

文章编号: 1003-1480 (2024) 05-0042-04

镍铬硅薄膜换能元的制备及其发火性能研究

任小明, 姚洪志, 解瑞珍, 刘红娥, 王燕兰, 王可暄

(陕西应用物理化学研究所 瞬态化学效应与控制全国重点实验室, 陕西 西安, 710061)

摘要: 为了探索镍铬硅薄膜换能元的发火性能, 采用 MEMS 工艺制备了镍铬硅薄膜换能元。利用扫描电子显微镜 (SEM) 和四探针法对镍铬硅薄膜进行了性能表征; 依据 GJB/Z 377B-2022 感度实验中兰利法进行了镍铬硅薄膜换能元感度测试; 在发火电压 27 V、发火电容 33 μ F 条件下对镍铬硅薄膜换能元进行了发火性能测试。结果表明: 镍铬硅薄膜表面平整、致密性较好, 且具有负电阻温度系数, 其换能元平均发火电压比镍铬薄膜换能元高; 镍铬硅薄膜换能元作用过程中产生等离子体, 瞬发度高。

关键词: 薄膜换能元; 镍铬硅; MEMS; 性能表征; 发火性能

中图分类号: TJ450.3

文献标识码: A

DOI: 10.3969/j.issn.1003-1480.2024.05.006

Study on the Preparation and Firing Property of NiCrSi Thin Film Transducers

REN Xiao-ming, YAO Hong-zhi, XIE Rui-zhen, LIU Hong-e, WANG Yan-lan, WANG Ke-xuan

(State Key Laboratory of Transient Chemical Effects and Control, Shaanxi Applied Physics and Chemistry Research Institute, Xi'an, 710061)

Abstract: In order to explore the firing property of NiCrSi thin film transducer, NiCrSi thin film transducer was fabricated using the MEMS process. The performances of the NiCrSi thin film were characterized by scanning electron microscopy (SEM) and the four-probe methods; The sensitivity test of NiCrSi thin film transducer was conducted according to the Lanley method stipulated in GJB/Z 377B-2022 sensitivity test method; The firing property test of NiCrSi thin film transducer was also carried out under the condition of firing voltage of 27 V and firing capacitance of 33 μ F. The results show that the NiCrSi thin film surface is flat and the density is better, the resistivity temperature coefficient is negative, the average firing voltage of NiCrSi thin film transducer is higher than that of NiCr thin film transducer; NiCrSi thin film generates plasma during the action of energy transducers, and the prompt rate is high.

Key words: Thin film transducer; NiCrSi; MEMS; Performance characterization; Firing property

薄膜换能元具有制备工艺简单、一致性好、点火可靠性高、安全性能好等特点, 是新一代火工品换能元的重要发展方向^[1-3]。镍铬作为薄膜换能元的主要材料之一, 具有阻值范围宽、耐热性良好、稳定性高、温度系数和热电势小等优点, 是近年来薄膜换能元技术研究的热点。陕西应用物理化学研究所探索出了制备镍铬薄膜换能元的 MEMS 工艺参数, 并探讨了桥

区参数对其发火性能的影响^[4-7]; 北方特种能源集团西安庆华公司将镍铬金属桥膜换能元应用于钝感火工品中, 结果表明其具有良好的安全性^[8]。但从已有的研究结果可以看出, 镍铬薄膜存在温度系数较大和作用时间长等问题。随着薄膜技术的进步与发展, 研究人员通过在镍铬薄膜中掺杂硅来改善其性能, 可实现降低温度系数、提高阻值和增强电性能稳定性等目标

收稿日期: 2024-06-21

作者简介: 任小明 (1981-), 男, 研究员, 主要从事火工品技术研究。

基金项目: 重点实验室稳定运行费(WDYX22614260202)。

引用本文: 任小明, 姚洪志, 解瑞珍, 等. 镍铬硅薄膜换能元的制备及其发火性能研究[J]. 火工品, 2024(5):42-45.

[9-11]。但镍铬硅薄膜作为薄膜换能元的研究尚未见报道。

鉴于镍铬硅薄膜在薄膜电阻中的优越性能,本文采用 MEMS 工艺制备了镍铬硅薄膜换能元,并通过 SEM 和四探针等方法对镍铬硅薄膜进行了性能表征,在发火电压 27 V、发火电容 33 μF 条件下,对镍铬硅薄膜换能元进行了发火性能测试。

1 设计

1.1 设计思路

掺杂薄膜换能元整体结构如图 1 所示。



图 1 薄膜换能元整体结构设计示意图

Fig.1 Schematic diagram of overall structure design of thin film transducer

薄膜换能元由基体、掺杂薄膜层和焊盘层组成。基体采用 BF33 玻璃材料,起支撑作用。掺杂薄膜由镍铬薄膜层和硅薄膜层构成,其中镍铬薄膜层位于下层,硅薄膜位于上层。掺杂薄膜层中镍铬薄膜与硅薄膜厚度比如表 1 所示。表 1 中样品 1 为纯镍铬薄膜,厚度为 0.9 μm ; 样品 2 为镍铬/硅薄膜,厚度分别为 0.6 μm 和 0.3 μm (标记为 $\text{NiCr}_{0.6}\text{Si}_{0.3}$); 样品 3 中镍铬/硅薄膜厚度为 0.2 μm /0.1 μm ,周期性重复 3 次(标记为 $\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$)。换能元设计为正方形图形,焊盘层采用铜材料,以提升导电性能。

表 1 掺杂薄膜层厚度设计表

Tab.1 Design table of doped thin film layer thickness

序号	材料	总厚度/ μm	镍铬/硅厚度比	备注
1	NiCr	0.9	0.9	
2	$\text{NiCr}_{0.6}\text{Si}_{0.3}$	0.9	0.6/0.3	
3	$\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$	0.9	0.2/0.1	循环 3 次

1.2 制备工艺

镍铬硅薄膜换能元的制备工艺流程如图 2 所示。镍铬薄膜、硅薄膜及铜膜的制备主要采用磁控溅射技术。利用光刻和显影等微机电系统 (MEMS) 工艺步骤,形成了薄膜换能元和焊盘的图形。

在制备过程中,镍铬薄膜和铜薄膜的溅射条件为:

工作真空度为 $5 \times 10^{-3} \text{ Pa}$, Ar 气流量设置为 30 sccm, 溅射功率调至 150 W。对于硅薄膜,工作真空度为 $5 \times 10^{-3} \text{ Pa}$, Ar 气流量增加至 50 sccm, 射频溅射功率提高至 200 W。薄膜换能元的设计尺寸为 0.1 mm \times 0.1 mm \times 0.9 μm 。 $\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$ 薄膜换能元实物如图 3 所示。



图 2 NiCrSi 薄膜换能元工艺流程图

Fig.2 NiCrSi film transducer process flow chart



图 3 $\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$ 薄膜换能元实物图

Fig.3 Physical picture of $\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$ film transducer

2 试验

2.1 试验仪器

材料: BF33 玻璃, 硅靶 (99.95%), NiCr 靶 (80/20, at%) (99.99%), 高纯铜靶 (纯度 99.999%)。

试剂: 丙酮(分析纯)、无水乙醇(分析纯)、光刻胶 AZ4620、光刻胶 (3740) 以及 N-甲基吡咯烷酮 (NMP)。

仪器: 匀胶机, 光刻机, 磁控溅射设备, 激光共聚焦显微镜, 扫描电子显微镜 (SEM)、能量色散 X 射线光谱仪 (EDS)、四探针测试仪、电源、高低温探针台、高速摄影机以及泰克示波器等。

2.2 试验方法

本研究依据 GJB/Z 377B-2022 标准, 采用数理统计方法中的兰利法对薄膜换能元的发火敏感度进行测试。试验数据的分布假设为正态分布。针对不同的试

验样品, 根据经验选定了适宜的刺激下限和上限, 并且对试验结果的标准差不做修正。测试用起爆电路如图 4 所示, 其中发火电容设定为 $33 \mu\text{F}$ 。

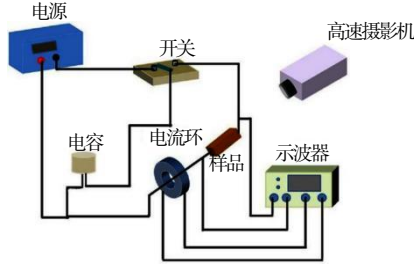


图 4 发火试验装置示意图

Fig.4 Schematic diagram of firing test device

3 结果与讨论

3.1 性能表征

3.1.1 SEM 及能谱测试

对 $\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$ 薄膜进行了 SEM 和 EDS 分析, 结果如图 5 所示。由图 5 (a) 可知, 薄膜表面平整, 致密性较好, 晶粒细小且分布均匀; 由图 5 (b) 可知, 薄膜中只含有镍 (Ni)、铬 (Cr) 和硅 (Si) 3 种元素, 这表明了薄膜成分的单一性和均匀性。

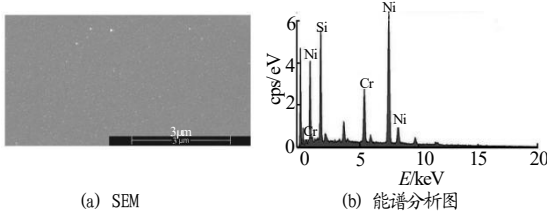


图 5 $\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$ 薄膜的 SEM 和能谱分析图

Fig.5 SEM and energy spectrum analysis of $\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$ thin film

3.1.2 方块电阻和电阻温度系数测试

方块电阻是测量薄膜电阻的一个重要参数, 方块电阻通过四探针法测量, 测量结果如图 6 所示。由图 6 可知, 在镍铬薄膜中掺杂硅元素后, 方块电阻有所降低。当薄膜的厚度和比例保持一致时, 镍铬和硅越充分接触, 方块电阻越大。

薄膜电阻温度系数 (TCR) 反映电阻值随温度变化的特性。TCR 的计算如公式 (1) 所示:

$$\text{TCR} = (R_2 - R_1) / (R_1 \times (T_2 - T_1)) \times 10^6 \quad (1)$$

式 (1) 中: TCR 为薄膜电阻温度系数, $\text{ppm} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$; R_1 和 R_2 分别为参考温度及当前温度下的电阻值, Ω ; T_1 和 T_2 分别为参考温度及当前温度, $^\circ\text{C}$ 。

本试验的电阻值在高低温探针台中在 25°C 和 150°C 下测得, 测试结果如图 6 所示。由图 6 可知, NiCr 薄膜为正温度系数, 而镍铬硅薄膜为负温度系数, 表明在 NiCr 薄膜中掺杂 Si 可降低薄膜的温度系数。

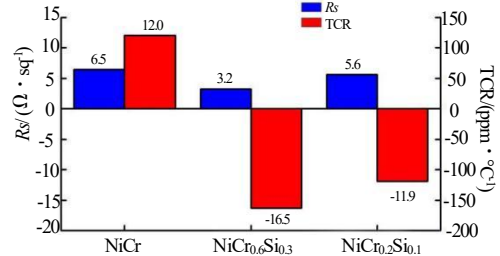


图 6 薄膜的方块电阻和电阻温度系数图

Fig.6 Plot of block resistance and resistance temperature coefficient of thin films

3.2 薄膜换能元的发火性能测试

3.2.1 平均发火电压测试

采用图 4 所示的测试装置, 利用兰利法对镍铬硅薄膜换能元进行了发火试验, 试验结果如表 2 所示。

表 2 薄膜换能元的发火电压测试结果

序号	材料	数量 / 个	平均发火电压 / V	方差 / V	99.9% 发火电压 / V	0.1% 发火电压 / V
1	NiCr	15	7.81	0.37	8.96	6.6
2	$\text{NiCr}_{0.6}\text{Si}_{0.3}$	15	9.76	0.26	10.62	8.96
3	$\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$	15	11.26	0.10	11.59	10.93

由表 2 可知, 镍铬硅薄膜换能元平均发火电压高于镍铬薄膜换能元, 且 $\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$ 换能元的平均发火电压高于 $\text{NiCr}_{0.6}\text{Si}_{0.3}$ 换能元。

3.2.2 I-U 测试及高速摄影

在 27 V 发火电压、 $33 \mu\text{F}$ 发火电容条件下, 对薄膜换能元进行 $I-U$ 测试, 并用高速摄影机记录测试过程。 $I-U$ 测试结果如图 7 所示。换能元作用过程中等离子体最亮的照片如图 8 所示。

由图 7 (a) 可以看出, 在外部能量的刺激下, 镍铬薄膜的电阻随热量增加而增加, 且作用时间较长。由图 7 (b) 可知, $\text{NiCr}_{0.6}\text{Si}_{0.3}$ 薄膜电阻经历了先增加后减小再增加的过程, 整个过程可以分成 2 个阶段: 第 1 阶段, 镍铬硅薄膜受热电阻增加, 随后硅薄膜迅速汽化导致电阻降低; 第 2 阶段, 镍铬硅薄膜中仅剩镍铬薄膜, 电阻随温度的增加而增加。由图 7 (c) 可以看出 $\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$ 薄膜电阻的变化趋势, 镍铬硅薄膜受热电阻增加, 随后由于薄膜的负温度系数, 电阻降低, $\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$ 薄膜产生等离子体, 电阻阻值总体不

变,直至没有等离子体,电阻断开。

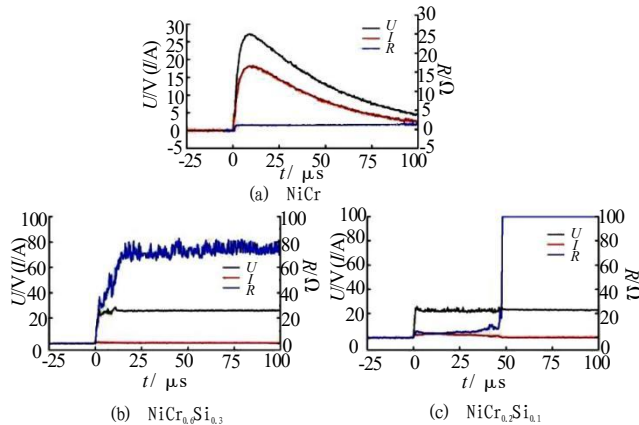


图7 薄膜换能元 $I-U-R$ 图

Fig.7 $I-U-R$ diagram of thin film energy transducers

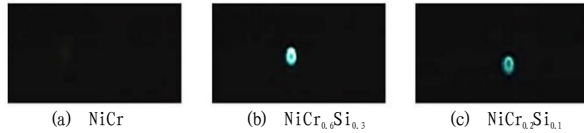


图8 薄膜换能元高速摄影图

Fig.8 High speed photography of thin film transducers

由图8(a)可以看出,镍铬薄膜换能元未产生亮光或等离子体。由图8(b)~(c)可以看出,镍铬硅薄膜换能元产生了等离子体,且 $\text{NiCr}_{0.6}\text{Si}_{0.3}$ 的亮度高于 $\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$,原因可能为: $\text{NiCr}_{0.6}\text{Si}_{0.3}$ 中的硅薄膜全部转化为等离子体,而 $\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$ 中的硅薄膜转化为等离子体,向外传递能量过程中,受到了镍铬薄膜的阻碍。

由图7~8可知,镍铬薄膜换能元作用过程为电能转换成热能,并通过热传递的方式激发药剂发火;而 $\text{NiCr}_{0.6}\text{Si}_{0.3}$ 薄膜换能元的作用过程分为2步:首先,通过镍铬硅桥区的加热和硅的汽化形成高温等离子体;随后等离子体颗粒以微对流的方式传递能量;最后,通过电能转换成热能的方式继续传递能量。 $\text{NiCr}_{0.2}\text{Si}_{0.1}$ 薄膜换能元的作用过程主要是等离子体颗粒以微对流的方式将能量传递出去。

4 结论

本文通过系统研究,得出以下结论:

(1) 利用磁控溅射方法制备出的镍铬硅薄膜薄膜表面平整,致密性较好,晶粒颗粒细小且分布均匀。

(2) 在镍铬薄膜中掺杂硅后,方块电阻值降低,同时电阻温度系数(TCR)由正值变为负值。

(3) 掺杂硅的镍铬薄膜换能元在发火性能测试中表现出较高的平均发火电压,与镍铬薄膜换能元相比,显示出更高的能量阈值。

(4) 掺杂硅的镍铬薄膜换能元在作用过程中与镍铬薄膜换能元存在明显差异。这种差异主要表现在能量转换和传递机制上,镍铬硅薄膜换能元在发火过程中可能涉及更为复杂的物理现象。

综上所述,镍铬硅薄膜换能元在微观结构、电学性能以及发火特性方面有显著改进,为火工品技术的发展提供了新的材料选择和研究方向。

参考文献:

- [1] 褚恩义, 张方, 张蕊, 等. 第四代火工品部分概念初步探讨[J]. 火工品, 2018(1): 1-5.
- [2] 任炜, 赵玉龙, 褚恩义, 等. 微机电火工品薄膜结构换能元[J]. 光学精密工程, 2018(9): 2321-2326.
- [3] 张彬, 褚恩义, 任炜, 等. MEMS 火工品换能元的研究进展[J]. 含能材料, 2017(5): 428-436.
- [4] 解瑞珍, 任小明, 王可暄, 等. Ni-Cr 薄膜换能元刻蚀工艺研究[J]. 火工品, 2010(6): 20-22.
- [5] 任小明, 解瑞珍, 薛艳, 等. Ni-Cr 薄膜换能元点火性能研究[J]. 火工品, 2011(2): 4-6.
- [6] 解瑞珍, 任小明, 王可暄, 等. Ni-Cr 桥膜换能元的制备[J]. 含能材料, 2011(5): 584-587.
- [7] 解瑞珍, 薛艳, 任小明, 等. 桥区参数对 Ni-Cr 薄膜换能元发火性能的影响[J]. 火工品, 2012(1): 18-20.
- [8] 王科伟, 杨正才, 等. 钝感 Ni-Cr 金属桥膜换能元的制备及性能[J]. 含能材料, 2014(6): 819-823.
- [9] 罗俊尧, 刘光壮, 杨墨, 等. 镍铬硅薄膜电阻层的磁控溅射及湿法刻蚀工艺研究[J]. 真空, 2019(5): 61-64.
- [10] Rölke J. Nichrome Thin film technology and its application[J]. Electrocomponent Science and Technology, 1981(9): 51-57.
- [11] 韩建强, 尹伊君, 程冰, 等. 一种低电阻温度系数镍铬硅薄膜的制备方法: 中国, CN 106413548 A[P]. 2017-02-22.