



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106908614 B

(45)授权公告日 2018. 11. 09

(21)申请号 201710069646.9

审查员 唐艳艳

(22)申请日 2017.02.08

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106908614 A

(43)申请公布日 2017.06.30

(73)专利权人 北京科技大学

地址 100083 北京市海淀区学院路30号

(72)发明人 金莹 闫松涛 文磊 赖召贵

时鹏 孙冬柏

(74)专利代理机构 北京金智普华知识产权代理

有限公司 11401

代理人 皋吉甫

(51)Int.Cl.

G01N 35/00(2006.01)

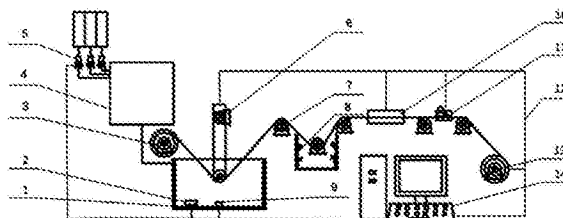
权利要求书2页 说明书11页 附图1页

(54)发明名称

金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置及方法

(57)摘要

本发明主要属于金属表面处理、表征、系统性数据积累与数据智能化应用技术领域,涉及金属箔材表面处理高通量样品制备与表征装置及方法。所述装置包括金属箔材表面处理高通量样品制备与表征综合控制系统、金属箔材表面处理高通量样品制备系统、金属箔材表面处理高通量样品表征系统、制备与表征数据存储系统以及在上述各系统间实现有效连接的连接系统,并可包含智能化数据应用系统。本发明主要特征及优势在于,将高通量思想和方法应用到金属表面处理领域,实现自动化、流水线式金属箔材表面处理高通量样品制备、表征及数据积累,最大限度减少人为因素影响,缩短实验周期,大大提高金属表面处理工艺筛选与优化、金属腐蚀数据系统性积累工作效率。



1. 一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置,其特征在于,所述装置能够实现条带状金属箔材表面处理高通量样品的自动化流水线式制备和性能表征;

所述装置包括:

高通量样品制备系统,对金属箔材连续进行表面处理以获得条带状金属箔材表面处理高通量样品,所述表面处理过程中的制备工艺参数能够自动化连续调控,对不同工艺参数条件下生产的条带状金属箔材表面处理高通量样品进行逐一定位与标记,以便记录每段样品的实验日期和所用工艺参数,与后续金属箔材表面处理高通量样品的表征与筛选建立一对映关系;

高通量样品表征系统,测试与表征设备以模块式集成在金属箔材表面处理高通量样品表征系统的流水线上,能够对所述条带状金属箔材表面处理高通量样品的性能进行流水线式连续测试表征;

高通量样品制备与表征综合控制系统,包括高通量样品制备综合控制系统和高通量样品表征综合控制系统;所述高通量样品制备综合控制系统能够根据需要对所述高通量样品制备系统中所述制备工艺参数进行自动化连续调控;所述高通量样品表征综合控制系统能够根据需要对所述高通量样品表征系统中流水线上的测试与表征设备产生并发送测试指令,并保证在不同制备工艺参数下获得的金属箔材表面处理样品准确通过测试与表征设备并作合适时间的停留,保证对金属箔材表面处理高通量样品性能表征的准确进行;

连接系统,用于实现所述装置中各系统间的数据、指令的通讯连接以及必要的物质传送。

2. 根据权利要求1所述一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置,其特征在于,所述高通量样品制备系统对金属箔材进行的表面处理为以电化学/化学方法从液相中连续制备条带状高通量样品,包括对金属箔材进行化学/电化学修饰、腐蚀处理、表面阳极氧化或防锈处理。

3. 根据权利要求1所述一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置,其特征在于,所述高通量样品制备系统包括金属箔材表面处理高通量样品制备子系统、工艺参数调控子系统和样品传输、标记与收卷子系统。

4. 根据权利要求3所述一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置,其特征在于,所述金属箔材表面处理高通量样品制备子系统包括样品入液非金属传送辊、表面处理液池、水洗液池、冷风样品干燥器。

5. 根据权利要求3所述一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置,其特征在于,所述工艺参数调控子系统包括表面处理液组分/浓度监控与综合调控组件、表面处理液池内液体流态组织组件、液温调控组件、电化学方法辅助制备时电流调控组件、条带状样品传送速率控制组件;

所述高通量样品制备与表征综合控制系统对所述工艺参数调控子系统进行调控。

6. 根据权利要求3所述一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置,其特征在于,所述样品传输、标记与收卷子系统包括条带状样品的初始金属箔材卷的定位与支撑组件、条带状样品的传输组件、定位标记设备、及收卷储存组件,所述定位标记方式包括标签贴覆、机械压痕、激光表面刻蚀。

7. 根据权利要求1所述一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置,其特征

在于,所述高通量样品表征系统包括高通量样品性质和性能表征子系统、样品传输与收卷子系统;

所述高通量样品性质和性能表征子系统为以模块式集成在金属箔材表面处理高通量样品表征系统流水线上的测试与表征设备,所述流水线的长度、其中包含的测试与表征设备具有可扩展性;所述测试与表征设备用于表面物理性能测试、材料成分及晶体结构观测、真空条件下测试和特定溶液中电化学行为检测中的任意一种或任意两种及以上的组合;

所述样品传输与收卷子系统与高通量样品制备与表征综合控制系统连接,在高通量样品制备与表征综合控制系统的控制下,所述样品传输与收卷子系统能够控制所述金属箔材表面处理高通量样品的行进与静止,保证在不同制备工艺参数条件下生产的金属箔材在合理长度内准确通过测试与表征设备并作合适时间的停留。

8. 根据权利要求1-7任一项所述一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置,其特征在于,所述装置还包括:

制备与表征数据存储系统,包括制备数据存储系统和表征数据存储系统;所述制备数据存储系统用于存储所述金属箔材表面处理高通量样品中每一段样品的制备工艺参数,所述表征数据存储系统用于存储所述金属箔材表面处理高通量样品中每一段样品的表征数据。

9. 根据权利要求8所述一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置,其特征在于,所述装置还包括:

智能化数据应用系统,所述智能化数据应用系统包含数据分析、处理、挖掘、自定义筛选和智能建议中至少一种的功能软件模块;所述智能化数据应用系统,能够单独应用,能够对所述制备与表征数据存储系统中的数据进行检索、调用、图形显示,以及为研究人员提供表面处理工艺评价与遴选规则选项,并在获得自定义评价标准的情况下,实现条带化金属箔样品制备工艺的智能化筛选,给出工艺优化建议。

10. 一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的方法,所述方法采用权利要求1-9任一项所述装置,其特征在于,所述方法将高通量思想应用到金属箔材表面处理工艺筛选与优化、及金属腐蚀数据系统性积累领域,通过连续调节制备工艺参数,以电化学/化学方法从表面处理溶液中连续制备条带状高通量样品,并实现流水线式高通量样品表征,提高表面处理样品的制备与表征效率,缩短金属箔材表面处理工艺筛选与优化的研发周期、或缩短金属腐蚀数据的系统性积累与选材实验周期。

金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置及方法

技术领域

[0001] 本发明主要属于金属表面处理、表征、系统性数据积累与数据智能化应用技术领域,具体涉及金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置及方法。

背景技术

[0002] 随着科学技术的发展,电子材料、装饰材料等领域对金属箔材的需求日益增加,依据各行各业对金属箔材不同的应用需求,需要对金属箔材进行表面化学或电化学修饰(精饰)、表面阳极氧化、防锈处理等,如用于制造印刷线路板的粘结面需要对铜箔表面进行表面处理以提高其与绝缘树脂基材之间的粘附性,印刷线路板需要进行防锈处理等,同时对金属箔材进行化学/电化学修饰还可以提高其表面机械性能。在对金属箔材进行表面处理的过程中,表面处理质量的好坏均是通过处理液成分、温度、传质流场组织、电化学方法辅助制备时电流/电位调控等多种因素综合调控来实现。基于已知范围的工艺调控尚需要反复的摸索尝试,自主开发新工艺的正交实验筛选及后期对金属箔材的性能表征,整体工作量巨大,耗时耗力,造成新工艺开发周期相当漫长。因而,迫切需要开发一种高效率、可调控性强的金属箔材表面处理样品制备与表征的自动化流水线式实验装置和方法,提高金属箔材表面处理样品制备及表征的效率,进而提高金属箔材表面处理工艺筛选与优化效率。

[0003] 此外,系统的金属腐蚀数据库的建立,对于金属构件的设计、寿命预测、与安全服役意义重大。但是金属材料的成分、微观组织结构与成分分布、材料内的缺陷情况、表面膜状态、周围局部区域气液相环境的情况(包括成分、浓度、温度、流动状态、电导率、均匀性等)、受力情况(包括材料的内应力和外界施加应力,及外应力的种类与尺度差异等)、是否与异金属发生电连接等多方面的因素均可能对金属材料的腐蚀行为(腐蚀类型及腐蚀速率)产生影响。即,同一金属在不同溶液环境(溶液成分、温度、流动状态等)下、同一宏观成分的金属其微观组织结构与成分分布存在差异时,即使在同一溶液中不仅腐蚀速率、甚至腐蚀机制都可能发生转变。因而,腐蚀数据收集对系统性、重现性要求很高,实验量巨大。所以同样迫切需要开发一种高效率、可调控性强的金属腐蚀数据积累的自动化流水线式实验装置和方法,以减小数据收集中人为因素的影响,缩短金属腐蚀数据系统性积累及建立金属腐蚀数据库的时间周期,提高特定腐蚀环境下材料筛选效率,为特定材料在某腐蚀环境下的服役行为与寿命预测奠定基础。

[0004] 虽然上文中描述的化学/电化学表面处理工艺筛选与优化、和金属腐蚀数据的系统性收集研究的应用目的不同,但化学/电化学表面处理样品的制备与表征、和金属腐蚀样品的制备与表征在工艺装置及方法上有很强的相似性,均是利用化学/电化学手段处理金属表面、进而进行后续的表界面性能表征,因而本发明中将上述两个应用背景下的研究需求合并考虑为“金属表面处理样品的高通量制备与表征”需求。

[0005] 可见,金属表面处理工艺筛选与优化、以及金属腐蚀数据的系统性收集均需要提高样品制备与表征实验效率。

[0006] 高通量实验及表征是在短时间内完成大量样品的制备与表征,将传统材料研究中

采用的顺序迭代方法改为流水线式、自动化处理,以量变引起材料研究效率的质变,降低人员、资金、时间投入,以期快速地提供有价值的研究成果,直接加速材料的筛选和工艺的优化,同时提高实验数据收集、处理与工艺优化研究的客观性与科学性。但是在现有技术中,并不存在将高通量的思想和方法应用到金属表面处理工艺筛选与优化领域的技术存在。

发明内容

[0007] 为解决上述问题,本发明提供一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置及方法。将高通量的思想和方法应用到金属表面处理工艺筛选与优化领域,通过金属箔材表面处理高通量样品的自动化流水线式制备与表征,利用计算机辅助并通过智慧化数据筛选,提高工艺筛选与优化、数据积累与规律提炼的效率。

[0008] 本发明是通过以下技术方案实现的:

[0009] 一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置,所述装置能够实现条带状金属箔材表面处理高通量样品的自动化流水线式制备和性能表征;

[0010] 所述装置包括:

[0011] 高通量样品制备系统,对金属箔材连续进行表面处理以获得条带状金属箔材表面处理高通量样品,所述表面处理过程中的制备工艺参数能够自动化连续调控;

[0012] 高通量样品表征系统,能够对所述条带状金属箔材表面处理高通量样品的性能进行流水线式连续测试表征;

[0013] 高通量样品制备与表征综合控制系统,包括高通量样品制备综合控制系统和高通量样品表征综合控制系统;所述高通量样品制备综合控制系统能够根据需要对所述高通量样品制备系统中所述制备工艺参数进行自动化连续调控;所述高通量样品表征综合控制系统能够根据需要对所述高通量样品表征系统中所述流水线上的测试与表征设备产生并发送测试指令,并保证在不同制备工艺参数下获得的金属箔材表面处理样品准确通过测试与表征设备并作合适时间的停留,保证对金属箔材表面处理高通量样品性能表征的准确进行;

[0014] 连接系统,用于实现所述装置中各系统间的数据、指令的通讯连接以及必要的物质传送。

[0015] 进一步地,所述高通量样品制备系统对金属箔材进行的表面处理为以电化学/化学方法从液相中连续制备条带状高通量样品,包括对金属箔材进行化学/电化学修饰、腐蚀处理、表面阳极氧化或防锈处理。

[0016] 进一步地,所述高通量样品制备系统包括金属箔材表面处理高通量样品制备子系统、工艺参数调控子系统和样品传输、标记与收卷子系统。

[0017] 进一步地,所述金属箔材表面处理高通量样品制备子系统包括样品入液非金属传送辊、表面处理液池、水洗液池、冷风样品干燥器。

[0018] 进一步地,所述工艺参数调控子系统包括表面处理液组分/浓度监控与综合调控组件、表面处理液池内液体流态组织组件、液温调控组件、电化学方法辅助制备时电流调控组件、条带状样品传送速率控制组件;

[0019] 所述高通量样品制备与表征综合控制系统对所述工艺参数调控子系统进行调控。

[0020] 进一步地,所述样品传输、标记与收卷子系统包括条带状样品的初始金属箔材卷

的定位与支撑组件、条带状样品的传输组件、定位标记设备、及收卷储存组件,所述定位标记方式包括标签贴覆、机械压痕、激光表面刻蚀。

[0021] 进一步地,所述高通量样品表征系统包括高通量样品性质和性能表征子系统、样品传输与收卷子系统;

[0022] 所述高通量样品性质和性能表征子系统为以模块式集成在金属箔材表面处理高通量样品表征系统流水线上的测试与表征设备,所述流水线的长度、其中包含的测试与表征设备具有可扩展性;所述测试与表征设备用于表面物理性能测试、材料成分及晶体结构观测、真空条件下测试和特定溶液中电化学行为检测中的任意一种或任意两种及以上的组

[0023] 所述样品传输与收卷子系统与高通量样品制备与表征综合控制系统连接,在高通量样品制备与表征综合控制系统的控制下,所述样品传输与收卷子系统能够控制所述金属箔材表面处理高通量样品的行进与静止,保证在不同制备工艺参数条件下生产的金属箔材在合理长度内准确通过测试与表征设备并作合适时间的停留。

[0024] 进一步地,所述装置还包括:

[0025] 制备与表征数据存储系统,包括制备数据存储系统和表征数据存储系统;所述制备数据存储系统用于存储所述金属箔材表面处理高通量样品中每一段样品的制备工艺参数,所述表征数据存储系统用于存储所述金属箔材表面处理高通量样品中每一段样品的表征数据。

[0026] 进一步地,所述装置还包括:

[0027] 智能化数据应用系统,所述智能化数据应用系统包含数据分析、处理、挖掘、自定义筛选和智能建议中至少一种的功能软件模块;所述智能化数据应用系统,能够单独应用,能够对所述制备与表征数据存储系统中的数据进行检索、调用、图形显示,以及为研究人员提供表面处理工艺评价与遴选规则选项,并在获得自定义评价标准的情况下,实现条带化金属箔样品制备工艺的智能化筛选,给出工艺优化建议。

[0028] 一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的方法,所述方法将高通量思想应用到金属箔材表面处理工艺筛选与优化、及金属腐蚀数据系统性积累领域,通过连续调节制备工艺参数,以电化学/化学方法从表面处理溶液中连续制备条带状高通量样品,并实现流水线式高通量样品表征,提高表面处理样品的制备与表征效率,缩短金属箔材表面处理工艺筛选与优化的研发周期、或缩短金属腐蚀数据的系统性积累与选材实验周期。

[0029] 本发明的有益技术效果:

[0030] (1)将高通量的思想和方法应用到金属箔材表面处理工艺筛选与优化、及金属腐蚀数据系统性积累等领域,对生产工艺参数进行智能自动化控制和调节,制备包含有大量不同工艺参数条件下的金属箔材表面处理高通量样品,通过所述的实验装置和方法,可以减少人为因素干扰,短时间内批量完成金属箔材表面处理高通量样品的制备。

[0031] (2)将性能测试设备与装置以模块化形式开放地集成在表征与测试“流水线”上,测试设备的选择灵活、可扩展性强,快速高效地完成对条带状金属箔材表面处理高通量样品的表征,短时间内获取大量不同样品制备工艺参数条件下金属箔材表面处理样品性能数据,对前述高通量样品实现高通量的表征与测试。

[0032] (3)制备与表征数据存储系统汇总制备工艺及表征与测试表征数据后,智能化数

据应用系统能够：

[0033] (a)根据研究人员自定义的表面处理工艺评价规则,对条带状金属箔材表面处理高通量样品的性能数据进行智能化的分析、处理及挖掘,高效智能地完成金属表面处理工艺优化与筛选工作,大幅提高研究与研发效率;

[0034] (b)高效智能地完成腐蚀数据积累与规律提炼等工作,完成金属腐蚀系统性数据积累,建立金属腐蚀数据库,并根据研究人员自定义的腐蚀性能评价规则,对条带状金属腐蚀性能数据进行智能化的分析、处理及挖掘,快速完成材料的对比遴选。

附图说明

[0035] 图1为本发明所述装置中高通量样品制备系统示意图;

[0036] 图2为本发明所述装置中高通量样品表征系统示意图;

[0037] 附图标记:1.表面处理液池;2.镀液温度调控组件;3.条带状金属箔材卷及支架;4.表面处理溶液桶槽;5.表面处理液组分/浓度监控与综合调控组件;6.样品入液传送辊;7.支撑定位轮轴;8.水洗液池;9.表面处理液池内液体流态组织组件;10.冷风干燥器;11.定位标记设备;12.控制指令及数据传输电缆;13.条带状样品传送速率控制组件及收卷储存组件;14.中控计算机;15.条带状高通量样品卷及支架;16.金属表面形貌仪;17.精密升降平台支架;18.金属电导率测量仪;19.X射线残余应力分析仪;20.全自动维氏硬度计;21.收卷装置。

具体实施方式

[0038] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合附图及实施例,对本发明进行进一步详细描述。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用于解释本发明,并不用于限定本发明。

[0039] 相反,本发明涵盖任何由权利要求定义的在本发明的精髓和范围上做的替代、修改、等效方法以及方案。进一步,为了使公众对本发明有更好的了解,在下文对本发明的细节描述中,详尽描述了一些特定的细节部分。对本领域技术人员来说没有这些细节部分的描述也可以完全理解本发明。

[0040] 一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的装置,所述装置包括高通量样品制备系统、高通量样品表征系统、高通量样品制备与表征综合控制系统、制备与表征数据存储系统、以及将上述各系统间实现有效连接的连接系统,并还可以包含智能化数据应用系统。所述装置能够实现金属箔材表面处理高通量样品的自动化流水线式制备和性能表征,并实现工艺数据、及性能表征数据的采集、存储、管理、处理、分析、挖掘、再利用等高通量试验中试样制备、表征和应用全流程智能管理;高效、经济地完成金属表面处理数据的系统性收集、工艺筛选与优化工作。

[0041] 在所述装置中:

[0042] 1)高通量样品制备系统,用于对金属箔材进行连续表面处理以制备获得条带状金属箔材表面处理高通量样品,所述表面处理过程中的制备工艺参数能够自动化连续调控;所述高通量样品制备系统对金属箔材进行的表面处理为以电化学/化学方法从液相中连续制备条带状高通量样品,包括对金属箔材进行化学/电化学修饰、腐蚀处理、表面阳极氧化

或防锈处理。

[0043] 所述高通量样品制备系统包括金属箔材表面处理高通量样品制备子系统、工艺参数调控子系统和样品传输、标记与收卷子系统。

[0044] 所述金属箔材表面处理高通量样品制备子系统以电化学/化学方法从处理液中连续制备条带状金属箔材表面处理高通量样品；所述金属箔材表面处理高通量样品制备子系统包括样品入液非金属传送辊、表面处理液池、水洗液池、冷风样品干燥器。所述样品入液非金属传送辊用于将条带状样品有序地压入液池中进行表面处理；所述水洗液池用于对表面处理后的条带状样品进行去离子水清洗去除样品表面残存的表面处理液；所述冷风样品干燥器用于干燥水洗后的条带状样品。

[0045] 所述工艺参数调控子系统包括处理液组分/浓度监控与综合调控组件、表面处理液池内液体流态组织组件、液温调控组件、采用电化学辅助制备情况下的电流调控组件、条带状样品传送速率控制组件。所述处理液组分/浓度监控与综合调控组件用于监测及调整表面处理液池内处理液的组分/浓度；所述表面处理液池内液体流态组织组件用于监测及调整表面处理液池内液体流态组织；所述液温调控组件用于监测及调整表面处理液池内的处理液的温度；所述电流调控组件为电化学辅助制备情况下实现电流监测及调整；所述条带状样品传送速率控制组件用于调控金属箔材表面处理高通量样品制备时的样品传输速率。

[0046] 所述样品传输、标记与收卷子系统包括条带状样品的初始金属箔材卷的定位与支撑组件、条带状样品的传输组件、定位标记设备、及收卷储存组件；

[0047] 其中：所述初始金属箔材卷的定位与支撑组件功能在于表面处理前金属箔材卷的定位于支撑；所述条带状样品的传输组件可实现在表面处理高通量样品制备“流水线”上条带状样品的有序传动，金属箔材表面处理高通量样品制备与表征综合控制系统可调控其传送速率、暂停时长等；所述定位标记设备是将条带状金属箔材表面处理高通量样品根据不同的工艺参数进行定位标记，便于后期对不同生产工艺参数条件下的金属箔材表面处理样品进行表征进而进行金属箔材表面处理工艺的筛选和优化；所述收卷储存组件完成标记后样品的收卷处理，这里布置收卷储存组件，是为了增加高通量样品制备与表征连接间的灵活性，使两者可分别分布进行，并可解决样品制备与性能表征中需要样品传送速度、停顿时间可能存在差异而无法匹配的问题。即金属箔材表面处理高通量样品的表征与制备不同时进行，将条带状金属箔材表面处理高通量样品进行收卷储存后，再单独进行金属箔材表面处理高通量样品表征。

[0048] 在所述高通量样品制备系统中，所述工艺参数调控子系统与所述金属箔材表面处理样品制备子系统通过传感器、控制电缆和机械运动装置进行连接，金属箔材表面处理高通量样品制备过程中所述高通量样品制备与表征综合控制系统通过传感器监测对工艺参数调控子系统进行反馈控制，随后工艺参数调控子系统对制备过程中的工艺参数进行监测及控制调节，可针对某一参数进行连续控制调节，也可多种工艺参数耦合控制调节。

[0049] 2) 高通量样品表征系统：能够对所述条带状金属箔材表面处理高通量样品的性能进行测试；所述高通量样品表征系统包括高通量样品性质和性能表征子系统、样品传输与收卷子系统；

[0050] 其中，所述高通量样品性质和性能表征子系统为以模块式集成在金属箔材表面处

理高通量样品表征系统流水线上的测试与表征设备;所述测试与表征设备用于表面物理性能测试、材料成分及晶体结构观测、真空条件下测试和特定溶液中电化学行为检测中的任意一种或任意两种以上的组合,譬如所述测试与表征设备的用途包括但不限于金属表面形貌、光泽度、粗糙度、表面轮廓、硬度、内应力、金相观测等表面物理性能测试,拉曼光谱、红外光谱等光谱学观测,X射线衍射(XRD)等材料成分及晶体结构观测,在对设备进行逐级增加真空传送系统后甚至可进行扫描电镜(SEM)观测、X射线光电子能谱(XPS)、俄歇电子能谱(AES)观测等真空条件下的测试与表征,以及在特定溶液中的开路电位(OCP)、极化曲线、交流阻抗图谱(EIS)等电化学行为测试。

[0051] 以上测试与表征设备可根据具体性能测试需求,选择性地以模块式集成在金属箔材表面处理高通量样品表征系统的“流水线”上,其中无损检测或微损检测设备应布置在损伤、破坏性测试设备之前。该流水线的长度、及包含的测试与表征设备具有极强的可扩展性,可根据需要随时补加。例如,需要对样品表面进行金相观测时,在金相显微镜前可增加一侵蚀液处理环节(如采用设定时长的侵蚀液喷淋等方法实现),并加水洗、冷风吹干。已在“流水线”上的设备依据前述金属箔材表面处理高通量样品制备与表征综合控制系统的指令,执行表征任务、或直接越过不执行表征任务,即仅接收到测试指令的设备执行测试任务。

[0052] 所述样品传输与收卷子系统包含一系列高通量金属箔材样品的支撑定位轮轴、及测试结束后的收卷控制组件,所述样品传输与收卷子系统与高通量样品制备与表征综合控制系统连接,在高通量样品制备与表征综合控制系统的控制下,所述样品传输与收卷子系统能够用于控制所述金属箔材表面处理高通量样品的行进与静止,保证在不同制备工艺参数条件下生产的金属箔材在合理长度内准确通过测试与表征设备并作合适时间的停留,并且可以实现“流水线”测试完成后,为便于储存而对条带状样品进行收卷,同时亦可以后续对其进行补充电沉积、补充处理、或补充测试。

[0053] 3) 制备与表征数据存储系统,包括制备数据存储系统和表征数据存储系统;所述制备数据存储系统用于存储所述金属箔材表面处理高通量样品中每一段样品的制备工艺参数,所述表征数据存储系统用于存储所述金属箔材表面处理高通量样品中每一段样品的表征数据。

[0054] 在所述高通量样品制备与表征综合控制系统的协调控制下,所述制备与表征数据存储系统采集样品制备过程工艺调控参数、及各类表面处理样品的表征数据,连同时间、样品编号等信息一同存储在上位机(或中控计算机)的存储硬件中,保证数据安全,完成系统性数据积累,以备后续调用、处理与分析。

[0055] 4) 智能化数据应用系统,所述智能化数据应用系统包含数据分析、处理、挖掘、自定义筛选和智能建议中至少一种的功能软件模块;所述智能化数据应用系统能够对所述制备与表征数据存储系统中的数据进行检索、调用、图形显示,及数据分析、处理、挖掘、自定义筛选、智能建议等功能软件模块,高效完成上述制备与表征数据存储系统中数据规律提炼,提供研究人员自定义表面处理工艺评价与遴选规则的选项,并在获得自定义评价标准的情况下,实现条带化金属箔材表面处理样品制备工艺的智能化筛选,给出工艺优化建议。

[0056] 5) 高通量样品制备与表征综合控制系统,包括高通量样品制备综合控制系统和高通量样品表征综合控制系统;所述高通量样品制备综合控制系统能够根据需要对所述高通

量样品制备系统中所述制备工艺参数进行调控;所述高通量样品表征综合控制系统用于产生并发送测试指令,并保证在不同制备工艺参数下获得的条带状金属箔材表面处理高通量样品准确通过测试与表征设备并作合适时间的停留,保证对金属箔材表面处理高通量样品性能测量的准确进行。

[0057] 所述高通量样品制备与表征综合控制系统作为整个装置的“大脑”,由中控计算机,并包含装置综合控制软件及人机对话界面组成。其中所述中控计算机负责整个装置的时间统一及协调各个系统/子系统的运行控制;所述装置综合控制软件负责将整个装置各系统/子系统通过软件联系起来,使得金属箔材表面处理高通量样品制备与表征综合控制系统通过装置综合控制软件实现对电子开关或机械装置进行操作,进而实现对整个装置的协调控制,同时保证数据与样品编号间的对应性;所述人机对话界面实现了实验人员与整个装置的“交流”。实验人员根据实验设计利用装置综合控制软件对实验过程进行任务程序定义,协调运行控制完成条带状金属箔材表面处理高通量样品的制备和表征实验任务。

[0058] 6) 连接系统,用于实现所述装置中各系统间的数据、指令的通讯连接以及必要的物质传送。所述连接系统包括控制电缆、各系统以及子系统的控制与反馈接口、数据传输接口及数据线、和各系统以及子系统之间的接口通讯协议、水路连接、气路连接等。所述高通量样品制备与表征综合控制系统通过连接系统实现对高通量样品制备系统、高通量样品表征系统、制备与表征数据存储系统和智能化数据应用系统的统一控制;并且通过连接系统,实现高通量样品制备系统及高通量样品表征系统中各子系统之间的气路、水路、电路、传输数据线路等的对接、扩展。

[0059] 本发明中各系统间的协调运作模式如下所述:

[0060] 实验人员基于系统的实验设计,通过高通量样品制备与表征综合控制系统对高通量样品的制备与表征实验进行程序化定义;高通量样品制备与表征综合控制系统作为整个装置的“大脑”通过连接系统实现对整个装置中各系统与子系统、组件的协调控制,并保证整个装置的时间控制、样品编号上的一致性;金属箔材表面处理高通量样品制备系统通过各类传感器和制备与表征综合控制系统连接,利用各类传感器的监测数据反馈执行实验人员的样品制备指令,通过工艺参数调控子系统完成条带状金属箔材表面处理高通量样品制备,通过控制定位标记系统对不同工艺参数条件下制备的金属箔材表面处理高通量样品进行定位标记,由收卷系统对金属箔材进行收卷存储,以备进行后续的性质和性能表征,制备过程中所产生的所有数据、信息均由制备与表征数据存储系统记录、上传、保存;对箔材高通量样品进行综合表征时,金属箔材表面处理高通量样品表征系统“流水线”上的性质和性能表征设备均与金属箔材表面处理高通量样品制备与表征综合控制系统相连,根据实验程序设计,选择性调用“流水线”上的检测与表征设备按照指定流程执行测试任务,同样样品表征所产生的所有数据均由制备与表征数据存储系统记录、上传、保存;智能化数据应用系统主要对制备与表征数据存储系统中的数据进行分析、挖掘以及提供智能化建议。

[0061] 一种金属箔材表面处理高通量样品制备与表征的方法,其特征在于,所述方法为将高通量思想应用到金属箔材表面处理工艺筛选与优化、及金属腐蚀数据系统性积累等领域,通过连续调节制备工艺参数,以电化学/化学方法从表面处理溶液中连续制备条带状高通量样品,并实现流水线式高通量样品表征,提高表面处理样品的制备与表征效率,缩短金属箔材表面处理工艺筛选与优化的研发周期、或缩短金属腐蚀数据的系统性积累与选材实

验周期。

[0062] 实施例1

[0063] 图1为金属箔材表面处理高通量样品制备与表征装置中高通量样品制备部分示意图。所述装置的制备部分包含金属箔材表面处理高通量样品制备综合控制系统、金属箔材表面处理高通量样品制备系统、制备数据存储系统、及连接系统。分述如下：

[0064] 1) 金属箔材表面处理高通量样品制备综合控制系统：主要包含中控计算机14及其内部的软硬件模块。实验人员根据具体实验意图，可通过此系统对实验过程进行任务程序定义，实现对整个装置的时间统一及协调运行，主要对条带状金属箔材表面处理高通量样品传送速率、制备/水洗/吹干工艺参数、样品定位标记等进行调节，完成条带状金属箔材表面处理高通量样品的制备任务。

[0065] 2) 金属箔材表面处理高通量样品制备系统：包含金属箔材表面处理样品制备子系统、工艺参数调控子系统、样品传输、标记与收卷子系统。

[0066] (A) 金属表面处理样品制备子系统：主要包括表面处理溶液桶槽4、表面处理液池1、水洗液池8、冷风干燥器10。

[0067] (B) 工艺参数调控子系统：条带状金属箔材表面处理样品制备过程中，金属箔材表面处理高通量样品制备综合控制系统需要通过工艺参数调控子系统对制备工艺参数进行实时调控，以获得所需的高通量样品。工艺参数调控子系统主要包括表面处理溶液(组分与浓度)监控与综合调控组件5、电镀液池内液体流态组织组件9、镀液温度调控组件2、条带状金属铜箔样品传送速率控制组件(收卷储存组件)13、入液传送辊6的压入液池深度控制组件以及清洗与烘干工艺参数调控组件等。所述工艺参数调控子系统为制备条带状金属箔材表面处理高通量样品的核心装置，全部采用电脑程控自动化实施，通过金属箔材表面处理高通量样品制备综合控制系统中的中控计算机14中软件人机交互界面设定样品制备工艺条件参数随时间的转变程序，控制工艺参数调控子系统中各组件机械装置的运动或阀门开关的开合，进而控制工艺参数的改变。主要包含以下部分：

[0068] (a) 表面处理液组分/浓度监控与综合调控组件5：所述表面处理液组分/浓度监控与综合调控组件主要控制表面处理溶液中溶液组分与浓度。

[0069] (b) 电镀液池内液体流态组织组件9：所述电镀液池内液体流态组织组件主要控制电镀液池内的镀液流动状态及流速。

[0070] (c) 镀液温度调控组件2：所述镀液温度调控组件主要控制电镀液池内的镀液的温度，使其稳定于所设定的温度范围内。

[0071] (d) 条带状样品传送速率控制组件及收卷储存组件13：所述条带状样品传送速率控制组件及收卷储存组件13主要控制条带状金属箔材表面处理高通量样品以适宜的转速转动、暂停或停止，控制样品在表面处理溶液中的浸泡时间。

[0072] (e) 入液传送辊6的压入液池深度控制组件：所述入液传送辊6的压入液池深度控制组件主要控制条带状金属箔材卷3中引出的箔材压入表面处理溶液液池1的入液深度。

[0073] (f) 清洗与烘干工艺参数调控组件：所述样品清洗与烘干工艺调控组件主要通过水洗液池8以及冷风干燥器10控制样品清洗槽内清洗工艺条件及后续冷风干燥器烘干工艺条件，其中清洗工艺条件主要包括水温、水流方向与速率、水成分等；冷风干燥器烘干工艺条件主要包括气流成分、烘干风大小、温度等。

[0074] (C)样品传输、标记与收卷子系统:主要包括初始金属箔材卷的定位与支撑组件3、耐蚀非金属材质(如聚四氟乙烯)的入液传送辊6(将条带状样品有序地压入液池中进行表面处理或侵蚀)及一系列条带状样品的支撑定位轮轴7、定位标记设备11、及收卷储存组件13。

[0075] 3)制备数据存储系统:在金属箔材表面处理高通量样品制备综合控制系统的统一控制下,将每段样品的制备工艺参数上传至指定上位机(本例中即为中控计算机14)中的数据存储数据库中。

[0076] 4)连接系统:实现各系统、子系统间的有效连接,主要包括控制指令及数据传输电缆12(各系统以及子系统的控制与反馈)及相应接口和通讯协议、数据传输接口及数据线、表面处理溶液桶槽4与表面处理液池1间的溶液循环、水洗池上喷淋设备中的水路连接、气路连接等。

[0077] 条带状金属箔材表面处理高通量样品制备主要包括以下工艺流程:

[0078] S1)制备:条带状金属箔材卷及支架3起到初始条带状金属箔材卷的定位作用,从其中引出的箔材通过样品入液传送辊6有序压入装有表面处理液的液池1,完成条带状金属箔材表面处理高通量样品的制备。

[0079] S2)水洗:制备表面处理金属箔材表面处理高通量样品过程中,条带状金属箔材表面处理高通量样品残留有表面处理溶液,需对其进行清洗,在水洗液池8内以去离子水喷淋,彻底去除条带状金属箔材表面处理高通量样品表面残留溶液。

[0080] S3)烘干:经过金属箔材水洗液池8后,条带状金属箔材样品表面仍残留有大量水分,不利于金属箔材的存放保管,需通过冷风干燥器10进行烘干处理。

[0081] S4)标记:烘干后利用金属箔材表面处理高通量样品定位标记设备11对样品进行标记。条带状样品的定位标记设备11主要包含一台贴标机,放置在冷风干燥器之后,对不同工艺参数条件下生产的条带状金属箔材表面处理高通量样品进行逐一定位与标记,以便记录每段样品的实验日期和所用工艺参数,与后续金属箔材表面处理高通量样品的表征与筛选建立一一对映关系,所述定位标记可采用标签贴覆、机械压痕、激光表面刻蚀等方式。

[0082] S5)收卷:利用收卷装置13调节金属箔材表面处理高通量样品传送速率,并对定位标记后的金属箔材表面处理高通量样品进行收卷,为进行后续高通量样品表征做好准备。

[0083] 图2为金属箔材表面处理高通量样品制备与表征装置中高通量样品表征部分示意图,所述装置的表征部分包含金属箔材表面处理高通量样品表征综合控制系统、金属箔材表面处理高通量样品表征系统、表征数据存储系统、及连接系统。分述如下:

[0084] 1)金属箔材表面处理高通量样品表征综合控制系统:能够根据需要对所述高通量样品表征系统中所述流水线上的测试与表征设备发送测试指令,控制金属箔材表面处理高通量样品在表征“流水线”上的性能表征测试,以收卷装置控制金属箔材的行进与静止,保证不同工艺参数制备的金属箔材表面处理样品在合理的长度内准确通过测试与表征设备并作合适时间的停留,保证金属箔材表面处理高通量样品性能测量的准确进行,并与制备工艺参数实现一一对应。

[0085] 2)所述金属箔材表面处理高通量样品表征系统为金属箔材表面处理高通量样品表征的核心装置,主要包括可与高通量样品制备相匹配的、模块式的金属箔材表面处理高通量样品性质和性能表征子系统群16-20、及样品传输与收卷子系统21。金属箔材表面处理

高通量样品表征系统与金属箔材表面处理高通量样品表征综合控制系统、表征数据存储系统相配合,实现对金属箔材表面处理高通量样品各项性能的“流水线”检测及相关数据的采集、存储等。

[0086] (A) 金属箔材表面处理高通量样品性质和性能表征子系统群:从金属箔材卷15中引出的高通量样品顺序通过金属箔材表面处理高通量样品性质和性能表征子系统群,进行表征测试。本实例中金属箔材表面处理高通量样品性质和性能表征子系统群包括表面形貌、电导率、内应力分布、硬度四种测试,将测试与表征设备以模块式集成在金属箔材表面处理高通量样品表征系统的“流水线”上,该流水线长度、其中包含的检测设备具有极强的可扩展性,可根据需要随时补加,已在“流水线”上的设备也依据前述金属箔材表面处理高通量样品制备与表征综合控制系统的指令,执行表征任务、或直接越过不执行表征任务,即仅接收到测试指令的设备执行测试任务。如,表面形貌、电导率、内应力、硬度对金属表面电沉积/化学沉积样品而言均较为重要,选择对四种性能均进行表征,而对于金属腐蚀样品性能表征中若不需要测量电导率,可以选择跳过电导率表征,仅对其余三种性能进行表征。

[0087] (B) 样品传输及收卷子系统:包含条带状金属箔材高通量样品卷及支架15、后续一系列高通量金属箔材样品的支撑定位轮轴7、及测试结束后的收卷控制组件21。“流水线”测试表征完成后,便于储存以及后续高通量样品表征补测。

[0088] 3) 表征数据存储系统:在金属箔材表面处理高通量样品制备与表征综合控制系统的统一控制下,将每段样品的表征数据上传至指定上位机(本例中即为中控计算机14)中的数据存储数据库中,并与制备工艺参数实现一一对应。

[0089] 4) 连接系统:实现各系统、子系统间的有效连接,主要包括控制指令及数据传输电缆12(各系统以及子系统的控制与反馈)及相应接口和通讯协议、数据传输接口及数据线等。

[0090] 具体而言,金属箔材表面处理高通量样品表征综合控制系统发出表征测试及数据采集指令后,金属箔材表面处理高通量样品通过各表征设备,顺序进行如下测试:

[0091] S1) 表面形貌观测:表面形貌观测通过金属表面形貌仪16来完成,金属表面形貌仪和中控计算机14相连,测量数据在线显示、存储、并上传中控计算机。

[0092] S2) 电导率测量:电导率测量通过金属电导率测量仪18来完成,金属电导率测量仪18自带显示屏和中控计算机14相连,测量数据在线存储,将金属电导率测量仪18与精密升降平台支架17相连,精密升降平台支架17与中控计算机14相连,通过电脑控制精密升降平台支架17的升降,进而控制金属电导率测量仪18探头的升降,完成金属箔材表面处理高通量样品的电导率表征、数据采集与上传,其它无自主升降装置的仪器也采取相同措施,将仪器与精密升降平台支架相连。

[0093] S3) 内应力测量:内应力测量通过自动化X射线残余应力分析仪19来完成,自动化X射线残余应力分析仪19可准确快速测量金属箔材表面处理高通量样品的内应力分布,测量形式以内应力分布表达,自动化X射线残余应力分析仪19与中控计算机14相连,通过电脑计算机来控制自动化X射线残余应力分析仪19的工作,完成金属箔材表面处理高通量样品的内应力表征、数据采集与上传。

[0094] S4) 硬度测量:硬度测量通过全自动维氏硬度计20来进行,全自动维氏硬度计20与中控计算机14相连,将金属箔材表面处理高通量样品通过全自动维氏硬度计20,由中控计

算机14控制收卷装置21停留及停留时间,以此来完成金属箔材表面处理高通量样品的硬度表征、数据采集与上传。

[0095] S5)收卷:收卷装置21受控于金属箔材表面处理高通量样品表征综合控制系统的中控计算机14,调控收卷装置运动与停止。

[0096] 当切换制备工艺时会存在两种工艺条件叠加条件下制备出的金属箔材,此段金属箔材可不予研究,但如果发现其性能优良,也可纳入研究视野。

[0097] 将所述金属箔材表面处理高通量样品制备与表征装置中的制备部分与表征部分结合;通过实验人员在金属箔材表面处理高通量样品制备与表征综合控制系统中设置合理的实验程序,即可实现表面处理高通量样品制备与表征的统一协调控制。

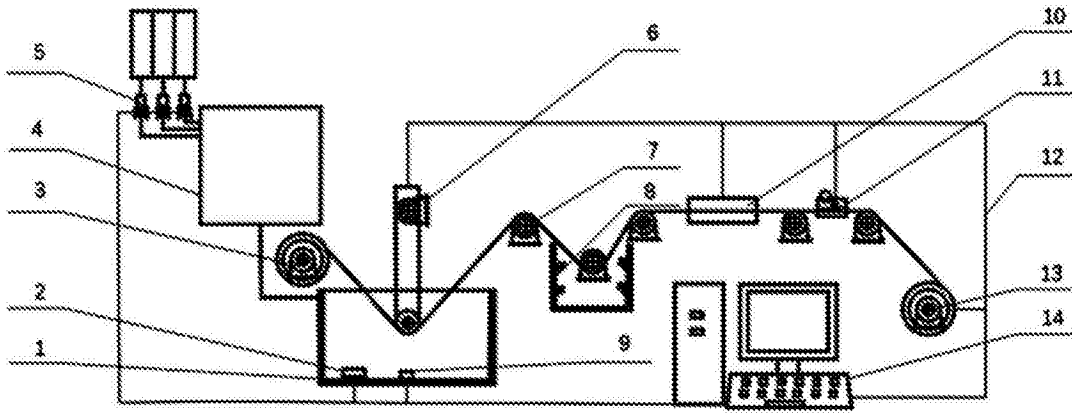


图1

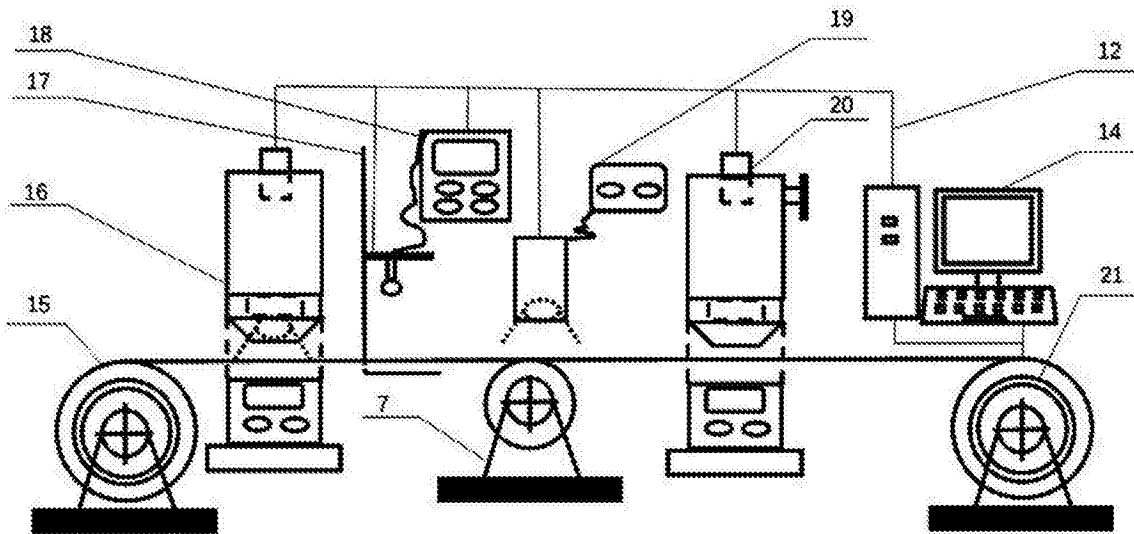


图2