

# 敲击间隔对 GDP 微球表面 Al 涂层的影响

孙书兵<sup>1,2</sup>, 何智兵<sup>2</sup>, 何小珊<sup>2</sup>, 李力<sup>1,3</sup>, 王峰<sup>1,3</sup>, 刘艳松<sup>2</sup>

(1. 重庆交通大学 材料科学与工程学院, 重庆 400074; 2. 中国工程物理研究院 激光聚变研究中心, 四川 绵阳 621900; 3. 重庆交通大学 交通土建工程材料国家地方联合实验室, 重庆 400074)

**摘要:** 金属涂层作为惯性约束聚变空心微球的保护层, 对提高靶丸的性能具有重要的作用。利用磁控溅射技术和旋转与敲击相结合的驱动方式, 在辉光放电聚合物微球表面溅射铝涂层, 探究改变敲击间隔时长对微球涂层的影响。利用 X 射线照相机、白光干涉仪、扫描电镜和 X 射线衍射仪对微球铝涂层进行表征分析。结果表明: 空心微球表面的铝涂层厚度为  $(2\pm0.1)\text{ }\mu\text{m}$ , 表面粗糙度控制在 75 nm 以下, 涂层表面光滑、无裂缝, 呈柱状晶生长, (111) 晶面为择优取向晶面, 试验重复性好。同时发现: 敲击能有效改善微球涂层生长过程中的阴影效应, 增加涂层的壁厚均匀性并影响微球涂层的表面粗糙度。当敲击间隔为 15 s 时, 微球铝涂层的综合质量最佳, 壁厚均匀性达 93.5%, 表面粗糙度为 30.43 nm, 优晶面的晶粒尺寸为 13.66 nm。

**关键词:** 敲击间隔; 微球; 铝涂层; 驱动方式; 表面粗糙度

中图分类号: TG174.444

文献标志码: A

文章编号: 1007-9289(2017)06-0050-09

## Effects of Knocking Frequency for Al Coatings on GDP Microsphere

SUN Shu-bing<sup>1,2</sup>, HE Zhi-bing<sup>2</sup>, HE Xiao-shan<sup>2</sup>, LI Li<sup>1,3</sup>, WANG Feng<sup>1,3</sup>, LIU Yan-song<sup>2</sup>

(1. College of Materials Science and Engineering, Chongqing Jiaotong University, Chongqing 400074; 2. Research Center of Laser Fusion, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, Sichuan; 3. National and Local Joint Engineering Laboratory of Traffic Civil Engineering Materials, Chongqing Jiaotong University, Chongqing 400074)

**Abstract:** In inertial confinement fusion, metal coating can be used as a protective layer on hollow microspheres, which plays an important role in improving the performance of the target. The aluminum coating was deposited on the glow discharge polymer microsphere by magnetron sputtering technique. Rotation and knocking were utilized to make microspheres bounce randomly. The effects of changing the length of striking interval on the quality of the aluminum coating was investigated. X-ray camera, white light interferometer, SEM and XRD were utilized to characterize the coating. The results show that the thickness of the aluminum coatings on the hollow microsphere surface is about  $(2\pm0.1)\text{ }\mu\text{m}$ . The coatings' surface is smooth and free of cracks, with a roughness below 75 nm. The coatings are found with a columnar crystal structure and preferentially orienting at the (111)crystal face. The repeatability of the experiments is demonstrated to be good. It is found that knocking can effectively improve the shadowing effect in the process of coating growth. The wall thickness uniformity increases and the surface roughness is affected. When the striking interval is 15 s, the comprehensive quality of the microsphere aluminum coating is the best with the wall thickness uniformity up to 93.5%, the surface roughness of 30.43 nm, and the grain size of the preferred crystal face of 13.66 nm, respectively.

**Keywords:** length of knocking interval; microsphere; aluminum coatings; driving modes; surface roughness

收稿日期: 2017-05-23; 修回日期: 2017-11-08

网络出版日期: 2017-11-08 16:24; 网络出版地址: <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3905.TG.20171108.1624.004.html>

通讯作者: 刘艳松(1984—), 男(汉), 副研究员, 博士; 研究方向: ICF 靶用金属涂层制备技术; E-mail: jdliuyansong@163.com

基金项目: 国家自然科学基金(51401194)

**Fund:** Supported by National Natural Science Foundation of China (51401194)

引文格式: 孙书兵, 何智兵, 何小珊, 等. 敲击间隔对 GDP 微球表面 Al 涂层的影响[J]. 中国表面工程, 2017, 30(6):50-58.

SUN S B , HE Z B , HE X S , et al. Effects of knocking frequency for Al coatings on GDP microsphere[J]. China Surface Engineering, 2017, 30(6):50-58.

## 0 引言

在惯性约束聚变 (Inertial confinement fusion, ICF) 研究中, 空心微球作为 ICF 试验的燃料容器, 是重要的靶零部件之一。空心微球表面的金属涂层对于提高靶的保气性能、耐冲击性能和压缩效率等方面具有重要作用<sup>[1-2]</sup>。微球铝涂层具有延展性良好、附着力强和反射率高等优点<sup>[3-4]</sup>, 尤其是铝涂层表面可以形成致密的氧化铝薄层, 具有较高的化学稳定性, 因此在 ICF 物理试验中有重要的应用。在 ICF 研究中, 通常要求空心微球的金属涂层壁厚均匀, 结构致密, 残余应力小, 相应的表面均方根粗糙度低于 100 nm<sup>[5-6]</sup>, 以便降低压缩过程中的流体力学不稳定性。磁控溅射技术因具备溅射粒子能量高、成膜均匀、致密性良好、重复性好等特点成为微球表面金属涂层制备的主要研究手段<sup>[7-10]</sup>。研究发现溅射过程中影响微球涂层质量的关键是使微球运动的驱动方式<sup>[11-14]</sup>, 这关系到涂层的壁厚均匀性与表面粗糙度的变化, 直接影响涂层在燃料容器中的作用<sup>[14-17]</sup>。

国内外研究小组为提高涂层的质量, 比如壁厚均匀性和表面光洁度等, 相继对微球运动的驱动方式进行了一系列研究。A. T. Lowe, C. D. Hosford 等<sup>[18-19]</sup>研究了超声上下振动盘和气体悬浮两种方式激励微球运动, 研究发现样品振动盘因碰撞力度大, 微球易发生破碎, 气体悬浮虽然可以激励微球运动, 但气体流量难以随镀膜微球质量的增大适时调整, 镀膜过程中需要增大工作气压, 而增大气压会影响沉积原子的能量, 显著影响微球涂层的质量。Czechowicz 等人<sup>[20-22]</sup>也采用压电跳动样品盘沿垂直方向振动激励微球运动, 因碰撞过于频繁微球涂层易发生剥落。J.S.Jaquez<sup>[23]</sup>等人采用半球翻转法在辉光放电聚合物 (Glow discharge polymer, GDP) 微球上尝试镀铝涂层, 此方法虽避免了微球的破碎, 但微球涂层的厚度均匀性很差, 涂层在翻转球面的赤道附近最薄。G.H.S. Schmid 等<sup>[24-25]</sup>采用具有倾斜角度的旋转盘使微球运动提高了微球涂层的均匀性并改善了微球之间的粘结现象, 但一段时间后球与盘之间发生粘结会使微球停止运动。目前国内微球涂层的研究较少, 俞晓正课题组尝试采用超声振动盘并改变振动频率, 文献中提到在微球上溅射了粘附性好、壁厚较均匀的涂层<sup>[26-28]</sup>。至今微球涂层还存

在如微球驱动方式控制困难, 微球涂层存在裂缝、脱层、表面粗糙度大、壁厚均匀性小、球与盘发生粘结等问题, 且缺乏描述驱动方式对壁厚均匀性和表面粗糙度的影响规律。

为进一步提高微球涂层的质量, 文中采用一种新微球运动驱动方式, 并研究其对微球涂层壁厚均匀性与表面粗糙度等性能的影响。试验的驱动设备主要由步进电机控制的旋转托盘和电磁控制的敲击锤组成, 采用旋转和敲击两种驱动方式共同作用使微球运动, 以改善微球之间以及球与盘之间的粘结效应, 增加微球运动的随机性, 由于敲击作用显著, 故重点研究敲击间隔对微球铝涂层的壁厚均匀性、表面形貌、表面粗糙度等的影响规律。

## 1 试验方法及参数

### 1.1 试样制备

采用平均直径为  $(800 \pm 50) \mu\text{m}$  的 GDP 空心微球作为芯轴, 每组试验样品 12 个。试验前用乙醇对 GDP 微球表面进行超声清洗, 并在光学显微镜下进行挑选, 去除掉表面带有杂质和残余水珠的微球, 微球表面粗糙度控制在 10~20 nm 之间。采用 JGP560 型超高真空多功能磁控溅射设备, 利用直流磁控溅射方法进行镀膜。溅射靶为纯度 99.99% 圆形铝靶 ( $\Phi 76 \text{ mm}$ , 厚 5 mm), 本底真空  $1 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ , 通入高纯 Ar 气 (99.999%, 10.5 mL/min)。在大量试验的基础上, 参数设置如下: 工作气压为 0.3 Pa, 溅射功率为 150 W, 靶间距为 11 cm, 基底初始温度为 298 K, 无辅助加热, 旋转盘转速为 30 r/min, 敲击力度为 65%。微球采用旋转和敲击两种方式进行驱动, 敲击间隔如表 1 所示, 试验空心微球的结构层及其驱动方式如图 1 和图 2 所示。

表 1 试验制备参数

Table 1 Parameters of the experiment

Samples	Length of knocking interval / s	Sputtering time / s
A	Unknocking	30 000
B	60	30 000
C	45	30 000
D	30	30 000
E	15	30 000
F	8	30 000

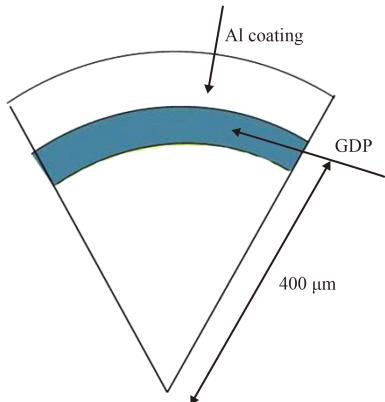


图 1 微球结构示意图

Fig.1 Schematic diagram of microsphere

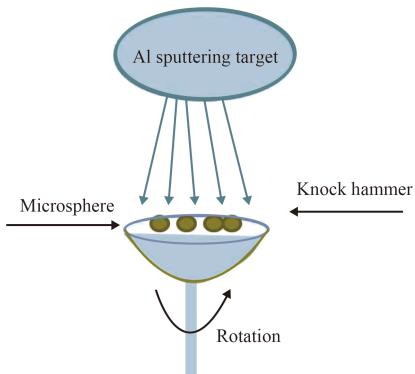


图 2 磁控溅射微球表面铝涂层的结构示意图

Fig.2 Schematic diagram of Al deposition on microsphere

## 1.2 表征与分析

采用 X 射线照相机 (XTF-5011) 对微球进行观察, 利用灰度变化曲线分析铝涂层的厚度, 采用白光干涉仪 (WLI, WYKO-NT1100) 在 VSI 模式下放大 50 倍测试涂层的表面粗糙度, 采用扫描电子显微镜 (SEM, ZEISS Merlin VP compact) 分别在 3 kV 电压下放大观察涂层的表面和在 5 kV 电压下放大观察剖面形貌, 采用 X 射线衍射仪 (XRD) 在 45 kV 电压和 200 mA 下对涂层样品进行物相分析 (Cu-K $\alpha$  线, 扫描步长 0.02°, 扫描范围为 35°~100°)。

## 2 结果与讨论

### 2.1 涂层的壁厚均匀性

图 3 为一张微球表面 Al 涂层的 X 射线图片, 利用 X 射线照相机自带的灰度分析软件, 在任意一个经过微球表面赤道的圆环上每间隔 15° 的位置对 Al 涂层厚度进行测量, 一共选取 24 个点, 将

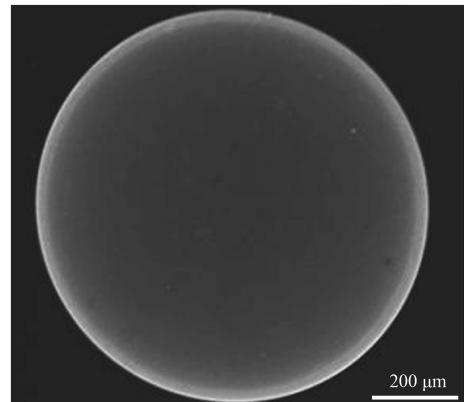


图 3 微球的 X 光图片

Fig.3 X-ray image of microsphere

测得的 24 个厚度值取平均值作为微球表面 Al 涂层的厚度, 样品 A 至 F 的厚度依次为: 1.99, 1.97, 2.06, 2.07, 2.02 和 2.04 μm。由数据可得微球涂层的平均厚度相差不大, 说明敲击对涂层的沉积速率影响很小。为了定量的说明微球铝涂层的壁厚均匀性, 根据文献<sup>[29]</sup>中的计算公式进行计算:

$$\mu = \left( 1 - \frac{t_{\max} - t_{\min}}{t_{\text{ave}}} \right) \times 100 \quad (1)$$

其中,  $\mu$  代表壁厚均匀性,  $t_{\max}$  为涂层的最大厚度,  $t_{\min}$  为涂层的最小厚度,  $t_{\text{ave}}$  为涂层的平均厚度。计算得到的每组微球涂层的壁厚均匀性如图 4 所示, 可见, 敲击的引入能够有效提高微球涂层的壁厚均匀性, 并且敲击间隔越短, 壁厚均匀性越大。但当敲击间隔小于 15 s 后, 壁厚均匀性变化不明显。

试验过程采用摄像机观察和记录微球的运动

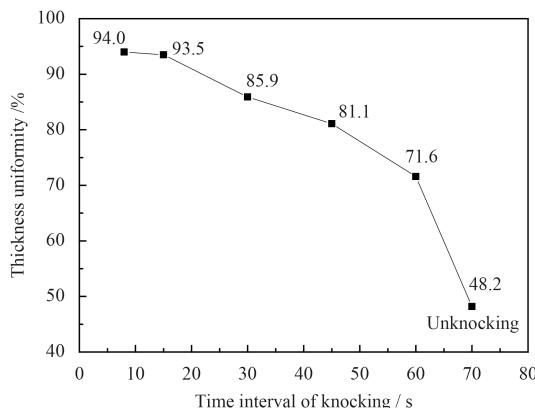


图 4 不同敲击间隔下微球的壁厚均匀性

Fig.4 Wall thickness uniformity of microsphere at different knocking time intervals

状态, 当仅采用旋转驱动方式使微球运动时, 微球运动约 7 000 s 后会与旋转盘发生粘结现象, 显著影响微球涂层的均匀性, 因此未敲击时微球的涂层壁厚均匀性最差, 仅为 48.2%。球与盘发生粘结现象的原因是由于到达微球表面与托盘的溅射粒子材料、动能和温度相同, 溅射粒子间发生相互扩散, 可形成稳定的范氏力<sup>[24]</sup>。观察发现敲击后微球会保持大约 15 s 的运动时间, 随后保持不动, 当再次受到敲击时, 微球便会再次运动约 15 s 的时间, 当敲击间隔不高于 15 s 时, 微球基本可保持持续运动, 壁厚均匀性会更高, 故出现如图 4 所示的壁厚均匀性的变化。增加敲击作用后, 受外力扰动微球运动的分散性与随机性得到提高, 微球更均匀的裸露与溅射粒子的接触面, 减小微球之间以及球与盘的粘结, 从而使微球涂层壁厚更加均匀<sup>[22, 27]</sup>。

## 2.2 涂层的表面粗糙度

图 5 为采用白光干涉仪对微球涂层表面进行测试得到的均方根粗糙度值, 图 6 为未敲击涂层的白光数据, 图 7 为敲击间隔 30 s 的涂层的白光数据。图 5 显示未敲击时微球涂层表面粗糙度最小, 为 26.83 nm; 当增加敲击作用时, 微球涂层的表面粗糙度随敲击时间间隔的减小呈现先增大后减小最后又增大的趋势。

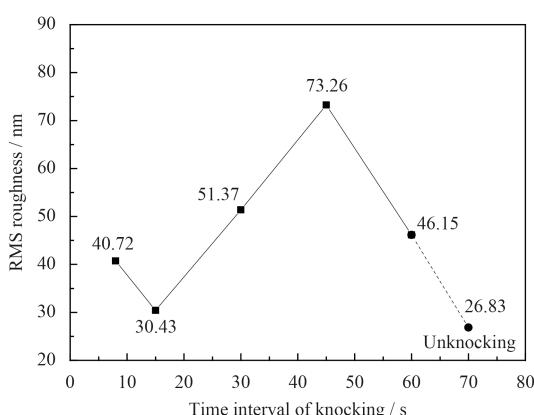


图 5 微球表面粗糙度随敲击时间的变化

Fig.5 Roughness of microsphere as a function of different knocking time interval

影响微球涂层表面粗糙度的因素主要分为两方面。第一, 表面粗糙度与微球的碰撞紧密相关。微球间的碰撞会产生破碎的小颗粒, 这些颗粒在涂层生长过程中可以成为新的生长中心, 还

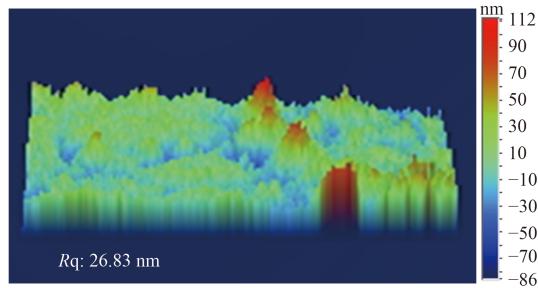


图 6 未敲击的微球涂层的白光数据

Fig.6 White light graph of coating without knocking

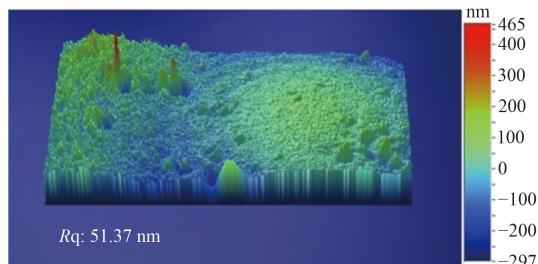


图 7 敲击间隔为 30 s 的微球涂层的白光数据

Fig.7 White light graph of coating with knocking intervals of 30 s

可以发生聚合, 显著增加薄膜的表面粗糙度<sup>[20-21]</sup>。每组试验采用相同数量微球个数, 不存在数量的影响, 随着敲击间隔的减小, 微球运动剧烈程度增加, 微球之间的碰撞效应增大, 因此引入敲击时微球涂层的表面粗糙度会增大<sup>[26]</sup>。第二, 表面粗糙度与表面原子扩散紧密相关。溅射到薄膜表面原子的能量越大, 原子扩散能力越强, 生长的晶粒变小, 晶粒边界增多, 薄膜生长时的空隙越少, 结构致密, 表面粗糙度越小<sup>[15]</sup>。增加敲击作用时, 微球保持良好的分散运动, 溅射粒子到达微球表面的角度变化得到改善, 且溅射粒子到达微球表面的动能随微球运动剧烈程度增大, 原子扩散能力增强, 这将显著降低微球镀层存在的物理阴影效应和微孔的产生, 使微球涂层的表面粗糙度下降<sup>[30]</sup>。通过分析微球运动受敲击间隔的影响发现, 敲击间隔较长的微球铝涂层表面粗糙度受碰撞因素的影响较大, 而敲击间隔较短的微球铝涂层受原子扩散的影响较大, 但具体还无法量化, 当敲击间隔为 8 s 时, 微球间的碰撞过于频繁, 碰撞效应导致微球涂层表面出现较大的损伤, 晶粒边界中的峰与谷的差别增大, 表面粗糙度又出现增大, 因此涂层的表面粗糙度呈现出图 5 所示的变化趋势。

### 2.3 涂层的表面形貌

图8为不同敲击间隔条件下微球涂层表面的SEM形貌。利用粒径分布计算软件对扫描图上颗粒的粒径进行统计,发现图8(a)显示未敲击涂层表面颗粒细小均匀,图8(b)的表面颗粒比图8(a)的表面颗粒稍大,图8(c)的表面颗粒继续增大,图8(d)的表面颗粒比图8(c)的表面颗粒稍小,图8(e)的微球涂层表面颗粒继续减小,而图8(f)的微球表面颗粒比图8(e)的微球表面颗粒稍大,即微球涂层表面的颗粒随敲击间隔的减小呈现出先增大

后减小最后又增大的趋势,其中敲击间隔为15 s的微球涂层表面颗粒最小。观察图8可得未敲击涂层表面颗粒排列有序度较小,随着敲击间隔的减小,涂层表面颗粒排列有序度提高(敲击间隔8 s除外)。从图8也可知微球涂层表面均无裂缝、脱落现象,说明涂层与微球的粘附性良好;此外溅射过程中靶枪套筒在长时间溅射下不可避免的出现微量掉渣现象,这些碎渣有些会吸附在微球涂层表面,如涂层表面存在的个别大颗粒,这些颗粒较少,对涂层的质量影响较小。

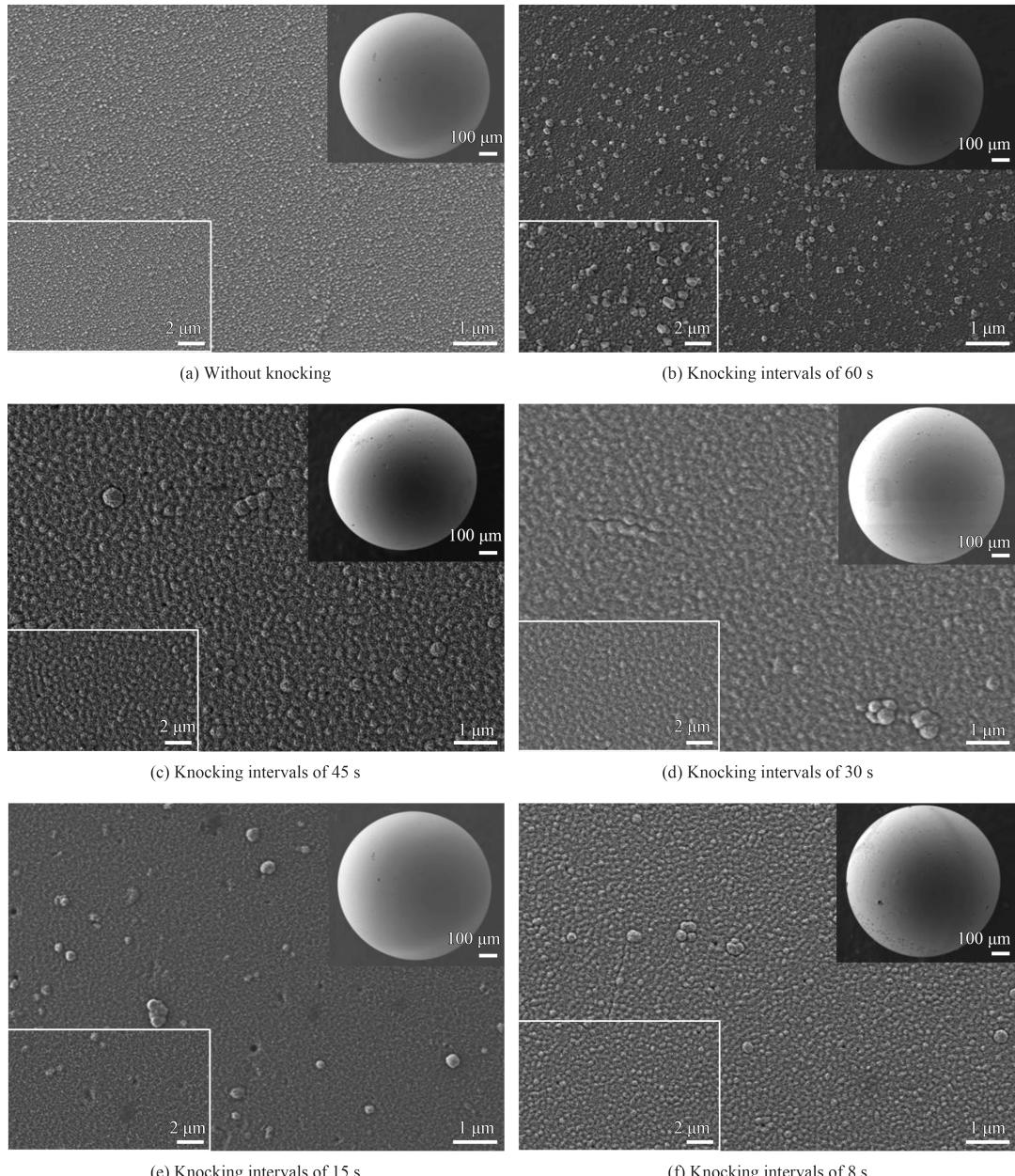


图8 不同敲击间隔时间下样品的表面形貌

Fig.8 Surface morphologies of samples under different knocking time intervals

微球涂层表面颗粒尺寸变化与微球的运动状态密切相关, 随敲击间隔的减小, 微球运动越充分, 跳动频率越高, 溅射粒子到达微球表面的动能随之增大, 正切到达微球表面的溅射粒子增多, 这会使微球涂层表面颗粒有变大的趋势<sup>[31]</sup>, 因此从未敲击到敲击间隔 45 s 的微球涂层表面颗粒变大。由于原子的三维扩散比二维扩散需克服的势垒能量高很多, 只有当动能大于势垒能的溅射原子达到一定数量时原子的扩散效应显著, 从而使晶粒边界增多, 晶粒变小<sup>[30]</sup>。随敲击间隔减小, 能够克服扩散势垒的溅射原子的比率增加, 从而使微球表面生长的颗粒有变小的趋势。因此从敲击间隔 45 s 到 15 s 微球涂层表面颗粒变小; 当敲击间隔为 8 s 时, 微球运动过于剧烈, 微球间的碰撞程度大, 粒子在碰撞后残余能量的存在使粒子易发生聚合<sup>[32-33]</sup>, 故其微球涂层表面颗粒比敲击间隔 15 s 微球涂层的表面颗粒稍大。

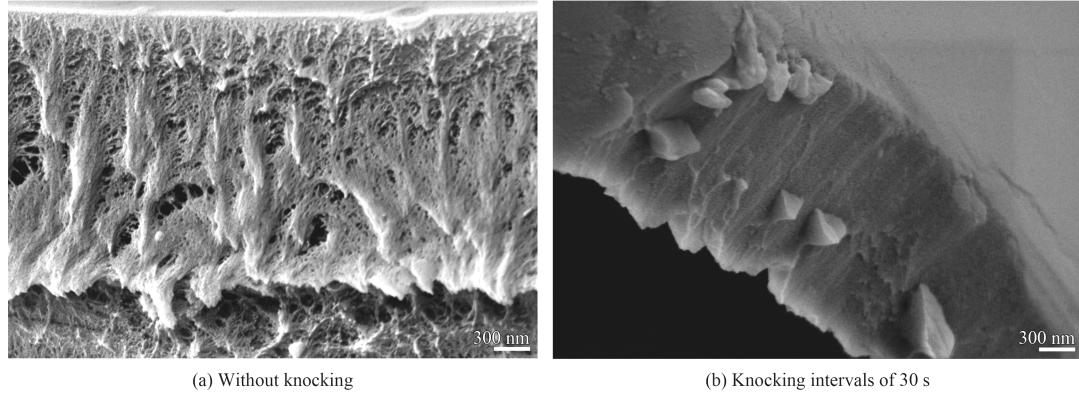


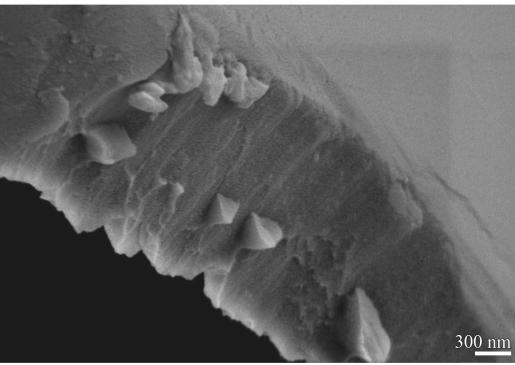
图 9 未敲击涂层和敲击间隔 30 s 涂层的剖面形貌

Fig.9 Cross section morphologies of coatings without knocking and with knocking intervals of 30 s

## 2.4 涂层的相结构

图 10 为各试验样品微球涂层的 X 射线衍射图谱。图中依次出现 (111), (200) 与 (220) 晶面的 3 强衍射峰, 衍射峰的相对强度范围依次是 100%, 28.8%~47.6% 和 18.4%~28.8%, 与标准 (PDF#04-0787) 中 (111), (200) 和 (220) 晶面的相对强度 100%, 47% 和 22% 依次对应, 故文中样品的 (111) 晶面为择优晶面取向, 可得 GDP 微球表面生长的 Al 涂层为面心立方结构 (fcc), 与文献报道相一致<sup>[3, 4, 16]</sup>。对 X 射线衍射图谱进行解谱分析后得到表 2 所示的 (111) 晶面的衍射参数, 根据 Scherrer 公式可以计算择优晶面 (111) 衍射峰对应的晶粒尺寸, 计算得到的 (111) 晶面的晶粒尺寸

图 9 为典型 Al 涂层剖面 SEM 形貌。未敲击微球涂层的生长结构类似于纤维状 (图 9(a)), 结构中有微孔存在。Adriana E. Lita 等人<sup>[16]</sup>已经报道当  $T < 0.3 T_m$  时 ( $T$  为基底温度,  $T_m$  为样品熔点温度), 溅射的晶粒结构呈纤维状, 晶粒随厚度外延生长, 这些晶粒生长时不断形成晶粒边界从而形成高密度的结构, 但同时不可避免的产生微孔。试验中旋转盘未加热, 满足  $T < 0.3 T_m$ , 因此出现了图中所示的纤维状生长结构。图 9(b) 为典型的敲击后微球涂层的剖面, 可知伴随了敲击作用的微球涂层均以典型的柱状晶形式生长, 涂层结构更加致密。当存在敲击作用时, 微球保持良好的分散运动, 有效降低沉积过程中的阴影效应, 且原子扩散能力逐渐增强, 原子在被下一层原子覆盖前实现在沉积表面的迁移, 使晶粒为柱状晶生长<sup>[21, 26, 29]</sup>。



随敲击间隔的变化情况如图 11 所示。

$$D = \frac{K\lambda}{B \cos \theta} \quad (2)$$

其中,  $K$  为 Scherrer 常数,  $K=0.89$ ;  $D$  为晶粒尺寸, 即垂直于晶面方向的平均厚度, nm;  $B$  为实测样品衍射峰半高宽度 (°);  $\theta$  为衍射角 (°);  $\lambda$  为 X 射线波长, 0.154 059 nm。

从图 11 可知: (111) 晶面的晶粒尺寸随着敲击间隔的减小呈现出先增大后减小最后又增大的趋势, 这与 SEM 形貌中微球涂层表面颗粒的大小变化趋势相一致。

微观结构中晶粒的生长主要与温度、沉积速

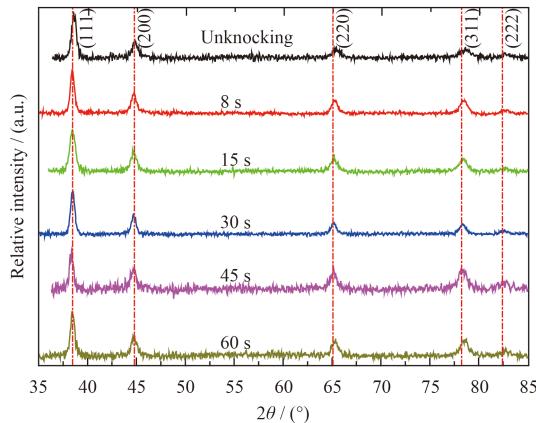


图 10 不同敲击间隔条件下 Al 膜的 XRD 图谱

Fig.10 XRD patterns of Al coatings fabricated under different knocking intervals

表 2 各样品 (111) 晶面的衍射参数

Table 2 Diffraction peaks parameters of (111) crystal face

Samples	$2\theta$ of (111) crystal face / (°)	FWHM / (°)
Unknocking	38.48	0.584
Knocking intervals of 8 s	38.42	0.554
Knocking intervals of 15 s	38.48	0.609
Knocking intervals of 30 s	38.44	0.535
Knocking intervals of 45 s	38.52	0.485
Knocking intervals of 60 s	38.49	0.524

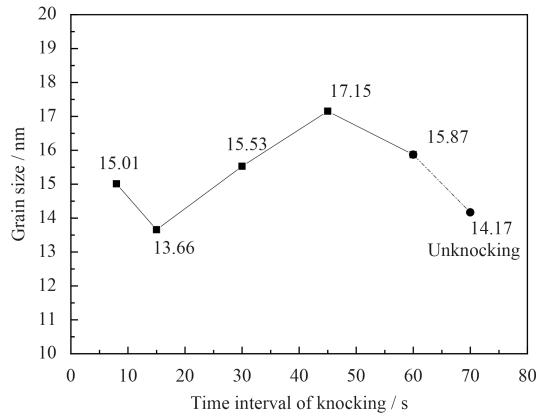


图 11 晶粒尺寸随敲击间隔的变化

Fig.11 Variations of crystalline size related to samples of different knocking intervals

率的大小和原子本身的扩散相关<sup>[13, 16]</sup>。由于试验控制单一变量且无辅助加热装置，排除温度的影响，基底平面与曲面在相同溅射时间和条件下得到的涂层厚度不相等，这与溅射粒子到达基底表面的相对沉积速率的大小有关<sup>[19]</sup>。微球运动的剧烈程度随敲击间隔的减小而增大，与之对应的相对沉积速率呈下降趋势，从而使晶粒尺寸有变大

的趋势<sup>[28]</sup>；另一方面溅射原子的扩散能力逐渐增强，使晶粒边界逐渐增多，晶粒尺寸有变小的趋势。而敲击间隔为 8 s 时涂层的晶粒生长受到碰撞对晶粒的损伤作用和碰撞后粒子的聚合作用两种影响，晶粒生长的尺寸偏大且晶粒大小不均匀<sup>[32-33]</sup>。

## 2.5 优化后的重复性试验

根据上述试验结果在最优敲击间隔 15 s 条件下进行重复性试验并采用相同测试条件，获得了均匀性达 92% 的平均厚度为 2.01 μm 厚的铝涂层，涂层的表面形貌、颗粒尺寸与表面粗糙度值与初次敲击间隔 15 s 时的结果相近，XRD 图谱的重合度好，图 12 和图 13 分别是重复性试验的白光数据和表面形貌，说明试验的重复性良好。

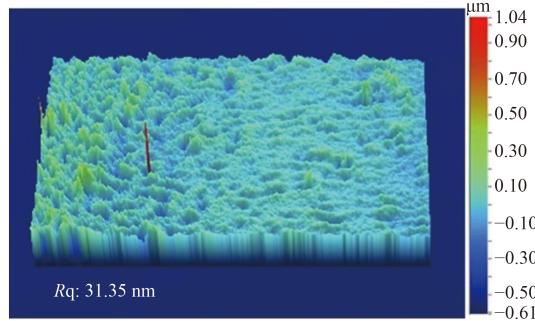


图 12 重复敲击间隔 15 s 时涂层的白光数据

Fig.12 Repeated white light graph of coating with knocking intervals of 15 s

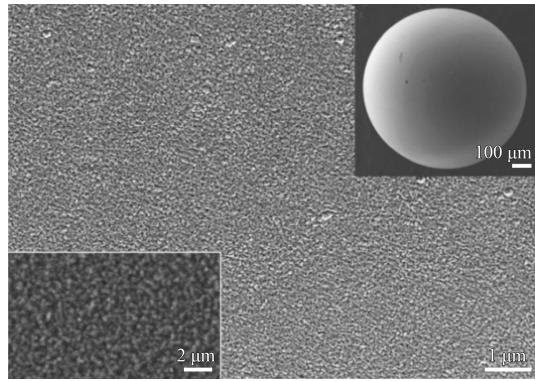


图 13 重复敲击间隔 15 s 时样品的表面形貌

Fig.13 Repeated surface morphologies of sample with knocking intervals of 15 s

微球表面光滑的铝涂层能有效降低 ICF 内爆试验中的流体力学不稳定性，延长微球的保气性能。文献中和试验中关于微球上金属涂层的最小粗糙度研究结果如表 3 所示，由于涂层的表面粗糙度与厚度呈现一定的指数关系<sup>[16]</sup>，厚度增加会

表 3 文中和参考文献<sup>[20, 23]</sup>中微球涂层的最小表面粗糙度Table 3 Minimum surface roughness of coatings deposited on shells in this work and other literatures<sup>[20, 23]</sup>

Composition	Substrate	Thickness / $\mu\text{m}$	Moving mode	Roughness / nm	References
Pure Al	GDP shells	2	Rotation with knocking	30.43	This work
Pure W	GDP shells	0.5	Bounce	47	[20]
Pure Al	GDP shells	0.1	Flipped over	44	[23]

导致粗糙度非线性显著增大, 通过数据对比可得采用旋转与敲击的溅射方式有效降低了涂层的表面粗糙度, 可满足惯性约束聚变试验的需求。

### 3 结 论

(1) 采用旋转与敲击相结合的驱动方式, 通过改变敲击间隔时间, 在直径约 800  $\mu\text{m}$  的辉光放电聚合物微球上溅射 ( $2\pm0.1$ )  $\mu\text{m}$  的金属 Al 涂层, 结果表明: 微球铝涂层表面光滑、无裂缝, 表面粗糙度均在 75 nm 以下, 未受到敲击的微球上涂层呈纤维状生长, 受到敲击的微球上呈柱状晶生长, (111) 晶面为择优取向晶面。

(2) 研究发现: 敲击能够有效改善微球涂层生长过程中的阴影效应, 增加微球运动的随机性与持续性, 使微球均匀暴露其表面, 减少微球间的团簇和球与盘的粘结效应。随敲击间隔的减小, 微球铝涂层的壁厚均匀性逐渐提高, 铝涂层表面的粗糙度值与涂层表面以及内部颗粒的大小变化趋势相一致, 呈现出先增大后减小最后又增大的趋势, 试验的可重复性好。

(3) 综合比较不同敲击间隔下微球铝涂层的结构参数, 当敲击间隔为 15 s 时, 微球铝涂层的综合质量最佳, 此时涂层的壁厚均匀性达 93.5%, 表面粗糙度为 30.43 nm, 择优晶面的晶粒尺寸为 13.66 nm。

### 参考文献

- [1] STEPHENS E H, NIKROO A, GOODIN D T, et al. Optimizing high-z coatings for inertial fusion energy shells[J]. Fusion Science & Technology, 2003, 43(3): 346-352.
- [2] 蒲昱东, 陈伯伦, 黄天晤, 等. 激光间接驱动惯性约束聚变内爆物理试验研究[J]. 强激光与粒子束, 2015, 27(3): 129-140.
- PU Y D, CHEN B L, HUANG T X, et al. Physics experiment research of laser indirect driven inertial confinement fusion implosion[J]. High Power Laser And Particle Beams, 2015, 27(3): 129-140 (in Chinese).
- [3] 雷洁红, 段浩, 邢丕峰, 等. 磁控溅射不同厚度铝薄膜的微结构及其表面形貌[J]. 半导体光电, 2010, 31(6): 888-890. LEI J H, DUAN H, XING P F, et al. Magnetron sputtering with different thickness of aluminum film microstructure and surface morphology[J]. Semiconductor Optoelectronics, 2010, 31(6): 888-890 (in Chinese).
- [4] 汤华国, 赵伟, 刘建伟, 等. 细晶金属铝的制备及力学性能[J]. 应用化学, 2015, 32(9): 1070-1074. TANG H G, ZHAO W, LIU J W, et al. Preparation and mechanical properties of fine grained aluminum[J]. Applied Chemistry, 2015, 32(9): 1070-1074 (in Chinese).
- [5] CHEN M, PEI Z L, WANG X, et al. Structural, electrical, and optical properties of transparent conductive oxide ZnO:Al films prepared by dc magnetron reactive sputtering[J]. Journal of Vacuum Science & Technology A, 2001, 19(3): 963-970.
- [6] HUANG H, STEPHENS R B, HILL D W, et al. Automated batch characterization of ICF shells with vision-enabled optical microscope system[J]. Fusion Science & Technology, 2004, 45(45): 214-217.
- [7] NAVINŠEK B, PANJAN P, MILOŠEV I. PVD coatings as an environmentally clean alternative to electroplating and electroless processes[J]. Surface & Coatings Technology, 1999, s116-119(99): 476-487.
- [8] CHAWLA V, JAYAGANTHAN R, CHAWLA A K, et al. Microstructural characterizations of magnetron sputtered Ti films on glass substrate[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2009, 209(7): 3444-3451.
- [9] 刘培, 王振玉, 柯培玲, 等. 磁控溅射-热处理两步法制备 Cr<sub>2</sub>AlC 涂层及力学性能[J]. 中国表面工程, 2016, 29(1): 64-72.
- LIU P, WANG Z Y, KE P L, et al. Preparation of Cr<sub>2</sub>AlC coating by magnetron sputtering and heat treatment in two steps and mechanical properties[J]. China Surface Engineering, 2016, 29(1): 64-72 (in Chinese).
- [10] 唐光泽, 马欣新, 孙明仁. 工艺参数对射频磁控溅射 PTFE 靶形成的等离子体组成的影响[J]. 中国表面工程, 2007, 20(1): 35-37.
- TANG G Z, MA X X, SUN M L. Effect of process parameters on plasma formation of PTFE target formed by RF magnetron sputtering[J]. China Surface Engineering, 2007, 20(1):

- 35-37 (in Chinese).
- [11] 朱晓岗, 王波, 张丽霞, 等. 沉积时间对钼薄膜结构和热疲劳性能的影响[J]. 中国表面工程, 2014, 27(3): 10-14.  
ZHU X G, WANG B, ZHANG L X, et al. Effect of deposition time on structure and thermal fatigue properties of molybdenum thin films[J]. China Surface Engineering, 2014, 27(3): 10-14 (in Chinese).
- [12] PALDEY S, DEEVI S C. Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: A review[J]. Materials Science & Engineering A, 2003, 342(1-2): 58-79.
- [13] ROSSI P, ZOTOV N, MITTEMEIJER E J. Effects of deposition method on the microstructure and intermetallic compound formation in Ag-Sn bilayers[J]. Surface & Coatings Technology, 2016, 295: 88-92.
- [14] LU Y M, HWANG W S, LIU W Y, et al. Effect of RF power on optical and electrical properties of ZnO thin film by magnetron sputtering[J]. Materials Chemistry & Physics, 2001, 72(2): 269-272.
- [15] SAVALONI H, BABAEI F, SONG S, et al. Influence of substrate rotation speed on the nanostructure of sculptured Cu thin films[J]. Vacuum, 2011, 85(7): 776-781.
- [16] LITA A E, JR J E S. Characterization of surface structure in sputtered Al films: Correlation to microstructure evolution[J]. Journal of Applied Physics, 1999, 85(2): 876-882.
- [17] HSIEH E J, MEYER S F. Recent advances in Pt coating of microspheres by a batch magnetron sputtering process[J]. Journal of Vacuum Science & Technology, 1981, 18(3): 1205-1208.
- [18] LOWE A T, HOSFORD C D. Magnetron sputter coating of microspherical substrates[J]. Journal of Vacuum Science & Technology, 1979, 16(2): 197-199.
- [19] JANKOWSKI A F, HAYES J P, MORSE J D. Chambered capsule coatings[J]. Thin Solid Films, 2001, 398(398): 587-590.
- [20] CZECHOWICZ D G, DORMAN J A, GERONIMO J C, et al. GA-A25661 tungsten sputter coating development to produce high z shells[J]. Fusion Science & Technology, 2007, 51(4): 631-637.
- [21] XU H, NIKROO A, WALL J R, et al. Be coatings on spherical surface for NIF target development[J]. Fusion Science & Technology, 2006, 49(4): 778-785.
- [22] NIKROO A, BAUGH W, AND STEINMAN D A. Fabrication of gas-filled tungsten-coated glass shells[J]. Fusion Science & Technology, 2004, 45(2): 202-205.
- [23] JAQUEZ J S, ALFONSO E L, NIKROO A, et al. Aluminum coatings as a deuterium permeation barrier on foam shells and the dependence on foam surface finish[J]. Fusion Science & Technology, 2007, 51: 688-691.
- [24] SCHMID G H S, EISENMENGER-SITTNER C. A method for uniformly coating powdery substrates by magnetron sputtering[J]. Surface & Coatings Technology, 2013, 236(2): 353-360.
- [25] SCHMID G, EISENMENGER-SITTNER C, HELL J, et al. Optimization of a container design for depositing uniform metal coatings on glass microspheres by magnetron sputtering[J]. Surface & Coatings Technology, 2010, 205(7): 1929-1936.
- [26] YU X Z, SHEN Z, XU Z. Preparation and characterization of Ag-coated cenospheres by magnetron sputtering method[J]. Nuclear Instruments & Methods in Physics Research, 2007, 265(2): 637-640.
- [27] ZHANG Y, MA H, YI M, et al. Magnetron-sputtering fabrication of noble metal nanodots coated TiO<sub>2</sub>, nanoparticles with enhanced photocatalytic performance[J]. Materials & Design, 2017, 125: 94-99.
- [28] YU X, SHEN Z. Metal copper films coated on microparticle substrates using an ultrasonic-assisted magnetron sputtering system[J]. Powder Technology, 2008, 187(3): 239-243.
- [29] 刘梅芳, 陈素芬, 刘一杨, 等. 厚壁空心微球的球形度和壁厚均匀性的表征研究[J]. 强激光与粒子束, 2014, 26(2): 153-157.
- LIU M F, CHEN S F, LIU Y Y, et al. Characterization of sphericity and wall thickness uniformity of thick walled hollow microspheres[J]. High Power Laser and Particle Beams, 2014, 26(2): 153-157 (in Chinese).
- [30] STUMPF R, SCHEFFLER M. Theory of self-diffusion at and growth of Al(111)[J]. Physical Review Letters, 1994, 72(2): 254-257.
- [31] SAVALONI H, BABAEI F, SONG S, et al. Influence of substrate rotation speed on the nanostructure of sculptured Cu thin films[J]. Vacuum, 2011, 85(7): 776-781.
- [32] BLEYKHER G A, KRIVOBOKOV V P, YURYEVA A V. Magnetron deposition of coatings with evaporation of the target[J]. Technical Physics, 2015, 60(12): 1790-1795.
- [33] HUANG J, LIU Y, DU K, et al. Microstructure evolution of copper-doped tungsten coatings for inertial confinement fusion application[J]. Fusion Science & Technology, 2017, 71(2): 254-257.