

文章编号: 1006-9941(2011)05-0584-04

Ni-Cr 桥膜换能元的制备

解瑞珍, 任小明, 王可暄, 薛艳, 彭志明, 卢斌

(陕西应用物理化学研究所 应用物理化学重点实验室, 陕西 西安 710061)

摘要: 为了制作出阻值一致性好, 发火电压低的金属桥膜换能元, 对 Ni-Cr 薄膜换能元制作过程中的薄膜溅射、刻蚀等工艺进行了探索, 并对制作的换能元参数进行了测试。结果显示随着溅射功率的减小, 薄膜的沉积速率减小, 成膜致密性提高; 在一定范围内, 刻蚀液中高氯酸所占的比例越大, 刻蚀用时越短。制作的 Ni-Cr 薄膜换能元电阻的一致性较好, 在 47 μF 电容情况下发火电压均值为 6.67 V。

关键词: 物理化学; 火工品; Ni-Cr 薄膜; 溅射; 刻蚀; 换能元; 发火电压

中图分类号: TJ450.4; O64

文献标识码: A

DOI: 10.3969/j.issn.1006-9941.2011.05.023

1 引言

桥膜换能元是将半导体、金属等材料沉积到绝缘基片上制作而成, 与桥丝式换能元相比, 桥膜换能元的优点是外形结构可以依据性能要求设计成多层复合式结构或特殊形式以满足不同的功能, 具有良好的安全性和点火可靠性, 并且作用时间快^[1-3]。另外桥膜换能元的制作基于微型机电系统 (MEMS) 成熟工艺, 可以满足 MEMS 引信安全保险装置中硅起爆器芯片技术的需求^[4-5]。国内外多采用多晶硅 (polysilicon)、贵金属铂 (Pt) 等作为薄膜换能元材料, 制备的点火电阻的阻值比较大, 需要的点火电压较高 (40 V 以上)^[6-9]。为了获得阻值低且一致性好, 发火电压低的金属桥膜换能元, 本试验对 Ni-Cr 薄膜换能元制作过程中的溅射、刻蚀工艺进行了探索, 并对制作的 Ni-Cr 薄膜换能元部分参数进行了测试。

2 Ni-Cr 桥膜换能元的制备

2.1 试验条件与制备工艺

本试验采用的主要设备有非平衡磁控溅射仪, 匀胶机, 光刻机等。所用靶材是镍铬合金靶, 镍铬合金靶的成份是镍 80%、铬 20%。主要工艺流程为: 清洗→

溅射 Ni-Cr 膜→匀胶→光刻→显影→刻蚀→去胶→清洗→溅射 Cu 薄膜→匀胶→套刻→显影→刻蚀→去胶→测试。

2.2 溅射工艺原理及影响参数

Ni-Cr 薄膜的沉积采用的是非平衡磁控溅射系统, 其工作原理如图 1 所示。在阴极 (靶) 上施加溅射电源, 使靶材在一定真空度下形成辉光放电, 产生离子、原子等粒子形成的等离子体。在永磁铁产生的磁场、工件上施加的负偏压形成的电场及粒子初始动能作用下, 等离子体向基材加速运动^[10]。同时, 在阴极和工件之间增加了螺线管, 这可增加周边额外磁场, 用它来改变阴极和工件之间的磁场, 使得外部磁场强于中心磁场。在这种情况下, 不封闭的磁力线从阴极周边指向工件, 电子在该磁力线作用下, 极大地增加了电子与靶材原子和分子的碰撞机会, 使得离化率大大提高。因此, 即使工件保持不动, 也可以从等离子区得到很大密度的离子流。

影响 Ni-Cr 沉膜速率与性能的有功率、工艺气体流量、靶基距、镀膜时的气体压力等^[11]。在保持其他工艺条件不变的情况下, 研究了溅射功率对沉膜性能和速率的影响。不同功率情况下, 沉膜厚度与时间的关系如图 2 所示。

当溅射功率为 600 W 时, 沉积的 1 μm Ni-Cr 膜, 在目视情况下, 可以看到细微裂纹, 1.5 μm Ni-Cr 膜出现了明显的裂纹。溅射功率为 300 W、150 W 的情况下, 薄膜的表面成膜效果较好, 采用扫描电子显微镜对 Ni-Cr 薄膜的形貌进行分析, Ni-Cr 薄膜 SEM 照片如图

收稿日期: 2010-12-08; 修回日期: 2011-03-15

基金项目: 陕西省应用物理化学重点实验室基金 (9140C370205090C37)

作者简介: 解瑞珍 (1977-), 女, 工程师, 主要从事微火工品技术研究。

e-mail: xieruizhen@126.com

3 所示。从图 3 中可以看出,当溅射功率为 150 W 时,晶粒颗粒小,晶粒分布均匀,薄膜的致密性也较好。

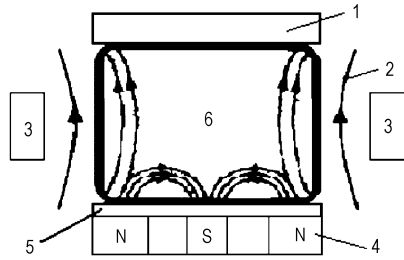


图 1 非平衡磁控溅射原理图

1—基材, 2—磁力线, 3—螺线管, 4—永磁铁, 5—靶材, 6—等离子体区

Fig. 1 Principle of the UBMS

1—substrate, 2—magnetic force, 3—solenoid, 4—permanent magnet, 5—target, 6—plasma

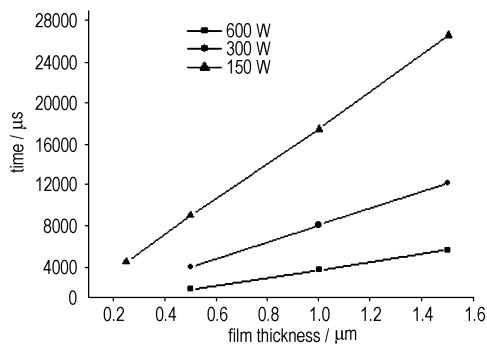


图 2 不同功率下膜厚与时间的关系

Fig. 2 Relationship between film thickness and time under different sputtering powers

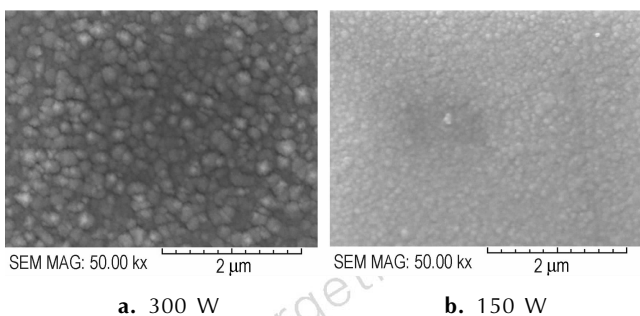


图 3 Ni-Cr 膜 SEM 照片

Fig. 3 SEM photographs of Ni-Cr film under different sputtering powers

对溅射完成后的 Ni-Cr 薄膜采用能量色散仪系统对薄膜成份进行测试,结果如图 4 所示。图 4 表明, Ni-Cr 薄膜中镍 77.62%、铬 19.08%,即沉积的 Ni-Cr 薄膜的成份与所使用靶材成份一致。

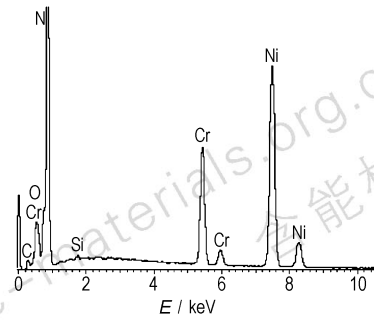


图 4 Ni-Cr 薄膜成份测试谱图

Fig. 4 EDS of Ni-Cr film

2.3 刻蚀工艺参数对 Ni-Cr 薄膜刻蚀效果的影响

刻蚀液采用硫酸高铈(100 g)、高氯酸(25.6 mL)、水(606 mL)的配比,对 1.0 μm 厚的 Ni-Cr 膜进行刻蚀,8 h 后金属膜还没有被刻蚀的迹象,放弃刻蚀。随后对刻蚀液配比进行了调整,在固定了硫酸高铈的量的情况下,当高氯酸/水的比例为 8/100 时,对溅射功率为 300 W 情况下沉积的 1.0 μm 厚的 Ni-Cr 膜进行刻蚀,刻蚀完成用时较长,为 395 min,刻蚀出的镍铬桥区出现了裂痕,如图 5a 所示。随后对桥区制作中的匀胶、显影、刻蚀等工艺进行了反复研究,认为这种情况是由于 Ni-Cr 薄膜成膜内应力引起的晶粒排布不够密实造成的,以及在扫描电镜有限的取样区域下,没有被发现的局部小裂痕引起的。

通过对刻蚀液中高氯酸的量进行多次调整,当高氯酸/水的比例为 17/100 时,对溅射功率为 150 W 情况下溅射的 0.9 μm 厚的 Ni-Cr 膜进行图形刻蚀,刻蚀效果较佳,制作出的桥区形貌如图 5b 所示。

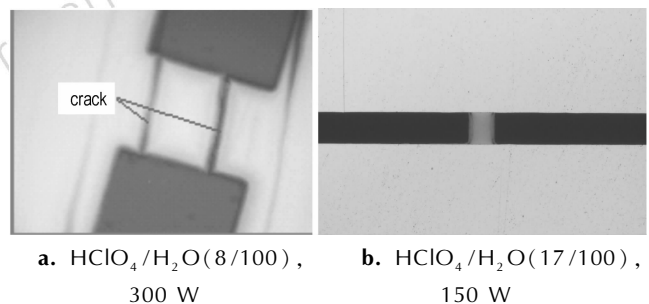


图 5 Ni-Cr 薄膜换能元桥区照片

Fig. 5 The bridge photographs of the Ni-Cr film igniting resistor

3 Ni-Cr 薄膜换能元相关参数的测试

在金属刻蚀过程中,侧向刻蚀是难以避免的,因为刻蚀液是酸性,属“同性”,也就是刻蚀时各个方向的刻蚀速率都相同。对制作完成的 Ni-Cr 换能元桥区尺寸进行了测试,结果见表 1。对此批(10 发) Ni-Cr 桥

膜换能元的电阻进行测试, 结果见表 2。

表 1 Ni-Cr 桥膜换能元桥区宽度测试结果

Table 1 The bridge width of Ni-Cr film igniting resistor

sample	designed width/ μm	tested width/ μm
10	200	197.38

表 2 Ni-Cr 桥膜换能元电阻测试结果

Table 2 The resistance of Ni-Cr film igniting resistor

sample	average resistance/ Ω	standard deviation/ Ω	maximun deviation/ Ω
10	3.45	0.10	0.3

从表 1 和表 2 中可以看出, 制作的 Ni-Cr 桥膜换能元桥区宽度的实测尺寸与设计尺寸比较接近, 换能元电阻一致性也较好。

依据 GJB/z377A-94 感度试验用兰利法, 对设计

表 3 Ni-Cr 薄膜换能元发火感度测试结果

Table 3 The firing testing result of Ni-Cr film igniting resistor

serial number	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
voltage/V	10.5	6.8	4.9	5.8	8.2	7	6	6.5	7.3	6.9
firing	1	1	0	0	1	1	0	0	1	1
serial number	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
voltage/V	6.4	4.7	5.6	6.2	6.8	12.4	9.6	7.9	6.8	7.3
firing	1	0	0	0	0	1	1	1	0	1

Note: 1-fire, 0-no fire.

表 4 Ni-Cr 薄膜换能元发火感度测试结果

Table 4 The firing testing result of Ni-Cr film igniting resistor

sample	average resistance/ Ω	50% firing voltage/V	standard deviation/V	99.9% firing voltage/V	0.1% firing voltage/V
20	3.31	6.67	0.35	7.77	5.58

表 5 国内外几种桥膜换能元的设计与点火情况

Table 5 The design and firing of several Ni-Cr film igniting resistors

research institution	resistance materials	film thickness/ μm	width/ μm	clearance/ μm	length/ μm	heating area/ $\mu\text{m} \times \mu\text{m}$	resistance/ Ω	firing voltage/V	energetic materials
America TRW	poly-silicon	0.5	20	6	400	188 × 82	210	100	LTNR
France LAAS	poly-silicon	0.5	70	50	3000	720 × 720	7000 calculate	40	zirconium compound propellant
Korea university	Pt	0.1	40	40	4000	400 × 1000	5000 calculate	42 calculate	AP/HTPB
Qinghua university	Pt	no	30	30	5000	500 × 500	2000 calculate	39	AP/HTPB

从表 4 和表 5 中可以看出, 美国 TRW、法国 LAAS

制作的 Ni-Cr 薄膜换能元的发火感度进行测试, 刺激下限为 3 V, 刺激上限为 18 V, 仪器分辨率微 0.1 V, 含能材料使用的是斯蒂芬酸铅。测试用起爆电路如图 6 所示, 发火电容为 47 μF , 测试结果见表 3。

根据表 3 中的试验结果, 计算出的 Ni-Cr 薄膜换能元的平均发火电压、标准差等结果见表 4。

国内外采用多晶硅 (polysilicon) 或贵金属铂 (Pt) 作为点火电阻材料, 制备出的点火电阻和点火电压的结果见表 5^[12]。

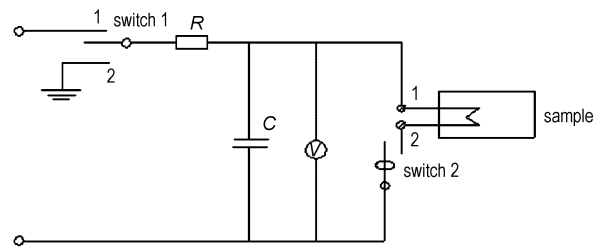


图 6 Ni-Cr 薄膜换能元发火电路

Fig. 6 The firing circuit of Ni-Cr film igniting resistor

等单位采用多晶硅 (polysilicon) 或贵金属铂 (Pt) 作为

点火电阻材料,制作出的换能元的电阻为 210 ~ 7000 Ω ,发火电压为 39 ~ 100 V。本设计制作的Ni-Cr 薄膜换能元的平均电阻为 3.45 Ω ,发火均值为6.67 V,全发火电压为 8 V 左右,优于国内外采用多晶硅(poly-silicon)或贵金属铂(Pt)的桥膜换能元设计。

4 结果与讨论

采用非平衡磁控溅射系统制备 Ni-Cr 薄膜,当功率一定时,薄膜的沉积厚度与时间成正比,随着溅射功率的减少,薄膜的沉积速率变小,且成膜效果较好。

通过对 Ni-Cr 薄膜溅射、刻蚀工艺的探索,制作的桥区为 200 μm 宽的 Ni-Cr 桥膜换能元,桥区的实测尺寸与设计尺寸差别较小,电阻一致性也较好,并且该换能元在 47 μF 电容的情况下,平均发火电压为 6.67 V,标准差为 0.35 V。

参考文献:

- [1] 王广海,李国新,阿苏娜. 薄膜桥火工品的制备与性能研究[J]. 含能材料,2008,16(5): 543-546.
WANG Guang-hai, LI Guo-xin, A Su-na. Preparation and properties of thin film bridge EED[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2008, 16(5): 543-546.
- [2] Brattl G E. Electric igniter with conductive bodies and thin connector: US4335653[P], 1982.
- [3] Toshiyuki T. Mechanical reliability evaluation and its standardization of thin films used in MEMS[D]. Kyoto: Kyoto University, 2004.
- [4] Zhang K L, Chou S K, Ang S S. Fabrication, modeling and testing of a thin film Au/Ti microheat international[J]. *Journal of Thermal Sciences*, 2007(46): 580-588.
- [5] H el ene P, Carole R Marjorie Sanchez, Marjorie Sanchez, et al. Integration of a MEMS base safe arm and fire device[J]. *Sensors and Actuators*, 2010(159): 157-167.
- [6] David H Lewish Jr, Siegfried W Janson, Ronald B Cohen, et al. Digital micropropulsion[J]. *Sensors and Actuators*, 2000(80): 143-154.
- [7] Larangot B, Rossi C, Camps T, et al. Solid propellant microrockets towards a new type of power MEMS[C] // Nanotech AIAA 2002-5758, Houston, September 9-12, 2002.
- [8] Lee J K, Lee D H, Kwon S. Design and performance evaluation of components of micro solid propellant thruster[C] // 40th AIAA/ASME/SAE/ASEE Joint Propulsion Conference and Exhibit, Fort Lauderdale, Florida, July 11-14, 2004.
- [9] 张高飞, 尤政, 胡松启, 等. 基于 MEMS 的固体推进器阵列[J]. 清华大学学报(清华大学学报), 2004, 44(11): 1489-1492.
ZHANG Gao-fei, YOU Zheng, HU Song-qi, et al. MEMS-based propulsion arrays with solid propellant[J]. *J T singhua Univ(Sci &Tech)*, 2004, 44(11): 1489-1492.
- [10] Window B, Savvides N. Charged particle fluxes from planar magnetrons sputtering sources[J]. *J Vac Sci Technol*, 1986, 4(2A): 196-202.
- [11] 韩志伟. 复合爆炸桥箔研究[D]. 西安: 中国兵器工业第 213 所, 2010.
HAN Zhi-wei. Study on the clad exploding foil[D]. Xi'an: 213th Research Institute of China Ordnance Industry, 2010.
- [12] 许超, 李兆泽, 万红, 等. MEMS 固体微推进器中 Cr 薄膜点火电阻的研究[J]. 传感器技术学报, 2006, 19(5): 1411-1418.
XU Chao, LI Zhao-ze, WAN Hong, et al. Research on the Cr membrane igniting resistance in MEMS solid propellant micro-thruster[J]. *Chinese Journal of Sensors and Actuators*, 2006, 19(5): 1411-1418.

Fabrication of Ni-Cr Film Igniting Resistor

XIE Rui-zhen, REN Xiao-ming, WANG Ke-xuan, XUE Yan, PENG Zhi-ming, LU Bin

(Science and Technology on Applied Physical Chemistry Laboratory, Shaanxi Applied Physics-Chemistry Research Institute, Xi'an 710061, China)

Abstract: The sputtering and etching techniques of Ni-Cr film igniting resistor were studied in order to achieve even resistance and low firing voltage, at the same time, the parameter of igniting resistor was tested. The results show that the velocity of film sputter diminishes and the compact performance of film improves as sputtering power reduces. The resistance coherence of Ni-Cr film igniting resistor is good, and average firing voltage is 6.67 V when charge capacitance is 47 μF .

Key words: physical chemistry; initiation explosive device; Ni-Cr film; sputtering; etching; igniting resistor; firing voltage

CLC number: TJ450.4; O64

Document code: A

DOI: 10.3969/j.issn.1006-9941.2011.05.023