

不同基体真空蒸镀铝膜的附着力研究

张继东¹, 李才巨², 朱心昆², 穆静静², 李刚²

(1. 贵州省理化测试中心, 贵州 贵阳 550002; 2. 昆明理工大学 材料与冶金工程学院, 云南 昆明 650093)

摘要: 采用电阻加热式真空蒸镀法在玻璃、H13 钢、塑料和纯铜基体上镀制铝膜, 并对其附着力进行了测试和分析. 结果表明: 铝膜对基体的附着力随蒸镀时间的延长而增加, 二者基本上呈线性关系; 在相同镀制工艺条件下, 铝膜对玻璃、H13 钢、纯铜和塑料基体的附着力依次增强; 在 50 ~ 350℃ 之间退火后, 铝膜对纯铜基体的附着力高于退火前, 且随退火温度的升高而增大.

关键词: 真空蒸镀; 铝膜; 附着力; 退火

中图分类号: TN305.8 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007-855X(2006)06-0025-03

Study on the Adhesive Power of Aluminum Film on Different Substrate Prepared by Vacuum Evaporation

ZHANG Ji-dong¹, LI Cai-ju², ZHU Xin-kun², MU Jing-jing², LI Gang²

(1. Physics and Chemistry Testing Center of Guizhou Province, Guiyang 550002, China; 2. Faculty of Materials and Metallurgical Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China)

Abstract: Aluminum film is produced on glass, H13 steel, plastic and pure Cu substrate by resistance heating vacuum evaporation, and the adhesive power of aluminum film is determined and analyzed. The result shows: the adhesive power of aluminum film on substrate increases with the growth of vacuum evaporation time, which appears linear relation, is lowest on glass substrate and is highest on plastic substrate among four different substrates at the same process condition. After annealing at 50 ~ 350℃, the adhesive power of aluminum film on pure Cu substrate is higher than that before annealing, and increases with the increase of annealing temperature.

Key words: vacuum evaporation; aluminum film; adhesive power; annealing

0 引言

真空镀膜技术是一种发展迅速,应用广泛的表面成膜技术,它不仅可以用来制备各种特殊力学性能(如超硬、高耐蚀、耐热和抗氧化等)的薄膜涂层,而且还可用来制备各种功能薄膜材料和装饰薄膜涂层等^[1]. 真空蒸镀(简称蒸镀)是真空镀膜技术中的一种,是把待镀膜的基体或工件置于高真空室内,通过加热使蒸发材料汽化(或升华),以原子、分子或原子团离开熔体表面,凝聚在具有一定温度的基片或工件表面,并冷凝成薄膜的过程^[2]. 电阻加热式蒸发镀是真空镀中最早应用于工业生产的一种方法,工艺成熟,设备较完善,低熔点金属蒸发效率高,可用于制备介质膜、电阻、电容等,在光学、微电子学、磁学、装饰、防腐蚀等多方面得到广泛的应用^[3]. 目前已被广泛应用于耐酸、耐蚀、耐热、表面硬化、装饰、润滑、光电通讯、电子集成、能源等领域^[2, 4, 5]. 但是,镀层和基体的结合力较差,工艺重复性不好,高熔点物质和低蒸气压物质的镀膜很难制作,如铂、钨等金属^[6]. 薄膜的机械强度、抗腐蚀和耐磨等力学性质以及接触电阻和噪声等电学性质都与附着力有密切关系. 论文采用电阻加热真空蒸镀方法在不同基体上制备铝膜,对其附着力进行了较系统地研究分析.

1 实验材料与方法

实验所用原料铝为一号高纯铝(质量百分数 = 99.9%, 含有微量杂质: 镁、硅、铁、铜等); 蒸发源为高

收稿日期: 2005-11-10.

第一作者简介: 张继东(1960~), 男. 主要研究方向: 理化测试. E-mail: lcj98@hotmail.com

纯度钨绞丝: $\phi 1.0\text{mm} \times \phi 9.0\text{mm} \times 2$, 长 100 mm; 基体为普通 4 mm 玻璃、H13 钢、塑料和纯铜块; 铝膜镀制在 GZD310C 型高真空镀膜机上进行; 采用箱式电阻炉对铜基体上的铝膜在 50 ~ 350℃ 温度下进行退火, 退火过程中采用氩气保护, 保温时间为 30 min.

基体材料先用 1 μm 的研磨抛光膏抛光到镜面光, 用水冲洗后, 立即放在丙酮中超声清洗 15 min, 然后在无水乙醇中煮沸 5 min (脱水). 镀前, 所有的基体夹具和蒸发源均需事先脱脂. 原料铝首先放在丙酮中超声清洗 30 min, 然后在无水乙醇中煮沸 5 min (脱水). 真空蒸镀前, 先打开高真空镀膜机中的碘钨灯烘烤源烘烤基体 15 min.

铝膜附着力测定采用如图 1 所示自制的垂直拉力装置. 先将粘结铝柱用双面粘结剂粘在膜上, 再把带膜基体固定在夹具上, 然后将垂直牵引施重瓶轻挂于铝柱上, 然后通过缓冲棒往施重瓶中缓慢添加蒸馏水, 直到膜脱落. 测定脱落膜层面积和导致膜脱落的重物的重量, 计算膜的附着力. 每组取 3 个样品, 测量后取其平均值.

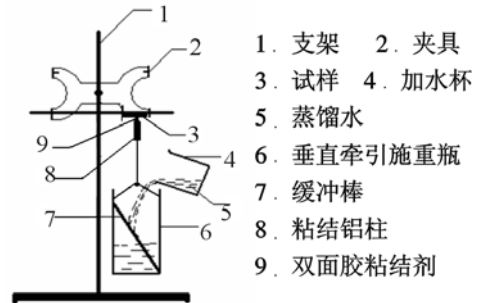


图1 附着力测定装置示意图

Fig.1 Sketch diagram of the device to determine adhesive power

2 实验结果与分析

2.1 蒸镀时间和基体对附着力的影响

不同基体上真空蒸镀铝膜的附着力随蒸镀时间的变化情况如图 2 所示. 从图中可以看出, 随着真空蒸镀时间的延长, 铝膜在 4 种基体上的平均附着力均表现出近线性增加趋势. 真空蒸镀时, 薄膜的生长形式可以归结为岛状模式 (亦称三维成核生长模式)、层状模式和层岛复合模式 3 种^[7, 8]. 在绝缘体、卤化物晶体、石墨、云母基体上沉积金属时, 大多数为岛状生长模式; 而在金属基体上沉积金属膜、半导体基体上沉积金属膜时多为层岛复合生长模式^[7]. 因此, 铝膜在玻璃和塑料基体上沉积属于岛状生长模式, 而铝膜在 H13 钢和纯铜基体上的沉积则为层岛复合生长模式, 两者均包含岛状生长机制, 只是后者还复合了层状生长模式而变得更为复杂. 铝粒子以很高的速度撞击到基体上, 其成膜过程都经历了 4 个阶段: ①形成稳定的三维晶核; ②形核达到一定数量后, 晶核的数量不再明显增加, 而是晶核尺寸的长大并形成具有小晶粒的层状岛; ③晶核长大的岛不断合并, 进而形成网膜; ④网膜厚度增加, 沟道被填充, 最终形成连续的薄膜^[9]. 随着蒸镀时间的延长, 蒸发出来的铝粒子越多, 铝膜形成的 4 个过程越完善, 与基体的附着力越大, 表现出近线性关系. 另外, 随着蒸镀时间的延长, 镀膜机真空室内的温度逐渐上升, 基体由于受到蒸发粒子的不断轰击, 温度也不断升高, 有利于铝原子在基体表层的扩散, 从而提高镀层的附着力.

从图 2 还可知, 铝膜在 3 种不同的基体材料上的附着力不同, 在塑料基体上的附着力最大, 其次是在 H13 钢基体上的附着力, 而在玻璃基体上的附着力最小. 薄膜附着可分为简单附着、扩散附着、通过中间层附着和宏观效应附着 4 种类型^[10]. 铝膜和玻璃基体是两个不相似或不相容的表面, 二者之间存在一个清楚的分界面, 是由两个接触面相互吸引形成的, 因此铝膜在玻璃基体上的附着就是简单附着, 附着力最小, 薄膜比较容易脱落^[10]. 铝膜和 H13 钢基体及纯铜基体均属于金属材料, 在二者之间通过原子的互相扩散或溶解形成一个渐变的界面, 增大了薄膜与基体间接触的真实面积, 因此铝膜的附着力大于其在玻璃基体上的附着力. 至于铝膜在纯铜基体上的附着力大于其在 H13 钢基体上的附着力, 主要是因为 Al 和 Cu 具有相同的面心立方结构, Al 通过扩散溶于 Cu 中后可以获得更大的结合力所致. 塑料基体表面比较粗糙, 有各种微孔或微裂缝, 在薄膜形成过程中, 入射到基体表面上的气相原子便进入到粗糙表面的各种缺陷、微孔或裂缝中形成宏观机械锁合, 也就是宏观效应附着, 提高了铝膜的附着性能, 有最大的附着力.

2.2 退火对附着力的影响

经 45 s 真空蒸镀后, 铝膜在纯铜基体上的平均附着力为 0.539 N/mm². 纯铜基体上的铝膜在氩气保护下退火后, 其附着力随退火温度的变化情况如图 3 所示. 从图 3 可以看出, 退火后, 铝膜与基体间的附着力比退火前都增大了, 且随着退火温度的升高而增大. 在 50 ~ 150℃ 之间, 附着力增大趋势并不明显, 而 150℃ 以后, 附着力增

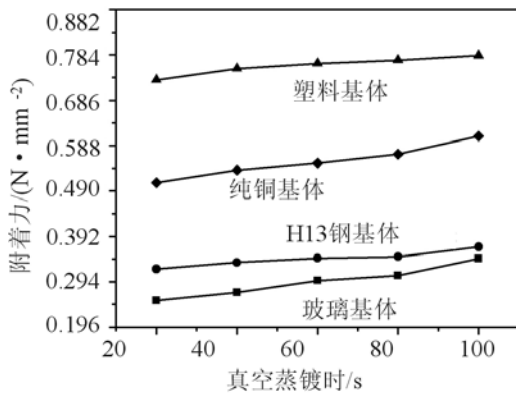


图2 铝膜附着力随真空蒸镀时间的变化情况

Fig.2 Changes of adhesive power of aluminum film along with vacuum evaporation time

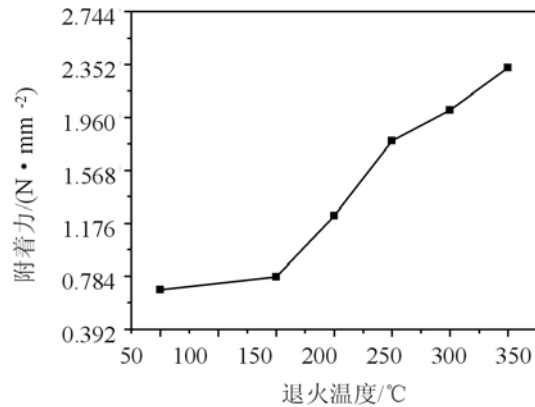


图3 纯铜基体上铝膜退火后附着力随退火时间变化情况

Fig.3 Changes of adhesive power of aluminum film on pure Cu substrate along with the annealing temperature

大趋势非常显著.这是由于退火温度较低时,原子扩散不明显,退火主要导致了薄膜中结构的松弛和应力的释放.这一过程的结构松弛可能导致膜界面和晶体取向的改善,附着力稍稍提高.而随着退火温度的进一步升高,薄膜中的应力趋于减小,原子的扩散能力大大增强,界面粗糙度随着退火温度增加也增加^[11],从而增强了薄膜与基体间的结合,使附着力大大提高.由Cu-Al二元相图可知,只有当Cu中的Al含量大于9%时,合金中才会产生新相,而仅通过30 min低温退火使Al含量超过9%的可能性不大,故铜基体和铝膜之间在退火过程中产生新相强化的可能性不大.但Cu和Al原子的相互扩散产生的固溶强化作用可以增强铝膜的附着力,且随着退火温度的升高,固溶度增大,固溶强化作用增强,附着力也随之增强.另外,随着退火温度的升高,铝膜中开始发生再结晶,且再结晶程度逐渐增大,从而降低膜层的内应力,增加膜层的物理结合和化学吸附,提高了膜层的附着力^[12].

3 结论

- 1) 真空铝膜对基体的附着力随真空蒸镀时间的延长而增加,二者基本上呈线性关系;
- 2) 在相同镀制工艺条件下,铝膜对玻璃、H13钢、纯铜和塑料基体的附着力依次增强;
- 3) 在50~350℃退火后,铝膜对纯铜基体的附着力高于退火前,且随退火温度的升高而增大.

参考文献:

- [1] 褚良银,陈文梅.膜技术与可持续发展[J].膜科学与技术,2003,23(6):49-53.
- [2] 邱英浩,曹晓明.真空镀膜技术的现状及进展[J].天津冶金,2004,5:45-48
- [3] 胡传忻.表面处理手册[M].北京:北京工业大学出版社,2004.
- [4] 林杰,亚振国,丁国,等.真空蒸发镀膜技术的应用[J].煤矿机械,2000,2:24-25.
- [5] 钱苗根,姚寿山,张少宇.现代表面技术[M].北京:机械工业出版社,1999.
- [6] 表面处理工艺手册编审委员会.表面处理工艺手册[M].上海:上海科学技术出版社,1991.
- [7] 谭昌瑶,王均石.实用表面工程技术[M].北京:新时代出版社,1998.
- [8] 曾晓雁,吴懿平.表面工程学[M].北京:机械工业出版社,2003.
- [9] 邱平善,黄渭馨,刘小池,等.玻璃基体上NiTi薄膜的制备及特性[J].哈尔滨理工大学学报,1997,15(2):24-31.
- [10] 张继世,刘江.金属表面工艺[M].北京:机械工业出版社,1995.
- [11] 徐林,柴春林,罗光明,等.真空退火对Ni₈₀Fe₂₀/Cu多层膜微结构的影响[C]//第十届全国磁学和磁性材料会议论文集,1999:137-139.
- [12] 潘永强,卢进军,万菁昱.光学塑料真空镀膜附着力机理与工艺研究[J].应用光学,2003,24(3):32-34.