DOI: 10. 19650/j.cnki.cjsi.J2006109

# 高性能薄膜热电偶制备及其铣削应用研究\*

崔云先,薛生俊,杜 鹏,殷俊伟,丁万昱

(大连交通大学机械工程学院 大连 116028)

**摘 要:**随着纳米薄膜沉积技术的发展,基于薄膜热电偶的瞬态温度测量技术在多种场合得到广泛应用。为实现薄膜热电偶在 铣削加工中的应用,提出了一种高性能薄膜热电偶的制备方法。通过直流脉冲磁控溅射技术在石英基底上制备了 NiCr/NiSi 薄 膜热电偶,并于氩气气氛进行不同温度的退火,研究了退火对薄膜热电偶综合性能的影响。结果表明,500℃退火的功能薄膜均 匀性、导电性均有显著的提高,薄膜热电偶的塞贝克系数由退火前的 36.3 μV/℃增大到最大值 40.5 μV/℃,在连续热冲击和高 温保持 6 h 后测温性能仍保持良好。将高性能薄膜热电偶研究成果用于测温铣刀的研制,并用于 TC4 正交铣削,得到了 TC4 铣 削温度预测公式,为旋转类刀具加工温度的测量提供了一种可行性方案。

关键词:薄膜热电偶;高性能;瞬态温度;铣削;退火

中图分类号: TH811 文献标识码: A 国家标准学科分类代码: 460.40

# Research on preparation and milling application of high performance thin film thermocouple

Cui Yunxian, Xue Shengjun, Du Peng, Yin Junwei, Ding Wanyu

(College of Mechanical Engineering, Dalian Jiaotong University, Dalian 116028, China)

Abstract: With the development of nanofilm deposition technology, the transient temperature measurement based on thin film thermocouple has been widely applied in various applications. To realize the application of thin film thermocouple in milling, a method for preparing high performance thin film thermocouple is proposed. NiCr/NiSi thin film thermocouple is prepared on a quartz substrate by DC pulse magnetron sputtering technology. It is annealed at different temperatures in an argon atmosphere. The influences of annealing on the comprehensive property of the thin film thermocouple are studied. Experimental results show that uniformity and conductivity of functional films annealed at 500°C are improved significantly. The Seebeck coefficient of thin film thermocouple is increased from 36.3  $\mu$ V/°C before annealing to the maximum value of 40.5  $\mu$ V/°C. The performance of temperature measurement remains stable after continuous thermal shock and high temperature insulation for 6 hours. The research result of high-performance thin film thermocouple is used in the development of temperature measurement milling cutter and TC4 orthogonal milling. The prediction formula of TC4 milling temperature is obtained. The proposed method provides a feasible solution for the temperature measurement of of rotary processing. Keywords: thin film thermocouple; high performance; transient temperature; milling; annealing

0 引 言

温度是与人类日常生活和工作联系最为紧密的物理 量,同时也是各学科工作者在研究中需要考虑的基本物 理量。温度测量离不开温度传感器,目前温度传感器常 用的测温方法有非接触法和接触法两大类<sup>[1]</sup>。非接触法 主要是辐射法和比色法;接触法主要是热电偶法,热电偶 法分为自然热电偶法、人工热电偶法、半人工热电偶法、 薄膜热电偶法。与其他方法相比,薄膜热电偶具有热容 量小、对测温区域温度场影响小、响应迅速等特点<sup>[2-4]</sup>,因 此可以用于测量瞬态温度<sup>[5]</sup>,已经被广泛应用于航空航 天涡轮叶片、发动机热端部件表面、枪膛膛壁表面、柴油 机活塞表面、C/SiC 复合材料表面、切削过程中切削区域

收稿日期:2020-02-23 Received Date:2020-02-23

\*基金项目:国家自然科学基金(51575074,51772038,51905071)、辽宁省博士科研启动基金计划(2019-BS-043)项目资助

温度的测量<sup>[6-10]</sup>,尤其在切削加工领域测温的应用极为 广泛。

东京工业大学的 Basti 等<sup>[11]</sup> 通过在车刀前刀面凹槽 中制作 Ni-NiCr 热电偶的方式测量切削 A6061-T6 铝合金 过程中的温度。大连理工大学的曾其勇等[12]将高速钢 车刀刀头分为上下两部分,在刀头上下两部分均溅射 SiO,绝缘薄膜,在上半部分用离子镀方法溅射测温用的 热电偶薄膜,并用高强度胶将刀头上下两部分粘接组成 测温刀头,测量了化爆材料在切削过程中的温度。Cui 等[13]在车刀后刀面通过非平衡磁控溅射技术在车刀后 刀面制备了 NiCr/NiSi 薄膜热电偶,此法测温用的热接点 均由薄膜组成,且不需要破坏车刀的结构。Sugita 等<sup>[14]</sup> 利用 WC-Co 可以产生高的负热电势率特点,在 WC-Co 刀具表面制备 Al, O, 绝缘薄膜后按照设计的形状沉积了 Cr 薄膜,刀具与 Cr 薄膜在需要的测温点形成测温用的多 个热接点,获得了切削时刀具的温度分布。由此可见薄 膜热电偶在车削过程中刀具与工件接触区域温度的测量 应用已经比较成熟。

然而在刀具旋转加工领域薄膜热电偶的应用却鲜 有报道。由于铣削加工过程中每个刀齿周期性切入和 切出工件,刀具将频繁经历热冲击,对薄膜热电偶的综 合测试性能提出了更加严苛的要求。因此,如何提高 薄膜热电偶的综合测试性能是铣削测温应用中亟待解 决的关键问题。为了改善薄膜热电偶的测试性能,有 学者已经就改善薄膜热电偶的性能进行了一系列研 究。Gupta 等<sup>[15]</sup>对制备的掺杂了 B、Al 和 Al-Ga 的 ZnO 薄膜在真空中于600℃退火,退火后的薄膜微晶尺寸增 大,结构性能和导电性得到改善。杨珂<sup>[16]</sup>对 In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ITO 高温陶瓷薄膜热电偶进行真空/大气、氮气/大气环境 退火,发现后者热处理的热电性能优于前者,静态标定 曲线的线性度得到提升,输出热电势增大。Zhao 等<sup>[17]</sup> 对 ITON-InON 热电偶分别在大气环境和氮气环境下退 火,发现氮气环境下退火的 ITON-InON 热电偶静态性 能更稳定。可见合适的退火工艺对提高薄膜热电偶的 综合测温性能十分有效。

本文通过直流脉冲磁控溅射技术制备了薄膜热电 偶,并对退火工艺进行研究。对比分析了未退火和不同 退火工艺参数对薄膜热电偶静态性能、重复性及稳定性 的影响,最终确定出最佳的退火工艺参数。将上述成果 应用于铣削测温,研制出集铣削、测温于一体的测温铣 刀,开展了一系列铣削钛合金的瞬态测温试验,对试验结 果进行了方差分析,并获得了铣削温度经验公式。

# 1 高性能薄膜热电偶的制备

前期研究中发现,由于薄膜的形成特点,制备的薄膜

存在内应力和不同程度的缺陷,导致薄膜热电偶在测温 时热电势存在不稳定的现象。借鉴金属热处理方法中退 火的特点,以期达到降低薄膜内应力、细化晶粒、调整组 织、消除组织缺陷、均匀材料组织和成分的目的,来提高 薄膜热电偶的测温性能。为了避免在空气中退火引起薄 膜热电偶氧化,选择了氩气气氛退火。构建的薄膜热电 偶退火试验系统如图1所示,主要包括流量计,温控仪、 石英管、保温用的耐火砖,薄膜热电偶氩气气氛退火工艺 参数如表1所示。



图 1 薄膜热电偶氩气退火系统实物 Fig. 1 Photos of thin film thermocoupler argon annealing system

表 1 薄膜热电偶氩气气氛退火工艺参数 Table 1 Argon atmosphere of thin film thermocouple annealing process parameters

| 退火温度<br>/℃   | 升温速率<br>/(℃・min <sup>-1</sup> ) | 保持时间<br>/min | 氩气流量<br>/sccm |  |
|--------------|---------------------------------|--------------|---------------|--|
| 200,300,400, | 6                               | 60           | 160           |  |
| 500,600      | 0                               | 00           | 100           |  |

考虑到表面粗糙的基底在溅射薄膜前需进行抛光, 且需在 600℃下进行退火,避免高温下由于基底的大变 形导致薄膜热电偶破坏,同时为了简化薄膜热电偶制备 流程,选用了 120 mm×20 mm×1 mm 的石英玻璃作为基 底。将石英玻璃依次用丙酮、无水乙醇和去离子水进行 超声清洗,用氮气烘干,通过靶材及掩模的控制,先后溅 射沉积 NiCr、NiSi 功能薄膜以及 SiO<sub>2</sub> 保护薄膜,NiCr 与 NiSi 薄膜重合区域构成薄膜热电偶的热接点,薄膜热电 偶实物如图 2 所示。由于影响测温稳定性的主要是 NiCr、NiSi 功能薄膜,与薄膜热电偶同炉制备了 NiCr、NiSi 薄膜试件。NiCr、NiSi 功能薄膜的制备参数如表 2 所示, SiO<sub>2</sub> 薄膜制备参数如表 3 所示,薄膜热电偶在大连市传 感器与执行器重点实验室的 JZFZJ-500S 型高真空多功 能复合镀膜机中完成。



图 2 薄膜热电偶实物

Fig.2 Real picture of thin film thermocouple

#### 表 2 NiCr、NiSi 功能薄膜制备工艺参数

 
 Table 2
 Preparation process parameters of NiCr and NiSi functional films

| 本地真空度                    | 工作气压   | Ar 流量   | 溅射功率  | 厚度     |
|--------------------------|--------|---------|-------|--------|
| 5. 0×10 <sup>-3</sup> Pa | 0.7 Pa | 20 sccm | 350 W | 0.8 µm |

#### 表 3 SiO<sub>2</sub> 薄膜制备工艺参数

 Table 3 Process parameters of SiO<sub>2</sub> insulation film

preparation

| 本地真空度                    | 工作气压   | O2 流量   | Ar 流量   | 溅射功率  |
|--------------------------|--------|---------|---------|-------|
| 5. 0×10 <sup>-3</sup> Pa | 0.6 Pa | 10 sccm | 20 sccm | 600 W |

将薄膜热电偶及 NiCr、NiSi 薄膜试件放置在图 1 所示装置中,缓慢加热到设定的温度并保持设定的时间后随炉冷却,取出试件。

# 2 薄膜热电偶综合性能测试

#### 2.1 功能薄膜表面形貌和晶体结构

NiCr 薄膜和 NiSi 薄膜主要成分是 Ni,为了确定制备 的薄膜质量良好,通过扫描电子显微镜(SEM)观察了未退 火和不同温度下退火的薄膜表面形貌,并获得了其能谱图 (EDS)。以 NiSi 薄膜为例,其 SEM 图像如图 3 所示,其中 图 3(a)所示未退火 NiSi 薄膜,图 3(b)~(f)所示分别为 200、300、400、500、600℃退火的 NiSi 薄膜 SEM 图像。







从图 3 中可以看出,随退火温度的升高,NiSi 薄膜表 面变得更加致密均匀,500℃退火后表面形貌最佳,600℃ 退火后薄膜表面发生了颗粒聚集现象,薄膜均匀性降低。 图 4 所示能谱测试结果显示,未退火和 600℃退火后的 NiSi 薄膜 Ni/Si 原子比均接近 97:3,与靶材成分相近,尽 管 600℃退火后的 NiSi 薄膜表面发生了如图 3(f)所示的 颗粒聚集现象,但其成分并未发生变化。



Fig.4 Energy spectrum of NiSi thin film

为了研究退火对功能薄膜晶体结构的影响,通过 X 射线衍射仪获取了未退火和不同温度退火后功能薄膜的 XRD 衍射图谱。

图 5 和 6 所示分别为 NiCr 功能薄膜、NiSi 功能薄膜 的 XRD 衍射图谱。经过对比衍射峰标准卡片可知,衍射 图谱中的衍射峰与标准卡片 PDF#04-0850 的衍射峰峰位 最接近,两种功能薄膜 XRD 图中的衍射峰均为面心立方 结构的 Ni 峰。由于制备的 NiCr 薄膜与靶材 Ni/Cr 原子 配比接近(90:10),NiSi 薄膜与靶材 Ni/Si 原子配比接近 (97:3),Cr 与 Si 均为掺杂量较少的杂质元素,XRD 图谱 中未出现除了 Ni 基固溶体的第二相结构。从图 5、6 中 可以看出制备的薄膜结晶度良好,两种功能薄膜 XRD 图 谱中的主衍射峰 111 退火前后强度基本未发生变化。 NiCr 薄膜 111 衍射峰退火后峰位角度明显增大,在 500℃退火后 200、220 衍射峰强度较明显,部分衍射峰的 峰位角度发生偏移,是由于晶格发生畸变或者应力发生 了变化,结合退火工艺的特点可知 NiCr 薄膜经过退火后 内应力发生了变化,导致 111 衍射峰角度增大。而 NiSi 薄膜 111 衍射峰峰位角度没有变化,200、220 衍射峰退火 前后无明显变化。薄膜衍射峰类型未发生变化,表明退 火后其晶体结构并未发生变化。



图 5 NiCr 薄膜的 XRD 图谱

Fig.5 XRD pattern of NiCr film



#### 2.2 功能薄膜的电阻率和载流子浓度

通过霍尔效应仪测量了退火前后功能薄膜的电阻率 和载流子浓度,结果如表4所示。

# 表 4 退火温度对功能薄膜电阻率和载流子浓度的影响 Table 4 Influence of annealing temperature on resistivity

and carrier concentration of functional films

| 退火温度 | 电阻率/(10 <sup>-5</sup> Ω·cm) |      | 载流子浓度/(10 <sup>21</sup> cm <sup>3</sup> ) |         |  |
|------|-----------------------------|------|---|---------|--|
| ∕°C  | NiCr                        | NiSi | NiCr                                      | NiSi    |  |
| 退火前  | 1.5                         | 5.07 | 7.38                                      | 0.865 9 |  |
| 200  | 1.412                       | 4.30 | 8.38                                      | 0.935 5 |  |
| 300  | 1.39                        | 4.18 | 13.38                                     | 1.003 3 |  |
| 400  | 1.3                         | 3.55 | 14.21                                     | 1.112   |  |
| 500  | 1.15                        | 3.18 | 31.26                                     | 1.214   |  |
| 600  | 10                          | -    | 11.13                                     | -       |  |

NiCr、NiSi功能薄膜电阻率随退火温度升高呈减小趋势,载流子浓度随退火温度升高呈增加趋势,在600℃退火后,NiCr薄膜载流子浓度明显减小,而NiSi薄膜由于热应力过大,局部起皮后无法进行霍尔效应测试。与未退火之前相比,500℃退火的NiCr、NiSi薄膜电阻率分别降低了约23.3%、37.3%,载流子浓度分别增加了3.1和0.4倍。

功能薄膜的电阻率减小,是因为经过适当温度的退 火,溅射过程中产生的部分缺陷被消除,薄膜内应力减 小,薄膜表面更加致密均匀,载流子在运动过程中发生的 非镜面反射减少,减小了载流子能量的损失,同时载流子 浓度增加,提高了薄膜的导电能力;而退火温度过高引起 薄膜表面发生颗粒聚集,局部应力集中,严重的引起薄膜 破损起皮,均匀性变差,载流子在运动过程中发生的非镜 面反射增加,增加了载流子能量的损失,导致导电性能 降低。

#### 2.3 薄膜热电偶的塞贝克系数

图 7 所示为薄膜热电偶回路,热电极 A 、B 在重合点 形成测温用的热接点,回路中产生的热电势为  $E_{AB}(t, t_0)$ ,其计算公式为:

$$E_{AB}(t,t_0) = \frac{\mathbf{k}_B}{\mathbf{e}} \int_{t_0}^{t} \ln \frac{N_A}{N_B} dt$$
(1)

式中:e 为单位电荷,其值为 1.602  $1 \times 10^{-19}$  C; $k_B$  为玻尔兹 曼常数,其值为 1.380  $5 \times 10^{-23}$  J/K; $t_x t_0$  分别为热端和冷端 的温度; $N_A \setminus N_B$  分别为热电极 A 和 B 的载流子浓度。





假设, $S_A(t)$ 为电极 A 的内禀热电特性,即绝对热电 势率; $S_B(t)$ 为电极 B 的绝对热电势率; $S_{AB}(t)$ 为热电偶 的塞贝克系数。由式(1)可得:

$$E_{AB} = \int_{t_0} [S_B(t) - S_A(t)] dt = \int_{t_0} S_{AB}(t) dt$$
(2)

当热电偶材料一定时,在有限温度范围( $t_0$ ,t)内,  $S_4(t)$ 和 $S_8(t)$ 基本上是恒定不变的,则式(2)简化为:

$$S_{AB}(t - t_0) = \frac{\mathbf{k}_B}{\mathbf{e}} \int_{b}^{t} \ln \frac{N_A}{N_B} dt$$
(4)

由式(4)可以看出,载流子浓度与热电偶塞贝克系数有密切的联系。计算不同温度退火 NiCr 功能薄膜与 NiSi 功能薄膜载流子浓度比值,并绘制载流子浓度比值 与退火温度关系曲线如图 8 所示。





分别对未退火和退火的薄膜热电偶进行静态标定, 由于K型热电偶线性良好,为了减小静态标定对薄膜热 电偶静态性能的影响,静态标定时温度计量炉选择的温 度点为30℃~110℃,每隔10℃选取一个温度。根据K 型标准热电偶温度-热电势关系得到薄膜热电偶热接点 温度,将薄膜热电偶热接点的温度与热电势进行线性拟 合,得到薄膜热电偶塞贝克系数和退火温度关系曲线如 图9所示。







从图 9 中可以看出 200℃、300℃ 退火后的薄膜热电

偶塞贝克系数与未退火的基本一致,400℃退火的塞贝克 系数变化较小,500℃退火后塞贝克系数增加至最大值 40.5 μV/℃,与K型标准热电偶的相近。

结合图 8 和 9 可以看出,薄膜热电偶塞贝克系数变 化趋势与两种功能薄膜载流子浓度的比值随退火温度变 化趋势基本一致。

#### 2.4 薄膜热电偶热循环测试

为了研究薄膜热电偶受到连续热冲击后的测温稳定 性,分别对未退火和氩气气氛下 500℃ 退火的薄膜热电 偶进行热循环测试,试验系统包括温度计量炉、K 型标准 热电偶、万用表及计算机,试验系统如图 10 所示。热循 环测试具体过程分为 6 个循环,第 1、2、4 循环为升温至 500℃保持 3 min 后降至室温,第 3 个循环为升温至 500℃保持 60 min 后降至室温,第 5 个循环为升温至 550℃、600℃分别保持 3 min,660℃保持 60 min 后降至室 温,第 6 个循环为 660℃保持 3 min 后降至室温。其中第 1、2 循环是对薄膜热电偶的热冲击,第 3 个循环是对薄 膜热电偶的高温保持,第 4 个循环是检验薄膜热电偶在 多次热冲击和高温保持后的热电势能否保持稳定及热电 势曲线的重复性,第 6 个循环是为了检验在更高温度的 热冲击和长时间保持后薄膜热电偶测温稳定性。



图 10 薄膜热电偶热循环试验 Fig.10 Thermal cycle test of thin film thermocouple

为了将薄膜热电偶热端和冷端分离,只将热端置于 计量炉中,而冷端位于计量炉外,并通过补偿导线将冷端 置于冰点仪中。图 10 中的 K 型标准热电偶和薄膜热电 偶的热端位于计量炉中同一位置,用来测量薄膜热电偶 热端的实时温度,通过万用表分别获取 K 型标准热电偶、 薄膜热电偶热端输出的热电势。K 型标准热电偶及薄膜 热电偶热电势随时间变化的曲线如图 11 所示。

未退火的薄膜热电偶经过连续热冲击和高温保持 后,炉温温度稳定在 660℃时,K 型标准热电偶的热电势 为 24.19 mV,未退火的薄膜热电偶的热电势稳定在 17.71 mV,在第 5 个循环降温过程中热电势出现了明显 的波动,如图 12(a)所示,第 6 个循环继续升温到 660℃ 过程中薄膜热电偶热电势未能达到 17.71 mV,且数值未 能稳定就急剧减小,如图 12(b)所示,在后续的降温过程 中再次出现了剧烈波动,如图 12(c)所示。而经过氩气





气氛 500℃退火的薄膜热电偶经过连续的热冲击和高温 保持后,当K型标准热电偶的热电势稳定在 24.19 mV 时,薄膜热电偶的热电势稳定在 20.11 mV,且在第6个 循环升温过程中热电势数值仍稳定在 20.11 mV 左右,降 温过程未发生波动现象。与未退火的相比,500℃下退火 的薄膜热电偶在同样的温差下热电势明显较大。

综上,500℃退火的薄膜热电偶功能薄膜缺陷减少、





# 3 高性能薄膜热电偶铣削测温应用

#### 3.1 测温铣刀研制

为了测试研制的高性能薄膜热电偶铣削测温性 能,选择大小为15 mm×15 mm×3.5 mm,前角为0°,后 角为10°的YG8 铣刀制备薄膜热电偶,为了使薄膜热 电偶能够感知铣削时刀-工接触区的温度,将薄膜热电 偶沉积于铣刀的后刀面刀尖位置。先后用粒度为5、 3.5、2.5、1.5、0.5 的金刚石抛光膏将铣刀后刀面抛光 至镜面,并依次用丙酮、无水乙醇和去离子水进行超声 清洗,用氮气烘干,在抛光后的铣刀后刀面通过靶材及 掩模的控制,先后溅射沉积 SiO<sub>2</sub> 绝缘薄膜,NiCr、NiSi 热电极功能薄膜以及 SiO<sub>2</sub> 保护薄膜,NiCr、NiSi 热电极 功能薄膜重合区域构成薄膜热电偶的热接点。测温铣 刀制备流程如图13 所示,SiO<sub>2</sub> 绝缘薄膜及保护薄膜采 用相同的工艺参数制备,制备参数如表 3 所示,NiCr、 NiSi 功能薄膜的制备参数如表 2 所示。粘接补偿导线 的测温铣刀实物如图14 所示。



Fig.13 Preparation process of temperature measurement milling cutter



图 14 测温铣刀实物照片

Fig.14 Real photo of temperature measuring cutter

将制备有薄膜热电偶的测温铣刀在氩气气氛中于 500℃退火,其余条件均与薄膜热电偶退火相同,并对 退火后的测温铣刀进行静态标定,标定方法与薄膜热 电偶标定相同,退火后的测温铣刀塞贝克系数为 40.5±0.2 μV/℃。

#### 3.2 铣削测温试验

铣削时由于测温铣刀随刀柄一起旋转,热电势信号 无法通过导线传出,为了采集铣削过程中的热电势,将所 研制的无线传输模块固定在刀柄上,搭建了如图 15 所示的铣削测温系统,并通过反演软件将采集到的热电势数 值转化为温度实时显示。



选择 TC4 钛合金作为铣削对象,针对切削用量设计 了正交试验,这里只研究铣削速度、进给量、铣削深度对 铣削温度的影响,保持铣削宽度不变,正交铣削试验参数 及结果如表 5 所示。

| _ |    |                             |                             | 8 8 1   |         |         |       |   |
|---|----|-----------------------------|-----------------------------|---------|---------|---------|-------|---|
|   | 序号 | 铣削速度/(m·min <sup>-1</sup> ) | 进给量/(mm·min <sup>-1</sup> ) | 铣削深度/mm | 铣削温度/℃  | 预测温度/℃  | 误差/%  |   |
|   | 1  | 149.15                      | 60                          | 0. 1    | 191.75  | 193. 47 | 0.90  |   |
|   | 2  | 94. 2                       | 60                          | 0. 05   | 143. 5  | 144. 21 | 0. 49 |   |
|   | 3  | 59.66                       | 60                          | 0.2     | 179. 25 | 179.36  | 0.06  |   |
|   | 4  | 59.66                       | 95                          | 0. 1    | 174. 75 | 174. 15 | 0.34  |   |
|   | 5  | 94. 2                       | 95                          | 0.2     | 198. 25 | 198. 56 | 0.16  |   |
|   | 6  | 149.15                      | 95                          | 0.05    | 63      | 64. 82  | 2.89  |   |
|   | 7  | 149.15                      | 30                          | 0.2     | 147.25  | 148. 45 | 0. 81 |   |
|   | 8  | 94. 2                       | 30                          | 0. 1    | 140. 5  | 141. 10 | 0. 43 |   |
|   | 9  | 59.66                       | 30                          | 0.05    | 94. 5   | 94. 77  | 0. 29 |   |
|   |    |                             |                             |         |         |         |       | 1 |

表 5 TC4 正交铣削试验参数及结果 Table 5 TC4 orthogonal milling test parameters and results

对铣削试验结果进行方差分析,方差分析结果如 表6所示,结果表明,切削用量对 TC4 铣削温度影响程 度由大到小排序为铣削深度>进给量>铣削速度,本文 选择的铣削温度最低的切削用量组合为铣削速度  $v_f$  = 149.15 m/min,进给量 f = 95 mm/min,铣削深度  $a_p$  = 0.05 mm。

|         | 表 6 TC4 正交铣削试验方差分析                                 |    |
|---------|--|----|
| Table 6 | Analysis of variance of TC4 orthogonal milling ter | st |

| 源    | 平方和          | 自由度 | 均方         | F      | 临界值                    | 显著性 |
|------|--------------|-----|------------|--------|------------------------|-----|
| 铣削速度 | 1 082. 375   | 2   | 541.188    | 0. 555 | $F_{0.05}(2,8) = 4.46$ | 不显著 |
| 进给量  | 2 949.042    | 2   | 1 474. 521 | 1.511  | $F_{0.05}(2,8) = 4.46$ | 不显著 |
| 铣削深度 | 10 312.792   | 2   | 5 156. 396 | 5. 285 | $F_{0.05}(2,8) = 4.46$ | 显著  |
| 误差   | 1 951. 292   | 2   | 975.646    |        |                        |     |
| 总计   | 213 653. 563 | 9   |            |        |                        |     |

同时为了得到 TC4 铣削温度预测公式,对铣削参数 及铣削温度之间建立多元非线性回归方程。

 $T = a_1 v_f + a_2 f + a_3 a_p + a_4 v_f f + a_5 v_f a_p + a_6 f a_p + a_7 v_f^2 + a_8 f^2 + a_9 a_p^2 + a_{10}$  (5) 式中:  $a_1 \sim a_9$  分别为变量系数,  $a_{10}$  为误差,由于未知量 有 10 个,因此还需要一组铣削温度数据方可求出方程的 解,在正交试验的基础上添加一组铣削试验,铣削参数 为铣削速度  $v_f = 94.2$  m/min,进给量 f = 60 mm/min,铣削 深度  $a_p = 0.1$  mm,铣削温度为 150.05°C,通过 1stOpt 软 件得到的 TC4 铣削温度 T 预测公式为:

 $T = 2.859v_f + 4.034f - 80.261a_p - 0.046v_f - 9.508v_f a_p + 20.216fa_p + 0.007v_f^2 - 0.016f^2 - 713.582a_p^2 - 120.455$ (6)

根据预测公式求出正交试验铣削预测温度值,预测 温度与测量温度值之间的误差最大为 2.89%,此误差在 生产实践中是可以接受的。由于回归方程是由少数点拟 合而成的,误差在所难免,尽管如此,温度预测公式对 TC4 实际加工仍具有一定的指导意义。

# 4 结 论

通过直流脉冲磁控溅射技术,以石英玻璃为基底制 备了薄膜热电偶,并同炉制备了 NiCr、NiSi 功能薄膜试 件,对薄膜热电偶及功能薄膜试件在氩气气氛下进行了 不同温度的退火。主要结论如下:

 1)在本实验参数范围内,500℃是最佳退火温度。
 500℃退火后,功能薄膜表面更加均匀,且薄膜成分和晶体结构未发生变化。与退火前相比,500℃退火的 NiCr薄膜电阻率减小了约 23.3%,载流子浓度增加了
 3.1倍。

2) 500℃退火的薄膜热电偶塞贝克系数达到最大值 40.5 μV/℃,较未退火之前增加了11.6%,在连续热冲击 和高温保持6h后测温性能仍保持良好。综上,500℃退 火的薄膜热电偶性能最佳。

3) 将高性能薄膜热电偶研究成果用于测温铣刀的研制,并用于TC4 正交铣削测温试验。获得了铣削过程中的瞬态温度,并得出了铣削温度的预测公式。结果表明,切削用量对TC4 铣削温度的影响程度由大到小依次是铣削深度、进给量、铣削速度。所提出的高性能薄膜热电偶制备方法为旋转类刀具加工过程中测温提供了一种可行性方案。

### 参考文献

[1] 朱晓旭,周修文. 温度传感器[J]. 电子测试, 2013(5): 44-45.

ZHU X X, ZHOU X W. Temperature sensor [ J ]. Electronic Test, 2013(5): 44-45.

- [2] 熊剑,于惠忠. 温度传感器的响应延迟[J]. 电子测量 与仪器学报, 2003, 17(4): 1-3.
  XIONG J, YU H ZH. Response delay of temperature sensor [J]. Journal of Electronic Measurement and Instrument, 2003, 17(4): 1-3.
- [3] GREGORY O J, AMANI M, TOUGAS I M, et al. Stability and microstructure of indium tin oxynitride thin films [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2012, 95(2): 705-710.
- [4] 徐立新,谢建斌,杨智伟,等. 微细热电偶的制作与时间常数标定方法[J]. 电子测量与仪器学报, 2016, 30(7): 1023-1028.
  XULX, XIEJB, YANG ZHW, et al. Manufacturing method and time constant calibration method of micro thermocouple[J]. Journal of Electronic Measurement and Instrument, 2016, 30 (7): 1023-1028.
- [5] 赵源深,杨丽红.薄膜热电偶温度传感器研究进展[J].传感器与微系统,2012,31(2):1-3,7.
  ZHAOYSH,YANGLH. The research development of thinfilm thermocouple sensor [J]. Transducer and Microsystem Technologies, 2012, 31(2):1-3,7.
- [6] BENDERSKY D. A special thermocouple for measuring transient temperatures [J]. Mechanical Engineering, 1953, 5(2): 117-121.
- [7] TOUGAS I M, AMANI M, GREGORY O J. Metallic and ceramic thin film thermocouples for gas turbine engines[J]. Sensors, 2013, 13(11): 15324-15347.
- [8] 梁献乖. 镍基高温合金上贵金属薄膜热电偶的制备及 抗氧化性能研究[D]. 成都:电子科技大学, 2017.
   LIANG X G. Preparation and antioxidant performance of precious metal thin film thermocouples on Nickel-based superalloys [D]. Chengdu: University of Electronic Science and Technology of China, 2017.
- [9] 崔云先,薛帅毅,周通,等. 薄膜瞬态温度传感器的制备及性能研究[J]. 仪器仪表学报, 2017, 38(12): 3028-3035.
  CUI Y X, XUE SH Y, ZHOU T, et al. Preparation and performance of thin film transient temperature sensor[J]. Journal of Instrumentation, 2017, 38(12): 3028-3035.
- [10] 崔云先,杨琮,薛生俊,等. C/SiC 复合材料表面高温瞬态温度传感器的研究[J]. 仪器仪表学报, 2019, 40(3):163-171.
  CUI Y X, YANG C, XUE SH J, et al. Research on high temperature transient temperature sensor on C/SiC composite surface[J]. Journal of Instrumentation, 2019, 40 (3): 163-171.
- [11] BASTI A, OBIKAWA T, SHINOZUKA J. Tools with built-in thin film thermocouple sensors for monitoring

cutting temperature [J]. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2007, 47(5): 793-798.

 [12] 曾其勇,孙宝元,徐静,等. 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, 42(3): 206-211.

> ZENG Q Y, SUN B Y, XU J, et al. Development of NiCr/ NiSi thin film thermocouple temperature sensor for transient cutting temperature of explosive materials [J]. Journal of Mechanical Engineering, 2006, 42 (3): 206-211.

- [13] CUI Y X, YANG D SH, ZENG Q Y, et al. Fabrication and characterization of NiCr/NiSi functional thin films on temperature measurement of cutter sensor [J]. Key Engineering Materials, 2010, 431-432(2): 535-538.
- [14] SUGITA N, ISHII K, FURUSHO T, et al. Cutting temperature measurement by a micro-sensor array integrated on the rake face of a cutting tool [J]. CIRP Annals-Manufacturing Technology, 2015, 64(1): 77-80.
- [15] GUPTA C A, MANGAL S, SINGH U P. Impact of rapid thermal annealing on structural, optical and electrical properties of DC sputtered doped and co-doped ZnO thin film[J]. Applied Surface Science, 2014, 288: 411-415.
- [16] 杨柯. In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ITO 高温陶瓷薄膜热电偶的制备与性能研究[D]. 成都:电子科技大学, 2016.
   YANG K. Preparation and performance of In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ITO high temperature ceramic thin film thermocouple [D]. Chengdu: University of Electronic Science and Technology of China, 2016.
- [17] ZHAO X H, LI H T, YANG K, et al. Annealing effects in ITO based ceramic thin film thermocouples [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 698: 147-151.

#### 作者简介



**崔云先**,2011年于大连理工大学获得博 士学位,现为大连交通大学机械工程学院教 授,主要研究方向为传感与测控技术和先进 制造技术。

E-mail: dlcyx007@126.com

**Cui Yunxian** received her Ph. D. degree in 2011 from Dalian University of Technology. She is currently a professor in the Mechanical Engineering College at Dalian Jiaotong University. Her main research interests include sensing and controlling technology, and advanced manufacturing technology.



**薛生俊**,2017年于湖南理工学院获得学 士学位,现为大连交通大学研究生,主要研 究方向为传感与测控技术。

E-mail: xsj\_dljt @ 163.com

**Xue Shengjun** received his B. Sc. degree from Hunan Institute of Technology in 2017.

He is currently a M. Sc. candidate at Dalian Jiaotong University. His main research interests include sensing and controlling technology.



**殷俊伟**(通信作者),2018 年于大连理 工大学获得博士学位,现为大连交通大学机 械工程学院讲师,主要研究方向为智能检测 与智能加工。

E-mail: yjwzx@ djtu.edu.cn

Yin Junwei (Corresponding author) received his Ph. D. degree from Dalian University of Technology in 2018. He is currently a lecturer in the School of Mechanical Engineering at Dalian Jiaotong University. His main research interests include intelligent detection and intelligent processing.