



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115020734 A

(43) 申请公布日 2022.09.06

(21) 申请号 202210556637.3

(22) 申请日 2022.05.19

(71) 申请人 中国空间技术研究院

地址 100094 北京市海淀区友谊路104号院

(72) 发明人 张辉 马文彬

(74) 专利代理机构 北京谨诚君睿知识产权代理

事务所(特殊普通合伙)

11538

专利代理师 延慧

(51) Int. Cl.

H01M 8/0228 (2016.01)

H01M 8/0206 (2016.01)

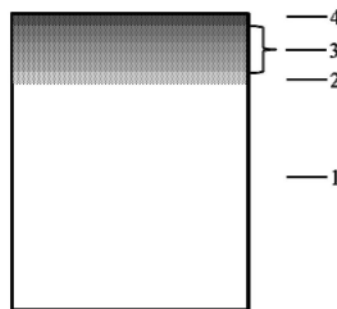
权利要求书1页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

燃料电池金属双极板复合涂层及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种燃料电池金属双极板复合涂层及其制备方法。其中,所述燃料电池金属双极板复合涂层,包括:沿涂层沉积方向依次形成于金属双极板基底(1)表面的金属过渡层(2)、金属氮化物中间梯度层(3)和金属钝化物表层(4)。本发明制备方法获得的燃料电池金属双极板复合涂层可以有效阻断涂层沉积方向上的针孔缺陷连续生长,可以明显改善涂层的表面完整性,显著提高涂层的耐蚀性能。



1. 一种燃料电池金属双极板复合涂层,其特征在于,包括:沿涂层沉积方向依次形成于金属双极板基底(1)表面的金属过渡层(2)、金属氮化物中间梯度层(3)和金属钝化物表层(4)。

2. 根据权利要求1所述的燃料电池金属双极板复合涂层,其特征在于,所述金属双极板基底(1)的材料为钛、钨、铬、铝、镍、铜、锆、钼、铌或不锈钢;

所述金属双极板基底(1)的厚度为0.05~2mm。

3. 根据权利要求1所述的燃料电池金属双极板复合涂层,其特征在于,所述金属过渡层(2)中的金属材料为钛、钨、铬、铝、镍、铜、锆、钼、铌及其合金中的至少一种;

所述金属过渡层(2)的厚度为30~650nm。

4. 根据权利要求1所述的燃料电池金属双极板复合涂层,其特征在于,所述金属氮化物中间梯度层(3)中的金属材料为钛、钨、铬、铝、镍、铜、锆、钼、铌中的至少一种,其中,金属氮化物为 MN_x , $0 \leq x < 1.5$;

所述金属氮化物中间梯度层(3)的厚度为1~4.2 μ m。

5. 根据权利要求1所述的燃料电池金属双极板复合涂层,其特征在于,所述金属氮化物中间梯度层(3)为梯度结构,沿涂层沉积方向涂层中的金属组分由95wt%逐渐减少至15~30wt%,金属氮化物组分由5wt%逐渐增加至70~85wt%。

6. 根据权利要求1所述的燃料电池金属双极板复合涂层,其特征在于,所述金属钝化物表层(4)中的金属材料为钛、钨、铬、铝、镍、铜、锆、钼、铌中的至少一种,其中,金属钝化物为 MO_y , $0 < y < 4$ 。

7. 一种权利要求1-6任一项所述的燃料电池金属双极板复合涂层的制备方法,包括:

S1. 对金属双极板基底进行除油、超声清洗和干燥处理;

S2. 将处理后的所述金属双极板基底放入电弧离子镀设备腔体,利用电离的氩离子对所述金属双极板基底进行刻蚀;

S3. 利用电弧离子镀技术在所述金属双极板基底的表面沉积金属过渡层;

S4. 利用电弧离子镀技术在所述金属过渡层上沉积金属氮化物中间梯度层;

S5. 在所述金属氮化物中间梯度层上制备金属钝化物表层。

8. 根据权利要求7所述的方法,其特征在于,所述步骤S2包括:设置金属双极板基底温度50~350 $^{\circ}$ C,设置真空度为 9×10^{-4} Pa~ 7×10^{-3} Pa,通入氩气流量为5~250sccm,设置离子源电压为500~3000V,利用电离的氩离子刻蚀金属双极板基底10~50min。

9. 根据权利要求7所述的方法,其特征在于,所述步骤S3包括:设置靶基距为10~45cm,设置金属双极板基底温度为50~350 $^{\circ}$ C,通入氩气流量为5~180sccm,设置工作气压为0.1~2.0Pa,设置金属双极板基底偏压为-50~-200V,设置靶弧流为30~150A,沉积2~50min。

10. 根据权利要求7所述的方法,其特征在于,所述步骤S4包括:设置金属双极板基底温度为50~350 $^{\circ}$ C,通入氮气流量为5~200sccm,设置金属双极板基底偏压为-30~-200V,设置电弧靶弧流为30~150A,沉积5~110min;

所述步骤S5包括:向真空室通入氩气5~50sccm和氧气1~35sccm,设置金属双极板基底温度为50~350 $^{\circ}$ C,设置偏压为-250~-950V,氧等离子溅射1~15min。

燃料电池金属双极板复合涂层及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及燃料电池技术领域,尤其涉及一种燃料电池金属双极板复合涂层及其制备方法。

背景技术

[0002] 质子交换膜燃料电池(PEMFC)不受卡诺循环限制,具有高的能量转换效率,并且具有高功率密度、快速启动、低温运行和运行过程中零排放的特点,被认为是汽车、便携式电源和未来空间燃料电池技术最有前途的电源之一。

[0003] 双极板是PEMFC的核心部件,需要满足化学稳定性优异,耐腐蚀性好,导电性高等要求。与石墨双极板相比,金属板具有更好的机械强度、更优的导电性和更低的制造成本。然而,金属板在PEMFC的弱酸性环境中容易被腐蚀和/或钝化,形成钝化膜或溶解,钝化膜的形成导致接触电阻增加,溶解的金属污染PEMFC的膜电极并可能造成催化剂中毒。

[0004] 为解决上述问题,多采用物理气相沉积技术在金属双极板表面制备具有高导电的涂层,从而提高其耐腐蚀性,降低接触电阻。中国专利CN112803033A公开了一种采用磁控溅射技术选用氧化物靶和氮化物靶制备氧化物掺杂氮化物涂层的方法,氧化物为 Al_2O_3 、 TiO_2 、 ZrO_2 、 SiO_2 中一种或两种以上物质混合而成,氮化物为CrN、TiN、NbN、ZrN中的一种。中国专利CN104617316B公开了适用于PEMFC金属双极板的纳米晶ZrBN/Zr复合涂层制备方法,采用双阴极等离子溅射技术在双极板表面依次沉积Zr扩散层、Zr沉积层和ZrB层,最后离子氮化形成ZrBN/Zr复合涂层。

[0005] 但是,上述现有技术制备涂层表面存在孔隙和针孔等缺陷,该缺陷成为腐蚀介质进入金属基底的通道,在一定程度上会降低涂层保护效果,从而加剧双极板腐蚀。因此,为进一步减缓PEMFC的性能衰减,提高PEMFC的使用寿命,亟待开发一种新型表面涂层及其制备工艺。

发明内容

[0006] 为了解决上述现有技术存在的技术问题,本发明提供了一种燃料电池金属双极板复合涂层及其制备方法,可以有效阻断涂层沉积方向上的针孔缺陷连续生长,可以明显改善涂层的表面完整性,显著提高涂层的耐蚀性能。

[0007] 为实现上述发明目的,本发明的技术方案是:

[0008] 本发明提供一种燃料电池金属双极板复合涂层,包括:沿涂层沉积方向依次形成于金属双极板基底表面的金属过渡层、金属氮化物中间梯度层和金属钝化物表层。

[0009] 根据本发明的一个方面,所述金属双极板基底的材料为钛、钨、铬、铝、镍、铜、锆、钼、铌或不锈钢;

[0010] 所述金属双极板基底的厚度为0.05~2mm。

[0011] 根据本发明的一个方面,所述金属过渡层中的金属材料为钛、钨、铬、铝、镍、铜、锆、钼、铌及其合金中的至少一种;

- [0012] 所述金属过渡层的厚度为30~650nm。
- [0013] 根据本发明的一个方面,所述金属氮化物中间梯度层中的金属材料为钛、钨、铬、铝、镍、铜、锆、钼、铌中的至少一种,其中,金属氮化物为 MN_x , $0 \leq x < 1.5$;
- [0014] 所述金属氮化物中间梯度层的厚度为1~4.2 μm 。
- [0015] 根据本发明的一个方面,所述金属氮化物中间梯度层为梯度结构,沿涂层沉积方向涂层中的金属组分由95wt%逐渐减少至15~30wt%,金属氮化物组分由5wt%逐渐增加至70~85wt%。
- [0016] 根据本发明的一个方面,所述金属钝化物表层中的金属材料为钛、钨、铬、铝、镍、铜、锆、钼、铌中的至少一种,其中,金属钝化物为 MO_y , $0 < y < 4$ 。
- [0017] 本发明还提供一种所述燃料电池金属双极板复合涂层的制备方法,包括:
- [0018] S1.对金属双极板基底进行除油、超声清洗和干燥处理;
- [0019] S2.将处理后的所述金属双极板基底放入电弧离子镀设备腔体,利用电离的氩离子对所述金属双极板基底进行刻蚀;
- [0020] S3.利用电弧离子镀技术在所述金属双极板基底的表面沉积金属过渡层;
- [0021] S4.利用电弧离子镀技术在所述金属过渡层上沉积金属氮化物中间梯度层;
- [0022] S5.在所述金属氮化物中间梯度层上制备金属钝化物表层。
- [0023] 根据本发明的另一个方面,所述步骤S2包括:设置金属双极板基底温度50~350 $^{\circ}\text{C}$,设置真空度为 $9 \times 10^{-4}\text{Pa} \sim 7 \times 10^{-3}\text{Pa}$,通入氩气流量为5~250sccm,设置离子源电压为500~3000V,利用电离的氩离子刻蚀金属双极板基底10~50min。
- [0024] 根据本发明的另一个方面,所述步骤S3包括:设置靶基距为10~45cm,设置金属双极板基底温度为50~350 $^{\circ}\text{C}$,通入氩气流量为5~180sccm,设置工作气压为0.1~2.0Pa,设置金属双极板基底偏压为-50~-200V,设置靶弧流为30~150A,沉积2~50min。
- [0025] 根据本发明的另一个方面,所述步骤S4包括:设置金属双极板基底温度为50~350 $^{\circ}\text{C}$,通入氮气流量为5~200sccm,设置金属双极板基底偏压为-30~-200V,设置电弧靶弧流为30~150A,沉积5~110min。
- [0026] 根据本发明的另一个方面,所述步骤S5包括:向真空室通入氩气5~50sccm和氧气1~35sccm,设置金属双极板基底温度为50~350 $^{\circ}\text{C}$,设置偏压为-250~-950V,氧等离子溅射1~15min。
- [0027] 本发明与现有技术相比,具有如下优点:
- [0028] 根据本发明的方案,金属双极板表面的金属氮化物基复合涂层具有导电耐蚀功能,在其沉积方向上,依次由金属(M)过渡层、金属氮化物中间梯度层和金属钝化物导电耐蚀表层构成,组分梯度变化的金属氮化物中间梯度层可优化涂层内部结构,有效阻断涂层沉积方向上的针孔缺陷连续生长。金属氮化物基复合涂层在最外表层沉积有金属钝化物层,可以明显改善涂层的表面完整性,显著提高涂层的耐蚀性能。该复合涂层不同涂层间的热膨胀系数差别小,涂层和基体间内应力小,可极大地提高膜基间的结合强度,显著降低涂层的接触电阻。

附图说明

- [0029] 为了更清楚地说明本发明实施方式或现有技术中的技术方案,下面将对实施方式

中所需要使用的附图作简单地介绍。显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施方式,对于本领域普通技术人员而言,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0030] 图1示意性表示本发明实施例公开的一种燃料电池金属双极板复合涂层的结构图;

[0031] 图2示意性表示本发明实施例公开的一种燃料电池金属双极板复合涂层的制备方法流程图。

[0032] 附图标记:

[0033] 1-金属双极板基底;2-金属过渡层;3-金属氮化物中间梯度层;4-金属钝化物表层。

具体实施方式

[0034] 此说明书实施方式的描述应与相应的附图相结合,附图应作为完整的说明书的一部分。在附图中,实施例的形状或是厚度可扩大,并以简化或是方便标示。再者,附图中各结构的部分将以分别描述进行说明,值得注意的是,图中未示出或未通过文字进行说明的元件,为所属技术领域中的普通技术人员所知的形式。

[0035] 此处实施例的描述,有关方向和方位的任何参考,均仅是为了便于描述,而不能理解为对本发明保护范围的任何限制。以下对于优选实施方式的说明会涉及到特征的组合,这些特征可能独立存在或者组合存在,本发明并不特别地限定于优选的实施方式。本发明的范围由权利要求书所界定。

[0036] 本发明实施例提供一种燃料电池金属双极板复合涂层,如图1所示,该复合涂层包括:沿涂层沉积方向依次形成于金属双极板基底1表面的金属(M)过渡层2、金属氮化物中间梯度层3和金属钝化物表层4。

[0037] 其中,金属双极板基底1的材料为钛、钨、铬、铝、镍、铜、锆、钼、铌或不锈钢等,金属双极板基底1的厚度为0.05~2mm,优选0.1~0.15mm。

[0038] 其中,金属过渡层2中的金属材料为钛、钨、铬、铝、镍、铜、锆、钼、铌及其合金中的至少一种(一种或几种的组合),优选钛、铬、锆、铌、钛铬合金、钛铌合金、钛铬铌合金。金属过渡层2的厚度为30~650nm,优选50~550nm。

[0039] 其中,金属氮化物中间梯度层3中的金属材料为钛、钨、铬、铝、镍、铜、锆、钼、铌中的至少一种(一种或几种的组合),优选钛、铬、锆、铌。其中,金属氮化物为 MN_x , $0 \leq x < 1.5$,包括钛、钨、铬、铝、镍、铜、锆、钼、铌中的一种或几种形成的氮化物,优选TiN、CrN、NbN、ZrN、TiCrN、TiNbN、TiZrN、CrNbN、CrZrN、NbZrN中的一种或几种组合,金属氮化物的质量分数为70~85%,优选75~80%。金属氮化物中间梯度层的厚度为1~4.2 μ m,优选1.5~3.8 μ m。

[0040] 金属氮化物中间梯度层3为梯度结构,沿涂层沉积方向涂层中的金属组分由95wt%逐渐减少至15~30wt%,金属氮化物组分由5wt%逐渐增加至70~85wt%。本实施例中,金属氮化物中间梯度层3设置3至7个组成成分梯度,优选5个组成成分梯度。

[0041] 其中,金属钝化物表层4中的金属材料为钛、钨、铬、铝、镍、铜、锆、钼、铌中的至少一种(一种或几种的组合),优选钛、铬、铌、锆。其中,金属钝化物为氧化物 MO_y , $0 < y < 4$ 。

[0042] 如图2所示,本发明实施例还提供一种上述燃料电池金属双极板复合涂层的制备

方法,包括:

[0043] S1.对金属双极板基底进行除油、超声清洗和干燥处理;

[0044] S2.将处理后的金属双极板基底放入电弧离子镀设备腔体,利用电离的氩离子对金属双极板基底进行刻蚀;

[0045] S3.利用电弧离子镀技术在金属双极板基底的表面沉积金属过渡层;

[0046] S4.利用电弧离子镀技术在金属过渡层上沉积金属氮化物中间梯度层;

[0047] S5.在金属氮化物中间梯度层上制备金属钝化物表层。

[0048] 其中,步骤S2包括:设置金属双极板基底温度 $50\sim 350^{\circ}\text{C}$,优选 $100\sim 300^{\circ}\text{C}$,进一步优选 $150\sim 250^{\circ}\text{C}$;设置真空度为 $9\times 10^{-4}\text{Pa}\sim 7\times 10^{-3}\text{Pa}$,优选 $1\times 10^{-3}\text{Pa}\sim 6\times 10^{-3}\text{Pa}$,进一步优选 $2\times 10^{-3}\text{Pa}\sim 4\times 10^{-3}\text{Pa}$;通入氩气流量为 $5\sim 250\text{sccm}$,优选 $40\sim 200\text{sccm}$,进一步优选 $80\sim 120\text{sccm}$;设置离子源电压为 $500\sim 3000\text{V}$,优选 $1000\sim 2300\text{V}$,进一步优选 $1300\sim 2100\text{V}$;利用电离的氩离子刻蚀金属双极板基底 $10\sim 50\text{min}$,优选 $20\sim 40\text{min}$,进一步优选 $25\sim 35\text{min}$ 。

[0049] 步骤S3包括:阴极靶选用金属M靶(其中M为钛、铬、锆、铌、钛铬合金、钛铌合金及钛铬铌合金中的一种或几种组合),设置靶基距为 $10\sim 45\text{cm}$,优选 $15\sim 30\text{cm}$,进一步优选 $22\sim 24\text{cm}$;设置金属双极板基底温度为 $50\sim 350^{\circ}\text{C}$,优选 $80\sim 300^{\circ}\text{C}$,进一步优选 $100\sim 250^{\circ}\text{C}$;通入氩气流量为 $5\sim 180\text{sccm}$,优选 $30\sim 150\text{sccm}$,进一步优选 $80\sim 120\text{sccm}$;设置工作气压为 $0.1\sim 2.0\text{Pa}$,优选 $0.3\sim 1.8\text{Pa}$,进一步优选 $0.6\sim 1.2\text{Pa}$;设置金属双极板基底偏压为 $-50\sim -250\text{V}$,优选 $-60\sim -200$,进一步优选 $-70\sim -130\text{V}$;设置靶弧流为 $30\sim 150\text{A}$,优选 $50\sim 90\text{A}$,进一步优选 $60\sim 80\text{A}$;沉积 $2\sim 50\text{min}$,优选 $3\sim 40\text{min}$,进一步优选 $5\sim 30\text{min}$ 。

[0050] 步骤S4包括:设置金属双极板基底温度为 $50\sim 350^{\circ}\text{C}$,优选 $80\sim 250^{\circ}\text{C}$,进一步优选 $100\sim 180^{\circ}\text{C}$;通入氮气流量为 $5\sim 200\text{sccm}$,优选 $40\sim 180\text{sccm}$;进一步优选 $40\sim 160\text{sccm}$;设置金属双极板基底偏压为 $-30\sim -200\text{V}$,优选 $-35\sim -150\text{V}$,进一步优选 $-40\sim -90\text{V}$;设置电弧靶弧流为 $30\sim 150\text{A}$,优选 $40\sim 100\text{A}$,进一步优选 $60\sim 80\text{A}$;沉积 $5\sim 110\text{min}$,优选 $10\sim 95\text{min}$,进一步优选 $15\sim 75\text{min}$ 。

[0051] 步骤S5包括:向真空室通入氩气 $5\sim 50\text{sccm}$,优选 $15\sim 40\text{sccm}$,进一步优选 $20\sim 30\text{sccm}$,以及通入氧气 $1\sim 35\text{sccm}$,优选 $2\sim 15\text{sccm}$,进一步优选 $3\sim 8\text{sccm}$;设置金属双极板基底温度为 $50\sim 350^{\circ}\text{C}$,优选 $80\sim 250^{\circ}\text{C}$,进一步优选 $150\sim 220^{\circ}\text{C}$;设置偏压为 $-250\sim -950\text{V}$,优选 $-450\sim -850\text{V}$,进一步优选 $-550\sim -750\text{V}$;氧等离子溅射 $1\sim 15\text{min}$,优选 $2\sim 10\text{min}$,进一步优选 $3\sim 6\text{min}$ 。金属钝化物(MO_y ,其中 $0<y<4$)表层制备,在不影响金属氮化物涂层接触电阻和耐蚀性的较低氧化物量下实现表层针孔封堵目的。

[0052] 实施例1

[0053] 本实施例提供的用于燃料电池双极板的梯度金属氮化物基复合涂层,如图1所示,在金属双极板的金属双极板基底1表面依次涂覆有金属过渡层2、金属氮化物中间梯度层3以及金属钝化物表层4。本实施例中,金属双极板基底1为用于质子交换膜燃料电池的纯钛双极板,基底表面复合涂层的制备方法如下:

[0054] (1)将经过除油和超声清洗、干燥后的金属双极板基底1放入电弧离子镀设备腔体,基底1温度加热到 170°C ,待真空度达到 $3\times 10^{-3}\text{Pa}$ 以下后,通入 100sccm 的氩气,设置离子源电压为 2000V ,利用电离的氩离子对金属双极板基底1进行刻蚀 30min 。

[0055] (2)采用电弧离子镀技术在纯钛基底1上沉积Ti过渡层2,其中阴极靶选用单质Ti

靶,设置靶基距为23cm,电弧靶电流为70A,基底1温度150℃,氩气流量为100sccm,工作压力0.8Pa,基底1偏压-100V,沉积时间为12min,沉积得到Ti过渡层2厚度约400nm。

[0056] (3) 采用电弧离子镀技术在Ti过渡层2上沉积TiCrN梯度中间层3。其中,阴极靶选用单质Cr靶和单质Ti靶,设置靶基距为23cm,电弧靶电流为50A,基底1温度150℃,基底1偏压-80V,若氮气流量为60sccm,沉积时间为5min;若氮气流量为80sccm,沉积时间为8min;若氮气流量为100sccm,沉积时间为12min;若氮气流量为120sccm,沉积时间为15min;若氮气流量为150sccm,沉积时间为20min。最终沉积得到的TiCrN中间层3厚度约3.2μm。

[0057] (4) 金属钝化物表层4制备。在不影响金属氮化物涂层接触电阻和耐蚀性的较低氧化量下,实现表层针孔封堵目的,包括:向真空室通入氩气25sccm,氧气4sccm,设置基底1温度为200℃,设置偏压为-650V,氧等离子溅射5min。

[0058] 实施例2

[0059] 本实施例提供的用于燃料电池双极板的梯度金属氮化物基复合涂层,如图1所示,在金属双极板基底1表面依次涂覆有金属过渡层2、金属氮化物中间梯度层3以及金属钝化物表层4。本实施例中,基底1为用于质子交换膜燃料电池的纯钛双极板,基底表面复合涂层的制备方法如下:

[0060] (1) 将经过除油和超声清洗、干燥后的基底1放入电弧离子镀设备腔体,基底1温度加热到170℃,待真空度达到 3×10^{-3} Pa以下后,通入100sccm的氩气,设置离子源电压为1500V,利用电离的氩离子对金属基底1进行刻蚀25min。

[0061] (2) 采用电弧离子镀技术在纯钛基底1上沉积Ti过渡层2,其中阴极靶选用单质Ti靶,设置靶基距为23cm,电弧靶电流为70A,基底1温度150℃,氩气流量为100sccm,工作压力0.8Pa,基底1偏压-80V,沉积时间为10min,沉积得到Ti过渡层2厚度约280nm。

[0062] (3) 采用电弧离子镀技术在Ti过渡层2上沉积TiCrN梯度中间层3。其中,阴极靶选用单质Cr靶和单质Ti靶,设置靶基距为23cm,电弧靶电流为70A,基底1温度150℃,基底1偏压-50V,若氮气流量为50sccm,沉积时间为3min;若氮气流量为70sccm,沉积时间为5min;若氮气流量为100sccm,沉积时间为8min;若氮气流量为115sccm,沉积时间为10min;若氮气流量改为135sccm,沉积时间为15min;最终沉积得到的TiCrN中间层3厚度约2.4μm。

[0063] (4) 金属钝化物表层4制备,在不影响金属氮化物涂层接触电阻和耐蚀性的较低氧化量下实现表层针孔封堵目的,包括:向真空室通入氩气25sccm,氧气4sccm,设置基底1温度为200℃,设置偏压为-650V,氧等离子溅射3min。

[0064] 实施例3

[0065] 本实施例提供的用于燃料电池双极板的梯度金属氮化物基复合涂层,如图1所示,在金属双极板基底1表面依次涂覆有金属过渡层2、金属氮化物中间梯度层3以及金属钝化物表层4。本实施例中,基底1为用于质子交换膜燃料电池的纯钛双极板,基底表面复合涂层的制备方法如下:

[0066] (1) 将经过除油和超声清洗、干燥后的基底1放入电弧离子镀设备腔体,基底1温度加热到170℃,待真空度达到 3×10^{-3} Pa以下后,通入100sccm的氩气,设置离子源电压为2000V,利用电离的氩离子对金属基底1进行刻蚀30min。

[0067] (2) 采用电弧离子镀技术在纯钛基底1上沉积Ti过渡层2,其中阴极靶选用单质Ti靶,设置靶基距为23cm,电弧靶电流为70A,基底1温度150℃,氩气流量为100sccm,工作压力

0.8Pa, 基底1偏压-100V, 沉积时间为6min, 沉积得到Ti过渡层2厚度约180nm。

[0068] (3) 采用电弧离子镀技术在Ti过渡层2上沉积TiN梯度中间层3。其中, 阴极靶选单质Ti靶, 设置靶基距为23cm, 电弧靶电流为50A, 基底1温度150℃, 基底1偏压-80V, 若氮气流量为60sccm, 沉积时间为3min; 若氮气流量为80sccm, 沉积时间为5min; 若氮气流量为90sccm, 沉积时间为8min; 若氮气流量为100sccm, 沉积时间为12min; 若氮气流量为120sccm, 沉积时间为15min; 最终沉积得到的TiN中间层3厚度约1.5μm。

[0069] (4) 金属钝化物表层制备。在不影响金属氮化物涂层接触电阻和耐蚀性的较低氧化物量下, 实现表层针孔封堵目的, 包括: 向真空室通入氩气25sccm, 氧气4sccm, 设置基底1温度为200℃, 设置偏压为-650V, 氧等离子溅射5min。

[0070] 对于本发明的方法所涉及的上述各个步骤的序号并不意味着方法执行顺序的先后, 各步骤的执行顺序应以其功能和内在逻辑确定, 而不应对本发明的实施方式的实施过程构成任何限定。

[0071] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已, 并不用于限制本发明, 凡在本发明的精神和原则之内, 所作的任何修改、等同替换、改进等, 均应包括在本发明的保护范围之内。

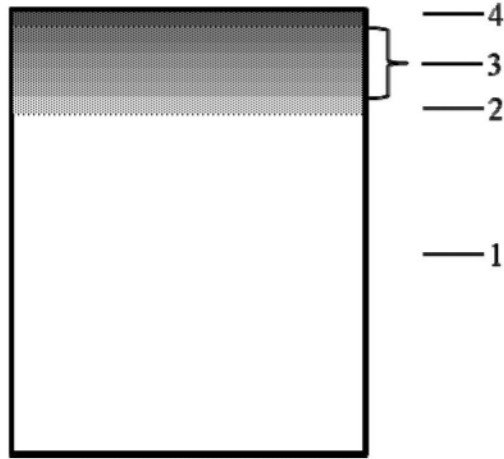


图1

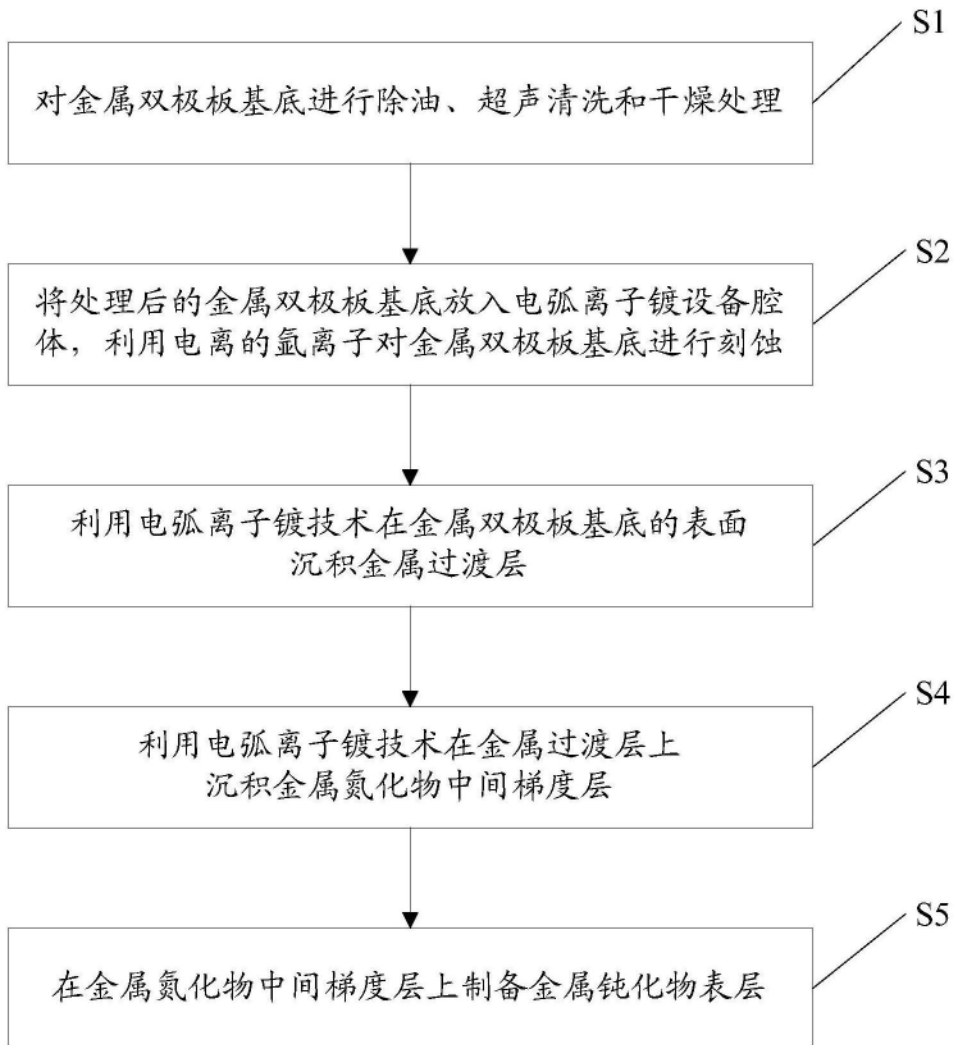


图2