薄膜表面粗糙度缓慢增大, 晶粒尺寸增加, 晶粒由锥状向锥柱状变化, 薄膜表面出现少量凹陷。热处理温度达到  $700\text{ }^\circ\text{C}$  后,  $ZrO_2$  薄膜表面粗糙度与晶粒尺寸急剧增加到  $33\text{ nm}$  与  $109\text{ nm}$ , 晶粒突变为微块状, 薄膜表面凹凸不平且有小部分

团聚现象。故当热处理温度为  $400$  和  $500\text{ }^\circ\text{C}$  时, 通过溶胶-凝胶法在不锈钢表面制得的  $ZrO_2$  薄膜较为光滑且可在低温下以  $t\text{-}ZrO_2$  相结构存在。

### 参考文献:

- [1] BEHZADNASAB M, MIRABEDINI S M, KABIRI K, et al. Corrosion performance of epoxy coatings containing silane treated  $ZrO_2$  nanoparticles on mild steel in 3.5% NaCl solution [J]. Corrosion Science, 2011, 53 (1): 89–98.
- [2] PAOLO S, ROSA D M, LUCA L, et al. Thermal expansion anisotropy of ceria-stabilized tetragonal zirconia [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1992, 75 (10): 2828–2832.
- [3] GURAPPA I. Development of appropriate thickness ceramic coatings on 316 L stainless steel for biomedical applications [J]. Surface and Coatings Technology, 2002, 161 (1): 70–78.
- [4] RAO X X, HU S B. The application development of nano-zirconia [J]. Materials Review, 2007, 21 (VIII): 143–146.
- [5] DANG V S, BANERJEE M, ZHU H Z, et al. Investigation of optical, electrical, and mechanical properties of MOCVD-grown  $ZrO_2$  films [J]. Chemical Vapor Deposition, 2014, 20 (8): 320–327.
- [6] PATEL K J, DESAI M S, PANCHAL C J. Studies of  $ZrO_2$  electrolyte thin-film thickness on the all-solid thin-film electrochromic devices [J]. Journal of Solid State Electrochemistry, 2014, 18 (8): 2600–2604.
- [7] LIANG B, ZHANG G, LIAO H L, et al. Structure and tribological performance of nanostructured  $ZrO_2\text{-}3\text{ mol}\% Y_2O_3$  coatings deposited by air plasma spraying [J]. Journal of Thermal Spray Technology, 2010, 19 (6): 1163–1170.
- [8] MIN D, HOIVIK N, JENSEN G U, et al. Dielectric properties of thin-film  $ZrO_2$  up to 50 GHz for RF MEMS switches [J]. Applied Physics: A, 2011, 105 (4): 867–874.
- [9] MEI L F, LIANG K M, LI H B. Crystallization of  $t\text{-}ZrO_2$  in zirconia powder prepared by sol-gel process [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2005, 34 (z1): 72–75.
- [10] LI H B, LIANG K M, GU S R. Stability of  $t\text{-}ZrO_2$  in zirconia powder prepared by sol-gel process [J]. Journal of Tsinghua University (Science and Technology), 2001, 41 (10): 13–15.
- [11] WANG D Z, HOU B H, CHEN S Y, et al. Phase structure and size effect of nanometer  $ZrO_2$  [J]. Journal of Instrumental Analysis, 1997, 16 (5): 1–4.
- [12] XU L L, CUI S, WU L A, et al. Preparation of zirconia powders by sol-gel process [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2010, 39 (2): 501–503.

(下转第 184 页)

- tal images used in convective heat transfer studies [J]. Journal of Turbomachinery, 1992, 114 (4): 765-775.
- [10] SABATINO D R, PRAISNER T J, SMITH C R. A high-accuracy calibration technique for thermochromic liquid crystal temperature measurements [J]. Experiments in Fluids, 2000, 28 (6): 497-505.
- [11] CHAN T L, ASHFORTH-FROST S, JAMBUNATHAN K. Calibrating for viewing angle effect during heat transfer measurements on a curved surface [J]. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2001, 44 (12): 2209-2223.
- [12] SYSON B J, PILBROW R G, OWEN J M. Effect of rotation on temperature response of thermochromic liquid crystal [J]. International Journal of Heat and Fluid Flow, 1996, 17 (5): 491-499.
- [13] CAMCI C, GLEZER B, OWEN J M, et al. Application of thermochromic liquid crystal to rotating surfaces [J]. Journal of Turbomachinery, 1998, 120 (1): 100-103.
- [14] 张兴, 薛秀生, 陈斌, 等. 示温漆在发动机测试中的应用与研究 [J]. 测控技术, 2008, 27 (1): 21-23.
- [15] 熊庆荣, 石小江, 徐芳, 等. 基于示温漆的高压涡轮导向器表面温度测试 [J]. 燃气涡轮试验与研究, 2014, 27 (3): 44-48.
- [16] LIEBERT C H, MAZARIS G A, BRANDHORST H W. Turbine blade metal temperature measurement with a sputtered thin film chromel-alumel thermocouple [R]. NASA STI/Recon Technical Report N, 1975, 76: 14124.
- [17] GRANT H P, PRZYBYSZEWSKI J S. Thin film temperature sensor [R]. NASA STI/Recon Technical Report N, 1980, 80: 17425.
- [18] GRANT H P, PRZYBYSZEWSKI J S, CLAING R G. Turbine blade temperature measurements using thin film temperature sensors [R]. East Hartford: Pratt and Whitney Aircraft, 1981.
- [19] GRANT H P, PRZYBYSZEWSKI J S, CLAING R G, et al. Thin film temperature sensors, phase 3 [R]. NASA STI/Recon Technical Report N, 1982, 82: 22479.
- [20] MARTIN L C. Testing of thin film thermocouples in rocket engine environments [R]. Advanced Earth-to-Orbit Propulsion Technology, NASA CP-3282, 1994.
- [21] ATKINSON W H, CYR M A, STRANGE R R. Development of sensors for ceramic components in advanced propulsion systems. phase 2: temperature sensor systems evaluation [R]. East Hartford: Final Report United Technologies Corp, 1994.
- [22] GREGORY O J, YOU T. Ceramic temperature sensors for harsh environments [J]. Sensors Journal, IEEE, 2005, 5 (5): 833-838.
- [23] GREGORY O J, BUSCH E, FRALICK G C, et al. Preparation and characterization of ceramic thin film thermocouples [J]. Thin Solid Films, 2010, 518 (21): 6093-6098.
- [24] CHEN X, GREGORY O J, AMANI M. Thin-film thermocouples based on the system  $\text{In}_2\text{O}_3\text{-SnO}_2$  [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2011, 94 (3): 854-860.
- [25] BHATT H D, VEDULA R, DESU S B, et al. Thin film TiC/TaC thermocouples [J]. Thin Solid Films, 1999, 342 (1): 214-220.
- [26] MARTIN L C, WRBANEK J D, FRALICK G C. Thin film sensors for surface measurements in aerospace simulation facilities [C] //Proceedings of the 19<sup>th</sup> International Congress on Instrumentation in Aerospace Simulation Facilities. Cleveland, OH, USA, 2001: 196-203.



作者简介:

邓进军 (1978—), 男, 江西九江人, 副教授, 中国微米纳米技术学会会员, 主要从事流动测控微器件、应用微系统及微纳米检测技术等领域的研究工作;



马炳和 (1972—), 男, 河北辛集人, 教授, 博士生导师, 微纳系统实验室副主任, 主要从事航空航天微系统、微传感器及先进测试技术研究, 承担了国家自然科学基金、863 计划、国家重大科学仪器设备开发专项任务等重要科研课题。

(上接第 177 页)

- [13] ATIK M, AEGERTER M A. Corrosion resistant sol-gel  $\text{ZrO}_2$  coatings on stainless steel [J]. Journal of Non-crystalline Solids, 1992, 147/148 (16): 813-819.
- [14] CHEN S G, YU M Y, HU B G, et al. Structures and spectra characteristics of  $(\text{ZrO}_2)_n$  ( $1 \leq n \leq 5$ ) clusters [J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2007, 35 (1): 50-51.
- [15] LI H B, LIANG K M, MEI L F, et al. Corrosion protection of mild steel by sol-gel zirconia coatings [J]. Corrosion Science and Protection Technology, 2002, 14 (2): 92-94.
- [16] YANG Y G, HU X H, PANG M. The application of drying techniques to prepare nanoscale powder [J]. Anhui Chemical Industry, 2005, 31 (2): 28-30.



作者简介:

冀国俊 (1979—), 男, 内蒙古呼和浩特人, 副教授, 博士, 主要从事表面涂层方面的研究。