

镀铜膜工艺在高功率输入耦合器中的应用

张 帅^{1,2}, 罗积润¹, 王小霞¹, 张 瑞¹, 吴质洁¹

(1. 中国科学院 空天信息创新研究院, 北京 100094)

(2. 中国科学院大学, 北京 100049)

摘要: 高功率输入耦合器是为自由电子激光装置的超导腔传输微波功率的部件。为了提高传输性能, 需要在耦合器上镀铜膜。本研究基于 2 种不同镀铜膜工艺实验, 通过 EDS 线扫描、粗糙度、XRD 和残余电阻率 (RRR) 对比分析在室温 (25 °C) 以及 200、400、600 和 910 °C 等 4 种不同温度退火后镀铜膜的性能变化, 确定出适合特殊环境条件下高功率输入耦合器波纹管内壁镀铜膜工艺。将这一工艺应用于 1.3 GHz 高功率输入耦合器镀铜膜。结果表明, 铜膜与耦合器内表面的结合力、高低温适应性和微波能量传输效率都能很好地满足实际应用的要求。

关键词: 高功率输入耦合器; 化学镀铜; 电化学镀铜; 残余电阻率 (RRR)

中图法分类号: TG174.445

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2021)04-1409-08

高功率输入耦合器 (以下简称耦合器) 是自由电子激光装置微波能量耦合部件, 它的主要功能是将微波功率耦合进入超导腔, 在腔内建立加速电场, 并将能量传递给束流; 同时利用陶瓷窗将超导腔内超高真空间隔与大气进行隔离^[1]。国内外对输入耦合器研制、测试以及应用已经有过许多的研究, 为提升其性能产生了重要影响^[2-6]。由于这种耦合器要完成处于室温条件工作的高功率微波源与处于超低温的超导腔之间的连接, 它除了必须具备波能量耦合效率和真空隔离度等特性外, 还得考虑到机械连接和温度梯度变化。因此, 连接超导腔一端通常是高强度具有好机械弹性的波纹导管^[7]。这段波纹导管不仅要对给定频率波有好的传输匹配能力, 而且必须具有低热导和高表面电导, 以降低热扩散和微波能量的损失, 这便需要在耦合器的不锈钢表面镀铜膜^[8,9]。

由于耦合器的不锈钢表面镀铜膜必须具有低热导率和高表面电导率, 而且在耦合器安装和使用过程中, 铜膜不能有起皮和脱落现象, 所以耦合器镀铜膜需要具有高纯度、低表面粗糙度、适中的残余电阻率 (RRR) 以及牢固的结合力等性能。Alameda 应用科学公司利用阴极电弧等离子体同轴高能沉积直接在不锈钢耦合器管壁上生长铜膜。通过少量单层膜渗透到不锈钢基体中, 使其具有晶体结构的高粘接膜, 能够承受高压水 10 MPa 冲洗 10 min, 铜膜仍然粘附在管壁上^[10,11]。

文献[12]对耦合器波纹管上镀铜膜进行检测, 发现波纹管上的铜膜容易出现变色、黑点以及沉积小颗粒等缺陷。

本研究基于化学镀铜和电化学镀铜工艺技术, 通过对对比分析不同工艺技术获得的铜膜在室温 (25 °C) 以及 200、400、600 和 910 °C 等 4 个温度退火后的性能变化, 为高功率输入耦合器内壁镀铜选择最佳工艺参数提供依据。

1 实验

1.1 典型的高功率输入耦合器和实验镀件的结构

图 1 为典型的高功率输入耦合器结构图。耦合器总体上分为冷端、热端、同轴波导转换和内导体调节驱动装置 4 大部分。其中冷端和热端各包含一个陶瓷窗, 分别称为冷窗和热窗, 可以将热端和冷端的内腔超高真空间隔与大气隔离。冷端和热端都包含波纹管结构。通过内导体驱动马达可以控制波纹管的伸缩, 以此改变内导体天线插入腔内的深度, 从而可以实现耦合度匹配不同的束流负载; 同时波纹管的机械弹性可以应对耦合器连接的超导腔在降温过程中产生的收缩。内导体驱动马达装置、电容组件、同轴波导转换、热端组件等处于室温; 而冷端组件处于超低温环境。其中热端和冷端都是由各种形状的 316L 不锈钢零件以及无氧铜环利用金镍焊料进行真空钎焊而成。为了

收稿日期: 2020-06-03

基金项目: 国家自然科学基金 (61771454)

作者简介: 张 帅, 男, 1987 年生, 博士生, 中国科学院空天信息创新研究院高功率微波源与技术重点实验室, 北京 100094, 电话: 010-56535279, E-mail: zhangshuai8859@163.com

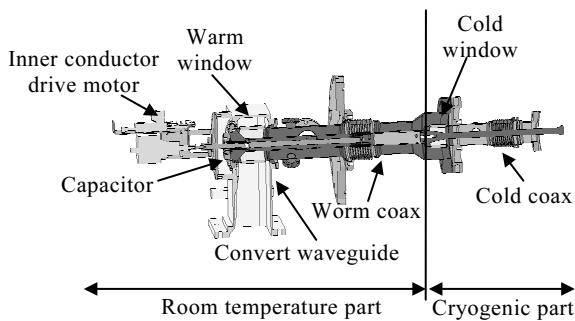


图 1 典型的高功率输入耦合器结构图

Fig.1 Typical structure of the fundamental power input coupler

使耦合器应用于超导腔中能够减少热传导和提高表面电导率，需要对热端和冷端的内壁不锈钢上镀铜膜。

由于冷端和热端都包含如图 1 中的波纹管结构，而且热端的长度远大于冷端。相对而言，热端镀铜膜的难度更大，所以实验过程中采用了类似于热端结构的实验件，简化了外部复杂结构，材料为 316L 不锈钢，如图 2 所示。实验件的内壁直径和长度以及波纹管与热端相同，内壁直径为 62 mm，长度 360 mm，其中波纹管的长度为 58.5 mm，波纹的深度为 11 mm，宽 1.15 mm。

1.2 耦合器镀铜膜的难点及解决措施

根据耦合器的特殊结构和材料特性，镀铜膜工艺主要有 3 个难点：①在真空钎焊后包含波纹管的不锈钢组件内壁镀铜膜，而外壁不能有铜膜，需要制作专用模具；②镀件的深径比 5.8:1，而且波纹管在镀件的中间位置，有 19 个凹凸波纹，波纹的深宽比 9.5:1，镀铜膜时特别容易在波纹管的凹槽内出现漏镀或沉积铜颗粒的现象；③波纹管在拉伸或压缩过程中容易导致铜膜发生起皮和脱落，并且由于镀铜膜在超低温环境下更容易出现膜层起皮现象。

由于耦合器镀件的材料为 316L，为了获得良好的

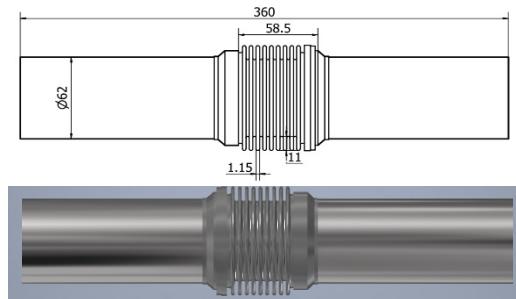


图 2 镀铜实验件结构

Fig.2 Structure of the copper plated test

结合力，需要在镀铜膜前先进行预镀薄镍层以改善膜层与基体之间的结合力^[13,14]，厚度为 1~3 μm，否则实验件在经受 5~10 mm 位移拉伸或压缩时，肉眼可发现表面有铜膜脱落。镀件要求内壁镀铜膜，而外壁不能有铜膜，所以使用模具保护外壁不被镀上铜膜，同时拉伸波纹管 10~15 mm，可以增大凹槽宽度，便于沉积铜膜。针对耦合器镀件的特殊结构，为了获得均匀的膜层厚度和波纹管内壁不出现漏镀现象，设计了专用的镀槽设备，如图 3 所示。镀槽采用上下 2 个槽体，上槽体为施镀槽，下槽体为储液槽，通过机械泵把储液槽的镀液抽到施镀槽内，管道中间使用过滤装置对镀液进行过滤，滤芯精度 1~3 μm，距离上槽体边缘 10 cm 处有溢流口，使镀液可通过管道溢流到下槽体，镀液连续循环过滤，确保镀膜过程中施镀槽内没有杂物和铜粉出现，避免镀层出现变色和沉积铜颗粒现象。储液槽内有加热器和温度探头，施镀槽也装有温度探头，随时检测镀液温度。在储液槽内对镀液进行加热，可以使施镀槽内的镀液温度更加均匀。为了避免镀铜膜时出现漏镀、黑点等缺陷，同时提高镀层的均匀性，对镀槽设备设计了镀液喷淋和镀件的旋转装置。施镀槽底部装有喷淋管，喷淋管是由纯钛管壁单侧打孔制作而成，喷淋管的下端连接在过滤装置的管道上，可以通过阀门调节流量大小，开启机械泵后镀液从喷淋管喷出，溅射到波纹管内壁，提高波纹管的镀层均匀性。施镀槽上方盖板配有旋转装置，采用变速装置的马达，直流减速型电机，设计转速 0~60 r/min，马达带动导电环进行转动。镀件装在导电环上，随着导电环转动，能够提高整体镀层的均匀性。导电环上端引出的不发生转动的导线可连接电源的阴极和阳极，而下端引出的导线连接镀件，可以随着镀件进行转动。利用此专用镀槽、特殊的镀铜溶液、恰当的电流密度和时间，即可获得致密、结合力良好适用于高功率输入耦合器的镀铜膜。

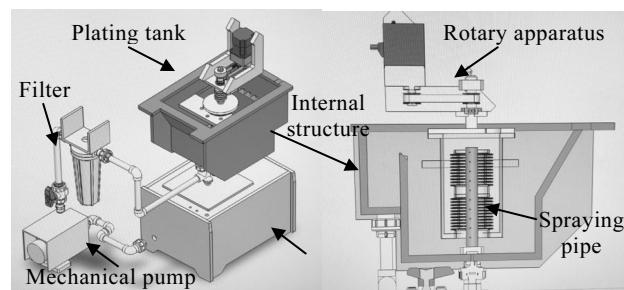


图 3 镀铜膜设备

Fig.3 Device of copper plated test

1.3 耦合器镀铜膜的工艺

根据耦合器波纹管的特殊结构及铜膜低热导率和高电导率的要求,采用化学镀铜和电化学镀铜2种不同的镀膜工艺来获得铜膜。化学镀铜是在不通电的情况下,利用溶液的自身催化性,氧化还原反应进行镀铜膜,能够获得均匀性好的铜膜;而电化学镀铜是利用电解作用使镀件表面附着金属铜膜。

耦合器镀铜膜的工艺流程如图4所示,主要工序是对镀件进行去油处理、化学抛光、预镀镍,之后进行镀铜膜。2种不同的镀铜工艺是指工艺流程中镀铜膜工序分别采用化学镀铜和电化学镀铜方式,而其他工序均保持一致。为了区分不同镀铜方式获得的铜膜,分别定义为化学镀铜膜和电镀铜膜。

耦合器镀件的镀铜工艺参数如下:

碱性去油: 3%~5%的金属去油剂溶液,温度70~80 °C,时间10~30 min;

丙酮超声去油: 超声频率25~30 kHz,时间5~10 min;

化学浸蚀: 200~400 mL/L HF, 150~300 mL/L HNO₃, 1~2 mL/L HCl, 温度60~80 °C, 时间10~30 s;

预镀镍: 200~245 g/L Ni₂Cl·7H₂O, 150~240 g/L HCl, 电流密度3~5 A/dm², 时间20~60 s, 温度为室温;

化学镀铜: 3~5 g/L NaOH, 3~4 g/L CuSO₄·5H₂O, 3~4 g/L HCHO 和 0.1~0.2 mol/L [(HOOCCH₂)₂NCH₂]₂, 温度40~50 °C;

电镀铜: 180~220 g/L CuSO₄·5H₂O, 40~60 g/L H₂SO₄, 添加剂3~7 mL/L, 电流密度1~2 A/dm², 电压2~6 V, 温度25~35 °C。

根据上述参数对耦合器镀件进行镀铜过程中,需要注意的是对镀件进行化学浸蚀时,既要完全去除不锈钢表面的氧化物,否则不锈钢表面的氧化物会导致镀层结合力不良,又要控制化学反应的时间不能超过30 s,不然会发生过腐蚀现象,甚至会在波纹管壁上出现漏孔,导致耦合器装配后真空度达不到要求,漏率会高于1×10⁻¹⁰ Pa·m³/s。预镀镍工序是决定膜层与基

体的结合力,电流过大造成结合力不牢固,电流过小会使镀件表面没有镍层,后续镀不上铜膜,确保电流密度在3~5 A/dm²范围内。化学镀铜过程中需要每隔1 h添加0.5 g/L CuSO₄·5H₂O、0.8 g/L HCHO、0.05 mol/L [(HOOCCH₂)₂NCH₂]₂,保障溶液中离子维持在正常范围内,而且溶液温度不能超过50 °C,否则HCHO消耗加剧。

1.4 铜膜的性能测试

耦合器实验件通过上述工艺流程获得化学镀铜膜和电镀铜膜。为了进一步提高镀层与基体的结合力,增加镀层的致密性以及增大镀层的RRR值,对镀铜膜的实验件进行真空退火处理,退火温度分别为200、400、600和910 °C,并保留室温(25 °C)状态下的样品作为对比试样。采用北京七星华创电子股份有限公司的真空炉,型号为HVF5060EQ,以10 °C/min升温,真空度保持在2×10⁻³ Pa以下,达到退火温度后保温2 h,之后自然冷却到室温后取出。

1.4.1 铜膜的横截面线性扫描

为了研究不同退火温度处理后镀膜内原子发生扩散的变化,采用德国卡尔蔡司(ZEISS)的能谱仪(EDS),型号EVO18,采集窗口放大4000倍、灯丝电压20 kV、工作距离11 mm,对2种镀铜膜分别进行横截面EDS线扫描。

1.4.2 铜膜的表面粗糙度

铜膜的表面粗糙度影响耦合器的高频损耗,通常要求铜膜表面的粗糙度要低于频率相对应的趋肤深度。采用德国霍梅尔公司的粗糙度轮廓仪对样品铜膜的表面粗糙度进行测量,型号T8000SC,测量时探针的移动速度为0.15 mm/s,测量距离4.8 mm,每个样品上测量3次,取平均值。

1.4.3 铜膜的XRD分析

为了分析2种镀铜膜的结构,采用日本理学公司的X射线衍射仪进行测试,电压40 kV,电流40 mV,扫描角度范围为20°~80°,扫描速度4°/min。

1.4.4 铜膜的残余电阻率(RRR)

铜膜的RRR值可以作为判断耦合器的热传导和表面电导的参数^[15]。由于不能直接测量铜膜的RRR,因此采用等效并联电路的方法,将镀膜和不锈钢看作并联的2个部分^[16]。通过标准四电极法测量不锈钢镀膜的总电阻R和未镀膜的不锈钢电阻R_{st},那么铜膜的电阻R_{Cu}可以通过公式(1)计算出来。

$$R_{\text{Cu}} = \frac{R_{\text{st}} R}{R_{\text{st}} - R} \quad (1)$$

RRR定义为材料在室温(T=300 K)下的电阻与液氦沸点(T=4.2 K)下的电阻比值^[15],那么铜膜的

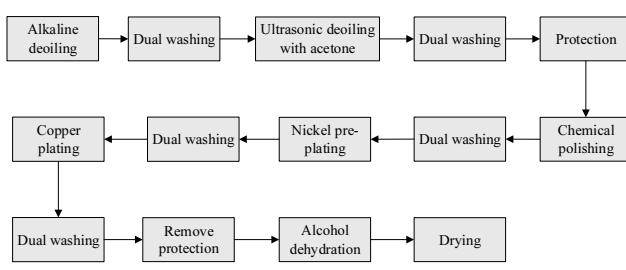


图4 镀铜工艺流程

Fig.4 Technological process of copper plating

RRR 值即为铜膜在室温下的电阻 $R_{\text{Cu}}(T=300 \text{ K})$ 与液氨沸点下的电阻 $R_{\text{Cu}}(T=4.2 \text{ K})$ 比值如公式(2)所示。

$$\text{RRR} = \frac{R_{\text{Cu}}(T=300 \text{ K})}{R_{\text{Cu}}(T=4.2 \text{ K})} \quad (2)$$

1.4.5 铜膜与基体的结合力测试

动力拉伸测试铜膜与基体的结合力，利用工装使镀铜膜的耦合器部件拉伸或压缩 10 mm（总行程为 20 mm），循环 10~20 次。然后进行冷热冲击测试，镀铜膜的耦合器部件浸入液氮 10~15 min，取出后浸入 85~95 °C 的热水 3~5 min，循环 3 次。动力拉伸和冷热冲击测试后分别用型号为 XLG35YS、光纤直径 2 mm 的内窥镜观察耦合器部件上的铜膜，没有发生起皮或脱落视为合格。

为了进一步检测铜膜质量，对镀铜膜后的耦合器部件进行 6~8 MPa 高压水喷淋冲洗 8~10 min 测试，使用滤纸过滤收集冲洗的水质，没有铜膜脱落视为合格。

2 结果与讨论

2.1 铜膜的截面线扫描

图 5 为化学镀铜膜和电镀铜膜在不同温度退火后 EDS 线扫描结果。观察图 5 发现 2 种铜膜在室温以及 200 和 400 °C 的温度退火后，各种元素没有出现明显的扩散现象。退火温度在 600 °C 时，2 种镀铜膜都出现了 Ni 和 Cu 的互扩散现象，而当退火温度在 910 °C 时，铜膜中出现了明显的 Fe、Ni 和 Cu 的互扩散现象。耦合器的镀铜膜要求有高的电导率和合适的 RRR 值，而当 Ni 和 Cu 原子发生扩散后，铜膜会受到污染，电导率和 RRR 值会下降^[17]，所以对耦合器镀铜膜后的退火温度不能超过 400 °C。

2.2 铜膜的表面粗糙度

耦合器的高频损耗与铜膜的表面粗糙度有关，要求铜膜表面的粗糙度低于频率相对应的趋肤深度，例如 1.3 GHz 的耦合器铜膜的趋肤深度约 2 μm。镀膜晶粒尺寸不同，成核数密度不同；成核数密度越高，晶粒更细密；扩大晶核表面的沉积形态，表现在宏观上即是膜层表面粗糙度不同^[18]。从图 6 可知，化学镀铜膜和电镀铜膜经过 200 °C 退火处理后，表面粗糙度下降，因为退火处理可以改善镀膜表面的缺陷，温度升高使膜层表面沉积的粒子重新具备迁移能力，减小膜层的应力，使表面更加致密均匀^[19,20]。随着退火温度的升高，铜膜的晶粒进一步长大，导致表面粗糙度增加。2 种铜膜在不同温度退火后的粗糙度均小于 0.8 μm，远小于 1.3 GHz 耦合器铜膜的趋肤深度 2 μm。

2.3 铜膜的物相分析

图 7a 和 7b 分别为化学镀铜和电化学镀铜工艺在室温和不同温度退火后的 XRD 图谱。从图看出，采用化学镀铜和电化学镀铜工艺的铜膜为面心立方结构的(111)、(200)、(220)晶面衍射强度不同的衍射峰。退火过程没有使镀膜的结构发生改变。不过，随着温度的升高，铜膜产生结构弛豫，引起局部、短程范围内的原子重排和团聚，衍射峰愈发尖锐，峰强逐渐增大，晶面衍射强度愈来愈大，镀层原子排列规整度提高。化学镀铜膜在室温(25 °C)、退火温度 200、400、600 以及 910 °C 的择优取向均为(200)面，电镀铜膜在室温(25 °C)、退火温度 200、400、600 °C 的择优取向均为(111)面，而 910 °C 退火后择优取向由(111)面变为(200)面，根据能量各向异性理论，镀层的择优取向或组织使表面能、界面能和应变能之和为最小

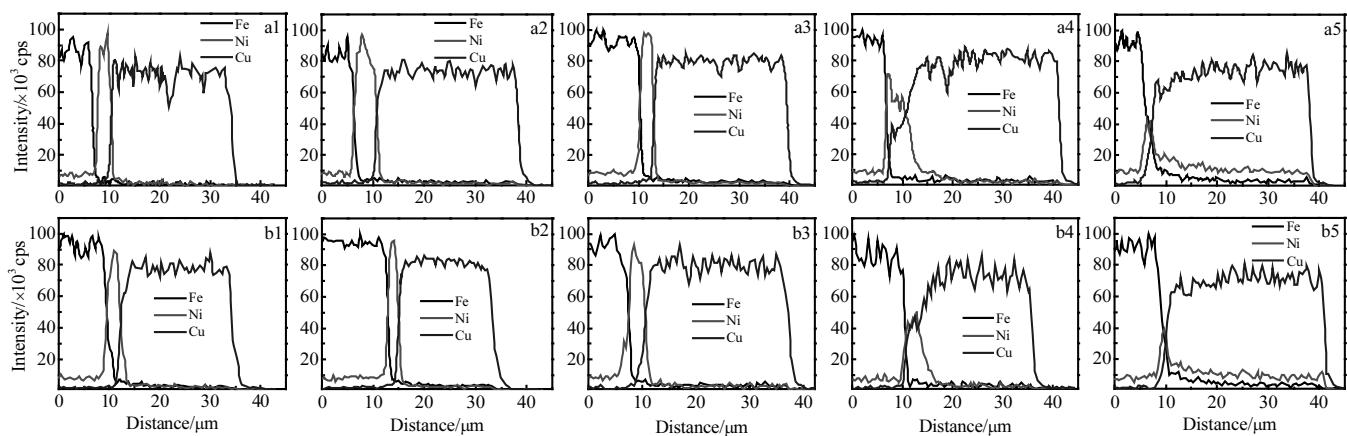


图 5 化学镀铜和电镀铜膜在不同温度退火后的 EDS 线扫描结果

Fig.5 EDS linear scanning results of electroless copper plating (a) and copper plating (b) annealed at different temperatures, the numbers 1, 2, 3, 4 and 5 correspond to 25, 200, 400, 600 and 910 °C, respectively

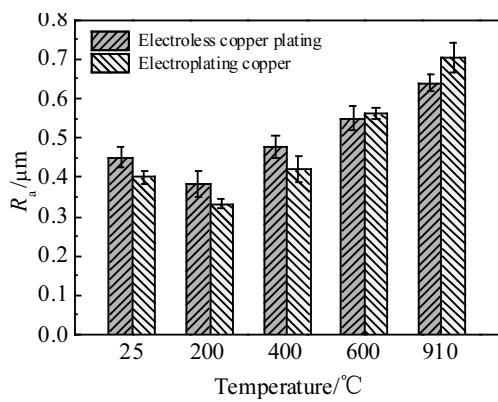


图 6 化学镀铜和电镀铜膜在不同温度退火后的表面粗糙度

Fig.6 Surface roughness R_a of copper films using electroless and electroplating after annealing at different temperatures

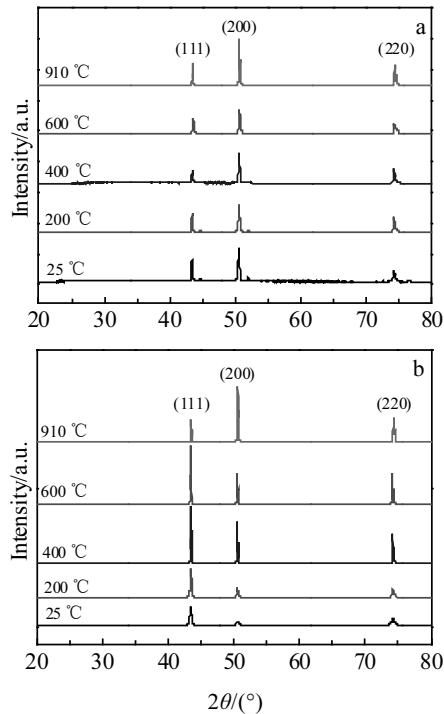


图 7 化学镀铜膜和电镀铜膜在不同温度退火后的 XRD 图谱

Fig.7 XRD patterns of copper films prepared by electroless plating (a) and electroplating (b) after annealing at different temperatures

值^[21]。对于面心立方结构铜膜而言，其表面能最小的取向为 (111) 晶面。所以电镀铜膜在室温以及退火温度为 200、400、600 °C 条件下表面能最小。

2.4 铜膜的 RRR 值

图 8 所示为采用化学镀铜和电化学镀铜工艺获得铜膜的样品在室温以及不同温度退火后分别在 300 和

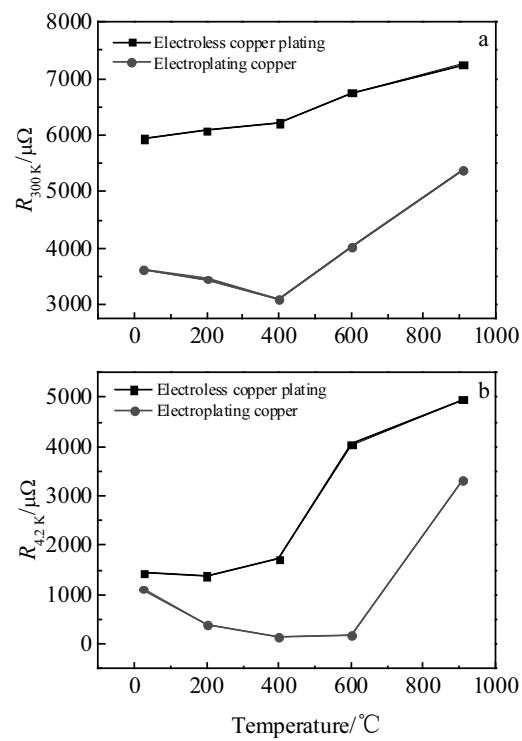


图 8 2 种铜膜样品在不同温度退火后的电阻值 R

Fig.8 Resistance values of samples tested at 300 K (a) and 4.2 K (b)

4.2 K 条件下测试的电阻值 R 。观察图 8a 发现，采用化学镀铜的样品在室温下的电阻值随着退火温度的增加而增大，而采用电化学镀铜的样品在室温下测试的电阻值随着退火温度增加先减小，在退火温度为 400 °C 时出现拐点，之后变大。观察图 8b 发现，采用化学镀铜工艺的样品在 4.2 K 条件下测试的电阻值随着退火温度增加而增加，在退火温度为 600 和 910 °C，样品的电阻值明显增加。而采用电化学镀铜工艺的样品在 4.2 K 条件下测试的电阻值随着退火温度先减小，退火温度为 400 °C 出现拐点，600 °C 时的略微增加，而退火温度为 910 °C 下，样品的电阻值明显增加。

未镀铜膜的实验件（基体 316L 不锈钢）在 $T=300$ K 条件下测试的平均电阻值 $R_{st}=7428 \mu\Omega$ ，在 $T=4.2$ K 条件下测试的平均电阻值 $R_{st}=5063 \mu\Omega$ 。把未镀铜膜的实验件电阻值 R_{st} 和图 7 中镀铜膜后的电阻值 R 代入公式 (1)，分别获得铜膜在 $T=300$ K 和 $T=4.2$ K 条件下的电阻值 R_{Cu} ，然后代入公式 (2)，即可获得 2 种铜膜的 RRR 值，如图 9 所示。

图 9 所示为化学镀铜膜和电镀铜膜在室温以及不同温度退火处理后的 RRR 值。观察图 9 发现，化学镀铜膜在退火温度为 200 °C 处理后，RRR 值略微上升，

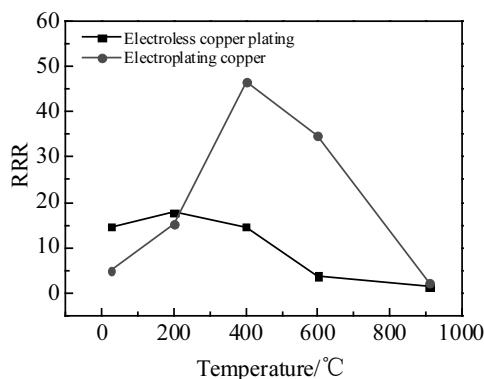


图 9 2 种铜膜在不同温度退火后的 RRR 值

Fig.9 RRR of the copper films after annealing at different temperatures

而随着退火温度增加，化学镀铜膜的 RRR 值下降。化学镀铜过程按照混合电位理论进行，利用溶液自身催化性发生氧化还原反应，配位化合物在铜离子还原前发生分解，沉积铜过程会导致杂质和添加剂掺入铜层中，产生缺陷，导致化学镀铜膜的 RRR 值随着退火温度升高而降低。采用电化学镀铜工艺获得铜膜的 RRR 值随着退火温度增加而增大，在退火温度为 400 °C 时出现拐点，此时铜膜的 RRR 值为 46.65，之后随着退火温度增加而降低，退火温度为 910 °C 时，铜膜的 RRR 值下降到低于室温下铜膜的 RRR 值，与采用化学镀铜工艺获得铜膜在退火温度为 910 °C 的 RRR 值相近。导体中杂质含量越多，RRR 值越低；晶粒越大，晶界越少，RRR 值越大^[22]。采用电化学镀铜工艺，铜膜退火后晶粒长大，晶粒长大后晶界减少，RRR 值会变大。铜膜退火温度为 400 °C 以上时，出现 Ni 原子的大量扩散，污染铜膜，导致 RRR 值降低。在退火温度为 910 °C 时，从铜膜的截面 EDS 线扫描图 5 (b5) 所示，Ni 原子已经扩散于整个铜膜中，此时铜膜的污染程度对 RRR 值的影响远大于晶粒长大的程度，所以 RRR 值大幅度降低。

2.5 镀铜膜工艺应用

高功率输入耦合器的不锈钢上镀铜膜，可以降低热传导和提高表面电导率。铜膜除了需要具有牢固的结合力，低的表面粗糙度，还要有恰当的 RRR 值。

已知输入耦合器低温漏热来源主要由两部分组成，静态下的热传导和动态情况下的生热。静态下的热传导由温度分布梯度造成，即由物体的高温部分传向低温部分，这与镀膜厚度和材料导热系数有关，其表示式如下^[15]

$$Q_{\text{cond}} = \frac{A_{\text{Cu}}}{L_{\text{eff}}} \int_{T_c}^{T_h} K_{\text{Cu}}(T) dT \quad (3)$$

式中： Q_{cond} 为静态热， A_{Cu} 为铜膜的横截面积， $A_{\text{Cu}} = \pi e_{\text{Cu}} D_{\text{eff}}$ ， D_{eff} 为铜膜内表面直径， e_{Cu} 为铜膜厚度； K_{Cu} 为铜膜热导率，是温度 T 的函数； L_{eff} 为铜膜长度； T_c 代表低温； T_h 代表高温。

另一损耗是动态情况下的生热，即由于电磁微波作用在金属器壁表面产生的欧姆损耗，这一损耗与场强和材料表面电阻率有关，其表示式如下^[15]

$$Q_{\text{RF}} = \frac{1}{2} \iint R_{\text{Cu}}(T) H_s^2 dS \quad (4)$$

式中： Q_{RF} 为动态下的生热； R_{Cu} 为铜膜表面电阻率，是温度 T 的函数； H_s 为器壁表面的高频磁场。

由式 (3) 和 (4) 知， $Q_{\text{cond}} \propto e_{\text{Cu}} K_{\text{Cu}}$ ， $Q_{\text{RF}} \propto R_{\text{Cu}}(T)$ 。为了降低静态下的热传导 Q_{cond} ，可以降低铜膜的纯度，即减小低温下的热导率。为了使动态情况下的生热 (Q_{RF}) 减小，需要提高低温下铜膜电导率，提高铜膜的纯度。由以上分析可知，静态漏热与动态漏热是一对矛盾体。

铜膜的 RRR 值不仅可以用于反映热导的大小，也是用于控制杂质含量的重要手段。高功率输入耦合器的铜膜 RRR 值通常要求在 30~80 范围内^[23,24]。化学镀铜膜在不同温度退火处理下，铜膜的 RRR 值均小于 20，不满足要求。而电镀铜膜在退火温度为 400 和 600 °C 处理后，RRR 值分别为 46.65 和 34.77，但是电镀铜膜在退火温度为 600 °C 时出现明显的 Ni 元素扩散入铜膜中，污染了铜膜。所以选择电化学镀铜工艺对耦合器部件进行镀铜膜，之后进行 400 °C 保温 2 h 的退火处理，此时铜膜的择优取向为表面能最小的 (111) 面，且铜膜的粗糙度值远小于铜膜的趋肤深度，铜膜的 RRR 值为 46.65。

图 10 为 1.3 GHz 高功率输入耦合器各部件的电镀铜膜样品。具体工艺参数如表 1 所示。

此样品的铜膜与不锈钢基体的结合力通过动力拉伸、冷热冲击测试以及高压水冲击测试，使用 XLG35YS 内窥镜观察铜膜都没有出现起皮和脱落现象，说明铜膜与基体结合牢固。而且耦合器部件在超净间总装后



图 10 1.3 GHz 输入耦合器部件镀铜膜图

Fig.10 Photographs of the different copper plating parts of the 1.3 GHz fundamental power input coupler

表 1 1.3 GHz 高功率输入耦合器的电镀铜工艺参数

Table 1 Parameters of electroplating copper process for 1.3 GHz high power input coupler

Process	Parameter	Time
Alkaline degreasing	4% degreasing solution, 80 °C	20 min
Acetone deoiling	Ultrasonic frequency 28.5 kHz	10 min
Chemical etching	200 mL/L HF, 300 mL/L HNO ₃ , 1 mL/L HCl, 80 °C	15 s
Nickel preplating	200 g/L Ni ₂ Cl·7H ₂ O, 180 g/L HCl, 3.5 A/dm ² , 26 °C	40 s
electroplating copper	200 g/L CuSO ₄ ·5H ₂ O, 60 g/L H ₂ SO ₄ , additive 5 mL/L, 1 A/dm ² , 2.6 V, 28 °C	4 h

进行 150 °C 烘烤排气 48 h, 之后老炼测试行波状态下脉冲功率为 30 kW, 连续功率为 14 kW, 持续 6 h; 而在驻波状态下脉冲功率为 15 kW, 连续功率为 7 kW, 持续 12 h, 老炼测试后拆开耦合器, 观察内表面的铜膜未出现氧化和脱落现象, 满足工程应用要求。

3 结 论

- 1) 电镀铜膜经过 400 °C 退火处理后在结合力、表面粗糙度、致密性以及 RRR 等方面能够适合高功率输入耦合器波纹管镀铜需求。
- 2) 将电化学镀铜工艺应用于 1.3 GHz 高功率输入耦合器研制, 经过拉伸和压缩、冷热和高压水冲击以及脉冲和连续波微波功率老炼等极限试验, 未发现有铜膜脱落, 能够满足实际工程应用要求。

参考文献 References

- [1] Shu Quansheng, Susta J T, Cheng G et al. Proceedings of 21st Particle Accelerator Conference[C]. Knoxville, Tennessee: IEEE Computer Society, 2005: 3141
- [2] Xu Wencan, Altinbas Z, Belomestnykh S et al. Physical Review Special Topics-Accelerators and Beams[J], 2012, 15: 072 001
- [3] Kako E, Hayano H, Noguchi S et al. Proceedings of SRF 2007[C]. Beijing: Peking University, 2007: 271
- [4] Moeller W D, Shu Q S, Susta J T et al. Physica C[J], 2006, 441: 229
- [5] Yao Long, Wang Yong, Zhang Rui et al. Physics of Plasma[J], 2019, 26(8): 1
- [6] Chen Xu(陈旭), Gu Kuixiang(谷魁祥), Peng Yinghua(彭应华) et al. High Power Laser and Particle Beams(强激光与离子束)[J], 2014, 26(12): 251
- [7] Veshcherevich V, Belomestnykh S. Proceedings of the SRF 2013[C]. Paris: Institute Physique Nucléaire Orsay, 2013: 1094
- [8] Pei Shilun, Adolphsen C E, Li Zenghai et al. Physics C[J], 2012, 36(2): 173
- [9] Jenhani H, Bosland P, Carbonnier P et al. Proceedings of IPAC 2012[C]. New Orleans: IEEE Computer Society, 2200
- [10] Irfan I, Chapman S F, Krishnan M et al. Proceedings of SRF2015[C]. Whistler, Canada: National Laboratory for Particle and Nuclear Physics and Accelerator Based Science (TRIUMF), 2015: 1330
- [11] Irfan Ahmad, Chapman S F, Katherine M et al. Physical Review Accelerators and Beams[J], 2017, 20: 1
- [12] Oweiss R, Crisp J, Facco A et al. Proceedings of SRF 2013 [C]. Paris: Institutde Physique Nucléaire Orsay, 2013: 1031
- [13] Luo Yaozong(罗耀宗). Electroplating and Finishing(电镀与涂饰)[J], 2005, 24(7): 31
- [14] Chen Hu(陈虎), Yang Song(杨松), Xu Huiju(许惠菊) et al. Electroplating and Finishing(电镀与涂饰)[J], 2017, 36(16): 853
- [15] Fouaidy M, Hammoudi N. Physica C[J], 2006, 441(1): 137
- [16] Wen Huaming(温华明). Thesis for Doctorate(博士论文)[D]. Beijing: University of Chinese Academy of Sciences, 2005
- [17] Singer X, Wen H M, Singer W et al. Proceedings of the SRF 2003[C]. Travemunde, Germany: Kernforschungszentrum Karlsruhe, 2003: 8
- [18] Liu Renzhi(刘仁志). Answers on Electroplating Additive Technology(电镀添加剂技术问答)[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2009: 8
- [19] Yin Fucheng(尹付成). Journal of Changde Teachers University, Natural Science Edition(常德师范学院学报, 自然科学版)[J], 1999, 3(11): 57
- [20] Zhu Lixia(朱丽霞), Luo Jinheng(罗金恒), Wu Gang(武刚) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(6): 1897
- [21] Zhang Jianmin, Xu Kewei, Zhang Meirong et al. Acta Physica Sinica[J], 2003, 52(5): 1207
- [22] Shao Jie(邵杰), Zhang Jiuhai(张九海), Li Xiaoping(李小平) et al. World Nonferrous Metals(世界有色金属)[J], 2018, 19: 243
- [23] Huang Tonming, Pan Weimin, Ma Qiang et al. Nucl Instrm Meth A[J], 2010, 623(3): 895
- [24] Dohlus M, Kostin D, Moller W D et al. Proceedings of the LINAC 2004[C]. Lübeck, Germany: Deutsches Elektronen-Synchrotron (DESY) in Hamburg and the Gesellschaft für Schwerionenforschung (GSI), 2004: 16

Application of Copper Plating Technology in the Fundamental Power Input Coupler

Zhang Shuai^{1,2}, Luo Jirun¹, Wang Xiaoxia¹, Zhang Rui¹, Wu Zhijie¹

(1. Aerospace Information Research Institute, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100094, China)

(2. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: The fundamental power input coupler is a component of the free electron laser device, which transmits microwave power to the superconducting cavity. In order to improve the transmission performance, the coupler needs to be coated with copper film. In the present paper, the coupler was plated with copper film by electroless plating and electroplating. Though the EDS linear scanning, roughness, X-ray diffraction and residual resistivity ratio, the performance changes of the copper films prepared by these two copper plating methods at room temperature (25 °C) and after vacuum annealing temperatures (200, 400, 600 and 910 °C) were investigated. Furthermore, the copper plating technology for the inner surface of bellows of the coupler was determined, and this process was applied to the 1.3 GHz fundamental power input coupler. The results show that the bonding force between the copper film and the inner surface of the coupler and the efficiency of microwave energy transmission can meet the requirements of practical application.

Key words: fundamental power input coupler; electroless plating copper; electroplating copper; residual resistivity ratio

Corresponding author: Zhang Shuai, Ph. D., Key Laboratory of Science and Technology on High Power Microwave Sources and Technologies, Aerospace Information Research Institute, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100094, P. R. China, Tel: 0086-10-56535279, E-mail: zhangshuai8859@163.com