

热处理温度对化学镀磁性 ICF 玻璃靶丸特性的影响*

杨文彬¹, 周元林¹, 卢忠远¹, 戴亚堂¹, 卢 菁²

(1. 西南科技大学 材料科学与工程学院, 四川 绵阳 621010; 2. 中国工程物理研究院 科技信息中心, 四川 绵阳 621900)

摘 要: 在 300, 700 和 1 000 °C 温度下, 对化学镀 Ni-P 合金涂层后的磁性 ICF 玻璃靶丸进行热处理, 通过 X 射线衍射仪(XRD)、扫描电子显微镜(SEM)和振动样品磁强计(VSM)对热处理后化学镀 ICF 玻璃靶丸的结构、形貌和磁性能进行了表征。结果表明: 化学镀 ICF 玻璃靶丸经过热处理后, Ni-P 涂层晶化为晶态合金层, 涂层的组成颗粒直径和磁性能随着热处理温度的升高而不断增加, 可望用于磁悬浮实验研究。

关键词: 惯性约束聚变; 玻璃靶丸; 化学镀; 磁性涂层; 热处理; 晶态合金层

中图分类号: TQ153.1 **文献标志码:** A

在惯性约束聚变(ICF)研究中, 高品质靶丸是研究的重要基础。目前常用的靶丸主要有空心玻璃微球(HGM)和空心聚合物微球(HPM)^[1-11]。HGM 具有耐压强度高、气体渗透率低、光学透明、原子序数相对较低、掺杂诊断原子容易、球形度和表面粗糙平滑度优良等优点, 成为一种重要的 ICF 玻璃靶丸。目前, 溶胶-凝胶法、干凝胶法制备的 ICF 玻璃靶丸具有较好的对称性、表面粗糙度和壁厚均匀性, 在 ICF 实验研究中得到了广泛应用^[3-7]。

在 ICF 实验中, 不仅要求靶丸有好的对称性、表面粗糙度和壁厚均匀性, 还要求激光能均匀地作用于靶丸上, 使靶丸里面的热核燃料能被充分压缩, 达到足够高的内爆效率。因此, 有人提出在 ICF 实验中通过磁悬浮方式来无接触支撑固定靶丸, 这就要求靶丸必须具有一定的磁性能^[12-16]。化学镀工艺在玻璃或玻璃微球表面沉积磁性金属或合金是一种较为成熟的工艺, 因此我们将化学镀工艺和功能性 ICF 玻璃靶丸的制备结合起来, 采用化学镀工艺在 ICF 玻璃靶丸表面沉积一层 Ni-P 涂层的方法来制备磁性 ICF 玻璃靶丸^[16-19]。这种方法工艺简单、设备要求低, 并且容易使靶丸表面磁性涂层的厚度分布均匀, 但是, 制备的化学镀磁性 ICF 玻璃靶丸的磁性能较低, 其饱和磁化强度、剩余磁化强度和矫顽力分别为 3.883×10^{-4} , $1.252 \times 10^{-4} \text{ A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ 和 $832 \text{ A} \cdot \text{m}^{-1}$, 不能满足磁悬浮无接触支撑固定靶丸的需要^[18]。本文将化学镀 Ni-P 合金涂层后的磁性 ICF 玻璃靶丸在 300, 700 和 1 000 °C 的不同温度下进行热处理, 再用 X 射线衍射仪(XRD)、扫描电子显微镜(SEM)和振动样品磁强计(VSM)表征热处理后 ICF 玻璃靶丸的结构、形貌和磁性能。

1 实验

1.1 实验试剂

无水乙醇、 γ -2-氨基丙基三乙氧基硅烷(KH-550)、硫酸镍、次亚磷酸钠、焦磷酸钠、三乙醇胺、硫脲、氨水, 均为分析纯; ICF 玻璃靶丸由中国工程物理研究院激光聚变研究中心提供; 胶体钡为自制。

1.2 ICF 玻璃靶丸的化学镀

ICF 玻璃靶丸的化学镀前处理及化学镀工艺见文献^[18]。

1.3 ICF 玻璃靶丸的热处理

将化学镀磁性 ICF 玻璃靶丸置于口径为 15 mL 坩埚中, 在氮气条件下, 于 TMF-4 陶瓷纤维高温炉(上海和羽良电子科技有限公司)中进行热处理。热处理温度分别为 300, 700 和 1 000 °C, 热处理时间 1 h。

1.4 ICF 玻璃靶丸的表征

采用西南科技大学先进建筑材料四川省重点实验室的 Dmax II-A 型 X 射线衍射仪(日本理学电机公司)表征热处理后化学镀 ICF 玻璃靶丸涂层的组成和结构, Cu 靶, $K\alpha$ 射线, 扫描电压为 20 kV, 电流为 50 mA, 扫描范围为 $3^\circ \sim 90^\circ$, 扫描速度为 $15 (\text{^\circ}) \cdot \text{min}^{-1}$, 入射波长 0.154 06 nm; 采用西南科技大学分析测试中心的

* 收稿日期: 2008-10-31; 修订日期: 2009-04-01

基金项目: 国家自然科学基金项目(10876033); 西南科技大学基金项目(08zxnp07, 08xjjg24, 08syjs05)

作者简介: 杨文彬(1971—), 男, 博士, 副教授, 从事 ICF 靶丸的磁性化研究; yangwenbin@swust.edu.cn。

STEREOSCAN-440 型立体扫描电子显微镜(英国 Leica Cambridge 公司)表征热处理后化学镀 ICF 玻璃靶丸的形貌;采用美国 Lake Shore 公司的 7400 型振动样品磁强计测试热处理后化学镀 ICF 玻璃靶丸的磁性能,在 $1.432 \text{ MA} \cdot \text{m}^{-1}$ 外场下测量饱和磁化强度 M_s 与矫顽力 H_c ,磁性测定时使用最大磁场强度 $477.6 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$ 。

2 实验结果与讨论

2.1 XRD 分析

图 1 为未经热处理和经不同温度热处理后化学镀 ICF 玻璃靶丸的 X 射线衍射图。由图 1 可知:未经热处理的化学镀 ICF 玻璃靶丸表面 Ni-P 涂层为非晶结构;热处理后,在入射角 2θ 为 37.26° 和 43.26° 处出现了单质 Ni 的衍射峰,在 54.22° 和 70.46° 处出现了 Ni_2P 的特征峰,在 47.28° , 74.96° 和 80.86° 处出现了 Ni_5P_2 的特征峰;随着热处理温度的上升, Ni-P 涂层的衍射峰强度越来越大,峰形也越来越好。因此,化学镀 ICF 玻璃靶丸经过热处理后, Ni-P 涂层的结构发生了明显改变,完全晶化为晶态合金层。这是由于未经热处理的化学镀 Ni-P 涂层处于热力学上的亚稳态,有从非晶态或微晶态向晶态转变的趋势。当对涂层进行热处理时,由于发生原子的互扩散,导致非晶与微晶发生重结晶,生成金属镍的晶胞和金属间化合物,如 Ni_2P , Ni_5P_2 等。

2.2 SEM 分析

图 2 为未经热处理和经不同温度热处理后化学镀 ICF 玻璃靶丸的扫描电镜图。从图 2 可以看出:未经热处理的化学镀 ICF 玻璃靶丸表面 Ni-P 涂层由尺寸大小在 $0.5 \sim 2.0 \mu\text{m}$ 的原子团簇组成;经热处理之后,组成表面涂层的颗粒随着热处理温度的升高在不断长大,并且温度越高,组成涂层的颗粒越大,当热处理温度升高到 1000°C 时,化学镀 ICF 玻璃靶丸表面 Ni-P 涂层的颗粒直径超过 $5 \mu\text{m}$ 。

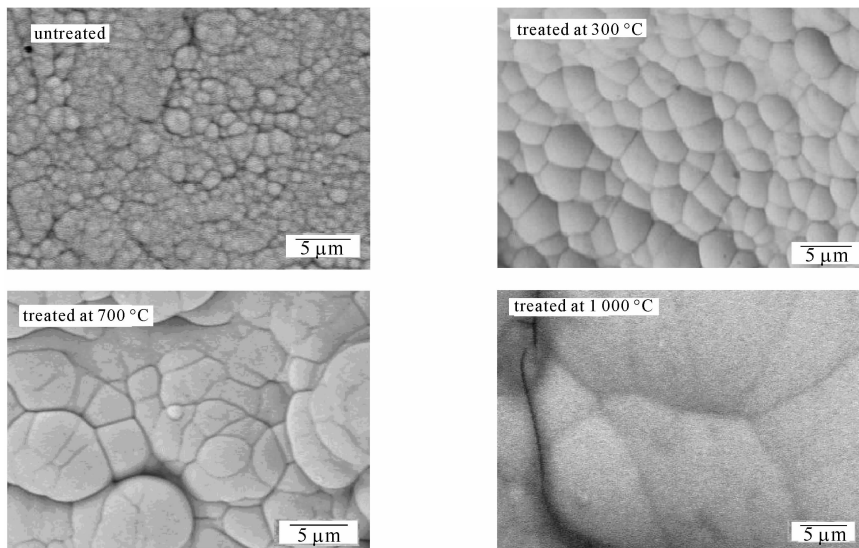


Fig. 1 XRD spectra of plated ICF glass targets under different treatment temperatures

图 1 不同温度热处理后化学镀 ICF 玻璃靶丸的 X 射线衍射图

Fig. 2 SEM photos of plated ICF glass targets under different treatment temperatures

图 2 不同温度热处理后化学镀 ICF 玻璃靶丸的 SEM 图像

2.3 VSM 分析

图 3 为在 27°C 环境温度下用美国 Lake Shore 公司的 7400 型振动样品磁强计测得的未经热处理和经不同温度热处理后化学镀 ICF 玻璃靶丸的磁滞回线。由图 3 可知:未经热处理的化学镀 ICF 玻璃靶丸具有一定的磁性能,但磁性较小,其饱和磁化强度、剩余磁化强度和矫顽力分别为 3.883×10^{-4} , $1.252 \times 10^{-4} \text{ A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ 和 $832 \text{ A} \cdot \text{m}^{-1}$;经热处理之后,化学镀 ICF 玻璃靶丸的磁性能随着热处理温度的升高而不断增大,当热处理温度升高到 1000°C 时,化学镀 ICF 玻璃靶丸的磁性能较大,其饱和磁化强度、剩余磁化强度和矫顽力分

别达到了 1.721×10^{-2} , $7.494 \times 10^{-3} \text{ A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ 和 $2.352 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$, 可望用于磁悬浮无接触支撑固定靶丸实验。

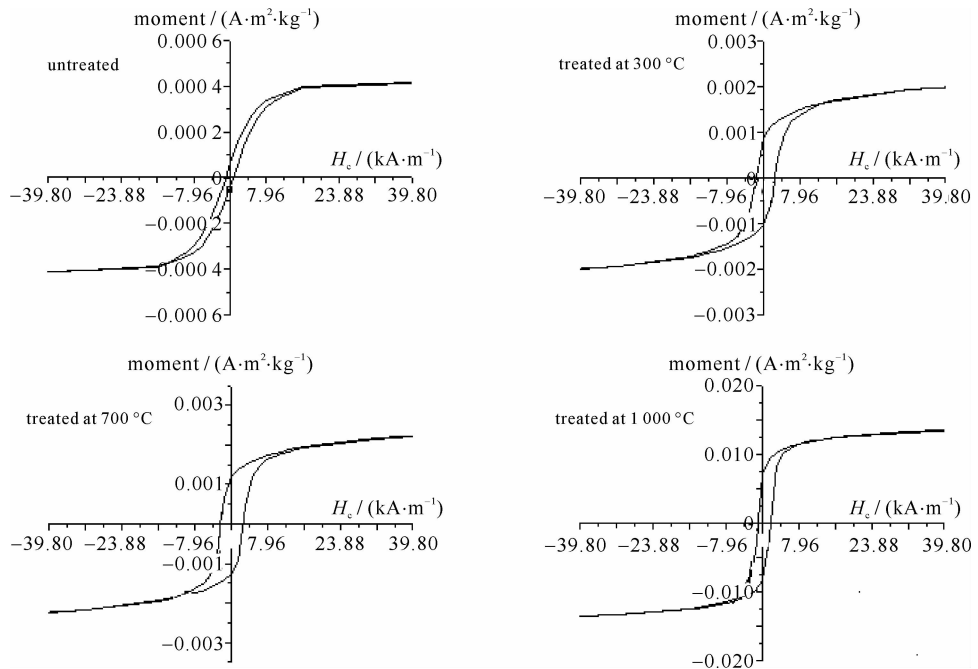


Fig. 3 Hysteresis loops of plated ICF glass targets under different treatment temperatures

图 3 不同温度热处理后化学镀 ICF 玻璃靶丸的磁滞回线

由图 1 分析可知,热处理有使化学镀 ICF 玻璃靶丸表面 Ni-P 涂层从非晶态或微晶态向晶态转变的趋势,并且随着热处理温度的升高, Ni-P 涂层的结晶更加完善,因此使得其磁性能增大。

3 结 论

本文对化学镀 ICF 玻璃靶丸分别在 300, 700 和 1 000 °C, 氮气保护下热处理 1 h。X 射线衍射仪、扫描电子显微镜和振动样品磁强计表征结果显示:化学镀 ICF 玻璃靶丸表面的 Ni-P 涂层晶化为晶态合金层,且随着热处理温度的升高,结晶程度变好;涂层的组成颗粒直径和磁性能随着热处理温度的升高而不断增加,当热处理温度升高到 1 000 °C 时,涂层的颗粒直径超过了 $5 \mu\text{m}$,饱和磁化强度、剩余磁化强度和矫顽力分别达到了 1.721×10^{-2} , $7.494 \times 10^{-3} \text{ A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ 和 $2.352 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$, 可望用于磁悬浮实验研究。

致 谢 感谢中国工程物理研究院激光聚变研究中心张占文老师提供的 ICF 玻璃靶丸;感谢中国工程物理研究院激光聚变研究中心唐永建研究员、张林研究员和李波研究员对课题的指导。

参考文献:

- [1] Cuneo M E, Vesey R A, Bennett G R, et al. Progress in symmetric ICF capsule implosions and wire-array Z-pinch source physics for double-pinch-driven hohlraums[J]. *Plasma Physics and Controlled Fusion*, 2006, **48**(2):R1-35.
- [2] Sakagami Y, Yoshida H, Itou R, et al. Progress report of laser-fusion related experiments at Gifu University • 2000[J]. *Research Report of The Faculty of Engineering*, 2002, **52**:39-52.
- [3] Downs R L, Ebner M A, Miller W J. Hollow glass microsphere by sol-gel technology[C]//Sol-Gel Technology for Thin Films, Fibers, Preforms, Electronic, and Specialty Shapes. 1988:335-340.
- [4] 邱龙会,唐永建,魏芸,等. 神光 II 激光直接驱动聚变靶空心玻璃微球的研制[J]. 中国科学(A辑), 2001, **31**(6):539-544. (Qiu Longhui, Tang Yongjian, Wei Yun, et al. Hollow glass microsphere production for laser direct-driven fusion targets on Shengguang II. *Science in China (Series A)*, 2001, **31**(6):539-544)
- [5] 漆小波,唐永建,李波,等. 干凝胶法制备 ICF 靶丸玻璃空心微球[J]. 强激光与粒子束, 2006, **18**(1):55-60. (Qi Xiaobo, Tang Yongjian, Li Bo, et al. Fabrication of hollow glass microspheres used for ICF targets by dried-gel method. *High Power Laser and Particle Beams*, 2006, **18**(1):55-60)
- [6] 邱龙会,魏芸,师韬,等. Al₂O₃ 引入对空心玻璃微球化学稳定性的提高[J]. 材料科学与工艺, 2000, **8**(3):58-61. (Qiu Longhui, Wei Yun, Shi Tao, et al. Improvement of chemical stability of hollow glass microspheres by introducing Al₂O₃. *Material Science and Technology*, 2000, **8**(3):58-61)

- [7] 漆小波,唐永建,李波,等. 激光聚变靶用空心玻璃微球的成分设计[J]. 玻璃与搪瓷, 2005, **33**(6):41-46. (Qi Xiaobo, Tang Yongjian, Li Bo, et al. Composition design of hollow glass microsphere for ICF experiment. *Glass and Enamel*, 2005, **33**(6):41-46)
- [8] 张林,崔保顺,周兰,等. 微封装法制备空心塑料微球[J]. 强激光与粒子束, 1995, **7**(1):151-155. (Zhang Lin, Cui Baoshun, Zhou Lan, et al. The fabrication of hollow plastic microspheres by microencapsulation method. *High Power Laser and Partical Beams*, 1995, **7**(1):151-155)
- [9] 魏芸,李波,林波,等. 干凝胶法制备聚苯乙烯空心微球[J]. 强激光与粒子束, 2000, **12**(6):711-714. (Wei Yun, Li Bo, Lin Bo, et al. Fabrication of polystyrene microshells by dried-gel droplet method. *High Power Laser and Particle Beams*, 2000, **12**(6):711-714)
- [10] 游丹,李波,林波,等. 制备大直径无气泡聚苯乙烯空心微球[J]. 强激光与粒子束, 2000, **12**(3):355-357. (You Dan, Li Bo, Lin Bo, et al. Fabrication of large diameter and vacuole-free polystyrene hollow microshells. *High Power Laser and Particle Beams*, 2000, **12**(3):355-357)
- [11] 张林,唐永建,高党忠,等. 聚合物空心微球密度匹配法制备工艺研究[J]. 原子能科学技术, 2001, **35**(5):427-431. (Zhang Lin, Tang Yongjian, Gao Dangzhong, et al. Studies on the density-matched technique for fabrication of polymer hollow microspheres. *Atomic Energy Science and Technology*, 2001, **35**(5):427-431)
- [12] Sakagami Y, Yoshida H, Yasufuku K, et al. Mechanism of optical forces of magnetically suspended pellet for laser fusion scheme[J]. *Fusion Engineering and Design*, 1999, **44**:471-473.
- [13] Sakagami Y, Yoshida H, Mizutani T, et al. A nonsupported pellet for laser fusion scheme[C]//Proc of the 12th International Conference on Laser Interaction and Related Plasma Phenomena. 1996, **369**:119-124.
- [14] 宋丽贤,卢忠远,廖其龙. ICF用磁性玻璃靶丸悬浮磁场的确定及材料制备初步研究[J]. 强激光与粒子束, 2005, **17**(11):1705-1708. (Song Lixian, Lu Zhongyuan, Liao Qilong. Establishment of levitation magnetic field and preparation of materials for ICF magnetic glass targets. *High Power Laser and Particle Beams*, 2005, **17**(11):1705-1708)
- [15] 易勇,卢忠远,唐永建,等. 激光聚变靶丸磁悬浮系统设计[J]. 强激光与粒子束, 2006, **18**(9):1504-1506. (Yi Yong, Lu Zhongyuan, Tang Yongjian, et al. Design of magnetic suspension system for ICF target. *High Power Laser and Particle Beams*, 2006, **18**(9):1504-1506)
- [16] Yang Wenbin, Luo Shikai, Zhang Bingjie, et al. Electroless preparation and characterization of magnetic Ni-P plating on polyurethane foam [J]. *Applied Surface Science*, 2008, **254**(22):7427-7430.
- [17] Yang Wenbin, Zhang Bingjie, Dai Yatang, et al. Electroless preparation and characterization of magnetic ICF PS targets[J]. *Fusion Engineering and Design*, 2008, **83**(5-6):725-728.
- [18] 杨文彬,雷刚,孙蓉,等. ICF玻璃靶丸化学镀磁性 Ni-P 涂层的研究[J]. 强激光与粒子束, 2007, **19**(10):1659-1662. (Yang Wenbin, Lei Gang, Sun Rong, et al. Magnetic Ni-P plating on ICF glass target. *High Power Laser and Particle Beams*, 2007, **19**(10):1659-1662)
- [19] 杨文彬,张冰杰,卢苇,等. 磁性 ICF 玻璃靶丸的化学镀工艺[J]. 强激光与粒子束, 2008, **20**(8):1297-1300. (Yang Wenbin, Zhang Bingjie, Lu Wei, et al. Process of electroless plating on ICF glass targets. *High Power Laser and Particle Beams*, 2008, **20**(8):1297-1300)

Effect of thermal treatment temperature on plated ICF glass targets

Yang Wenbin¹, Zhou Yuanlin¹, Lu Zhongyuan¹, Dai Yatang¹, Lu Wei²

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

2. Information Center of Science and Technology, CAEP, P. O. Box 919-803, Mianyang 621900, China)

Abstract: Plated ICF glass targets were treated under 300 °C, 700 °C and 1 000 °C for one hour, respectively. Structure, morphology and magnetic property of the plated ICF glass targets were characterized by X-ray diffraction(XRD), scanning electron microscopy(SEM) and vibrating sample magnetometry(VSM). The results show that the Ni-P plating on the surface of the ICF glass targets will be crystallized after the targets are thermally treated. The diameter of the crystalline grains and the corresponding magnetic parameters of the Ni-P plating increases with increasing the thermal treatment temperature. The treated ICF glass targets could be used in research of magnetic suspension experiment.

Key words: ICF; glass target; electroless plating; magnetic plating; thermal treatment; crystalline plating