

铝—镁合金膜的制备及性质、结构的研究

李懋廉 王洪琴 贾淑芝 申明阳

摘要: 本文详细叙述铝—镁合金膜的蒸发工艺, 介绍观察和测定合金膜成份、结构和机械性能的方法和实测结果。由实测得出铝—2% 镁合金膜的机械性能优于纯铝膜(抗噪声破坏能力, 铝膜是131db, 铝—2% 镁合金膜是137db。当频率为50—150Hz时, 可承受的振动峰值加速度, 铝膜为5g, 铝—2% 镁合金膜是7g)。分析膜的成分和结构得知, 原因在于铝—2% 镁合金膜是 α 相的固溶体和 α 相的过饱和固溶体结构。

一、问题的提出

利用铝膜透过极紫外和软X光而抑制红外、可见及紫外区辐射的特性制作极紫外和软X光滤光片美国早已研制成功^[1-3]。软X光滤光片在空间探测和高温等离子体诊断中被广泛应用。在空间探测中, 须承受发射时的恶劣环境, 对其力学性能要求较高, 如抗噪声破坏能力, 须达137db, 对50~150Hz振动, 可承受的峰值加速度达7g。用铝膜很难达到上述要求。为此制备了软X光铝合金膜滤光片并研究其力学性质和结构。

二、合金膜材料的选择

合金的强度和硬度一般高于组成该合金的金属组元, 各组元的比例可在很大范围内变化, 由此可调节合金的性能使其满足各种要求。铝为面心立方晶格金属, 塑性很高但机械性能却很差, 抗拉强度极限仅为8~10kg/mm²。而铝合金抗拉强度却高达70kg/mm²。

金属薄膜软X波段滤光片除机械性能外, 还须有一定的光学性能。物质对软X射线的吸收等于组成该物质各元素的吸收的总和。各种元素对X射线的吸收随元素原子序数Z增加而迅速增加。因此要使滤光片对软X射线有高透过, 应在合金膜中选取原子序数尽可能小的元素作为组元。由元素周期表, 原子序数比铝小的金属元素只有镁、钠、铍和锂。钠化学性能活泼, 稳定性不好。铍有剧毒, 对人体健康有害。

铝—镁合金具有较高的强度、足够高的塑性和化学稳定性以及高的抗振动强度。同时铝—镁合金在工业上已广泛使用, 对其性能结构已有较深了解。因此选择铝—镁合金是比较合适的。

三、铝合金膜的蒸镀

铝合金膜的蒸发在技术上比较困难, 很难控制合金膜的成份。钨螺旋管加热是最简单的

方法，但需要较高的技巧。对铝-2%镁合金，镁的含量可控制在1~5%之间。

为了更好地控制合金膜的成份，采用闪烁（刹那）蒸发方法。图1是此方法使用装置的原理图，其机械结构示意图如图2所示。直径为1~2mm的合金丝或厚度为0.2~0.5mm的合金带，从卷轮N通过一对滚轮W和管嘴P馈入蒸发源，滚轮W从真空室外面用一可变速直流马达M通过一旋转轴驱动。马达旋转合金丝以一定速度馈入蒸发源。调节直流马达转速可得到不同的送料速度。

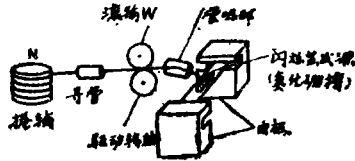


图1 闪烁（刹那）蒸发装置原理示意图

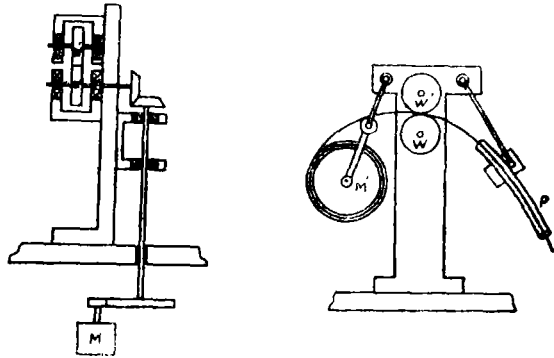


图2 闪烁（刹那）蒸发装置机械结构示意图

蒸发时首先将蒸发源加热到蒸发温度，启动供给器使合金丝或带馈入蒸发源。当供给速率合适时，由于蒸发源已加热到合金材料的蒸发温度，蒸发源马上将馈入合金熔化并立刻蒸发。当后面的材料尚未进入蒸发源之前，原来材料统统被蒸发干净，都一起淀积在基底上。只要合金丝（或带）供给速率合适和保持稳定，用这种方法蒸发的合金膜其成份接近原合金的成份。这就是闪烁（或称“刹那”）蒸发的特点。

使用的蒸发源是掺二硼化钛的氮化硼条状蒸发源。添加二硼化钛是为了提供足够高的电导率，以便作为电阻加热线。铝在高温下易与难熔金属形成合金，与高温氧化物起化学反应。曾经用钨、钼、钽、氧化锆、氧化硅等材料作蒸发源，结果都不行。而这种材料在铝合金蒸发温度下不与它起反应或合金化。因此适合作铝的蒸发源。

条状蒸发源存在如下缺点，当蒸发源中心达蒸发温度时，条的两端基本上处于相差不太多的温度。这样容易使铝爬向两端，同时蒸发源夹具也容易发热。既容易产生对膜层的沾污，又会损失大量热能，对合金膜的蒸发极为不利。我们对蒸发源及其夹具的结构进行了研究和改进，采用如图3、图5所示两种形式的蒸发源和图4所示活动夹具和水冷电极。

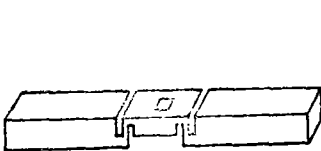


图3 氮化硼蒸发源

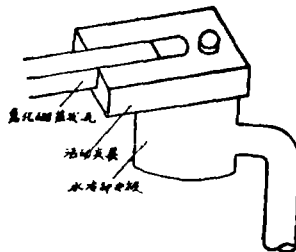


图4 装有氮化硼蒸发源和活动夹具的水冷却电极

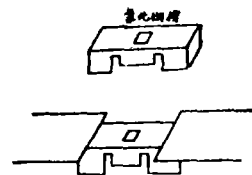


图5 由氮化硼槽和钼片一起所组成的蒸发源

图 3 所示是全部用氮化硼材料作成的蒸发源，蒸发源中心根据合金材料形状不同（丝或片）分别挖出一圆孔或长方孔。以限制蒸发物集中在条的中心和直接朝上蒸发。为了使热量集中于蒸发孔部分，一方面将蒸发孔下面厚度变薄，另一方面在条的上、下部孔的两侧对称的各挖一深槽，使靠近孔部分电阻加大。另外，为了防止加热电极和蒸发源两端温度过热，采用水冷电极。因为氮化硼热膨胀系数较大而且性脆，用普通固紧夹具，会使氮化硼蒸发源因受热膨胀变形受力而产生破裂，因此使用如图 4 所示的活动夹具。夹具中间开一凹槽，槽的宽度比氮化硼蒸发源的宽度稍大，将蒸发源两端嵌在其中稍有点活动余量，为了使电接触良好中间垫以石墨纸。这样就可保证良好的电接触和避免因热膨胀而使蒸发源损坏。对这样的源在 0.8~1.2kW 的功率（电压 20V、电流 40~60A）下温度约为 1600~1800℃。

另一种蒸发源如图 5 所示。将氮化硼做成图 5 (a) 所示的坩埚后两端涂以金水（陶瓷上绘制金色花纹用的）在高温下锻烧，使其两端形成一层薄的黄金接触导电层，然后将钽片焊在其上就形成图 5 (b) 所示的蒸发源，这种源消耗的功率小（电压 20V、电流约 30A，功率约 600W），但其制造技术比较复杂。

四、铝—镁合金膜的成份分析

我们曾使用过的分析方法有二：一种是光谱分析法^[4]。因薄膜厚度极薄，激发产生的谱线强度太低，对其中含量低的成份很难分析。为此设计了一个连续扫描的激发装置。它能在大面积的合金薄膜上连续扫描激发，使产生的谱线在光谱底板上得到积累的强度，这样就可分析低成份的元素的含量。

第二种方法是等离子体光谱分析法。首先用溶剂将合金膜溶解下来形成溶液，然后溶液通过一离子发生器，将合金膜中各组分元素激发产生等离子体，根据等离子体所产生的谱线，就可分析出其中每一组分元素的含量。

经分析我们发现铝—2% 镁合金用闪烁蒸发淀积的薄膜，其中镁含量为 2—3.5%。

五、铝—镁合金膜的结构

合金的强度和硬度较高取决于其内部组织及合金的相结构。合金中相结构大致可分为固溶体和化合物两大基本类型。固溶体又可分成置换固溶体与间隙式固溶体两种。铝—镁合金为置换固溶体。固溶体的强度和硬度随固溶体中溶质元素浓度增大而加大，这是因为随着固溶体中第二种元素的溶入及浓度的增加，晶格畸变加大，使变形时位错移动困难，因而提高了合金的强度。溶质元素使固溶体强度和硬度升高的现象称为固溶强化。固溶强化是提高材料机械性能的重要途径之一。

铝—镁合金状态图如图 6 所示。从图可以看出，共晶温度时，铝在镁中的溶解度可达约 17.4%，随着温度的下降镁的溶解度逐渐减少，在室温时约等于 1.4%。当镁含量小于 1.4% 时，合金冷凝到室温全部为 α 相，超过 1.4% 时合金急速冷却到室温时仍然全部为 α 相，而当缓慢地冷凝到室温时则为 α 相和 β 相的混合物。 α 相为镁在铝中的固溶体，仍为面心结构。 β 相是具有密排六方点阵的金属间化合物，其化学式为 Mg_5Al_8 。

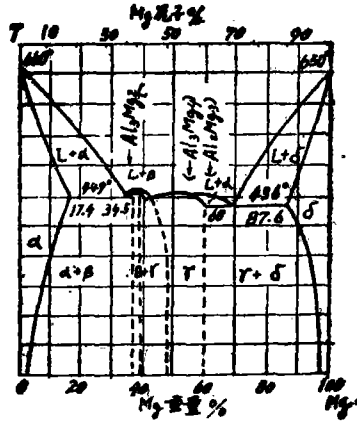


图6 Al—Mg状态图

上述有关铝—镁合金的相结构都是对大块材料而言。真空蒸发薄膜的相结构如何尚不得而知。因而我们用电子显微镜对铝—镁合金膜的结构进行了初步的研究工作。

1. 表面形态

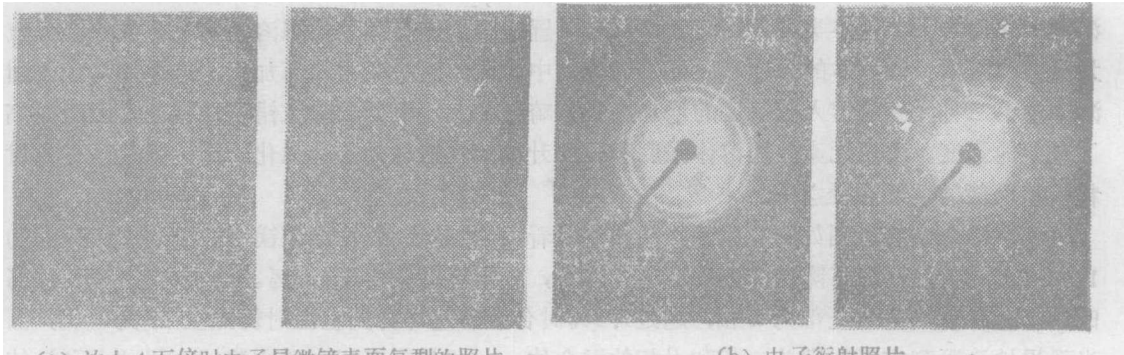
电镀样品采用碳—铂一级复型。观察是在日本H—500型电镜下进行的。铝膜和铝—镁合金膜的照片如图7(a)所示。从照片可以看出在相同的放大倍数下(4万倍)铝—镁合金膜具有比铝膜光滑得多的表面形态,亦即合金膜的颗粒度比铝膜要小得多。

根据金属学的知识,金属的晶粒愈细机械强度愈高,从铝—镁合金膜的颗粒度比铝膜小得多可以说明为什么它具有比铝膜好的机械性能。

2. 电子衍射

用日本JEM—200C型电镜对纯铝膜和铝—镁合金膜进行了电子衍射分析。所拍摄的电子衍射照片如图7(b)所示。从衍射图可以看出它们的衍射图形相似,都是面心立方结构的多晶衍射图形,没有看到密排六方晶格的衍射图。从上述合金膜的成分分析确知,合金膜中肯定含有镁的成份,而镁和铝—镁合金的 β 相(Mg_5Al_8)都是密排六方晶格结构。因而可以得出结论铝—2%镁合金膜都是 α 相的固溶体或过饱和固溶体,而看不见有镁或铝—镁合金 β 相的存在。

铝膜 铝—2%镁合金膜



(a) 放大4万倍时的电子显微镜表面复型的照片 (b) 电子衍射照片

图7 铝和铝—镁合金膜表面形态和电子衍射照片

六、抗恶劣环境破坏能力

1. 抗噪声破坏能力

将纯铝膜和铝—2%镁膜滤光片进行噪声破坏实验（实验装置方框图如图8所示）。频率在100到10000Hz范围，时间2分钟，噪声功率由128db增加到137db。结果发现噪声功率在131db时两种膜都完好无损。功率增加到134db时铝膜滤光片有的产生针孔，有的针孔增大（针孔透过率大于 $10^{-7}/\text{cm}^2$ ）而铝—2%镁合金膜则完好无损，增加到137db时铝膜开始有微小破裂而合金膜多数（70%以上）针孔透过率仍小于 $10^{-7}/\text{cm}^2$ 。

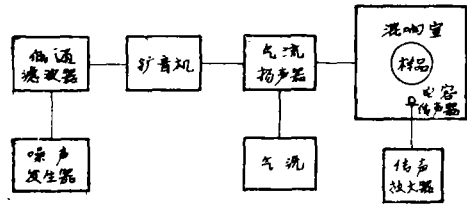


图8 音响试验（抗噪声破坏）装置

2. 抗振动破坏能力

振动破坏实验条件是

| | | | |
|-----------|-------|--------|----------|
| 频率 Hz: | 15~50 | 50~150 | 150~2000 |
| 振级: | 1 mm | 7 g | 10 g |
| 扫描时间: min | 7 | 5 | 3 |

试验后，纯铝膜未破裂，但针孔扩大或增多，针孔透过率大于 $10^{-7}/\text{cm}^2$ 。铝—2%镁合金膜不仅不破裂，而且绝大多数样品（80%以上）针孔透过率仍保持小于 $10^{-7}/\text{cm}^2$ 。对50—50Hz的振动当振级降至5g时铝膜亦完好无损。

13. 针孔透过率

针孔透过率的测量装置如图9所示。

铝—2%镁合金膜的针孔透过率多数为 $10^{-7}/\text{cm}^2$ ，部分为 $10^{-8}/\text{cm}^2$ ，极少数甚至达 $10^{-9}/\text{cm}^2$ 。

纯铝膜的针孔透过率一般为 $10^{-6}/\text{cm}^2$ ，少数达 $10^{-7}/\text{cm}^2$ 。

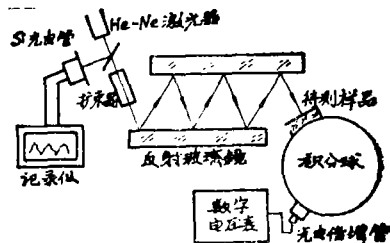


图9 超低（针孔）透过率测量装置

七、结 束 语

通过上述试验证明,铝—2%镁合金膜的机械性能无论是抗噪声破坏能力(铝膜为131db,铝—2%镁合金膜为137db)和抗振动破坏能力(当频率为50~150Hz时,铝—2%镁合金膜为7g,铝膜为5g)或针孔透过率(铝—2%镁合金膜小于 $10^{-7}/\text{cm}^2$,铝膜为 $10^{-6}/\text{cm}^2$)都比纯铝膜要好得多。从放大后的电子显微镜的表面形态照片可见合金膜颗粒度小,电子衍射图中只有面心立方结构而无密排六方结构的事实说明铝—2%镁膜是 α 相的固溶体或过饱和固溶体的相结构。

郭宝金、卢春光、于振恒、孙立彦等同志参加了薄膜的制备工作,郭永廉、初真林、顾正鸿同志负责薄膜成份分析,崔敦杰、任健伟同志负责针孔透过率的测量工作,在此一并表示谢意。

参 考 文 献

- [1] W.R.Hunter, The Preparation and Use of Unbacked Metal Films as Filter in the Extreme Ultraviolet, Physics of Thin Films, Academic Press, New York and London, 1973, 7, 43—111.
- [2] W.R.Hunter and R.J.Schumacher, Thin Aluminum Filters for Use on the Apollo Telescope Mount XUV Spectrographs, Appl. Opt., 1977, 16, No.4, 904.
- [3] G.S.Vaians et al., The S-054 X-ray Telescope Experiment on Skylab, Space Science Instrumentation, 1977, 3, 19—76.
- [4] 郭永廉、初真林, 光学镀铝合金膜中镁含量的直接光谱分析法—高频火花光源运动电极法, 光学机械, 1984年3期, 47.

Research of Properties, Structure and Preparation of Aluminium-Magnesium Alloy Film

Li Maolian Wang Hongqin Gu Shuzhi Shen Mingyang

Abstract

This paper describes the preparation technology of aluminium-magnesium alloy film in detail, and gives the test results and methods for observation and measurement of mechanical performance, structures and composition of the alloy film. We have found that the mechanical performance of aluminium-2% magnesium alloy film is better than that of aluminium film through experiments. (The capability of anti-noise destruction is 131 db for aluminium film while 137 db for film Al-2% Mg alloy film. As regarding the capability of anti-vibration destruction, when frequency is 50-150Hz the peak amplitude of acceleration which the film can bear is 5g for Al film and 7g for Al-2% Mg alloy film). The reason for its' fine performance from analysis of the composition and structure is that Al-2% Mg alloy film is α phase solid solution, α phase supersaturated solid solution structure.