

基于 RSM 的电铸自支撑金刚石-镍复合膜参数优化

禹建丽, 黄鸿琦, 陈洪根

(郑州航空工业管理学院 管理工程学院, 郑州 450046)

摘要: **目的** 为提高电铸自支撑金刚石-镍复合膜的生产品质, 研究一种改进的响应曲面模型, 对电铸工艺的多响应参数进行优化选择。**方法** 以电铸自支撑金刚石-镍复合膜沉积工艺参数为研究对象。在逐步回归的基础上, 利用响应曲面法构建因子与响应间回归模型, 通过试验设计的分析方法解释、分析、检验模型的优劣。以响应预测能力指数为权重, 加权得到综合回归模型, 将多响应参数优化转换为单响应参数优化, 使参数优化结果优先优化预测能力强的响应, 改善工艺参数整体优化效果。最后, 以综合回归模型为目标函数, 利用有约束最小化函数法在区间范围内搜索最优参数组合, 并给出参数改进的方向。**结果** 利用有约束最小化函数法搜索得到的最优参数组合为: 金刚石含量 16 g/L、阴极电流密度 0.6 A/dm²、沉积时间 1.5 h。通过试验设计的分析方法给出参数进一步改进的方向: 在金刚石含量大于 16 g/L、阴极电流密度小于 0.6 A/dm²、沉积时间小于 1.5 h 的区域内增加试验设计, 以得到更优参数组合。**结论** 将质量工具、质量改进方法及统计分析方法等运用到材料制备工艺中, 能够提高最优工艺参数选择的有效性, 减少试验设计的盲目性, 以及达到参数全局最优的可能性。

关键词: 多响应参数优化; 响应曲面法; 自支撑金刚石-镍复合膜; 电铸; 试验设计; 有约束最小化函数法
中图分类号: TG174.44 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2017)05-0083-05

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2017.05.014

RSM-based Parameter Optimization of Electrotyping Free-standing Diamond-Nickel Composite Film

YU Jian-li, HUANG Hong-qi, CHEN Hong-gen

(School of Management Engineering, Zhengzhou University of Aeronautical, Zhengzhou 450046, China)

ABSTRACT: The work aims to improve production quality of electrotyping free-standing diamond-nickel composite film, develop an improved response surface model and optimize multi-response parameters of electroforming process. Deposition process parameters of the electrotyping free-standing diamond - nickel composite film were regarded as object of study. On the basis of stepwise regression, regression model between factors and responses was built in response surface method. Its merits and demerits were explained, analyzed and inspected in the method of experimental design. Then, comprehensive regression model was obtained with response predict ability index as weight. Multi-response parameters optimization was converted to a single-response parameter optimization to make parameter optimization results preferentially optimize responses with strong

收稿日期: 2016-10-19; 修订日期: 2016-11-03

Received: 2016-10-19; Revised: 2016-11-03

基金项目: 国家自然科学基金项目 (U1404702); 航空科学基金项目 (2014ZG55021); 河南省科技攻关计划项目 (162102210083); 郑州航空工业管理学院研究生教育创新计划基金 (2016CX015)

Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China (U1404702); Aviation Science Foundation (2014ZG55021); Science and Technology Foundation of Henan (162102210083); Graduate Student Education Innovation Foundation of Zhengzhou University of Aeronautical (2016CX015)

作者简介: 禹建丽 (1960—), 女, 博士, 教授, 研究领域为质量工程与人工智能应用。

Biography: YU Jian-li (1960—), Female, Ph.D., Professor, Research focus: quality engineering and artificial intelligence applications.

predictive ability and improve overall optimization effects of process parameters. Finally, optimal parameter combination was searched in certain range in a constrained minimization function method with the comprehensive regression model as objective function, and the orientation of parameter improvement was given. The optimal parameter combination turned to be: diamond content of 16 g/L, cathode current density of 0.6 A/dm² and deposition time of 1.5 h. The orientation of parameter improvement was given in the method of experiment design: additional experiment designs shall be performed in the area where diamond content was >16 g/L, cathode current density <0.6 A/dm² and deposition time <1.5 h to get more optimal parameter combination. Quality tools, quality improvement method and statistical analysis method being applied to material preparation process can improve effectiveness of optimal process parameter selection, reduce the blindness of experiment design and achieve the possibility of a overall optimal parameters.

KEY WORDS: multi-response parameters optimization; response surface method; free-standing diamond-nickel composite film; electrotyping; experiment design; constrained minimization function method

复合膜具有硬度高、耐磨性好等优点，广泛应用于刀具、磨具等领域。其中，金刚石-金属复合膜主要制作高精度超薄切割片，用于电子信息产业领域各种集成电路芯片及多种电子元器件划断和开槽。但电铸工艺中镀液的金金刚石含量、阴极电流密度、镀液温度、沉积时间等参数，对复合电镀层金属沉积物的结构、分布均匀程度、镀层厚度等产生一定影响^[1-2]，生产工艺参数设置不合理将降低金刚石-金属复合膜的精度。因此，在金刚石-金属复合膜电铸工艺优化设计中，需要考虑多个质量特性，多响应参数优化设计方法是一种可以确定一组合理的可控因子变量组合，使多个响应相互妥协，达到整体效果最优的有效方法^[3-8]。

由 Box 和 Wilson^[9]提出的响应曲面法（Response Surface Methodology, RSM）是一种重要的参数优化方法，通过建立响应与显著影响因子之间的多元二次方程，构建因子对应关系，以模拟真实极限状态曲面，从而确定最优参数组合使响应变量达到最优。响应曲面法能够以较少的实验组数建立较接近实际情况的多维空间曲面，在实际生产的参数优化过程中应用广泛^[10-14]。本文利用响应曲面法，研究一种考虑响应预测能力的多响应参数优化方法，通过建立综合回归模型，将多响应参数优化转换为单响应参数优化，优先优化预测能力强的响应，解决金刚石-金属复合膜的最优电铸工艺参数设计问题，提高复合膜产品品质。

1 试验设计

根据对电铸工艺过程分析，为提高复合膜产品的可靠性，将镀层的两个质量特性值——复合膜的厚度和表面微观形貌作为待优化响应变量，将镀液中金刚石含量、阴极电流密度、沉积时间作为影响因子变量，对金刚石-镍复合膜电铸工艺进行试验设计。

电铸自支撑金刚石-镍复合膜工艺参数的正交试验设计结果如表 1 所示，实验数据来源于文献[15]，其中镀液中的金刚石含量（ x_1 ）、阴极电流密度（ x_2 ）、沉积时间（ x_3 ）为因子。因子变量中 x_1 设定 3 个水平，分别为 12、14、16 g/L； x_2 设定 3 个水平，分别为 0.6、1.0、1.4 A/dm²； x_3 设定 3 个水平，分别为 1.5、2、2.5 h。大面积金刚石-金属复合膜主要用于制作高精度超薄切割片，厚度超薄（一般为 0.015~0.1 mm），精度高（厚度精度一般小于 0.003 mm）^[2]，因此响应变量复合膜厚度（ $y_1 \times 10^{-1}$ mm）的质量特性假定为望小特性。在响应变量表面微观形貌（ y_2 ）中，0.2 表示无镍瘤，0.4 表示少镍瘤，0.6 表示多镍瘤，因此 y_2 为望小特性。

表 1 正交试验数据
Tab.1 The orthogonal experiment data

Trial no.	Factor			Respond	
	$x_1/(\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	$x_2/(\text{A} \cdot \text{dm}^{-2})$	x_3/h	$y_1/(\times 10 \text{ mm})$	y_2
1	12	0.6	2	0.22	0.2
2	14	0.6	1.5	0.17	0.2
3	16	0.6	2.5	0.27	0.2
4	12	1	1.5	0.28	0.4
5	14	1	2.5	0.42	0.4
6	16	1	2	0.32	0.2
7	12	1.4	2.5	0.44	0.6
8	14	1.4	2	0.4	0.6
9	16	1.4	1.5	0.32	0.4

注：下文有关 y_1 数据的计算扩大了 10 倍。

2 结果及分析

2.1 利用逐步回归法构建响应曲面模型

逐步回归法是将变量逐个引入，引入变量条件是其偏回归平方和经检验是显著的，同时引入新变量

时，对已选入的变量逐一检验，将不显著变量剔除，因此能够保证最后的变量子集中所有变量都显著。利用逐步回归法构建响应曲面模型，将响应曲面模型中各项作为引入变量，将不显著的项剔除（置信度为 0.95），得到最优的响应曲面模型（如表 2 所示）。

表 2 响应曲面模型
Tab.2 Response surface model

	y_1	y_2
Model	$y_1=0.103+0.106x_2x_3$	$y_2=0.335-0.033x_1x_2+0.437x_2x_2$
$R\text{-}S_q/\%$	92.25	90.28
$R\text{-}S_q(\text{调整})/\%$	91.14	87.04
$R\text{-}S_q(\text{预测})/\%$	82.75	76.73

2.2 检验回归模型的适合度

利用方差分析及残差概率图判断模型构建是否良好。各响应曲面模型的回归分析结果如表 3 所示。根据表 2—3，检验响应曲面模型的适合性：① y_1 与 y_2 响应曲面的拟合度分别为 92.25%和 90.28%，拟合度高且与各 $R\text{-}S_q(\text{调整})$ 值接近，表明所构建的响应曲面模型能够达到较高的拟合度；②计算 F 分布临界值 $F_{0.05}(3,5)=5.41$ ， y_1 与 y_2 响应回归模型中的 F 值为 83.28 和 27.87，均大于临界值， P 值均小于 0.05，说明回归模型显著性明显；③ $R\text{-}S_q(\text{预测})$ 表示模型对新观测值响应的预测优度，其值越大，模型的预测能力越强，表 3 中两响应回归模型的 $R\text{-}S_q(\text{预测})$ 达到 82.75% 和 76.73%，说明模型没有过度拟合，模型的预测能力良好；④如图 1—2 的残差概率图中，标绘点近似服从拟合分布线，Anderson-Darling 检验的 P 值大于 0.10，说明模型构建良好。因此，可综合判定模型构建良好。

表 3 回归分析
Tab.3 Regression analysis

	y_1					y_2				
	DOF	SS	MS	F	P	DOF	SS	MS	F	P
Regression	1	0.062	0.062	83.28	0.000	2	0.201	0.100	27.87	0.001
Residual error	7	0.005	0.001			6	0.022	0.004		
Total	8	0.067				8	0.222			

注：SS 代表组间平方和（回归）及组间平方和（残差误差）；MS 代表平方和除以自由度所得均方。

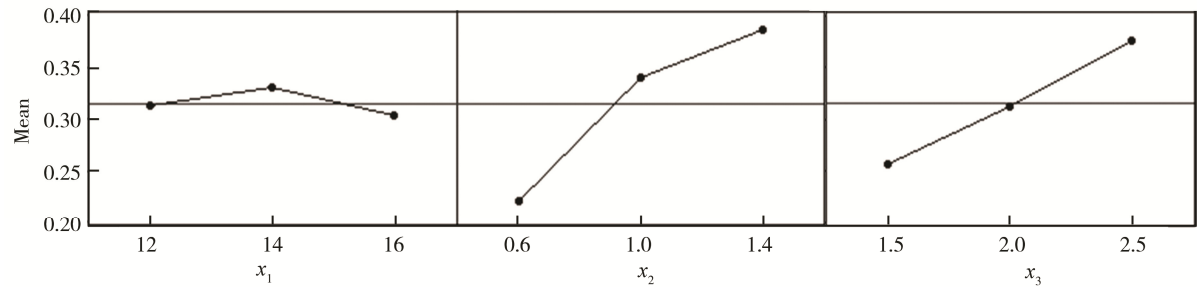


图 3 y_1 的主效应图
Fig.3 Main effect diagram of y_1

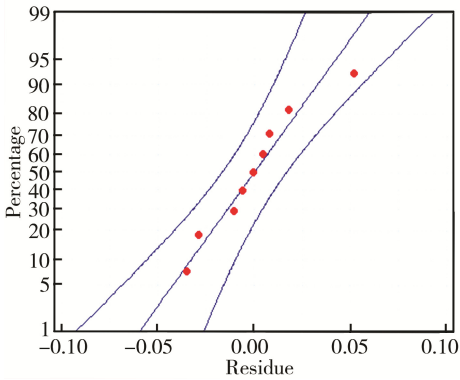


图 1 y_1 的残差概率
Fig.1 Residual error probability graph of y_1

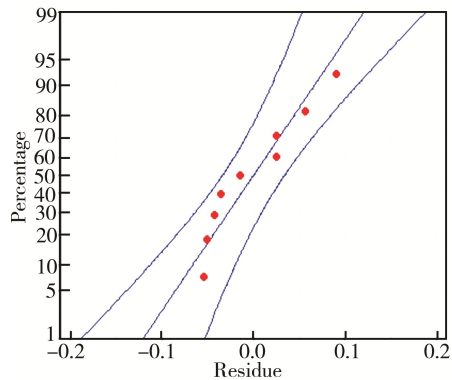


图 2 y_2 的残差概率
Fig.2 Residual error probability graph of y_2

2.3 利用各响应的主效应给出响应曲面模型的意义解释

响应变量 y_1 的主效应图如图 3 所示，因子 x_2 与 x_3 对响应变量 y_1 的影响显著，而 x_1 对响应变量 y_1 的影响不显著。为使响应变量 y_1 取值小， x_2 与 x_3 均取低水平值。

响应变量 y_2 的主效应图如图 4 所示, 因子 x_1 与 x_2 对响应变量 y_2 的影响显著, 而 x_3 对响应变量 y_2 的

影响相对不显著。为使响应变量 y_2 取值小, x_1 取高水平值, x_2 取低水平值。

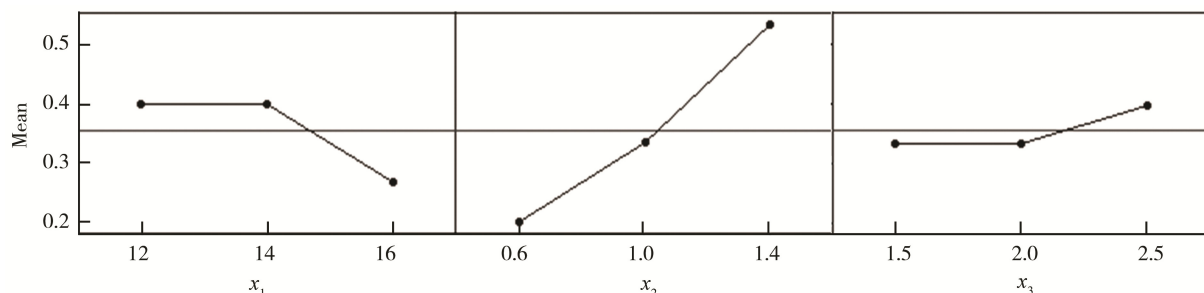


图 4 y_2 的主效应图

Fig.4 Main effect diagram of y_2

根据两响应曲面模型, 给出各响应与因子的等值线图 (如图 5—6 所示), 分析等值线图, 得出: ①响应变量 y_1 与 y_2 均为望小特性, x_1 取高水平值, x_2 与 x_3 均取低水平值, 与主效应图结论一致; ②在试验数据水平范围内, 不存在多个极小值; ③试验数据水平范围内的极小值不是全局的最小值, 应找出局域极小值, 再在该点附近增加试验。

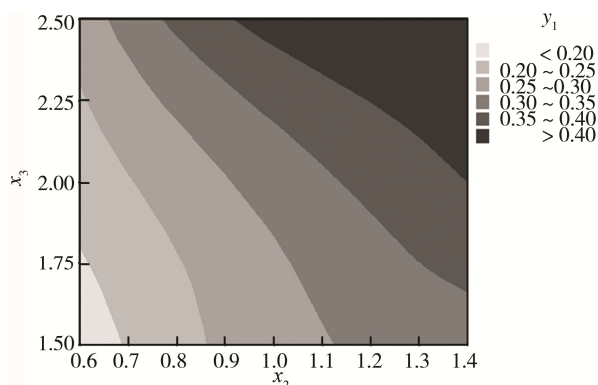


图 5 y_1 与 x_2 、 x_3 的等值线

Fig.5 Straight-line diagram between y_1 with x_2 and x_3

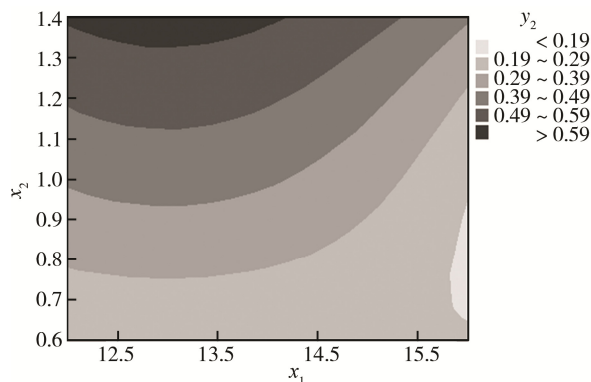


图 6 y_2 与 x_1 、 x_2 的等值线

Fig.6 Straight-line diagram between y_2 with x_1 and x_2

2.4 计算预测能力指数

预测能力指数用 r 表示, r_j 表示第 j 个响应的预

测能力指数, 计算公式为:

$$r_j = \frac{R_j^2}{\sum_{i=1}^p R_i^2} \quad (1)$$

式中: R^2 是回归方程的预测拟合度。

表 2 中, 响应 y_1 和 y_2 的响应曲面模型的 $R\text{-Sq}(\text{预测})$ 为 82.75% 和 76.73%, 根据公式 (1) 计算各响应的预测能力指数为: $r_1 = 82.75\% / (82.75\% + 76.73\%) = 0.52$, $r_2 = 76.73\% / (72.75\% + 76.73\%) = 0.48$ 。

2.5 综合回归模型

将预测能力指数 r_j 作为权重计算综合回归模型 Y 。将 r_1 和 r_2 分别作为 y_1 和 y_2 响应曲面模型的权值, 计算得到综合回归模型 Y :

$$Y = 0.21436 - 0.01584x_1x_2 + 0.20976x_2x_3 + 0.05512x_2x_3 \quad (2)$$

2.6 搜索最优参数组合

利用有约束最小化函数在区间范围内搜索最优参数组合。有约束最小化函数 fmincon 的局限性是搜索结果为局部极小点, 但在 2.3 的等值线分析中得到: 在试验数据水平范围内, 不存在多个极小值, 因此利用该函数的优化结果为优化范围内的最优点。

利用 Matlab 中有约束最小化函数 fmincon 在实验数据范围内搜索最小点组合, 初始点 $(x_1, x_2, x_3) = (14, 1, 2)$, 区间范围为 $[12, 16]$ 、 $[0.6, 1.4]$ 、 $[1.5, 2.5]$ 。寻优优化结果为金刚石含量 $x_1 = 16 \text{ g/L}$, 阴极电流密度 $x_2 = 0.6 \text{ A/dm}^2$, 沉积时间 $x_3 = 1.5 \text{ h}$ 。

2.7 参数改进

根据 2.3 分析, 可在金刚石含量 x_1 大于 16 g/L , 阴极电流密度 x_2 小于 0.6 A/dm^2 , 沉积时间 x_3 小于 1.5 h 的范围内进一步进行智能参数优化设计, 以寻求全局的最优值。

3 结论

1) 通过回归分析、响应的残差控制图、主效应图和等值线图的分析, 响应曲面法是一种能够有效地构建因子与响应间的非线性模型。

2) 考虑响应预测能力指数, 多响应参数优化模型加权得到综合回归模型, 可将多响应参数优化转换为单响应参数优化, 优先优化预测能力强的响应。

3) 利用有约束最小化函数法在区间范围内搜索综合回归模型的最优参数组合: 金刚石含量为 16 g/L, 阴极电流密度为 0.6 A/dm², 沉积时间为 1.5 h。基于分析和结论, 给出参数进一步改进的方向: 金刚石含量 x_1 大于 16 g/L, 阴极电流密度 x_2 小于 0.6 A/dm², 沉积时间 x_3 小于 1.5 h。

4) 将质量工具、质量改进方法及统计分析方法等运用到材料制备工艺中, 通过理论应用与分析, 能够减少试验设计的盲目性, 提高最优工艺参数选择的有效性及其达到其全局最优的可能性。因此, 在该领域的产品制备工艺参数优化中, 可综合运用质量改进工具和分析技术提高产品品质。

参考文献:

- [1] 何湘柱, 王永秀, 孙铤. 镍-金刚石复合镀工艺条件的优化[J]. 材料保护, 2012, 45(3): 37—40.
HE Xiang-zhu, WANG Yong-xiu, SUN Xin. Optimization of Processing Conditions for Nickel-Diamond Composite Coating Electroplating[J]. Materials Protection, 2012, 45(3): 37—40.
- [2] 方莉俐, 张洋, 刘士国. 电铸超薄金刚石刀具的研制及应用[J]. 人工晶体学报, 2011, 40(3): 610—615.
FANG Li-li, ZHANG Yang, LIU Shi-guo. Fabrication and Application of Diamond Super-thin Cutting Blade by Electrotyping Method[J]. Journal of Synthetic Crystals, 2011, 40(3): 610—615.
- [3] GAURI S K, PAL S. The Principal Component Analysis (PCA)-based Approaches for Multi-response Optimization: Some Areas of Concerns[J]. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2014, 70: 1875—1887.
- [4] SALMASNIA A, BASHIRI M. A New Desirability Function-based Method for Correlated Multiple Response Optimization[J]. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2015, 76: 1047—1062.
- [5] 张流洋, 马义中, 汪建均, 等. 考虑协变量的相关多响应稳健优化设计[J]. 系统工程, 2015, 33(2): 126—133.
ZHANG Liu-yang, MA Yi-zhong, WANG Jian-jun, et al. Correlated Multi-response Robust Design and Optimization with Considering Covariates [J]. Systems Engineering, 2015, 33(2): 126—133.
- [6] 汪建均, 马义中, 翟云焕. 相关多质量特性的优化设计[J]. 管理工程学报, 2011, 25(2): 66—73.
WANG Jian-jun, MA Yi-zhong, ZHAI Yun-huan. Optimization Design of Correlated Multiple Quality Characteristics[J]. Journal of Industrial Engineering and Engineering Management, 2011, 25(2): 66—73.
- [7] 田亮, 刘芳, 刘鑫屏, 等. 高速率变负荷模式下火电机组协调控制系统参数优化[J]. 系统仿真学报, 2015, 27(7): 1532—1540.
TIAN Liang, LIU Fang, LIU Xin-ping, et al. Parameter Optimization on Coordinated Control System of Thermal Power Units in High Rate Variable Load Operation Mode[J]. Journal of System Simulation, 2015, 27(7): 1532—1540.
- [8] 刘长良, 马增辉. Smith 预估模型参数仿真分析及多目标优化[J]. 系统仿真学报, 2014, 26(8): 1706 — 1712 .
LIU Chang-liang, MA Zeng-hui. Simulation Analysis and Multi-objective Optimization of Smith-Predictor Parameters Tuning[J]. Journal of System Simulation, 2014, 26(8): 1706 — 1712.
- [9] BOX G E P, WILSON K B. On the Experimental Attainment of Optimum Conditions[J]. Journal of the Royal Statistical Society, 1951, 13(1): 1—45.
- [10] NATARAJAN U, PERIYANAN P R, YANG S H. Multiple-response Optimization for Micro-endmilling Process Using Response Surface Methodology[J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2011(56): 177—185.
- [11] ASILTURK İ, NESELI S. Multi Response Optimisation of CNC Turning Parameters Via Taguchi Method—Based Response Surface Analysis[J]. Measurement, 2012, 45(4): 785—794.
- [12] PRADHAN M K. Estimating the Effect of Process Parameters on Surface Integrity of EDMED AISI D2 Tool Steel by Response Surface Methodology Coupled with Grey Relational Analysis[J]. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2013, 67: 2051—2062.
- [13] KUMAR A, KUMAR V, KUMAR J. Multiple-response Optimization of Process Parameters Based on Response Surface Methodology for Pure Titanium Using WEDM Process[J]. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2013, 68: 2645—2668.
- [14] KUMAR V, SHARMAR H K, SINGH K, et al. Optimization of Process Parameters for the Production of Taro Chips Using RSM with Fuzzy Modeling[J]. Food Measure, 2015, 9: 400—413.
- [15] 方莉俐. 大面积自支撑金刚石-金属复合膜的电铸研究及其应用[D]. 郑州: 郑州大学, 2006.
FANG Li-li. Electrotyping Research and Application of Large Area Free-standing Diamond-Metal Composite Membrane[D]. Zhengzhou: Zhengzhou University, 2006.