

标准及检测

NiCr-NiSi 传感器薄膜附着力测试与分析

郑晓峰¹, 曾其勇², 李柱¹, 吴凯², 朱明²

(1. 浙江机电职业技术学院 机械工程学院, 杭州 310053;

2. 中国计量学院 质量与安全工程学院, 杭州 310018)

[摘要] 采用磁控溅射法制备 NiCr-NiSi 薄膜, 以溅射功率、溅射时间、溅射气压及基片负偏压作为四因素进行正交试验, 制备了 9 种性能不同的 NiCr-NiSi 薄膜热电偶测温刀头, 对每片测温刀头上薄膜与刀体之间的附着力进行了测试, 并对测试结果进行了极差分析。分析结果表明: 在 4 个溅射因素当中, 基片负偏压是影响薄膜附着力大小的最主要因素, 在一定范围内, 增大基片的负偏压值可提高薄膜的附着力。验证试验表明, NiCr 薄膜溅射参数为溅射功率 90 W、溅射时间 30 min、溅射气压 0.45 Pa、基片偏压 -110 V, NiSi 薄膜溅射参数为溅射功率 100 W、溅射时间 40 min、溅射气压 0.4 Pa、基片偏压 -110 V, 可使 NiCr 和 NiSi 薄膜的附着力值分别约增大 3.2 N 和 1.5 N。

[关键词] 薄膜热电偶; 正交试验; 极差分析; 薄膜附着力

[中图分类号] TG174.444

[文献标识码] A

[文章编号] 1001-3660(2012)02-0109-04

The Testing and Analysis for Adhesion of Thin-film of NiCr/NiSi Sensor

ZHENG Xiao-feng¹, ZENG Qi-yong², LI Zhu¹, WU Kai², ZHU Ming²

(1. Mechanical Engineering School, Zhejiang Electromechanical Vocational Technical College, Hangzhou 310053, China; 2. School of Quality & Safety Engineering, China Jiliang University, Hangzhou 310018, China)

[Abstract] By the method of orthogonal experiment, 9 NiCr-NiSi thin-film thermocouples with different properties were prepared on the rake face of different cutting tools, and orthogonal test was conducted with four factors sputtering power, sputtering time, sputtering pressure and substrate negative bias. The adhesion between the thin-film and the cutting tool were tested, and the results was analyzed by range analysis. It show that, among the four sputtering factors, substrate bias is the most important factor which influences thin-film adhesion. In a certain range, increasing the substrate negative bias voltage can enhance the thin-film adhesion. Subsequently, the range analysis result was verified by test. The experiment indicates that NiCr thin-film sputtering parameters are selected as sputtering power(90 W), sputtering time (30 min), sputtering pressure (0.45 Pa), substrate bias (-110 V). NiSi thin-film sputtering parameters are selected as sputtering power(100 W), sputtering time (40 min), sputtering pressure (0.4 Pa), substrate bias (-110 V). As a result, the adhesion of NiCr and NiSi film increases 3.2 N and 1.5 N around individually.

[Key words] thin-film thermocouple; orthogonal experiment; range analysis; thin-film adhesion

切削温度的变化是影响切削加工的重要因素之一, 通过切削温度的测量, 可以为切削参数的设置、切削工艺的安排等提供科学有效的数据^[1]。目前, 切削温度的测量方法有很多, 比如自然热电偶法、人工热电

偶法等。随着薄膜技术的发展, 薄膜传感器越来越多地应用于工程实践, 取得了很好的效果。文中将 NiCr 和 NiSi 靶材通过磁控溅射直接镀制在数控刀具(材料为 PCBN)的前刀面上, 形成 NiCr-NiSi 薄膜热电偶传

[收稿日期] 2011-12-02; **[修回日期]** 2012-01-05

[基金项目] 国家自然科学基金(50775210); 国家公益性行业科研专项(2007GYJ016)

[作者简介] 郑晓峰(1985—), 男, 浙江台州人, 硕士生, 主攻检测技术与自动化。

[通信作者] 曾其勇(1970—), 男, 博士, 副教授, 主要研究方向为传感器与执行器、质量工程。

感器。这种测温方法比较新颖、独特,由于薄膜热电偶不用衬架和保护管,而且热接点处的薄膜镀层非常薄,因此能够实现快速、实时地测温^[2-4]。

刀具切削的最高温度大致分布在距离刀尖 0.5 mm 处,为了有效地测得切削的真实温度,NiCr-NiSi 薄膜热电偶传感器的热接点镀制在此处^[5-6]。因为靠近刀尖,切削时产生的切屑会对薄膜的热接点产生一定的挤压作用。当薄膜与刀体之间的附着力过小时,薄膜会发生脱落,影响薄膜热电偶传感器的正常工作。因此,如何采取有效措施来提高薄膜与刀体之间的附着力十分关键。采用磁控溅射法制备热电偶薄膜,磁控溅射参数的不同会对薄膜的性能产生很大影响。文中采用正交试验法研究磁控溅射参数对薄膜附着力的影响,进行了极差分析,并对分析结果进行了验证试验。

1 薄膜附着力测试与正交试验极差分析

正交试验选择溅射功率、溅射气压、溅射时间及基片偏压 4 个因素,每个因素确定 3 个水平,选择 $L_9(3^4)$ 正交试验表安排试验,如表 1 所示。

薄膜附着力是指薄膜与基体之间的结合力大小,即薄膜与基体表面相接触的原子之间的相互作用力。薄膜附着力的 大小不但影响了薄膜自身的性能,还限制了它的一些应用场合,在薄膜的制备及使用当中,这是一个必须要考虑的问题^[7-9]。薄膜附着力测试的方法很多,最常用的有钢球滚压试验、锉刀试验和划痕试验等。划痕试验是目前测试薄膜附着力最常用的一种

检测方法,它是用具有光滑圆锥顶尖的划针,在逐渐增加载荷的条件下刻划薄膜表面,直至薄膜被破坏,薄膜破坏时所加的载荷称为临界载荷,并以此作为薄膜与基体附着强度的度量。文中使用的是 WS-2005 涂层附着力自动划痕仪。

表 1 磁控溅射正交试验表

Tab.1 Orthogonal test table for magnetron sputtering				
试验号	溅射功率(1) /W	溅射时间(2) /min	溅射气压(3) /Pa	基片偏压(4) /V
1	80	30	0.40	-60
2	80	40	0.45	-80
3	80	50	0.50	-100
4	90	30	0.45	-100
5	90	40	0.50	-60
6	90	50	0.40	-80
7	100	30	0.50	-80
8	100	40	0.40	-100
9	100	50	0.45	-60

WS-2005 涂层附着力自动划痕仪结合了声发射检测、微机控制等技术,通过自动加载机构将负荷从零连续加载在具有光滑圆锥顶尖的划针上,同时保持试样匀速移动。当划针划破薄膜表面时,薄膜会因为破裂或剥落发出微弱的声音信号,声发射检测传感器检测到信号后会发生跳变,此时划针上加载的载荷即为薄膜的临界载荷。声发射信号被采集,并经 A/D 转换后输入计算机,计算机根据数据绘制图形。从曲线图形中很容易分析出薄膜的临界载荷,即薄膜的附着力大小。试验中测试并记录的 NiCr 和 NiSi 薄膜附着力值如表 2 所示,极差分析结果也列于表 2 中。

表 2 薄膜附着力正交试验结果分析

Tab.2 Result analysis of orthogonal test for thin-film adhesion

试验号	影响因子				附着力/N	
	溅射功率	溅射时间	溅射气压	基片偏压	NiCr	NiSi
1	1(80 W)	1(30 min)	1(0.40 Pa)	1(-60 V)	1.5	1.7
2	1(80 W)	2(40 min)	2(0.45 Pa)	2(-80 V)	3.0	4.2
3	1(80 W)	3(50 min)	3(0.50 Pa)	3(-100 V)	4.2	5.8
4	2(90 W)	1(30 min)	2(0.45 Pa)	3(-100 V)	7.8	5.2
5	2(90 W)	2(40 min)	3(0.50 Pa)	1(-60 V)	1.5	1.9
6	2(90 W)	3(50 min)	1(0.40 Pa)	2(-80 V)	2.0	3.2
7	3(100 W)	1(30 min)	3(0.50 Pa)	2(-80 V)	3.9	4.5
8	3(100 W)	2(40 min)	1(0.40 Pa)	3(-100 V)	5.5	6.5
9	3(100 W)	3(50 min)	2(0.45 Pa)	1(-60 V)	3.4	3.8
NiCr	T_{j1}	8.7	12.2	9.0	6.4	
	T_{j2}	10.3	10.0	13.2	8.9	
	T_{j3}	12.8	11.7	9.6	16.5	
	R_j	4.1	2.2	4.2	7.6	
NiSi	T_{j1}	11.7	11.4	11.4	7.4	
	T_{j2}	10.3	12.6	13.2	11.9	
	T_{j3}	14.8	12.8	14.2	17.5	
	R_j	4.5	1.4	2.8	10.1	

注: T_{ji} 中 j 为第 j 个试验因素, i 为第 j 个试验因素对应的第 i 个试验水平; R_j 为第 j 个试验因素中的极差, $R_j = \max(T_{ji}) - \min(T_{ji})$ 。

R_j 的值越大,表明第 j 个因素对试验结果的影响越明显。分析表 2 中的数据可知,基片偏压的大小对 NiCr 薄膜和 NiSi 薄膜的附着力影响均最大。基片负偏压的存在,增大了带电粒子对薄膜表面的轰击几率,从而提高了薄膜表面粒子的化学反应能力,使得薄膜的致密度和成膜能力得到改善。

2 验证性实验

由上述正交分析结果可知,基片负偏压对薄膜的附着力影响最大,增加一定的负偏压值可以提高薄膜的附着力。在 9 次正交试验中,当溅射参数为溅射功率 90 W、溅射时间 30 min、溅射气压 0.45 Pa、基片偏压 -100 V 时,制备的 NiCr 薄膜的附着力最大,为 7.8 N。当溅射参数为溅射功率 100 W、溅射时间 40 min、溅射气压 0.4 Pa、基片偏压 -100 V 时,制备的 NiSi 薄膜的附着力最大,为 6.5 N。为了对正交分析的结果进行验证,在保持溅射功率、溅射时间、溅射气压等参数不变的情况下,把基片负偏压值增加到 -110 V 进行溅射试验,制备的 NiCr-NiSi 薄膜热电偶测温刀头如图 2 所示,具体的溅射参数见表 3。

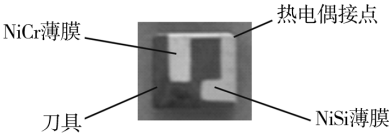


图 1 薄膜热电偶测温刀头
Fig. 1 Cutting tool prepared with thin-film thermocouple

表 3 磁控溅射参数

Tab.3 Magnetron sputtering parameters

薄膜类型	基片偏压 / V	溅射时间 /min	溅射功率 /W	溅射气压 / Pa
NiCr	-110	30	90	0.45
NiSi	-110	40	100	0.40

完成薄膜制备后,使用 WS-2005 涂层附着力自动划痕仪对 NiCr-NiSi 传感器薄膜进行了划痕实验。划痕参数设置如下:加载速率 40 N/min,试验载荷 40 N,划痕速度 4 mm/min,划痕长度 5 mm,加载方式为单往复动载。NiCr 和 NiSi 薄膜的划痕测试曲线如图 2 和图 3 所示。图中第 1 次较大波峰出现时所对应的横坐标值即为薄膜的极限附着力值(幅值小且波长短的信号为噪声信号)。NiCr 薄膜的附着力值为 11 N 左右,NiSi 薄膜的附着力值为 8 N 左右。对于 NiCr 薄膜,其附着力值比负偏压为 -100 V 时生成的薄膜大 3.2 N 左右,而 NiSi 薄膜大 1.5 N 左右。

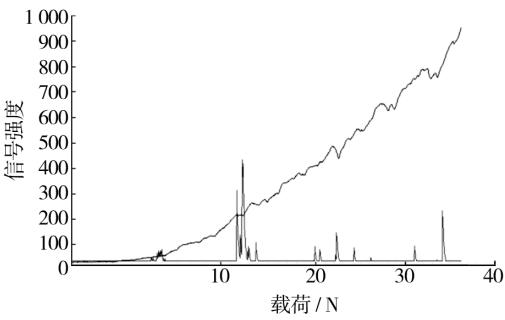


图 2 NiCr 薄膜附着力测试结果
Fig. 2 Test result pattern of NiCr thin-film adhesion

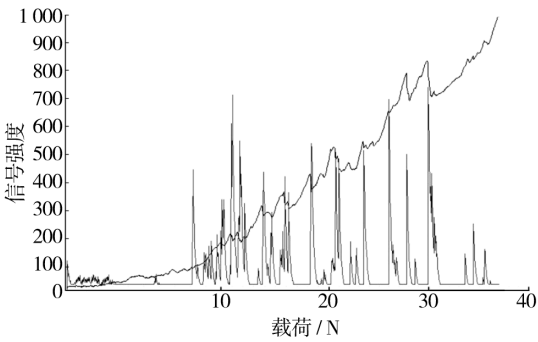


图 3 NiSi 薄膜附着力测试结果
Fig. 3 Test result pattern of NiSi thin-film adhesion

3 结语

将 NiCr-NiSi 热电偶薄膜直接镀制在刀具上来测量切削温度,此方法新颖、独特,可实现实时、准确地测温。由于热电偶薄膜的热接点靠近前刀面的刀刃处,为了防止切屑与薄膜的摩擦作用而使薄膜脱落,对薄膜与刀体之间的附着力提出了一定的要求。文中通过正交试验以及极差分析表明,在溅射的四个主要参数(溅射功率、溅射时间、溅射气压及基片负偏压)中,基片负偏压是影响薄膜附着力最主要的因素,在一定范围内,通过增加基片负偏压值可以提高薄膜与基体的附着力。经过验证性试验,确定 NiCr 薄膜溅射参数为溅射功率 90 W、溅射时间 30 min、溅射气压 0.45 Pa、基片偏压 -110 V,而 NiSi 薄膜溅射参数为溅射功率 100 W、溅射时间 40 min、溅射气压 0.4 Pa、基片偏压 -110 V,可使薄膜与刀体之间的附着力得到一定提高。但在实际切削中,当测温刀具使用较长一段时间后,部分薄膜还是发生了脱落,因此,还需进一步研究如何提高其附着力值。

[参 考 文 献]

[1] 曾其勇,孙宝元,徐静. 化爆材料瞬态切削温度的 NiCr/NiSi 薄膜热电偶温度传感器的研制[J]. 机械工程学报,

2006(3):175—179.

- [2] ZENG Qi-yong, SUN Bao-yuan. Development of NiCr/NiSi Thin-film Thermocouple Sensor for Cutting Temperature Measurement[C]//The 6th International Symposium on Test and Measurement. Dalian, 2005:89—96. (余不详)
- [3] ZENG Qi-yong, SUN Bao-yuan, DENG Xin-lu, et al. A New Fabrication Method of NiCr/NiSi Thin-film Thermocouple Sensor for Workpiece Temperature Measurement in Chemical Explosive Material Machining[C]//Conference Proceedings of the Sixth World Congress on Intelligent Control and Automation(IEEE). Dalian, 2006. (余不详)
- [4] BASTI Ali, OBIKAWA Toshiyuki, SHINOZUKA Jun, et al. Tools with Built-in Thin-film Thermocouple Sensors for Monitoring Cutting Temperature[C]//International

Journal of Machine Tools & Manufacture. 2007:793—798. (余不详)

- [5] LIN Jehnming, LEE Shinn-liang, WANG C I. Estimation of Cutting Temperature in High Speed Machining[C]//Transaction of the ASME. 1992:289—296. (余不详)
- [6] SILVA Marcio Bacci da, WALLBANK James. Cutting Temperature: Prediction and Measurement Methods-review[J]. Journal of Material Processing Technology, 1999,88:195—297.
- [7] 田明波. 薄膜技术与薄膜材料[M]. 北京:清华大学出版社, 2006:247—253.
- [8] 唐伟忠. 薄膜材料制备原理、技术及应用[M]. 北京:冶金工业出版社, 2003:60—97.
- [9] 宁兆元. 固体薄膜材料与制备技术[M]. 北京:科学出版社, 2008:321—325.

(上接第 52 页)

- [4] 郭占成, 刘宇星, 刘美凤, 等. 电沉积 Fe、Ni 基合金箔的组织形貌及磁性能[J]. 中国有色金属学报, 2004,14(2):273—279.
- [5] 杨余芳, 龚竹青, 邓丽元, 等. Ni-Fe 合金电镀的研究进展[J]. 电镀与涂饰, 2005,24(5):23—27.
- [6] 何湘柱, 龚竹青, 蒋汉瀛, 等. 光亮 Fe-Ni 合金电沉积工艺的研究[J]. 湘潭矿业学院学报, 1998,13(3):36—41.
- [7] 兰英斌, 于金库. 电镀 Ni-Fe 合金的实验研究[J]. 腐蚀与防护, 1999,20(8):355—356.
- [8] 邓文, 邓可. 铝合金上电镀 Ni-Fe 合金[J]. 电镀与涂饰, 1996,15(1):47—51.
- [9] 陈志明, 王森林. 电沉积条件对 Ni-Fe-P 合金沉积的影响[J]. 材料保护, 2005,38(10):37—39.

- [10] FRANKLIN T C. A Possible Role of Electrode Filming in Abnormal Deposition of Alloys[J]. Surface and Coatings Technology, 1976,82:65—69.
- [11] 杨余芳, 龚竹青, 阳征会, 等. 光亮微晶态镍铁合金箔电沉积[J]. 中南大学学报, 2005,36(6):977—982.
- [12] 许乔瑜, 魏彩虹, 卢锦堂, 等. 电沉积镍基合金及其纳米复合镀层的研究现状[J]. 材料导报, 2005,19(4):40—42.
- [13] 罗北平, 龚竹青, 陈梦君, 等. 富铁 Fe-Ni 合金箔电沉积工艺及其形貌结构与耐腐蚀性[J]. 腐蚀科学与防护技术, 2006,18(1):32—36.
- [14] 王立平, 肖少华, 高燕, 等. 脉冲电流密度对电沉积纳米晶镍组织构和硬度的影响[J]. 电镀与精饰, 2005,27(3):40—42.

(上接第 69 页)

3 结论

1) 优化的镀液配方如下: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 6 g/L, $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 15 g/L, $\text{K}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 28 g/L, $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.5 g/L, NH_4Cl 5 g/L, $\text{SC}(\text{NH}_2)_2$ 0.2 mg/L。最佳工艺条件为:织物粗化温度 60 ℃, 施镀温度 80 ℃左右, 施镀时间 40 min, 镀液 pH 值 8.5。

2) 采用优化的配方及工艺条件, 在涤纶织物表面化学镀铜, 所得铜镀层均匀、致密, 整体光滑平整、厚实, 包裹整根纤维, 且杂质很少。

[参 考 文 献]

- [1] 詹建朝, 张辉, 沈兰萍. 不同增重率化学镀银电磁屏蔽织物的研究[J]. 表面技术, 2006,35(3):25—27.

- [2] JIANG S Q, GUO R H. Effect of Polyester Fabric through Electroless Ni-P Plating[J]. Fibers and Polymers, 2008,9(6):755—760.
- [3] FARID H. Controlling Factors Affecting the Stability and Rate of Electroless Copper Plating[J]. Materials Letters, 2003,58:104—109.
- [4] LI J, KOHL Paul A. The Acceleration of Nonformaldehyde Electroless Copper Plating[J]. Journal of the Electrochemical Society, 2002,149(12):631—636.
- [5] GAN X P, WU Y T, LIU L, et al. Effects of $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ on Electroless Copper Plating using Hypophosphite as Reducing Agent[J]. Journal of the Apply Electrochemical Society, 2007,37:899—904.
- [6] 陈亮. 以次亚磷酸钠为还原剂的化学镀铜工艺研究[D]. 上海:上海交通大学, 2008:7.