

钨螺旋线表面镀金薄膜热可靠性研究

范爱玲, 李伟田, 薛迎坤, 常随杰, 马捷

(北京工业大学, 北京 100124)

摘要: 钨螺旋线是行波管的关键部件, 随着行波管功率量级和工作频率的不断提高, 其高频损耗和散热问题更加突出。为了提高钨表面镀金薄膜均匀性和结合力, 前期研究了钨螺旋线表面镀覆金膜的方法, 并在高温使用条件下测试镀金膜的热稳定性。采用纳米划痕技术测试镀金薄膜和基体之间结合力大小, 对预镀铜 5, 10, 15 和 20 s, 镀金均为 1.5 h 后的试样高温 (500 °C, 100 h) 处理前后的膜-基结合力进行了对比分析。结果表明: 预镀铜 5, 15 和 20 s 的试样经高温处理后的膜-基结合力大小与室温下相比没有明显降低; 预镀铜 10 s 时的试样经高温处理后的膜-基结合力与室温下相比有所增大。钨螺旋线表面镀金薄膜热可靠性好。

关键词: 钨螺旋线; 金膜; 纳米划痕; 结合力; 热可靠性

中图分类号: TB34

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)07-1788-05

螺旋线行波管具有宽频带、高增益、大功率的特点, 广泛应用于卫星通信、雷达和电子对抗等系统中, 在军事和电子装备中具有不可替代的作用^[1-6]。但随着行波管功率量级和工作频率的不断提高, 高频损耗和散热问题更加突出^[7,8]。因此, 通过在螺旋线表面镀覆低损耗薄膜来提高其导电、导热能力, 降低螺旋线的高频损耗, 是目前提高螺旋线行波管输出功率和运行可靠性的主要途径^[9]。

为了提高钨表面镀金薄膜均匀性和结合力, 本研究前期工作中选择铜作为钨螺旋线表面镀金的过渡材料。高温使用条件下, 镀金膜的热稳定性如何, 是否会出现起皮、脱落等现象, 值得进一步研究。故本研究采用纳米划痕方法测试镀金薄膜与基体的结合力, 研究高温条件下薄膜的可靠性。

1 薄膜结合性能分析

1.1 纳米划痕测试原理

结合强度是镀层性能的重要指标之一, 镀层与基体之间结合力的好坏直接关系到材料使用的可靠性和耐久性。薄膜结合强度的测试方法有很多, 如划痕法、压痕法、弯曲法、冲击法、拉伸法及断裂力学法等, 传统金属薄膜结合力测试以定性分析较多, 如采用热震荡实验判断薄膜是否起皮、脱落、鼓包等问题。定量测试薄膜结合力的方法不是很多, 近年来, 随着材料制备技术的不断发展, 薄膜与表面改性层的厚度越

来越薄, 这对测试仪器载荷和位移分辨力的要求也越来越高, 在这样的背景下, 纳米划痕测试由于具有更为简单, 通用和快捷的方法来研究材料的力学性能, 并且还具有样品选择面广, 测试过程中转换样品容易等优点逐渐发展并得到应用。划痕测试原理如图 1 所示。

纳米划痕测试方法常用于硬脆性薄膜结合力测试中, 该测试方法中薄膜与基体的破裂分离现象易于观察^[10]。T. Atul^[11]等人采用纳米划痕测试聚合物涂层与基体的结合力; C. A. Botero^[12]等人研究了莫来石涂层中 Al/Si 不同比例对其结合力的影响; M. J. Wu^[13]等人采用纳米划痕测试 GeSi 薄膜与 Si 基体间的结合力, 但软质金属薄膜如铜和金的纳米划痕测试研究鲜有报道。

图 2 是用于判断薄膜结合力的临界载荷的分析曲

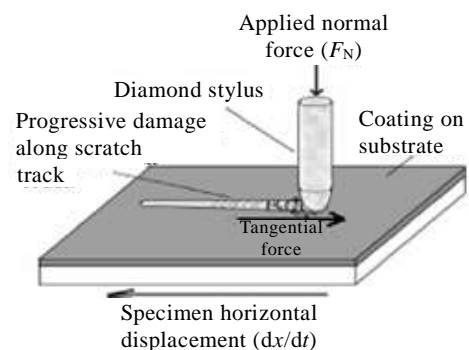


图 1 划痕测试原理图

Fig.1 Schematic diagram of scratch test

收稿日期: 2015-07-29

基金项目: 国防科工局项目

作者简介: 范爱玲, 女, 1970 年生, 博士, 副教授, 北京工业大学材料学院, 北京 100124, 电话: 010-67392171, E-mail: fanailing@bjut.edu.cn

线,该曲线根据压头工作原理呈现4个部分,预划阶段、划痕阶段、后划阶段和回复阶段,薄膜破裂的过程发生在划痕阶段,薄膜破裂后划痕曲线出现明显的波动,或者出现1个台阶,断裂位置对应的力即是临界加载力,也就是表征薄膜和基体间的最小结合力。

本实验采用 Nano Indenter G200 仪器进行膜-基结合力测试。实验参数如下:划痕长度 200 μm; 探针预扫描和后扫描长度范围为20%,扫描速度 10.000 μm/s,扫描加载力 20.000 μN,划痕速度 50.000 μm/s,探针划痕方向为三棱锥面向前刻划,每个试样在4个不同位置1,2,3,4处进行划痕测试。

1.2 纳米划痕测试加载力选择

纳米划痕测试中,需先摸索探针加载力的范围。在前期研究中发现,预镀铜 10 s、镀金 1.5 h 试样的截面形貌、微观结构较理想^[14]。因此本实验中选取预镀铜 10 s、镀金 1.5 h 的试样进行加载力摸索,划痕痕迹形貌如图 3a 所示。图 3b 为预镀铜 10 s、镀金 1.5 h 的试样在最大加载力分别为 200、500 mN (中间的划痕痕迹) 2 种模式下的划痕痕迹形貌。由图可见,该试样在最大加载力为 500 mN 的模式下,才出现明显的薄膜失效现象,因此经过反复摸索,确定对预镀铜 10 s、镀金 1.5 h 的试样选用最大加载力 500 mN 模式,其余工艺下的试样划痕测试选用最大加载力 200 mN 模式。

2 结果与讨论

实验中为了分析方便,将钨基体表面预镀铜 5、10、15、20 s 后镀金 1.5 h 的试样分别标记为试样 M1、M2、M3、M4。

图 4a~4d 分别为试样 M1、M2、M3、M4 薄膜结合力测试中加载力-压入深度曲线。由图 4 可见,随着加载力的增大,探头在金薄膜内的有效压入深度均逐渐增加。与硬质金属薄膜的纳米划痕测试和分析相比较,软质金属薄膜的临界载荷较小,分析困难,故本实

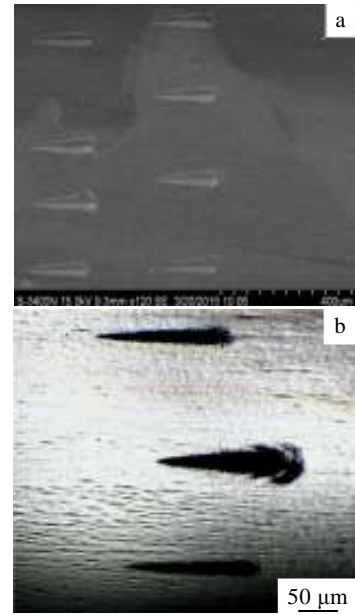


图3 纳米划痕形貌 SEM 和 OM 照片
Fig.3 SEM (a) and OM (b) images of nanoscratch test

验中所有试样的纳米划痕曲线均未呈现明显的不连续现象,但根据曲线上呈现水平台阶的位置可估计临界加载力。由图 4a、4c 和 4d 可见,试样 M1、M3、M4 的膜-基结合力为 75~110 mN。由图 4b 可见,试样 M2 的膜-基结合力为 300 mN 以上。此外,由图 4a、4d 可见,试样 M1 和 M4 薄膜在加载力相同条件下,有一位置处的压入深度曲线明显偏离了其他 3 个位置处的压入深度。图 4a、4d 中 4 条曲线一致趋向性与图 4b、4c 中相比较差,此现象表明 M1、M4 试样薄膜的厚度是不均匀的。

由于行波管螺旋线钨材料自身电阻较大,导热能力差,在长时间的服役过程中产生损耗会导致温度升高,即其工作环境并非常温状态,因此本实验根据使用要求对薄膜热可靠性进行了研究。

室温下试样的结合力测试情况表明,钨基体表面预镀铜 5、10、15、20 s 的 4 个试样薄膜结合性能良好,因此选择这 4 个试样做进一步的高温稳定性研究。在模拟工作环境条件下,将上述 4 个试样放置于氢炉中进行热处理,条件为 500 °C, 100 h。

经高温处理后的试样,采用与高温处理前相同的纳米划痕加载模式,即预镀铜 10 s 的试样选用最大加载力 500 mN 模式,其余工艺下的试样选用最大加载力 200 mN 模式。为了叙述方便,钨基体表面预镀铜 5、10、15、20 s 的试样经高温处理后分别标记为试样 H1、H2、H3、H4。

图 5a~5d 分别为试样 H1、H2、H3、H4 薄膜结合力测试中加载力-压入深度曲线。

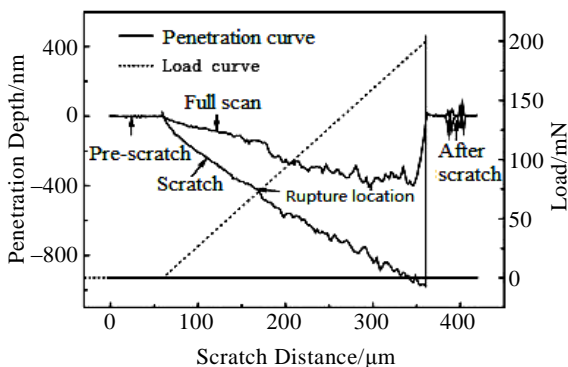


图2 纳米划痕测试曲线图解
Fig.2 Curves of nanoscratch test

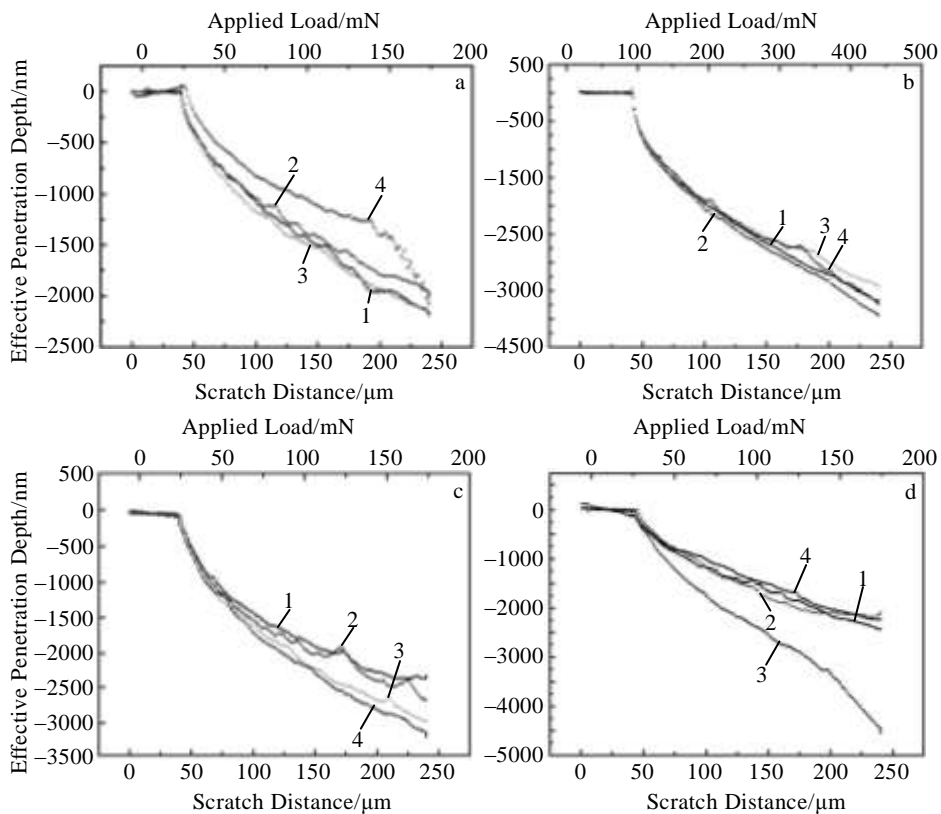


图 4 试样加载阶段探针压入深度和划痕距离关系曲线

Fig.4 Curves of the probe penetration depth as a function of scratch distance at the loading stages for scratches performed on samples: (a) M1, (b) M2, (c) M3, and (d) M4

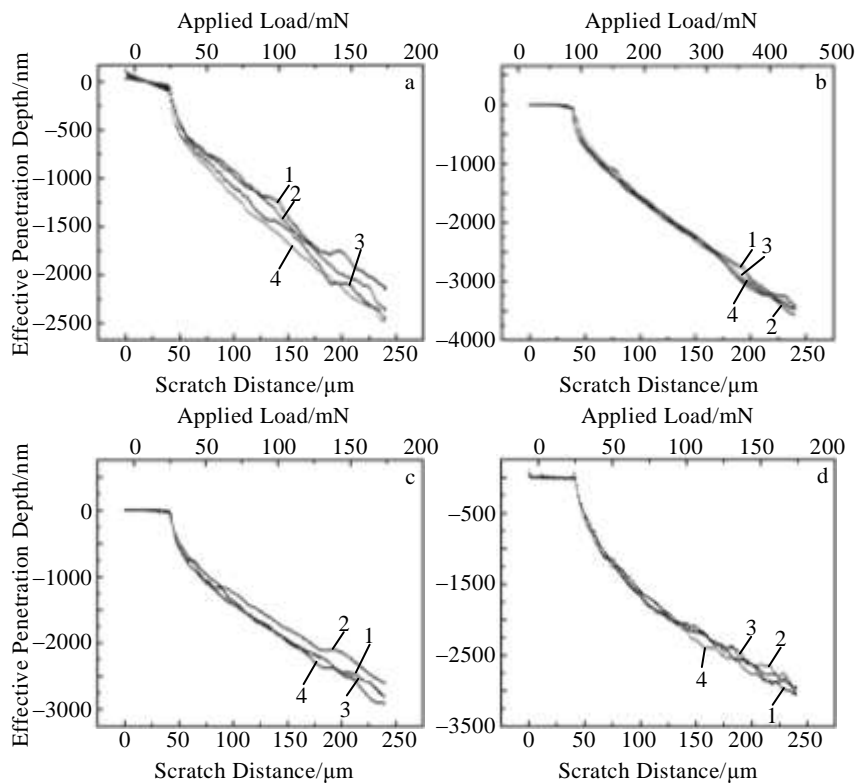


图 5 高温处理后试样加载阶段探针压入深度和划痕距离关系曲线

Fig.5 Curves of the probe penetration depth as a function of scratch distance at the loading stages for scratches performed on samples after heat treatment at 500 °C for 100 h: (a) H1, (b) H2, (c) H3, and (d) H4

与图 4 中室温状态下的加载力-压入深度曲线相比较, 图 5 中经过高温处理的 4 个试样 H1、H2、H3、H4 的加载力-压入深度曲线一致趋向性均较好。这表明经过高温处理, 试样的薄膜厚度均匀性得到改善。由试样 H1、H3、H4 的划痕测试曲线可以看出, 曲线上出现台阶处所对应的临界加载力与室温状态下的相比没有显著降低。图 5b 为试样 H2 的加载力-压入深度关系曲线。由图 5b 可见, 在划痕距离 175~200 μm 范围内, 4 条曲线的斜率发生了较为明显的改变, 这表明在此划痕长度范围内, 试样 H2 薄膜可能被划破, 此时对应临界加载力约 310~350 mN, 与同一试样高温处理前的结果相比, 薄膜结合力略有提高, 这种现象与高温处理过程中 Au/Cu 互扩散合金化程度高或 Cu 更好地渗入 W 基体形成更强的机械啮合有关。

高温处理前后不同试样薄膜-基体间结合力大小与预镀时间的关系曲线如图 6 所示。由图 6a(高温处理前)可见, 在镀金时间不变的情况下, 预镀铜时间长短(以获得不同厚度的过渡层)对薄膜结合力有影响。没有过渡层时, 金薄膜与基体间的结合力较差; 引入不同厚度(镀铜时间为 5~20 s)的过渡层后, 膜-基结合力得到较大的提升。尤其是预镀铜 10 s 后的试样, 其薄

膜-基体间的结合力远高于其他试样, 其值不低于 300 mN。而在实验中发现, 继续增大过渡层的厚度, 薄膜与基体间结合力并未得到显著提高, 反而略有降低。由图 6b 可见, 试样经高温处理后的膜-基结合力没有显著降低, 说明镀金膜的热稳定性好。

3 结 论

1) 采用纳米划痕法测试钨基体表面镀金薄膜结合力, 钨基体表面直接镀金试样薄膜结合力较差; 引入预镀层后试样的薄膜结合力得到提高; 预镀铜时间为 10 s 时, 试样的薄膜结合性能最好, 结合力大小不低于 300 mN。

2) 试样在氢炉中经高温(500 $^{\circ}\text{C}$, 100 h)处理后, 所有试样的膜-基结合力大小与高温处理前相比没有显著降低; 预镀铜 10 s 的试样经高温处理后, 膜-基结合力与高温处理前的相比还略有提高, 说明薄膜热稳定性好。

参考文献 References

- [1] Han Yong, Liu Yanwen, Ding Yaogen. *IEEE Transactions on Electron Devices*[J], 2007, 54(6): 1562
- [2] Ghosh T K, Challis A J, Jacob A *et al.* *IEEE Transactions on Electron Devices*[J], 2008, 55(2): 668
- [3] Werner G, Manfred B, Gerd F *et al.* *IEEE Transactions on Electron Devices*[J], 2005, 52(5): 669
- [4] Li Guochao(李国超), Xiao Liu(肖 刘), Hao Baoliang(郝保良) *et al.* *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology(真空科学与技术学报)*[J], 2010, 30(4): 374
- [5] Menninger W L, Benton R T, Zhai X *et al.* *IEEE International Vacuum Electronics Conference*[C]. Kitakyushu: JCS Convention Design Inc, 2007
- [6] Qiu J X, Abe D K, Antonsen T M *et al.* *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*[J], 2003, 51(8): 1911
- [7] Sauseng O, Manoly A E, Hall A *et al.* *International Electron Devices Meeting*[J], 1978, 24: 534
- [8] Jain P K, Basu B N. *IEEE Transactions on Electron Devices*[J], 1988, 35(4): 549
- [9] Zhao Xingqun(赵兴群), Zhang Guoxing(张国兴), Sun Xiaohan(孙小菡). *Chinese Journal of Electronics(电子学报)*[J], 2004, 32(6): 1029
- [10] Sander T, Tremmel S, Wartzack S. *Surface and Coatings Technology*[J], 2011, 206(7): 1873
- [11] Atul T, Hihara L H, Ricke D. *Surface and Coatings Technology* [J], 2012, 206(22): 4606
- [12] Botero C A, Jimenez P E, Martin R *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2014, 239(2): 49

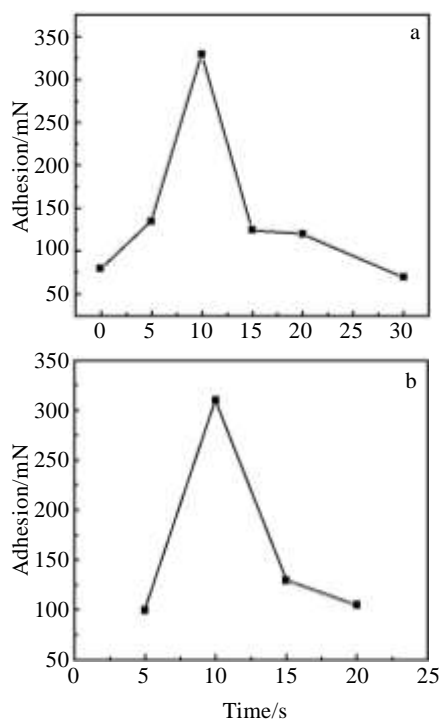


图 6 试样高温处理前后薄膜-基体间结合力大小与预镀层时间的关系曲线

Fig.6 Binding forces between the electroplating gold film and the tungsten substrate at different copper pre-plating duration: (a) as-deposited and (b) after heat treatment

- [13] Wu M J, Wen H J, Chiang T Y. *Applied Surface Science*[J], 2012, 258(12): 5001
迎坤) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2015, 44(3): 612
- [14] Fan Ailing(范爱玲), Chang Suijie(常随杰), Xue Yingkun(薛

Thermal Reliability of Gold Film on the Surface of Tungsten Helix

Fan Ailing, Li Weitian, Xue Yingkun, Chang Suijie, Ma Jie
(Beijing University of Technology, Beijing 100124, China)

Abstract: Tungsten helix is a component of transfer wave tube (TWT), whose high frequency loss and heat dissipation become serious with increasing of power level and working frequency of TWT. To solve the problems, gold thin films were deposited on the surface of helix in our previous work. But how could we ensure the thermal reliability of gold thin films when helix operates at higher temperature? In the present paper, the binding force between gold film and the substrate was tested by nanoscratch. The film binding forces of samples with pre-plating copper for 5, 10, 15, 20 s and then plating gold for 1.5 h before and after heat treatment were analyzed. The results indicate that the films adhesion of samples after heat treatment show no obvious decrease compared with that of as-deposited samples. However, the binding force increases for the sample with pre-plating copper for 10 s after heat treatment. The thermal reliability of gold films is fine.

Key words: tungsten helix; gold film; nanoscratch; binding force; thermal reliability

Corresponding author: Fan Ailing, Ph. D., Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124, P. R. China, Tel: 0086-10-67392171, E-mail: fanailing@bjut.edu.cn