



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102373431 A

(43) 申请公布日 2012. 03. 14

(21) 申请号 201010263699. 2

(22) 申请日 2010. 08. 26

(71) 申请人 鸿富锦精密工业(深圳) 有限公司
地址 518109 广东省深圳市宝安区龙华镇油
松第十工业区东环二路 2 号
申请人 鸿海精密工业股份有限公司

(72) 发明人 张新倍 陈文荣 蒋焕梧 陈正士
熊小庆

(51) Int. Cl.
C23C 14/35 (2006. 01)
C23C 14/06 (2006. 01)

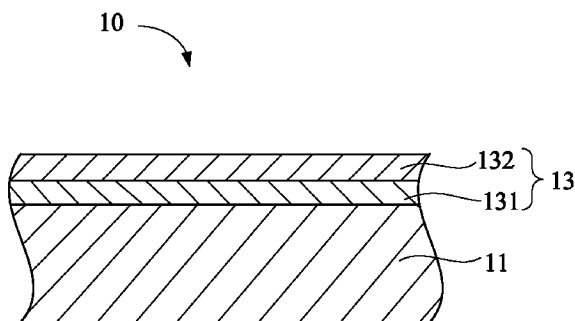
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 2 页

(54) 发明名称

铝合金表面防腐处理方法及其制品

(57) 摘要

本发明提供一种铝合金表面防腐处理方法, 包括以下步骤: 采用无水乙醇对铝合金基材进行超声波清洗; 以纯钛为靶材, 以氩气为工作气体, 氮气和氧气为反应气体, 采用磁控溅射法在铝合金基材表面溅镀钛氧氮化合物层; 以纯铬为靶材, 以氩气为工作气体, 氮气和氧气为反应气体, 采用磁控溅射法在该钛氧氮化合物层上溅镀铬氧氮化合物层。经上述方法处理的铝合金制品, 包括铝合金基材及形成于该铝合金基材表面的复合薄膜, 该复合薄膜包括形成于铝合金基材表面的钛氧氮化合物层及形成于该钛氧氮化合物层上的铬氧氮化合物层。



1. 一种铝合金表面防腐处理方法,包括以下步骤:
采用无水乙醇对铝合金基材进行超声波清洗;
以纯钛为靶材,以氩气为工作气体,氮气和氧气为反应气体,采用磁控溅射法在铝合金基材表面溅镀钛氧氮化合物层;
以纯铬为靶材,以氩气为工作气体,氮气和氧气为反应气体,采用磁控溅射法在该钛氧氮化合物层上溅镀铬氧氮化合物层。
2. 如权利要求1所述的铝合金表面防腐处理方法,其特征在于:所述溅镀钛氧氮化合物层步骤和溅镀铬氧氮化合物层的步骤中,氮气流量与氧气流量之比均为1:1~1:3。
3. 如权利要求2所述的铝合金表面防腐处理方法,其特征在于:所述溅镀钛氧氮化合物层步骤中氧气流量为10~100sccm,氮气流量为10~80sccm。
4. 如权利要求3所述的铝合金表面防腐处理方法,其特征在于:所述溅镀钛氧氮化合物层步骤还在如下参数条件下进行:真空腔内真空度为 $5 \times 10^{-3} \sim 9 \times 10^{-3}$ Pa,腔体温度为100~180°C,转架转速为0.5~1转/分钟,钛靶功率为6~12kw,氩气流量为150~300sccm,钛靶偏压为-100~-300V,占空比为40%~60%,溅射0.5~1.5小时。
5. 如权利要求2所述的铝合金表面防腐处理方法,其特征在于:所述溅镀铬氧氮化合物层的步骤中氧气流量为10~150sccm,氮气流量为10~100sccm。
6. 如权利要求5所述的铝合金表面防腐处理方法,其特征在于:所述溅镀铬氧氮化合物层的步骤还在如下参数条件下进行:真空腔内真空度为 $5 \times 10^{-3} \sim 9 \times 10^{-3}$ Pa,腔体温度为100~180°C,转架转速为0.5~1转/分钟,钛靶功率为6~12kw,氩气流量为150~300sccm,铬靶偏压为-100~-300V,占空比为40%~60%,溅射0.5~3小时。
7. 如权利要求1所述的铝合金表面防腐处理方法,其特征在于:该钛氧氮化合物层中钛原子个数百分比为40%~65%,氧原子个数百分比为25%~50%,氮原子个数百分比为10%~20%;该铬氧氮化合物层中铬原子个数百分比为50%~70%,氧原子个数百分比为20%~45%,氮原子个数百分比为5%~10%。
8. 如权利要求1所述的铝合金表面防腐处理方法,其特征在于:该钛氧氮化合物层与该铬氧氮化合物层由直径为4~7nm的晶粒组成。
9. 一种铝合金制品,包括铝合金基材及形成于该铝合金基材表面的复合薄膜,其特征在于:该复合薄膜包括形成于铝合金基材表面的一钛氧氮化合物层及形成于该钛氧氮化合物层上的铬氧氮化合物层。
10. 如权利要求9所述的铝合金制品,其特征在于:该钛氧氮化合物层中钛原子个数百分比为40%~65%,氧原子个数百分比为25%~50%,氮原子个数百分比为10%~20%;该铬氧氮化合物层中铬原子个数百分比为50%~70%,氧原子个数百分比为20%~45%,氮原子个数百分比为5%~10%。
11. 如权利要求9所述的铝合金制品,其特征在于:该复合薄膜由直径为4~7nm的晶粒组成。
12. 如权利要求9所述的铝合金制品,其特征在于该复合薄膜的厚度为0.6~2.5 μ m。

铝合金表面防腐处理方法及其制品

技术领域

[0001] 本发明涉及一种铝合金表面防腐处理方法及其制品。

背景技术

[0002] 铝合金具有质量轻、散热性能好等优点,在通讯、电子、交通运输、建筑及航天航空等领域应用广泛。在空气中铝合金表面会形成氧化铝保护膜,在一般的大气环境下,铝合金表面的氧化铝膜能够有效地对铝合金基体进行保护,但在含有电解质的湿气中,例如海洋表面大气环境,铝合金表面容易出现点蚀,严重破坏铝合金制品的外观,同时导致制品使用寿命缩短。

[0003] 耐盐雾侵蚀性能是铝合金耐腐蚀性能的一个重要参数,为了提高铝合金的耐盐雾侵蚀性能,通常需要对铝合金表面进行表面成膜处理,常见的处理手段有阳极氧化处理、烤漆等,但这些工艺都存在较大的环境污染问题。而真空镀膜(PVD)技术虽是一种非常环保的镀膜工艺,且可镀制的膜层种类丰富、耐磨性能优异,但PVD工艺沉积的薄膜往往是以柱状晶形态生长,因此膜层存在大量的晶间间隙,导致薄膜致密性不够而无法有效地防止盐雾的侵蚀。

发明内容

[0004] 有鉴于此,有必要提供一种可效提高铝合金耐盐雾侵蚀性能的铝合金表面防腐处理方法。

[0005] 另外,还有必要提供一种由上述方法制得的铝合金制品。

[0006] 一种铝合金表面防腐处理方法,包括以下步骤:

[0007] 采用无水乙醇对铝合金基材进行超声波清洗;

[0008] 以纯钛为靶材,以氩气为工作气体,氮气和氧气为反应气体,采用磁控溅射法在铝合金基材表面溅镀钛氧氮化合物层;

[0009] 以纯铬为靶材,以氩气为工作气体,氮气和氧气为反应气体,采用磁控溅射法在该钛氧氮化合物层上溅镀铬氧氮化合物层。

[0010] 一种铝合金制品,包括铝合金基材及形成于该铝合金基材表面的复合薄膜,该复合薄膜包括形成于铝合金基材表面的钛氧氮化合物层及形成于该钛氧氮化合物层上的铬氧氮化合物层。

[0011] 相较于现有技术,由上述铝合金表面防腐处理方法所制得的铝合金制品由于其表面具有由钛氧氮化合物层和铬氧氮化合物层组成的复合薄膜,该复合薄膜由比较细小的晶粒组成,晶间间隙比较小,该复合薄膜表面非常致密,可有效防止盐雾侵蚀,因此可有效提高铝合金的抗腐蚀性能。

附图说明

[0012] 图1为由本发明较佳实施例的铝合金表面防腐处理方法所制得的铝合金制品的

剖视示意图。

[0013] 图 2 为本发明一实施例制备的复合薄膜的放大 10 万倍的扫描电镜图。

[0014] 图 3 为一采用磁控溅镀法制备的氮化铬薄膜的放大 5 万倍的扫描电镜图。

[0015] 主要元件符号说明

[0016]	铝合金制品	10
[0017]	铝合金基材	11
[0018]	复合薄膜	13
[0019]	钛氧氮化合物层	131
[0020]	铬氧氮化合物层	132

具体实施方式

[0021] 本发明铝合金表面防腐处理方法主要包括如下步骤：

[0022] (1) 采用无水乙醇对铝合金基材进行超声波清洗，以除去试样表面油污。

[0023] (2) 以纯钛为靶材，以氩气为工作气体，氮气和氧气为反应气体，采用磁控溅射法在经清洗后的铝合金基材表面溅镀钛氧氮化合物 (TiON) 层。该步骤在磁控溅射设备中进行，溅射参数如下：真空腔内真空度为 $5 \times 10^{-3} \text{Pa} \sim 9 \times 10^{-3} \text{Pa}$ ，腔体温度为 $100 \sim 180^\circ\text{C}$ ，转架转速为 $0.5 \sim 1$ 转 / 分钟，氩气流量为 $150 \sim 300 \text{sccm}$ (标准状态毫升 / 分钟)，氧气流量为 $10 \sim 100 \text{sccm}$ ，氮气流量为 $10 \sim 80 \text{sccm}$ ，钛靶功率为 $6 \sim 12 \text{kw}$ ，偏压为 $-100 \sim -300 \text{V}$ ，占空比为 $40\% \sim 60\%$ ，溅射 $0.5 \sim 1.5$ 小时。

[0024] (3) 以纯铬为靶材，以氩气为工作气体，氮气和氧气为反应气体，采用磁控溅射法在钛氧氮化合物薄膜表面溅镀铬氧氮化合物 (CrON) 层。该步骤在磁控溅射设备中进行，溅射参数如下：真空腔内真空度为 $5 \times 10^{-3} \text{Pa} \sim 9 \times 10^{-3} \text{Pa}$ ，腔体温度为 $100 \sim 180^\circ\text{C}$ ，转架转速为 $0.5 \sim 1$ 转 / 分钟，氩气流量为 $150 \sim 300 \text{sccm}$ ，氧气流量为 $10 \sim 150 \text{sccm}$ ，氮气流量为 $10 \sim 100 \text{sccm}$ ，铬靶功率为 $6 \sim 12 \text{kw}$ ，偏压为 $-100 \sim -300 \text{V}$ ，占空比为 $40\% \sim 60\%$ ，溅射 $0.5 \sim 3$ 小时。由此在铝合金基材表面获得由钛氧氮化合物层和铬氧氮化合物层组成的复合薄膜。该复合薄膜的厚度大约 $0.6 \sim 2.5 \mu\text{m}$ 。

[0025] 较佳地，步骤 (2) 和步骤 (3) 在同一磁控溅射设备中进行。

[0026] 较佳地，上述步骤 (3) 中 (即溅镀该钛氧氮化合物层时) 总的气压大于上述步骤 (2) 中 (即溅镀该铬氧氮化合物层时) 总的气压。

[0027] 较佳地，步骤 (2) 和步骤 (3) 中氮气流量与氧气流量之比大约为 $1 : 1 \sim 1 : 3$ 。

[0028] 请参阅图 1，由上述铝合金表面防腐处理方法所获得的铝合金制品 10，包括铝合金基材 11 及形成于铝合金基材 11 表面的复合薄膜 13，该复合薄膜 13 包括直接形成于该铝合金基材 11 表面的钛氧氮化合物层 131，及形成于该钛氧氮化合物层 131 上的铬氧氮化合物层 132。其中，该钛氧氮化合物层 131 中钛原子个数百分比为 $40\% \sim 65\%$ ，氧原子个数百分比为 $25\% \sim 50\%$ ，氮原子个数百分比为 $10\% \sim 20\%$ 。该铬氧氮化合物层 132 中铬原子个数百分比为 $50\% \sim 70\%$ ，氧原子个数百分比为 $20\% \sim 45\%$ ，氮原子个数百分比为 $5\% \sim 10\%$ 。该复合薄膜 13 由直径大约为 $4 \sim 7 \text{nm}$ 的晶粒组成。

[0029] 下面通过实施例来对本发明进行具体说明。

[0030] 实施例 1

[0031] 采用无水乙醇对铝合金试样进行超声波清洗大约 30 分钟。将清洗好的铝合金试样放入中频磁控溅射镀膜机的真空腔中。本实施例所使用的中频磁控溅射镀膜机为深圳南方创新真空技术有限公司生产,型号为 SM-1100H。

[0032] 开启真空泵对真空腔抽真空并设定真空度为 8×10^{-3} Pa, 开启转架并设定转速为 0.5 转 / 分钟, 开启真空腔烘烤并设定真空腔内温度为 120℃。

[0033] 待真空腔的真空度抽至上述设定值后, 通入工作气体氩气及反应气体氧气和氮气, 氩气流量为 150sccm, 氧气流量为 30sccm, 氮气流量为 20sccm, 开启钛靶并调节钛靶功率为 8kw, 钛靶偏压为 -200V, 占空比为 50%, 溅射 0.5 小时, 以在铝合金表面形成一层钛氧氮化合物层。

[0034] 然后关闭钛靶, 调节氧气流量为 40sccm, 氮气流量为 30sccm, 开启铬靶并调节铬靶功率为 8kw, 铬靶偏压 -200V, 占空比为 50%, 溅射 1 小时, 以在钛氧氮化合物层上形成一层铬氧氮化合物层, 从而在铝合金基材表面获得由钛氧氮化合物层和铬氧氮化合物层组成的复合薄膜。

[0035] 实施例 2

[0036] 实施例 2 与实施例 1 类似, 不同的是, 本实施例开启铬靶时氧气流量调节为 80sccm, 氮气流量调节为 50sccm, 其它条件均与实施例 1 相同。按照实施例 2 也可以制得表面形成有由钛氧氮化合物层和铬氧氮化合物层组成的复合薄膜的铝合金制品。

[0037] 由实施例 1 和实施例 2 制得的铝合金制品的复合薄膜形貌、结构比较类似, 且具有类似的防腐性能。

[0038] 对比例

[0039] 采用与实施例 1 相同的中频磁控溅射镀膜机对铝合金试样进行溅射, 与实施例 1 不同的是靶材为铬靶, 反应气体为氮气, 氮气流量为 60sccm, 铬靶功率为 8kw, 铬靶偏压为 -200V, 占空比为 50%, 溅射 0.5 小时, 在铝合金试样表面溅镀单组分氮化铬 (CrN) 薄膜。

[0040] 对实施例 1 镀制的钛氧氮化合物和铬氧氮化合物复合薄膜和对比例镀制的氮化铬 (CrN) 薄膜分别用扫描电镜观察其表面形貌, 所用扫描电镜仪为日本电子生产的型号为 JSM-6701F 的场发射扫描电镜仪。图 2 为本发明实施例 1 镀制的钛氧氮化合物和铬氧氮化合物复合薄膜的扫描电镜图, 图 3 为对比例镀制的氮化铬 (CrN) 薄膜的扫描电镜图。相较于图 2, 图 3 示出的单组分氮化铬 (CrN) 薄膜由比较粗大的晶粒构成, 且表面存在大量较大的晶间间隙; 而由钛氧氮化合物层和铬氧氮化合物层组成的复合薄膜由非常细小的晶粒组成, 晶粒平均直径大约为 4 ~ 7nm, 晶间间隙比较小, 该复合薄膜表面非常致密。

[0041] 对由本发明的方法所制备的镀覆有上述复合薄膜的铝合金试样和对比例所制得的镀覆氮化铬 (CrN) 薄膜的铝合金试样进行 35℃ 中性盐雾 (NaCl 浓度为 5%) 测试。结果发现, 对比例所制得的表面镀覆氮化铬 (CrN) 薄膜的铝合金试样 4 小时后就发生明显腐蚀; 而由本发明实施例的方法所制备的表面镀覆有复合薄膜的铝合金试样在 72 小时后才出现有腐蚀现象。

[0042] 可见, 由本发明的铝合金表面防腐处理方法所制得的铝合金制品由于其表面具有钛氧氮化合物层和铬氧氮化合物层组成的复合薄膜, 该复合薄膜可有效防止盐雾侵蚀, 因此可提高铝合金的抗腐蚀性能。

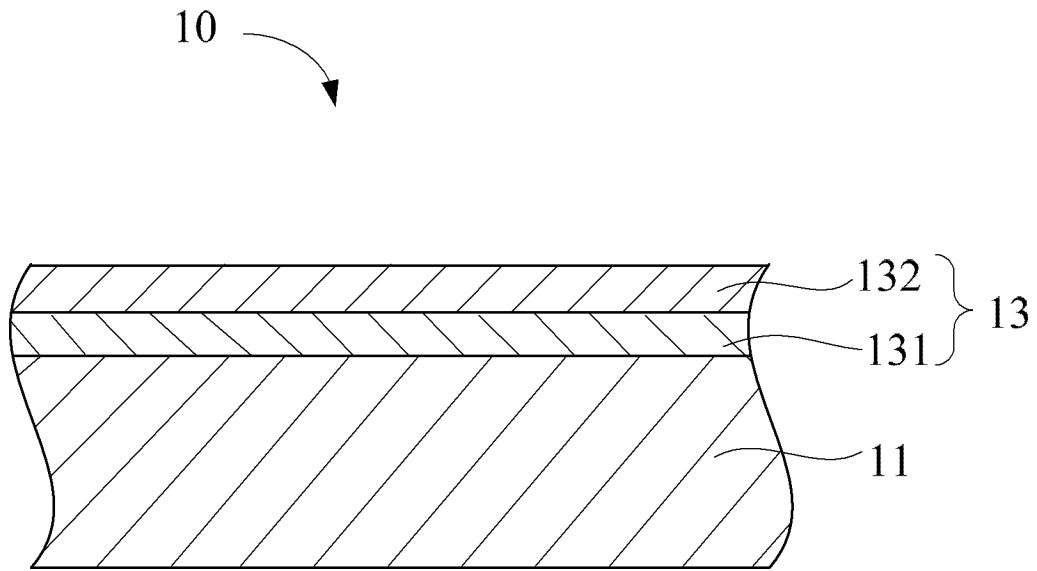


图 1

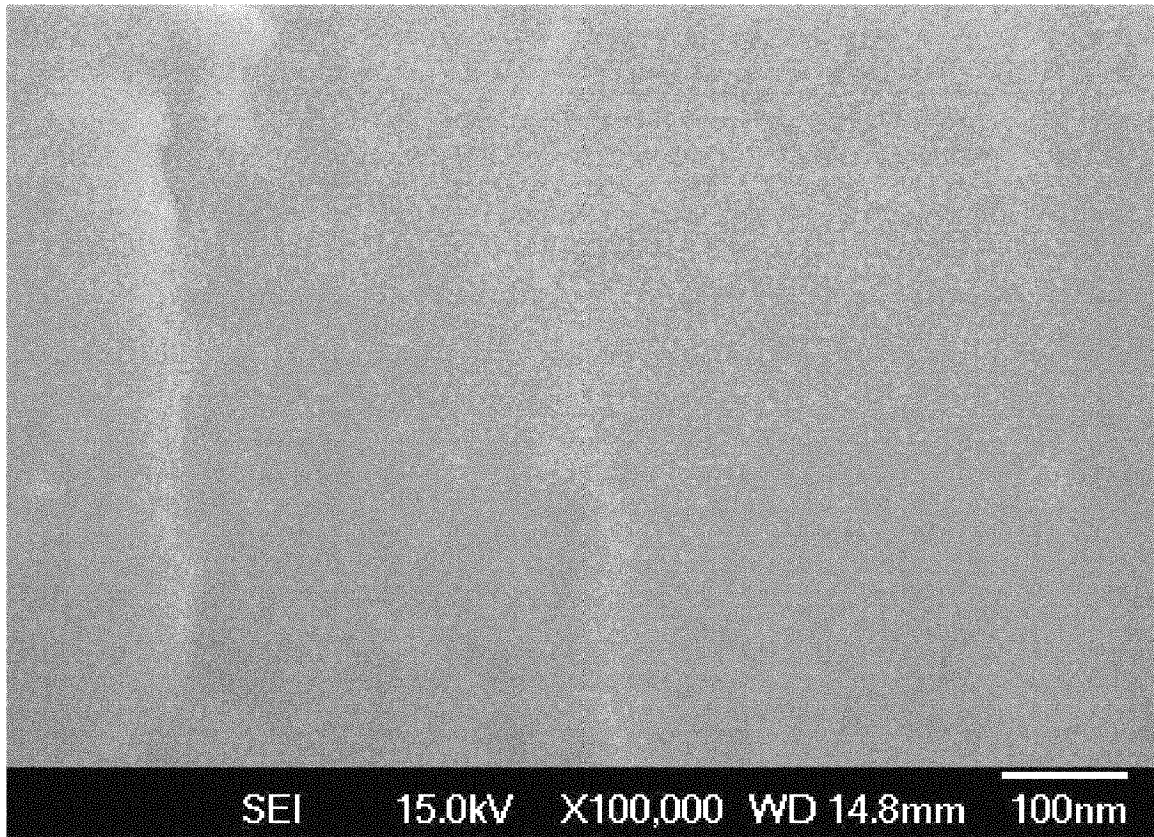


图 2

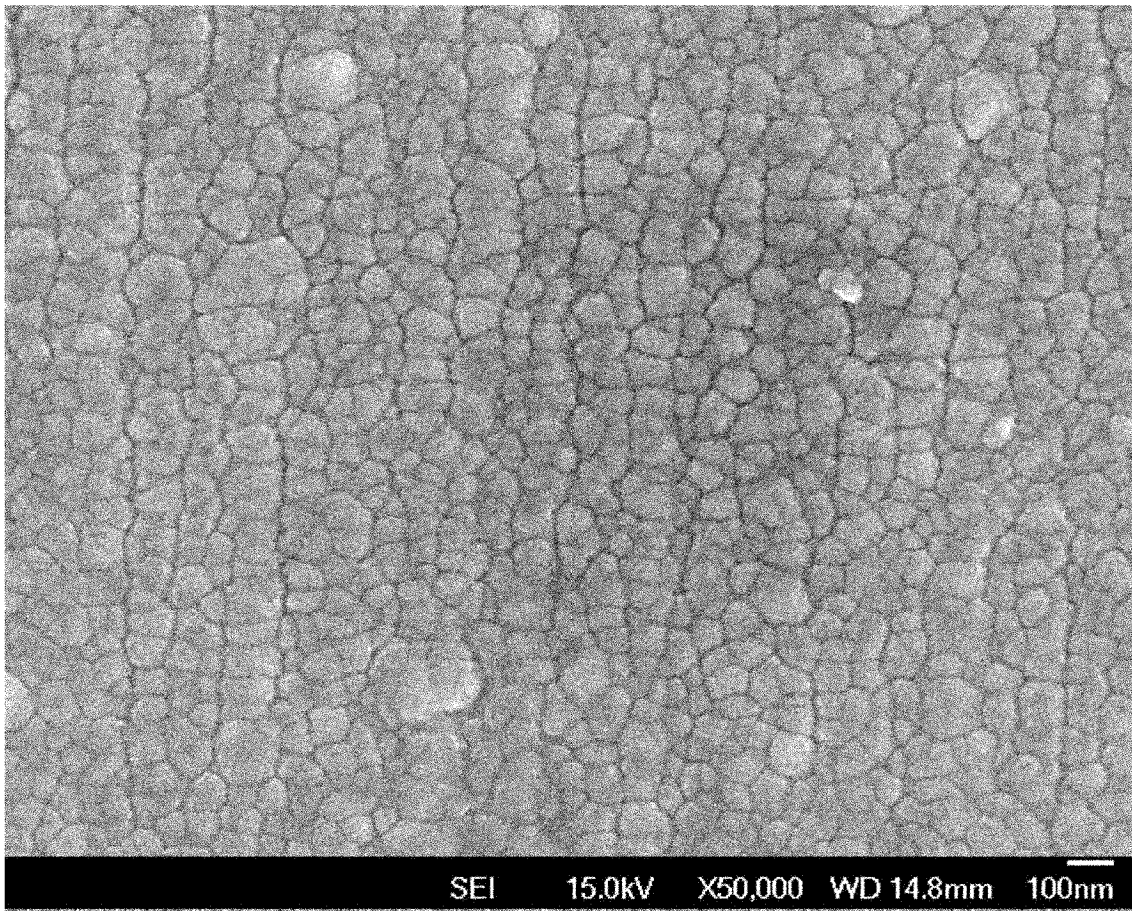


图 3