

学校编码: 10384
学号: X2007193004

分类号____密级____
UDC____

厦 门 大 学

硕 士 学 位 论 文

化学气相沉积法制备厚钨涂层
工艺技术研究

Technology Research of The Chemical Vapor Deposition
Thick Tungsten Coating

冯振雷

指导教师姓名: 冯祖德教授

专业名称: 材料科学与工程

论文提交日期: 2013年6月

论文答辩时间: 2013年 月

学位授予日期: 2013年 月

答辩委员会主席: _____
评 阅 人: _____

2013 年 06 月

厦门大学博硕士学位论文摘要库

厦门大学学位论文原创性声明

本人呈交的学位论文是本人在导师指导下，独立完成的研究成果。本人在论文写作中参考其他个人或集体已经发表的研究成果，均在文中以适当方式明确标明，并符合法律规范和《厦门大学研究生学术活动规范（试行）》。

另外，该学位论文为()课题(组)的研究成果，获得()课题(组)经费或实验室的资助，在()实验室完成。(请在以上括号内填写课题或课题组负责人或实验室名称，未有此项声明内容的，可以不作特别声明。)

声明人(签名):

年 月 日

厦门大学学位论文著作权使用声明

本人同意厦门大学根据《中华人民共和国学位条例暂行实施办法》等规定保留和使用此学位论文，并向主管部门或其指定机构送交学位论文（包括纸质版和电子版），允许学位论文进入厦门大学图书馆及其数据库被查阅、借阅。本人同意厦门大学将学位论文加入全国博士、硕士学位论文共建单位数据库进行检索，将学位论文的标题和摘要汇编出版，采用影印、缩印或者其它方式合理复制学位论文。

本学位论文属于：

- () 1. 经厦门大学保密委员会审查核定的保密学位论文，
于 年 月 日解密，解密后适用上述授权。
- () 2. 不保密，适用上述授权。

（请在以上相应括号内打“√”或填上相应内容。保密学位论文应是已经厦门大学保密委员会审定过的学位论文，未经厦门大学保密委员会审定的学位论文均为公开学位论文。此声明栏不填写的，默认为公开学位论文，均适用上述授权。）

声明人（签名）：

年 月 日

摘要

传统的制备钨涂层方法包括：等离子喷涂、热喷涂、熔盐电镀、物理气相沉积、化学气相沉积等。其中，化学气相沉积以钨涂层纯度和致密度高的优点格外引人注目。近年来在国际热核聚变堆中将钨用于面向等离子体第一壁涂层材料已引起了世界范围内的关注和重视，其厚度要求大于 1mm，且需要承受高能粒子及高热量冲击，对纯度和致密度的要求很高，化学气相沉积无疑是最具有潜力的方法。根据可掌握的资料，对化学气相沉积厚钨涂层的原料制备、涂层制备、涂层抗热负荷性能检测等系统性研究还开展得较少。

本文研究了六氟化钨的制备方法，并以自制高纯六氟化钨为原料，采用化学气相沉积方法成功得到了厚钨涂层。研究了沉积工艺对涂层的沉积速率、微观组织等的影响，并对涂层的基本物性和重要力学、热学性能进行了分析，为进一步将此技术应用于制备面对等离子体第一壁材料提供了技术依据。取得的主要研究成果如下：

1. 采用电解无水氟化氢的方法，成功得到了氟气，与氟化反应过程配合最佳的电解电流为 3500A；采用氟化钠吸附配合氟气深度冷冻工艺，有效降低了氟气中的 HF 含量，当氟化钠温度在 80~120℃，氟气深冷温度控制在-160~-170℃时，初级产品中的 HF 含量可降低到 210ppmv 以下；

2. 利用氟气与钨粉反应，得到了初级六氟化钨，当反应温度为 300℃，冷凝温度为-20℃时，具有最佳的反应效率及直收率；采用反复冷冻、抽真空的方法对初级六氟化钨提纯得到了高纯六氟化钨，经过 3~5 次循环，六氟化钨纯度可达 99.99%以上；

3. 利用自行设计的开式沉积炉，以自制高纯六氟化钨和氢气为原料，在无氧铜表面沉积了厚钨涂层；研究发现，温度的升高和氢气比例的升高可以提高沉积速率，但也会造成晶粒尺寸的增大及表面平整度的降低，当沉积温度在 550℃，WF₆ 与 H₂ 两者比例为 1:3 时，所获得的钨涂层具有适宜的沉积速率，较好的表面平整性以及由均匀、一致柱状晶组成的内部组织结构；经检测，钨涂层的厚度超过 1mm，密度在 19.2g/cm³ 以上，纯度达到了 99.9999% 以上；

4. 所制备厚钨涂层硬度在 400~450HV 之间，热导率及热膨胀系数与加工态纯钨差别不显著；与基体在室温下的结合强度大于 50MPa；裂纹阈值约为 2MJ/m²，高于锻造态纯钨材料；样品在 11MW/m² 的热流条件下，经历 1000 次循环未发生失效，具有较好的抗热冲击性能。

关键词：化学气相沉积；厚钨涂层；六氟化钨；工艺研究；

Abstract

The traditional methods of preparing tungsten coatings comprise plasma spraying, thermal spraying, molten salt electroplating, physical vapor deposition, chemical vapor deposition, etc. Among them, chemical vapor deposition of tungsten coating is particularly concerned with the advantages of its high purity and high density. In recent years, using tungsten as plasma facing first wall coating material in the international thermo-nuclear experimental reactor has caused worldwide concern and attention. The coating of high purity and density, in thickness greater than 1mm are required to withstand the impact of high-energy particles and high-calorie. Chemical vapor deposition is undoubtedly the most potential method. To the best knowledge of the author, quite few systemic study in raw materials preparation, coating preparation, coating thermal load performance testing of the chemical vapor deposition thick tungsten coating has been reported.

In this thesis, the preparation process of tungsten hexafluoride is studied. Using self-made high purity tungsten hexafluoride as raw material, the thick tungsten coating is obtained using chemical vapor deposition(CVD) successfully; The influence of deposition process on the tungsten coating's microstructure and deposition rate is studied. The adhesion strength between coating and substrate, CVD-W thermal load property and other performance are evaluated. The main research results are as follows:

1. The fluorine gas is obtained by electrolysis of anhydrous hydrogen fluoride, and the best electrolytic current is 3500 A; The content of HF in fluorine is reduced effectively using fluorine deep freezing method along with sodium fluoride adsorption process. The HF content of primary products is less than 210ppmv as the temperature of NaF is 80 ~ 120°C, the freezing temperature of the fluorine gas is -160 ~ -170°C.

2. The primary tungsten hexafluoride is obtained through the reaction of tungsten powder with purified fluorine gas. The best reaction parameter is 300°C and the optimum cooling temperature is 20°C; The purity of the tungsten hexafluoride can

reach more than 99.99% after 3 ~ 5 cycles of repeated freezing and vacuum.

3. Using self-made high purity tungsten hexafluoride as raw material, a self-designed deposition furnace, oxygen free copper as base material, the thick tungsten coating is obtained successfully. The rising of temperature and the increasing of the proportion of hydrogen not only can enhance the deposition rate, but also induce the increasing of grain size and surface roughness. As the deposition temperature is 550°C and the proportion of WF_6 and H_2 is 1:3, the CVD process of W coating has the appropriate deposition rate, the best surface smoothness and uniform columnar crystals. The thickness of the coating is more than 1mm, the density above $19.2g/cm^3$, and the purity more than 99.9999%.

4. Based on the performance test, the hardness of tungsten coating is 400 ~ 450 HV. The coating's thermal conductivity and thermal expansion coefficient is similar to that of forging pure tungsten. The bonding strength between tungsten coating and base material is greater than 50 MPa at room temperature. The tungsten coating can endure 1000 cycles heat flowing of $11MW/m^2$ without failure. The crack threshold of crack of the tungsten coating under high thermal load is about $2MJ/m^2$ which is higher than that of pure tungsten of forging state.

Keywords: chemical vapor deposition; thick tungsten coating; tungsten hexafluoride; technology research;

目录

第 1 章 绪论.....	1
1.1 钨的性质及应用.....	1
1.2 钨涂层的研究进展及现状.....	2
1.2.1 熔盐电镀.....	4
1.2.2 热喷涂.....	4
1.2.3 物理气相沉积.....	6
1.2.4 化学气相沉积.....	6
1.3 六氟化钨的研究进展及现状.....	10
1.3.1 利用 $\text{Cl}_2\text{—HF}$ 混合物与钨反应制取 WF_6	11
1.3.2 利用高纯度 NF_3 与金属钨反应制取 WF_6	11
1.3.3 利用氟气直接与钨反应制取 WF_6	12
1.4 论文研究的意义.....	12
1.5 论文研究目的和内容.....	13
第 2 章 实验方法与分析技术.....	14
2.1 研究整体方案.....	14
2.2 六氟化钨制取实验方法.....	14
2.2.1 六氟化钨制取实验设备.....	14
2.2.2 实验材料.....	16
2.2.3 实验过程.....	16
2.3 化学气相沉积制备厚钨涂层实验方法.....	17
2.3.1 化学气相沉积设备.....	17
2.3.2 实验材料.....	20
2.3.3 沉积实验过程.....	20
2.4 分析检测.....	21
2.4.1 六氟化钨的分析检测.....	21
2.4.2 CVD-W 涂层组织、特性检测分析.....	22
2.5 本章小结.....	23
第 3 章 六氟化钨制取过程及工艺研究.....	24

3.1 电解过程.....	24
3.1.1 电解制取氟气.....	24
3.1.1.1 电解电流对反应速率的影响.....	25
3.1.1.2 电解电流对氟气利用率的影响.....	26
3.1.2 纯化塔吸附 HF	27
3.1.2.1 吸附过程	27
3.1.2.2 解析过程	27
3.1.3 氟气深冷罐去除 HF	28
3.1.4 尾气处理器去除 F ₂	29
3.1.5 尾气吸收塔.....	30
3.1.6 污水池去除 F ⁻	30
3.2 氟化过程.....	30
3.2.1 WF ₆ 反应制备.....	31
3.2.1.1 氟化反应温度对六氟化钨反应速率的影响.....	31
3.2.1.2 氟化反应温度对氟气利用率的影响.....	32
3.2.2 WF ₆ 冷凝.....	33
3.2.3 尾气吸收塔去除 WF ₆ 及 F ₂	34
3.2.4 六氟化钨提纯过程.....	34
3.3 六氟化钨制取的最佳工艺.....	35
3.4 本章小结.....	36
第 4 章 CVD 厚钨涂层制备过程及工艺研究	38
4.1 引言	38
4.2 沉积温度对化学气相沉积钨涂层的影响.....	38
4.2.1 温度对钨涂层沉积速率的影响.....	38
4.2.2 温度对钨涂层微观组织的影响.....	39
4.3 气体配比对化学气相沉积钨涂层的影响.....	42
4.3.1 气体配比对钨涂层沉积速率的影响.....	43
4.3.2 气体配比对钨涂层微观组织的影响.....	44
4.4 CVD-W 涂层性能.....	47
4.4.1 CVD-W 基本性能.....	47

4.4.2 CVD-W 与基材的室温结合强度	51
4.4.3 CVD-W 热负荷试验	52
4.5 本章小结	53
第 5 章 结 论	55
参考文献	57
致 谢	60
附录 1:	61
附录 2:	62

厦门大学博硕士学位论文摘要库

第 1 章 绪论

1.1 钨的性质及应用

钨在地球上储量极其稀少，是典型的难熔稀有金属，也是重要的战略物资，在军事用途上有着特殊地位，如同我国的稀土，正越来越受到各个国家的高度重视。

钨是一种银白色金属，外形似钢，位于元素周期表中第六周期的 VIB 族，其原子序数为 74，原子量为 183.92。钨有三种晶体结构^[1]， α -W、 β -W、 γ -W。在标准温度和常压下， α 型钨是稳定的体心立方结构， $a=(0.316254 \pm 0.000004)$ nm (25℃)，通常其力学性能也最高； β 型钨只有在有氧存在的条件下才能出现，由于纯钨中掺杂了氧间隙原子，使得其晶格常数发生了变化， β 型钨属于亚稳晶型，立方 A15 晶格， $a=0.5037\sim 0.509$ nm，它在 630℃ 以下是稳定的，在 630℃ 以上又转化为 α 钨，并且这一过程是不可逆的， β 型钨的力学性能远远小于 α -W； γ 型钨是面心立方结构，仅发现在溅射最初期的薄层和无定型钨中， $a=0.423$ nm，大于 700℃ 时转变为 α -W。

钨的理论密度为 19.3g/cm^3 ，约为铁(7.87g/cm^3) 的 2.5 倍，熔点高达 $3410\pm 20^\circ\text{C}$ ，沸点为 5927°C ，钨的蒸汽压在 $2000^\circ\text{C}\sim 2500^\circ\text{C}$ 高温下仍很低，且蒸发速度慢。钨的密度、熔点以及沸点在所有金属中是最高的，而蒸汽压是所有金属中最低的，在高熔点金属的用途上，上述性质具有决定意义。此外，钨的硬度比其它金属都大，弹性模量极高 ($390\sim 410\text{GPa}$)，具有优异的导电性能 (钨的比电阻约比铜大 3 倍，电阻率在 20°C 为 $10^{-8}\Omega\cdot\text{m}$)、良好的导热性、低的热膨胀系数和比较稳定的化学性能^[2-3]。钨在常温下不易被酸、碱和王水浸蚀，甚至在高温下与许多陶瓷和玻璃也不发生作用，并能耐许多熔融金属的侵蚀，只在高温和有氧化剂存在下与某些酸碱反应。

尽管钨具有非常稳定的化学性能，但它抗氧化性能却很差，这是其很大的缺陷，也在一定程度上限制了它的使用。常温下钨在空气中比较稳定，在 $400\sim$

500℃时钨开始明显氧化，在表面形成蓝黑色的致密的 WO_3 保护膜。因此，钨在高温下的应用均需有惰性气氛或真空的保护。

钨及其制品，基于其独特的性能已广泛应用于宇航、核电、兵器、化工、电子电器、电光源、电真空、冶金、仪器仪表、耐火纤维及机械制造等行业^[4-5]。钨具有很好的高温强度，在火箭发动机以及空间动力系统中得到越来越广泛的应用^[6]；钨具有很好的抗烧损和抗冲刷能力，常用作长时间工作的小型发动机的喉衬^[7]；钨具有较高的熔点、较强的抗等离子体冲刷能力、较低的溅射率等优点，最有希望用作聚变堆中面对等离子体材料；极高的熔点和低的蒸汽压使钨成为高真空技术不可缺少的材料；高温下的低膨胀性和尺寸稳定性，使钨成为理想的玻璃封接材料；钨的高熔点加上它的电阻特性和优异的高温力学性能使其成为超高温炉($>2500^\circ\text{C}$)的重要结构材料；钨不仅是生产白炽灯丝最好的材料，而且也可用作光学高温辐射温度计标准温度光源的灯丝，钨丝的工作温度高，保证了高发光率，而其挥发速度小又为高使用寿命提供了条件；钨具有高的密度和吸收射线能力，成为制造吸收 X 射线和 γ 射线器件的材料；钨的高密度特性还可用来制造高比重钨合金，用液相烧结制成的高密度钨合金除密度高外还有比纯钨更好的冲击性能，被用作制造高穿透力的军用穿甲弹；钨具有高耐温性及低污染特性，被广泛用来制作 LED 行业红宝石及蓝宝石晶体生长的坩埚等。

近些年来，纯钨材料的发展，主要是提高传统钨金属制品的质量以及研究和制取超纯细颗粒钨粉，用于硬合金材料和其他合金材料的生产。例如，电力电子整流管及晶闸管用钨元片，其热膨胀系数同单晶硅片的相近，较钼元片及其他材料优越；高纯钨棒、钨板及钨箔大量应用于加热炉、电光源、电子等行业和触头生产。高纯钨靶和高纯钨复合靶，应用于工业无损探伤、医疗器械、微电子等领域。高纯钨靶和高纯钨复合靶的生产和质量，从某种程度上反映了钨金属企业的综合实力。

正是因为钨具有如此优异的综合性能，在国防建设领域、高新技术领域及人民的日常生活领域都发挥着越来越重要的作用。

1.2 钨涂层的研究进展及现状

金属钨具有非常高的熔点、沸点，极高的强度、硬度，以及很小的电子逸出

功及很好的化学稳定性，但是钨储量稀少，价格昂贵，而且加工困难，直接用于制造较大型部件成本较高。因此，近百年来人们尝试采用各种方法在基体材料表面制备纯金属钨涂层，这样既能充分利用钨的优异的机械、化学及电性能，又能极大地降低制造成本。

基体材料表面制备金属钨涂层后可广泛用作耐磨、耐蚀和热屏蔽材料，如固体火箭发动机喷管喉衬材料^[8]、药型罩材料^[9]、各种武器表面涂层、X 射线机中的靶材^[10]、微电子器件中的探针和触头以及汽车发动机的传感器等^[11]。尤其是近年来在国际热核聚变堆(ITER)中用于面向等离子体第一壁涂层材料已引起了世界范围内的关注和重视^[12-14]，图 1.1 为热核聚变堆内部示意图。



图 1.1 热核聚变堆内部示意图

面向等离子体部件由面向等离子体材料（PFM）与热沉材料连接制备而成，钨由于高熔点、优良的导热性能、低溅射产额和高自溅射阈值、以及低蒸汽压和低的氙滞留性能等优点被广泛的认为是最有希望的核聚变装置面对等离子体材料。钨的涂层技术是面向等离子体材料的制备技术，能够克服钨及其合金密度高且难以加工的缺点，同时涂层技术也是面向等离子体部件的连接技术，传统的制备金属钨涂层的技术主要包括熔盐电镀、热喷涂、物理气相沉积、化学气相沉积等^[15]。

1.2.1 熔盐电镀

熔盐电镀法是制备金属钨镀层较有效的方法。通过实践发现在水溶液和有机溶剂中只能得到钨青铜或铁族金属的钨合金，只有在熔盐体系中才能电沉积出纯金属钨。熔盐电镀要在较高温度下进行，电镀的同时沉积金属和基体金属会发生固态扩散过程，使得沉积层与基体间的结合更加牢固。根据所采用的熔盐电解质的不同，马瑞新等^[16]归纳出三大熔盐体系：卤化物体系、氧化物体系和氧卤混合物体系。

目前国外研究较多的是基于卤化物体系的熔盐电沉积。如 Koji 等^[17]以 WCl_4 作为钨源，在 250°C 通过恒电位电解 $ZnCl_2\text{-NaCl-KCl-KF}$ 熔盐在镍衬底上沉积出厚度不到 $1\mu\text{m}$ 的纯钨薄膜层。Hironori 等^[18]在 $ZnCl_2\text{-NaCl-KCl}$ 熔盐体系中加入 WO_3 作为钨源，在 250°C 温度下采用恒电位电解法获得厚 $2.5\mu\text{m}$ 的钨镀层，为了使 WO_3 较易溶解，在体系中加入 KF 。由于卤化物体系中都要加入 KF 这种毒性物质，而且该体系一般要求进行严格的物质净化，过程复杂且较难控制，所以其应用受到了限制。

国内进行熔盐镀钨的研究始于 20 世纪 90 年代初，文振环等^[19]在 $KF\text{-}B_2O_3\text{-}K_2WO_4$ 熔盐体系中得到了平整光滑的钨镀层，并研究了工艺条件对镀层性能的影响。马瑞新等^[20-21]采用 $Na_2WO_4\text{-}ZnO\text{-}WO_3$ 体系电镀钨涂层，在空气及 $850\sim 950^\circ\text{C}$ 条件下得到表面平整的钨镀层。李运刚等^[22-23]也对 $Na_2WO_4\text{-}ZnO\text{-}WO_3$ 体系中电沉积钨涂层做了较详细的研究。当 $n(Na_2WO_4):n(WO_3):n(ZnO)=6:2:2$ 时可获得 $30\sim 40\mu\text{m}$ 厚的镀层，在不同的基体上，获得性能良好的钨镀层的温度普遍超过了 800°C 。从以上各种实验结果来看，从氧化物熔盐体系中获得与基体结合良好的钨镀层，但操作温度过高，可能对基体产生不利影响，且镀层厚度相对较薄。

从以上研究可以看出，熔盐电镀法可以得到与基体结合力较强的钨涂层，但存在体系复杂、操作温度高、涂层薄等缺点。

1.2.2 热喷涂

热喷涂是利用某种热源将涂层材料加热到熔融或半熔融状态，同时借助于焰流或高速气体将其雾化，并推动这些雾化后的粒子喷射到基体表面，沉积成具有

某种功能的涂层。热喷涂主要包括爆炸喷涂、超音速火焰喷涂和等离子喷涂。

爆炸喷涂^[24]利用混合气体爆炸的能量将具有各种功能的粉末材料加热并加速轰击到工件表面上,使之形成坚固涂层。具有涂层与基体结合强度高,涂层致密,涂层均匀、厚度易控制等优点。但是工件与涂层材料在热膨胀系数和弹性模量上的差异,导致界面处产生较大应力,影响材料的耐热冲击性能。再加上涂层纯度不高、喷涂设备噪音大等问题,在一定程度上限制了此方法的应用。

超音速火焰喷涂具有火焰喷射速度高(可达 1500~2000m/s)和温度低(约 3000℃)的特点^[12],由于喷涂的动能大,速度快,粒子在空气中飞行时间短,所以被氧化的机会小,制备的涂层纯度略有提高。但简中华等^[9]通过超音速火焰喷涂(HVOF)制备了钨涂层,分析发现,由于喷涂火焰温度低于钨的熔点,钨颗粒加热融化不充分,主要以固态颗粒形式撞击基体,不能形成连续涂层。涂层很薄且有许多孔洞,得到的钨涂层性能不是很好。

等离子喷涂技术是采用等离子弧发生器(喷枪)将通入喷嘴内的气体(常用 Ar、N₂ 和 H₂ 等气体)加热和电离,形成高温高速等离子射流,熔化和雾化金属或非金属材料,并使其高速喷射到经预处理的工件表面上形成涂层。最大的好处是不受喷涂基体材料的限制,既可以在金属基体如不锈钢、铜、钼等进行,又可以在石墨,碳纤维复合材料或者碳/碳复合材料上进行。等离子喷涂包括常压(大气)等离子喷涂,低压(真空)等离子喷涂(VPS)。常压(大气)等离子喷涂法采用的是常规喷涂方法,具有操作方便,生产效率高等特点。但是涂层中含有较多杂质,致密度和结合强度不理想。Y.Yahiro 等^[25]在铁素体/马氏体钢上采用常压等离子喷涂钨金属层,得到的涂层厚度可达 1.0mm,但涂层孔隙率达 6%,孔洞尺寸大于 10 μ m。由于喷涂过程中涂层表面被氧化,导致钨涂层热载性能较差,出现较多的裂纹。低压(真空)等离子喷涂是在低压保护性气氛下进行的喷涂,其优点是焰流速度快、粒子动能大,涂层能够免受氧化和污染;基体预热温度便于提高,并且采用反向转移弧对基体表面进行电清理和活化,能够大大改善涂层与基体间的结合性能^[14]。刘翔等^[26-27]在铜基体上先喷涂梯度过渡层,约 150 μ m,然后再喷涂纯金属钨,涂层总厚度达 0.3mm,该涂层的密度高,导热性能好,且涂层与基体结合良好。邝子奇等^[13]采用梯度涂层的方式,利用 VPS 技术成功地在铜合金基体上制备出结合强度很高的厚钨涂层,涂层具有良好的导热性和耐热冲

击性能，能承受 $9.6\text{MW}/\text{m}^2$ 和 200s 的脉冲。然而，低压等离子喷涂钨涂层的密度和纯度等性能还是有一定的局限，喷涂效率还有待进一步提高。

以上分析结果显示，热喷涂是一种有效的金属钨涂层方法，特别是等离子喷涂，通过与 PVD 方法配合，在导热性和耐热冲击性能方面具有一定的优势，但在涂层密度、纯度、制备效率等方面还存在一定的缺点。

1.2.3 物理气相沉积

物理气相沉积 (Physical Vapor Deposition, 简称 PVD) 技术出现于 20 世纪 70 年代末，是一种利用物理过程沉积薄膜的技术。物理气相沉积适用范围广泛，几乎所有材料的薄膜都可以用物理气相沉积来制备，这是其最大的优点，但薄膜沉积速度慢及厚度不均匀是物理气相沉积中存在的问题。主要的物理气相沉积方法有：热蒸发、溅射、脉冲激光沉积等，而沉积金属钨大部分都采用溅射的方法。Ganne 等^[28]通过磁控溅射在钢衬底上沉积出 $0.6\sim 30.2\ \mu\text{m}$ 的钨涂层。Maier 等^[29]分别采用磁控溅射、电弧沉积和电子束蒸发三种物理气相沉积法制备钨涂层。采用磁控溅射和电弧沉积法得到 $10\ \mu\text{m}$ 厚的钨涂层，采用电子束蒸发的方法只得到 $0.2\sim 0.5\ \mu\text{m}$ 的钨涂层，而且涂层中的轻杂质含量都高于另外两种方法得到的涂层，但是涂层与基体的粘附性很好，在热载测试中没有出现分层现象。电弧沉积的钨涂层粘附性也非常好，只有磁控溅射法得到的涂层与基体粘附性不理想，在热载测试中出现明显的分层现象。三种方法得到的涂层表面形貌和均匀性都较好。

从以上结果可看出，PVD 方法制备的涂层厚度只有几十个微米，制备效率低，无法制备厚度较大的钨涂层，且在涂层纯度及与基体结合强度方面也有一定的局限性。

1.2.4 化学气相沉积

化学气相沉积 (Chemical Vapor Deposition, 简称 CVD) 是上世纪 60 年代发展起来的制备无机材料的新技术。它是一种化学气相生长法，这种方法是把含有薄膜元素的一种或几种化合物、单质气体供给基体，借气相作用或在基体表面上的化学反应生成所要求的薄膜^[30]。它一般包括产生挥发性物质、将挥发性物

Degree papers are in the "[Xiamen University Electronic Theses and Dissertations Database](#)". Full texts are available in the following ways:

1. If your library is a CALIS member libraries, please log on <http://etd.calis.edu.cn/> and submit requests online, or consult the interlibrary loan department in your library.
2. For users of non-CALIS member libraries, please mail to etd@xmu.edu.cn for delivery details.

厦门大学博硕士论文摘要库