

文章编号: 100124322 (2004) 1021271203

空腔 Cu 靶的化学镀制备方法及其特性^X

刘继光¹, 万小波², 付 渠¹, 周 兰², 宋红文¹, 肖 江²

(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: 在预处理芯轴(基体)表面金属的催化作用下,通过镀液可控制的还原反应在芯轴表面不断产生金属 Cu 的化学沉积,然后刻蚀掉芯轴,经 Cu 层表面钝化处理而得到空腔 Cu 靶。对 Cu 靶的表面形貌、孔隙率、厚度及其均匀性、Cu 靶纯度、抗氧化性能等进行了测试与分析,实验结果表明,所测各项数据达到 Cu 靶 ICF 应用的性能指标。化学镀方法为制备其它金属或合金空腔靶提供了新的途径。

关键词: 惯性约束聚变(ICF); 空腔靶; 化学镀 Cu; 抗氧化处理

中图分类号: TL62 **文献标识码:** A

在我国,受控核聚变探索研究的主要途径是惯性约束聚变(ICF),其中激光惯性约束聚变是利用高功率的激光束照射腔体靶内的靶丸,在极短时间内迅速加热压缩靶丸,使之达到极高的温度和密度而引起核聚变反应^[1]。目前我国的神光2 激光实验装置,由于受到激光能量的限制,若要达到理想的极高的温度和密度条件,腔体靶必须设计得很小,空腔靶的空腔直径和长度多为 mm 级,其表面积一般小于 15mm²,精度要求在 μm 级^[2]。显然,如此之小的腔体靶是不可能采用现有的机械加工方法制成的,为此探索研究新的制备方法就显得十分必要和迫切。

本研究的目的是采用化学镀方法制备 ICF 实验研究所需的空腔 Cu 靶,为国内开展其它金属或合金靶的研制提供参考。

1 实验部分

1.1 制备方法与过程

采用化学镀方法制备空腔 Cu 靶,是在预处理芯轴(基体)表面金属的催化作用下,通过镀液可控制的还原反应在芯轴表面不断产生金属 Cu 的化学沉积,然后刻蚀掉芯轴,经 Cu 层表面钝化处理而得到空腔 Cu 靶^[3]。Cu 靶不但可以制备成空腔直径为 <0.8mm 左右,轴线长度 1~2mm,腔体壁厚大于 10μm,尺寸精度为 μm 级,而且镀层厚度便于控制,Cu 的纯度、镀层厚度均匀性等都能满足要求,工艺较为简单。

1.2 芯轴制作

芯轴材料选用与 Cu 具有不同化学性质的有机玻璃(即聚甲醛丙烯酸甲脂,PMMA)车削加工而成。由于 PMMA 塑料芯轴不具有化学镀 Cu 的自催化活性,所以 PMMA 芯轴在镀前必须经过适当的预处理,使其表面形成一层很薄的均匀的有催化活性的贵金属(Pd),才能使化学镀 Cu 自发进行。

1.3 化学镀 Cu

化学镀 Cu 是在设计好的镀液和工艺条件下,由还原剂将 Cu²⁺还原成金属 Cu,不断沉积在具有催化活性基体表面而形成金属 Cu 层^[4]。

化学镀 Cu 溶液的组成及工艺条件为:硫酸铜(CuSO₄·5H₂O) 20g/L;乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA) 40g/L;甲醛(CH₂O) 15mL/L;稳定剂 40~60mg/L;PH 值(NaOH 溶液调节) 12.5;温度(85±2) ;沉积速度 11~12μm/h。

为了提高镀层质量和镀液稳定性,化学镀 Cu 溶液的装载量应控制在 1~2dm²/L,并采用连续空气搅拌。施镀到所需厚度时,从镀槽中取出并在 55~65 热水中清洗。

1.4 刻蚀芯轴

将镀好 Cu 芯轴从 PMMA 塑料芯轴上按尺寸切下,而后用氯仿(CHCl₃) 200mL,无水乙醇(C₂H₆O) 1~2mL

X 收稿日期:2004204207; 修订日期:2004207212

基金项目:国家 863 计划项目资助课题

作者简介:刘继光(1941—),男,四川遂宁人,西南科技大学教授,研究方向为机械设计与制造、表面工程技术;E2mail:fuqu.student@sina.com。

配置的溶液刻蚀掉 PMMA 塑料芯轴,即得到空腔 Cu 靶。

1.5 Cu 靶表面钝化处理

Cu 靶表面在空气中容易氧化变色,由刻蚀芯轴而得到的空腔 Cu 靶经过漂洗,然后浸入苯骈三氮唑($C_6H_5N_3$)溶液,对腔体靶内外表面依次进行抗氧化变色的钝化处理,就得到空腔 Cu 靶的成品^[5](如图 1 所示)。表面作钝化处理的 Cu 靶,放在干燥的器皿内,一个月后表面色泽无明显变化。

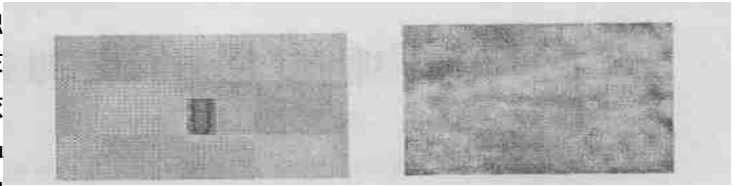


Fig. 1 Hohlraum Cu target

图 1 空腔 Cu 靶

Fig. 2 Micrograph of Cu target ($\times 500$)

图 2 Cu 靶表面形貌图($\times 500$)

2 结果与讨论

2.1 镀层表面形貌

在上述镀液及工艺条件下,所得 Cu 镀层外观呈玫瑰红色,表面光滑,无针孔,无起皮,无皱纹。在 XIP26A 金相显微镜下观察(如图 2 所示),粒子分布均匀,没有脆状表面形貌。这与整个施镀过程采用连续空气搅拌有关,这不仅有利于 Cu 离子向镀件表面扩散,而且也有利于化学反应产物氢气脱离镀件表面,防止和减少氢脆的生成,对提高镀层质量有利。

2.2 镀层表面孔隙率

镀 Cu 层表面孔隙率是 Cu 靶质量的重要指标之一。采用湿润滤纸贴置法,测试结果见表 1。

Table 1 Porosity and thickness of plating

表 1 镀层孔隙率和镀层厚度

number	time of electroless Cu plating/ min	porosity/ cm^{-2}	thickness/ μm
1	20	9	5
2	40	3	9.9
3	60	0	13
4	80	0	17

从表 1 可看出,当施镀时间为 60min,镀层厚度在 $13\mu m$ 以上时,镀层表面已不存在孔隙,孔隙率为零。

施镀过程中保持连续空气搅拌,严格控制施镀温度和 PH 值,使镀速稳定,这对提高镀层质量十分重要。

2.3 镀层厚度及其均匀性分析

用 JD32 投影式光学计测得试件在同一位置不同施镀时间条件下的镀层厚度,列于表 1。镀层厚度直接影响到耐蚀性、孔隙率等性能,在很大程度上影响到 Cu 靶的可靠性和使用性能。当镀层厚度达到 $17\mu m$ 时,空腔 Cu 靶直立时形状能自持。镀层厚度主要取决于沉积速度,沉积时间和镀液稳定性。沉积速度还受到施镀温度和 PH 值等因素的影响,所以加热温度变化范围应控制在 ± 2 以内,PH 值变化范围应控制在 0.2 左右。

空腔 Cu 靶壁厚均匀性直接影响到 ICF 实验研究的可行性参数,所以镀层厚度均匀性是空腔 Cu 靶的重要技术指标之一。文献[6]曾用电镀法制备 Au 靶,因为电镀存在着电力线分布不均匀的弱点,使得镀层不均匀,对镀制的 Au 靶需要进行车削加工。而化学镀的特点之一是沉积金属的厚度在整个基体表面是均匀的,几乎与它的几何形状无关,这是因为镀液分散性近乎 100%,在镀件全部被溶液浸没和搅拌时镀液流动有自由通道的条件下,可获得非常均匀的镀层。

2.4 Cu 靶的纯度

化学镀 Cu 靶经扫描电镜分析,含 Cu 量为 99.2% 以上,虽然化学镀 Cu 不如电镀 Cu 的纯度高,但完全能满足空腔 Cu 靶对纯度的要求。

2.5 抗氧化性

Cu 靶表面通过苯骈三氮唑溶液钝化处理后,放入玻璃器皿内加盖,在室内常规环境保存条件下,其 Cu 靶表面无明显变化的时间可达 4 周以上。

3 结 论

用化学镀方法在经过预处理的有机玻璃芯轴上沉积 Cu,然后刻蚀掉芯轴而得到空腔 Cu 靶,镀层致密性、

壁厚均匀性、Cu 的纯度、形状自持能力等均能满足 Cu 靶的性能指标,纯 Cu 靶经钝化,在一个月后表面无明显氧化变化。该方法是制备空腔 Cu 靶较为理想的方法之一,对其它金属或合金靶的制备具有参考价值。

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. (Tan B L. Comparison and combination of MCF and ICF. *Physics*, 2002, **31**(3): 159—160)
- [2] 魏芸, 邱龙会, 唐永建, 等. Z-pinch 靶的结构及材料特点[J]. 强激光与粒子束, 2001, **13**(5): 568—571. (Wei Y, Qiu L H, Tang Y J, et al. Characteristics of Z-pinch targets and related materials. *High Power Laser and Particle Beams*, 2001, **13**(5): 568—571)
- [3] Larry R, Peter G, Jacob B, et al. Hohlraum manufacture for inertial confinement fusion[J]. *Fusion Technology*, 1994, **26**(11): 696.
- [4] 姜晓霞, 沈伟. 化学镀理论及实践[M]. 北京: 国防工业出版社, 2001. 314—318. (Jiang X X, Shen W. The fundamentals and practice of electroless plating. Beijing: National Defence Industry Press, 2001. 314—318)
- [5] 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. 455—462. (Zeng H L, Wu Z D, Chen J W, et al. Electro technology hand book[M]. Beijing: China Machine Press, 2002. 455—462)
- [6] 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. (Huang Y H, Zheng Y M, Li X Q, et al. Making technology of integral hohlraum target. *Atomic Energy Science and Technology*, 1999, **33**(4): 323—324)

Electroless plating and characteristics of hohlraum Cu target

LIU Ji2guang¹, WAN Xiao2bo², FU Qu¹, ZHOU Lan², SONG Hong2wen¹, XIAO Jiang²

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

2. Research Center of Laser Fusion, CAEP, P. O. Box 9192988, Mianyang 621900, China)

Abstract: This paper introduces the electroless plating technique to fabricate integral hohlraum Cu target. Catalyzed by the metal surface of the pretreated PMMA axis, the reducing reaction deposits Cu on the axis and then the axis is etched and the surface passivation of the Cu plating is performed. Cu target obtained by this technique can meet the requirements of ICF targets, which has: (1) a surface of no porosity and no crack; (2) a 17 μ m thick wall which can retain its erectile form; (3) a plating of even thickness and of 99.2% Cu content; (4) the passivated surface which shows no obvious change in 4 weeks. This fabrication technique provides a way to make other metal and alloy integral hohlraum targets for ICF.

Key words: Inertial confinement fusion; Hohlraum target; Electroless plating Cu; Antioxidant treatment