

## 整体式空腔 Cu 靶的化学镀制备工艺

刘继光<sup>1</sup>, 万小波<sup>2</sup>, 付渠<sup>1</sup>, 周兰<sup>2</sup>, 肖江<sup>2</sup>

(1. 西南科技大学 制造学院, 四川 绵阳 621010;

2. 中国工程物理研究院 激光聚变研究中心, 四川 绵阳 621900)

**摘要:**对整体式空腔 Cu 靶的化学镀制备工艺和靶表面抗腐蚀处理进行了研究。选用有机玻璃 (PMMA) 作芯轴, 对芯轴表面活化处理, 在芯轴表面化学镀 Cu, 再用苯腈三氮唑 (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>N<sub>3</sub>) 溶液钝化处理 Cu 靶表面, 溶蚀芯轴, 最终获得整体式空腔 Cu 靶。该法工艺简单, 制备费用较低, 对惯性约束聚变研究所需其它金属或合金空腔靶的制备具有较高的参考价值。

**关键词:**惯性约束聚变; Cu 靶; 化学镀; 表面钝化

中图分类号: TL503.4

文献标识码: A

文章编号: 1000-6931(2005)01-0077-03

## Electroless Plating Technology of Integral Hohlräum Cu Target

LIU Ji-guang<sup>1</sup>, WAN Xiao-bo<sup>2</sup>, FU Qu<sup>1</sup>, ZHOU Lan<sup>2</sup>, XIAO Jiang<sup>2</sup>

(1. Southwest University of Science and Technology, Mianyang 621010, China;

2. Research Center of Laser Fusion, Chinese Academy of Engineering Physics,

P. O. Box 919-988, Mianyang 621900, China)

**Abstract:** The electroless plating method of making integral hohlraum Cu target and corrosion-resistant technology of target's surface were researched. The actual process was as follows, choosing plexiglass (PMMA) as arbor, taking cationic activation and electroless plating Cu on the arbor surface, taking arbor surface passivation and chemical etching by C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>N<sub>3</sub> solution. The technology is easy to realize and its cost is lower, so it is of great reference value for fabricating other integral hohlraum metal or alloy targets used for inertial confinement fusion study.

**Key words:** inertial confinement fusion; Cu target; electroless plating; surface passivation

激光惯性约束核聚变 (ICF) 是利用高功率激光束或粒子束均匀照射腔体靶内的聚变材料制成的靶丸, 并在极短时间内 (约  $10^{-9}$  s) 迅速加热压缩靶丸, 使之达到极高温

( $T_i$  10 keV) 和密度 ( $n_i \sim 10^{32} \text{ m}^{-3}$ ) 而引起核聚变反应<sup>[1]</sup>。在 ICF 研究中, 由于受到激光能量的限制, 若达到理想的极高温密度条件, 整体式空腔靶的空腔必须设计得很小, 直径和长度多

收稿日期: 2004-02-02; 修回日期: 2004-05-08

基金项目: 国家“863”高技术 804-4 专题资助项目 (44010)

作者简介: 刘继光 (1941—), 男, 四川遂宁人, 教授, 机械设计制造及自动化专业

为毫米级,其表面积一般小于  $15 \text{ mm}^2$ ,要求精度为微米量级<sup>[2]</sup>。显然,如此小的整体式空腔靶不可能采用现有的机械加工方法制成。选用与金属靶材料性质相差甚远的材料作为芯轴,用镀制方法在芯轴上沉积金属是目前制备整体式空腔金属靶最为有效的方法。用电镀法制备整体式空腔 Au 靶,其制备工艺复杂,且电镀时电力线的分布不均匀容易影响镀层厚度的均匀性,电镀后需对镀层进行车削加工,加工芯轴和加工镀层先后两次装夹所产生的装夹误差又导致了壁厚的不均匀性<sup>[3]</sup>。

直接采用化学镀法制备整体式空腔 Cu 靶是在预处理芯轴表面金属化的催化作用下,通过镀液可控制的氧化还原反应产生金属 Cu 的化学沉积,不需要外电源,不存在电力线对施镀的影响,加之镀液分散性近乎 100%,所以,镀层厚度均匀,而且,镀层致密、针孔少,镀层厚度易于控制,镀 Cu 纯度也能满足空腔靶的要求。

鉴于此,本工作研究激光聚变整体式空腔 Cu 靶的化学镀制备工艺,为国内开展其他金属或合金整体式空腔靶研制提供参考。

## 1 整体式空腔 Cu 靶的化学镀制备工艺

基于化学镀的整体式空腔 Cu 靶制备工艺是把 Cu 镀在芯轴上,再溶蚀芯轴而得到整体式空腔 Cu 靶。其制备工艺流程如下:制作芯轴 芯轴镀前预处理 化学镀 Cu 表面钝化处理 溶蚀芯轴。

### 1.1 芯轴加工

选择有机玻璃(聚甲基丙烯酸甲脂, PMMA)作芯轴材料。PMMA 与 Cu 的化学性质不同,机械加工性能好,在  $80 \sim 90$  镀液中不变形,不影响化学镀液的稳定性,溶化刻蚀方法简便。

PMMA 芯轴(图 1)的加工在美国

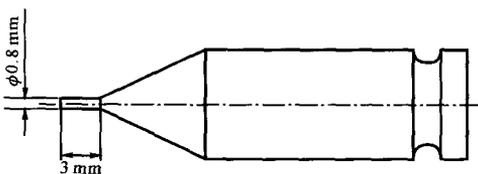


图 1 PMMA 芯轴结构示意图

Fig. 1 Scheme of PMMA arbor

HARDINGE公司生产的 CONQUEST GT-HP 精密数控车床(或日本丰田公司的 APH50-32 型超精密车床)上进行,主轴回转精度  $0.5$  (或  $0.025$ )  $\mu\text{m}$ ,精加工刀具为刀尖圆弧半径  $r < 2 \mu\text{m}$  的镜面车刀,这样,不仅能加工锐利的台阶根部,还可保证芯轴表面粗糙度  $R_a 0.02 \mu\text{m}$ 。

### 1.2 芯轴镀前预处理

由于 PMMA 不具有化学镀 Cu 的自催化活性,所以,PMMA 芯轴镀前必须经过预处理,其处理工艺步骤为:化学除油 表面粗化 表面敏化 表面活化 还原 解胶催速。

1) 化学除油能保证预处理效果,除油水溶液配比及工艺条件为:NaOH,  $50 \text{ g/L}$ ;  $\text{NaCO}_3$ ,  $20 \text{ g/L}$ ;  $\text{Na}_3\text{PO}_4$ ,  $50 \text{ g/L}$ ; OP 乳化剂,  $3 \sim 5 \text{ g/L}$ ; 温度  $40 \sim 50$ ; 时间  $30 \text{ min}$ ; 芯轴经常翻动。

2) 表面粗化是为了提高表面的亲水性和形成适当的粗糙度,以保证表面具有良好的附着力。PMMA 芯轴粗化宜先在热的氯化亚锡水溶液中浸泡  $2 \sim 3 \text{ h}$ ,再用  $5 \text{ g/L}$  单宁酸水溶液粗化,温度  $20 \sim 40$ ,每次粗化时间  $5 \sim 10 \text{ min}$ ,重复粗化  $2 \sim 3$  次<sup>[4]</sup>。

3) 表面敏化处理是使粗化后的芯轴表面吸附一层具有还原性的二价锡离子。以便随后进行离子活化处理时,使钯离子还原成具有催化作用的钯原子。敏化水溶液配比及工艺条件为:  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,  $10 \text{ g/L}$ ; 盐酸  $40 \text{ mL/L}$ ; 加去离子水至  $1000 \text{ mL}$ , 温度  $18 \sim 25$ , 时间  $3 \sim 5 \text{ min}$ 。

4) 表面活化处理是使不具有自催化活性的 PMMA 芯轴表面形成一层有催化活性的贵金属钯(Pd)层,使化学镀 Cu 能够自发进行。催化活性处理是芯轴化学镀之前预处理中最为重要的工序,其余的预处理工序都是为这一工序创造良好条件,以确保催化活性剂在芯轴表面附着的均匀性和选择性。表面催化活性剂采用钯锡(Pd-Sn)胶体,其配比及工艺条件为:A 组溶液,氯化亚锡  $75 \text{ g}$ , 盐酸  $200 \text{ mL}$ , 锡酸钠 ( $\text{Na}_2\text{SnO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ),  $7 \text{ g}$ , 溶解成白色乳浊液; B 组溶液,氯化钯  $1 \text{ g}$ , 盐酸  $100 \text{ mL}$ , 去离子水  $200 \text{ mL}$ , 加热溶解,在约  $30$  下加入氯化亚锡  $2.5 \text{ g}$ , 搅拌  $12 \text{ min}$ ; 在搅拌下将 B 组溶液倒入

A 组溶液,用去离子水稀释至 1 000 mL,并在 40~45 ℃ 下保温 3 h 陈化,形成由还原反应生成的钯金属核、外围由  $\text{Sn}^{2+}$  和过量  $\text{Cl}^-$  包裹并使胶体粒子带负电荷的稳定 Pd-Sn 胶体,芯轴浸入胶体的温度 15~30 ℃,时间 3~5 min。

5) 浸胶体钯的芯轴漂洗后作还原处理,将残留在芯轴表面的活化液还原而除去,以免带入镀液,引起镀液分解而破坏其稳定性,同时提高芯轴表面的催化活性。还原处理的溶液及工艺条件为:甲醛 100 mL,去离子水 900 mL,温度 15~30 ℃,处理时间 30 s。

6) 还原处理后的芯轴表面需进行解胶催化处理,即选择性地除去胶体粒子外层的亚锡离子( $\text{Sn}^{2+}$ ),让催化活性钯露出,以求达到化学镀 Cu 的催速和均匀性的目的。解胶处理水溶液及工艺条件为:盐酸(37%) 100 mL,去离子水 900 mL,温度 40~45 ℃,处理时间 1 min。

### 1.3 化学镀 Cu

化学镀 Cu 是由还原剂将  $\text{Cu}^{2+}$  还原成金属 Cu,沉积在基体表面而形成 Cu 镀层。化学镀 Cu 溶液主要由铜盐、还原剂、络合剂、添加剂、pH 调节剂等组成<sup>[5]</sup>。通过镀液配方设计和实验,化学镀 Cu 溶液的组成及工艺条件如下:硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 20 g/L,EDTA 二钠盐 40 g/L,甲醛 15 mL/L,稳定剂 150 mL/L,pH = 12.5 (NaOH 溶液调整),温度(85 ± 2) ℃,空气搅拌,沉积速度约为 11 μm/h。

化学镀 Cu 的装载量控制在 1~2 dm<sup>2</sup>/L 为宜,否则将影响镀液的稳定性。施镀过程中,采用连续空气搅拌有利于提高镀层质量和延长镀液使用寿命。施镀中,镀液的 pH 值会逐渐降低,每隔 20~30 min 检测并调节 pH 值 1 次。如果镀液需要连续使用,还必须按时检测 Cu 离子和还原剂浓度,定时补充镀液成分以调整至正常范围。

化学镀 Cu 液停止工作时,应停止加热,最好保持空气搅拌,以防止镀液成分无功消耗。停止使用期间,镀槽加盖,以防灰尘或杂质落入镀液。再启用时,应在搅拌情况下用 20% NaOH 溶液将 pH 值调整到正常值。

### 1.4 镀 Cu 层表面抗氧化处理

镀 Cu 层表面在空气中易氧化变色。化学

镀 Cu 后,镀件应立即进行抗氧化变色的钝化处理,使其表面形成钝化膜<sup>[6]</sup>。钝化前,镀件先在下述溶液中漂洗:草酸 40 g/L,氢氧化钠 16 g/L,苯骈三氮唑 2 g/L,过氧化氢 80 mL/L,pH = 3~4。温度 30~40 ℃,漂洗时间 1~3 min。

漂洗过的镀 Cu 层在以下溶液中钝化:苯骈三氮唑 5~15 g/L,蒸馏水 1 000 mL,温度 50~60 ℃,钝化时间 2~3 min。钝化后热风吹干,镀 Cu 层表面呈玫瑰红颜色。

### 1.5 刻蚀芯轴

将镀 Cu 的芯轴从 PMMA 棒上按尺寸切下后,用三氯甲烷溶蚀 PMMA 芯轴,即得到整体式空腔 Cu 靶。刻蚀用溶剂及工艺条件为:三氯甲烷 200 mL,无水乙醇 1~2 mL,加盖,常温条件下溶蚀,溶完为止。

经刻蚀得到的整体式空腔 Cu 靶,按 1.4 节所述抗氧化处理工艺对 Cu 靶内外表面进行 1 次钝化,即获得整体式空腔 Cu 靶成品。

## 2 结论

采用在有机玻璃(PMMA)芯轴上化学镀 Cu,再刻蚀芯轴的工艺可制备激光聚变实验所需的整体式空腔 Cu 靶。与电镀相比,化学镀工艺简单,制备成本较低,能保证 Cu 靶的技术性能要求。利用本工艺,还能为 ICF 研究制备出各种金属及合金的实验用整体式空腔靶。

### 参考文献:

- [1] 谭宝林. 受控核聚变两大途径的对比与结合[J]. 物理, 2002, 31(3): 159~160.
- [2] Larry R, Peter G, Jacob B, et al. Hohlraum Manufacture for Inertial Confinement Fusion[J]. Fusion Technology, 1994, 26(11): 696.
- [3] 黄燕华,郑永铭,李秀琴,等. 整体式空腔靶制备工艺[J]. 原子能科学技术, 1999, 33(4): 323~324.
- [4] 伍学高,李铭华,黄渭成. 化学镀技术[M]. 成都:四川科学技术出版社, 1985. 309~317.
- [5] 姜晓霞,沈伟. 化学镀理论与实践[M]. 北京:国防工业出版社, 2001. 294~317.
- [6] 曾华梁,吴仲达,陈钧武,等. 电镀工艺手册[M]. 北京:机械工业出版社, 2002. 456~462.