

电子回旋共振离子源的研制及应用*

刘仲阳 · 孙官清 · 张大忠 · 陈剑宣

· 摘要 · 描述了一台电子回旋共振离子源的设计、结构及特性。为了获得离子源的长寿命、较高的等离子密度以及高效的传输微波功率,利用合适的三层微波输入窗(石英、 Al_2O_3 陶瓷和BN)是很有效的。采用两个带有磁轭的螺线管线圈能够产生满足共振条件(87.5mT)和约束等离子的轴向磁场。利用本源离解 $\text{CH}_4\text{-NH}_3$ 制备成三种C:N膜,经真空退火后,其中两种C:N膜裂解成不同粗细的团簇纤维。

· 关键词 · ECR离子源,微波输入窗,磁场,C:N团簇纤维

Development of an electron cyclotron resonance ion source · and its application

LIU Zhongyang · SUN Guanqing · ZHANG Dazhong · CHEN Jianxuan
(Open Laboratory for Radiation Physics and Technology of Education Ministry, Institute of Nuclear Science and Technology, Sichuan University, Chengdu 610064)

Abstract · The design, construction and characteristics of an electron cyclotron resonance (ECR) ion source are emphatically introduced. An optimized triple layer window (quartz, alumina and BN) was found to be very effective in order to achieving a long lifetime, high-density plasma as well as high quantity introducing microwave. The axial magnetic field to satisfy the ECR condition (87.5mT) and to provide plasma confinement was produced by two solenoid coils with iron yokes. Three C:N films were prepared by decomposing $\text{CH}_4\text{-NH}_3$ in this source. After the films were annealed in vacuum, two of them were rent in C:N cluster fiber with different diameters.

Key words · ECR ion source, Microwave introduction window, Magnetic, C:N cluster · fiber ·

· 电子回旋共振(ECR)离子源无需使用阴极,具有电离度高、电子密度高、电子能量高、工作压力范围宽等优点^[1]。因此ECR离子源广泛应用于高流强的离子注入、离子刻蚀、离子束溅射沉积、离子束材料改性、半导体生产工艺以及离子化学等各个方面^[2]。本文详述了一台用于离子束沉积、离子化学和材料改性的ECR离子源的结构及性能,并简述了应用ECR离子源离解 $\text{CH}_4\text{+NH}_3$,获得厚度不同的三种膜,在相同条件下退火处理得到三种不同形态结构材料。其中最薄的膜和无基片沉积的膜裂解成纤维结构。

1 · ECR离子源的设计和性能

1.1 · ECR离子源的结构

· · ECR离子源结构如图1所示,它是一种无阴极离子源,当微波频率与电子在磁场中的回旋频率相等时则发生共振,电子获得能量,放电室里的气体电离产生等离子体。其中,微波输入窗和磁场线包是本源的重要部件,设计颇具特色。

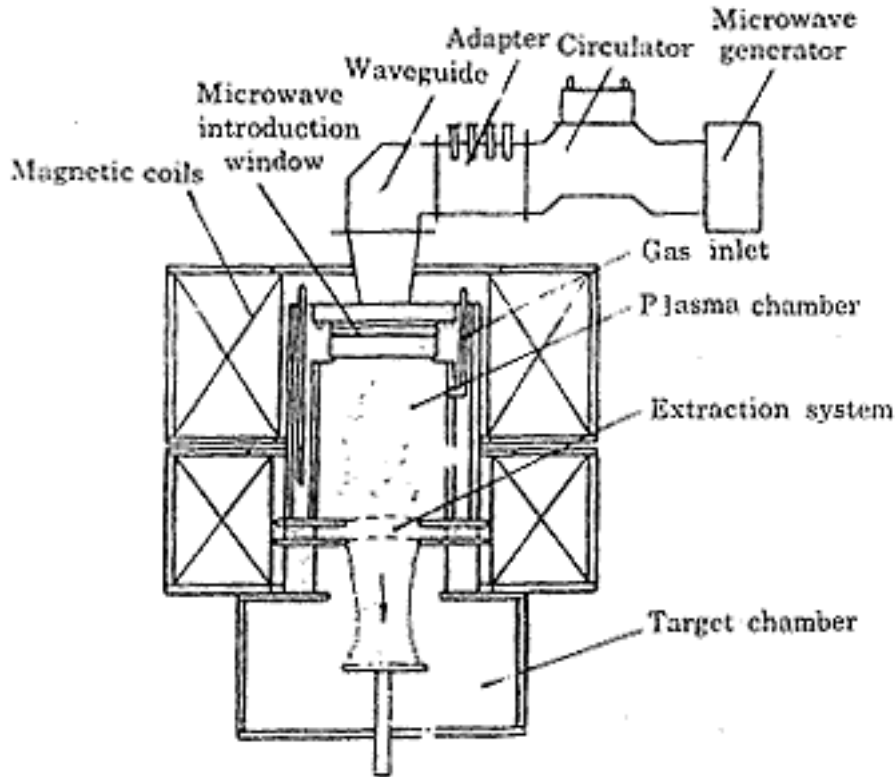


图1 · · ECR离子源结构示意图
Fig.1 Schematic diagram of ECR ion source

1.2 · 微波输入窗的设计

· · 微波输入窗是ECR源的关键部件,它不仅用于真空密封,防止反向电子的轰击,而且在微波输入与等离子体之间起着极为重要的阻抗匹配作用,同时也是ECR离子源寿命的决定因素,因此对微波输入窗的精心设计具有重要意义。

· · 我们在ECR源中采用波导传输耦合而非天线耦合。被ECR等离子体吸收的微波为右极化 TE_{11} 波,等离子体等效于一个介质,其介电常数 ϵ_p 由下式给出^[3]

$$\epsilon_p = 1 - [(\omega_{pe}/\omega)^2 / (1 - \omega_{ce}/\omega)]$$

(1)

式中, ω 为输入微波频率, ω_{pe} 为等离子体频率, ω_{ce} 为电子回旋频率。

· · ω_{pe} 和 ω_{ce} 与等离子密度和电子密度有关。当气体发生电离时,随着等离子体密度和电子密度的增大,等离子体的频率和电子回旋频率都将随之增大;当等离子密度增加到足够大时,等离子体频率和电子回旋频率将超过输入微波频率。这样,等离子体的密度较大,其介电常数就较大,微波功率在等离子体内的反射也增强,这种现象是十分有害的。经实验发现,选择多层不同介电常数的绝缘板组成微波输入窗,就能达到阻抗匹配和抑制功率反射,增加微波吸收功率和提高等离子密度的目的。

· · 我们采用石英、 Al_2O_3 陶瓷和BN组成三层微波输入窗。BN的介电常数为4,耐电子轰击,置于内层,面向等离子体;石英在外层用作真空密封; Al_2O_3 陶瓷的介电常数为9,处于中层,能起到阻抗匹配的主要作用。实验表明,当 Al_2O_3 陶瓷和BN的厚度为30mm时,微波的反射功率小于1%。该源运行300h以上,BN尚未见明显损伤。

1.3 · 轴向磁场设计

· · 一般说来,ECR离子源开始形成等离子体发生在放电室微波输入窗附近。当微波频率为2.45GHz时,满足共振条件的磁场强度为87.5mT。

· · ECR离子源的磁场往往采用螺线管、永磁体形式或放电室外置线圈包室内置永磁体的复合形式产生,而我们采用了带有磁轭的螺线管来产生所需磁场。

· · 在最大外径为11.8cm的放电室轴线上螺线管产生的磁通密度为

$$B = \mu_0 j L \ln \{ [R_2 + (R_2^2 + L^2)^{1/2}] / [R_1 + (R_1^2 + L^2)^{1/2}] \} \quad (2)$$

式中, $\mu_0 = 4\pi \mu \times 10^{-7} (\text{Wb} \cdot \text{A}^{-1} \text{m}^{-1})$; $j = NI / [2L(R_2 - R_1)]$ 。L为螺旋管长度, R_1 为螺旋管内圆半径, R_2 为螺旋管外圆半径,单位均为m; I单位为A; N为匝数。

· · 离子源的磁场由上下两个分别单独供电的螺线管线包产生,磁场沿轴线的分布通过调节激磁电流大小来实现。上线圈产生的磁场主要满足共振条件,下线圈产生的磁场则影响着引出束流的强弱。若上磁场的磁通密度 $B = 100 \text{mT}$,经反复计算确定上螺旋管参数为 $N = 132$ 匝, $I_{\max} = 250 \text{A}$, $L = 4.8 \text{cm}$, $R_1 = 6.2 \text{cm}$,用 $\phi 10 \text{mm} \times 2 \text{mm}$ 的铜管绕制而成,管内通水冷却。安装时上螺旋管线圈水平中心与微波输入窗的放电室内表面相重合。下螺旋管的 R_1 为7cm,其余同上。其中心与离子源出口端面重合。

· · 本源在设计中采用了10mm厚的 A_3 钢作磁轭,从而减少了漏磁,降低了激磁电流和增大了磁镜率^[4]。实验表明,当上、下磁场线包激磁电流分别为58A和70A时,即能在放电室内输入窗附近产生87.5mT的共振磁场强度,满足了放电起弧形成等离子体的基本条件。

1.4 · ECR离子源的性能

· · 我们采用朗缪探针法测定了ECR离子源的离子密度和电子温度与微波输入窗和磁场的关系。

1.4.1 · 微波输入窗结构变化对等离子密度的影响。不同微波输入窗的等离子密度随微波功率的变化如图2所示(图2条件为上磁场电流60A,下磁场电流70A, $P = 2.66 \times 10^{-1} \text{P}$)。由图2可见,采用石英、 Al_2O_3 陶瓷、BN材料组成的微波输入窗的等离子密度比采用石英、

BN、BN的微波输入窗大,可达到 $5.8\times10^{11}\text{cm}^{-3}$ 。而相同条件下后者仅为 $4.2\times10^{11}\text{cm}^{-3}$,明显小于前者。这正是不同材料组成微波输入窗引起不同的阻抗匹配所致。 Al_2O_3 陶瓷的介电常数为9,而BN的介电常数为4, Al_2O_3 陶瓷比BN更好地起到阻抗匹配的作用,微波反射功率更小,放电室的等离子体吸收功率增大,提高了等离子密度。

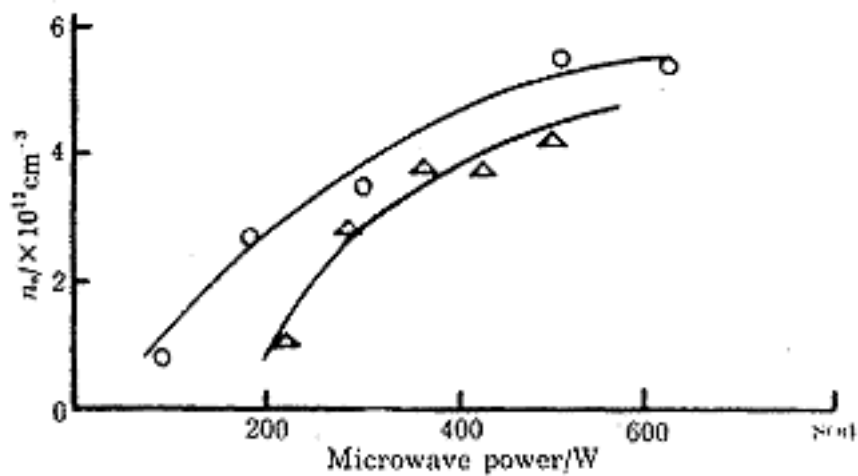


图2 · · 不同微波输入窗的等离子密度随微波功率的变化曲线
○ 石英、 Al_2O_3 陶瓷、BN,△ 石英、BN、BN

Fig.2 The dependence of plasma densities of · different microwave introduction window on · microwave power
○ Quartz, alumina, BN,△ Quartz, BN, BN

1.4.2 · 磁场对等离子密度的影响。当上磁场线圈电流为60A,下磁场线圈电流为70A时,采用经核磁共振校准的HALL探头测得磁通密度沿ECR离子源中心轴线的分布如图3所示。

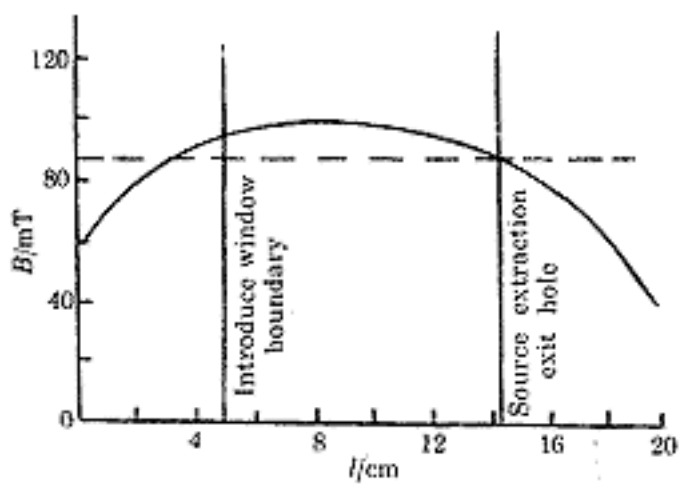


图3 · · 磁通密度沿离子源中心轴线分布图
Fig.3 Magnetic flux density · distribution along the ion source axis

· · 由图3可知,当下磁场线圈激磁电流固定在70A,微波输入功率为500W,输入氩气后,靶室真空度 $P=2.66 \times 10^{-1}$ Pa,输入窗为石英、 Al_2O_3 陶瓷和BN时,若上磁场线圈激磁电流加到58A,离子源内便开始放电形成等离子体;加到60A时,放电室内出现稳定而明亮的放电;若电流达到65A时,放电便出现不稳定现象;在70A时,放电便完全熄灭。此实验表明,当磁场强度达到共振条件87.5mT时,等离子体才能产生,但等离子密度最大值却发生在93.0mT处,磁场过强将导致离子源不能工作。

· · 离子源引出口处的离子密度与下磁场线圈电流的关系如图4所示(条件为 $P=2.66 \times 10^{-1}$ Pa,功率为500W,上磁场电流固定为60A,测量位置为离子源出口5mm)。由图4可见,随着下磁场电流的增加,等离子密度开始略有下降,而电子温度上升,最高达4.7eV;其后,等离子密度随之增加,但增加程度较为平缓。当电流增加到95A时,等离子密度最大,达到 $4.3 \times 10^{11} \text{cm}^{-3}$,而此时电子温度开始明显下降。若磁场线圈电流继续增加,其等离子密度下降。这说明引出口处的磁场对离子密度有很大的影响。

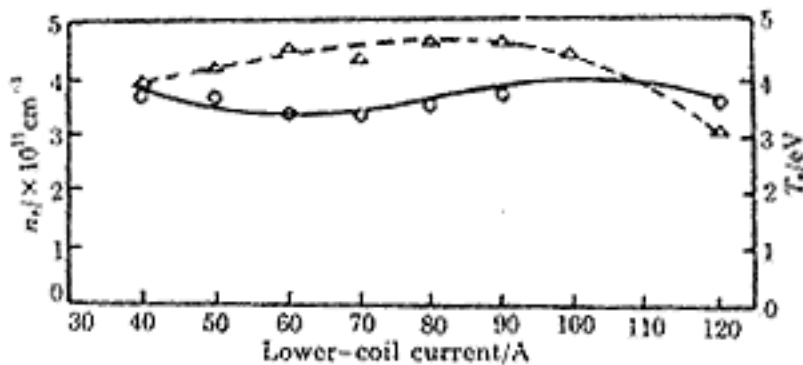


图4 · · 离子密度随下磁场电流变化曲线

○等离子密度,△电子温度

Fig.4 The plasma densities as a function of lower-coil current

○Plasma density,△Electron temperature

2 · C:N团簇纤维的制备

· · 利用ECR离子源进行有基片和无基片的C:N膜沉积。基片P-Si(100)电阻率 $5 \Omega \text{cm}$,加热温度 500°C ,偏压DC-100—200V,引出束流30—40mA。 CH_4 和 NH_3 进气总量6.8SCCM, $\text{NH}_3/(\text{CH}_4+\text{NH}_3) \approx 0.5$,真空室总气压0.266Pa,微波功率500W。经1.5h沉积的膜为膜(1),经1h沉积的膜为膜(2)。无基片沉积的支点为1Cr18Ni9Ti环,加偏压-500V,引出束90mA。沉积时间10min。

· · 三种膜置于同一高温气炼石英器皿中,用高纯石墨片(99.99%)盖上,置于真空室中。待本底真空达到 1×10^{-3} Pa时进高纯氮气,气压保持在0.8Pa。逐步升温,待温度达到500—600 $^\circ\text{C}$ 时,恒温恒压保持3h。

· · 制成的膜进行直接观察,厚膜仍然保持膜的形态,最薄的膜裂解成粗细不同的纤维,长度约15—20mm,有韧性。在10min内沉积的膜(无基片)退火后,形态完全变化,已不再是膜,而是纤维,纤维的粗细各异。长度为15·40mm,色泽较膜深、韧性较好。

· · 电子显微镜对纤维进行形貌观察发现:主干纤维上有许多细小的分枝,呈树状形。

单根纤维在高倍显微镜下可观察到鱼鳞状亚结构团簇,上面分布着大小不等的小亮点。

· · 经XPS分析发现膜(1)和膜(2)中N(1s)均有2个峰,其中398.80eV态分别占总强度的74.4%和73.6%。在两种膜中C(1s)均有4个峰,其中284.60eV态分别为72.3%和70.0%。

· · XRD检测结果发现:膜(1)在 $2\theta=40.90^\circ$ 、 43.08° 、 76.80° 、 80.58° 、 92.05° 处出现衍射峰;膜(2)在 $2\theta=40.07^\circ$ 、 43.20° 、 75.90° 、 81.70° 处出现衍射峰。 β - C_3N_4 多晶面所对应的理论面间距: $d_{101}=0.217\text{nm}$, $d_{210}=0.210\text{nm}$, $d_{320}=0.124\text{nm}$, $d_{002}=0.118\text{nm}$, $d_{411}=0.107\text{nm}$, $d_{611}=0.081\text{nm}$ 。按布拉格公式计算出对应的衍射角分别为: $2\theta=41.62^\circ$ 、 43.08° 、 76.88° 、 81.58° 、 92.18° ,与理论值比较,两种膜除 d_{101} 和 d_{411} 的值略低于理论值外,其余均较吻合。但XRD检测发现膜的(611)面衍射不明显。

3·结论

· · (1) 采用三层结构式的微波输入窗能够使微波输入阻抗与等离子体阻抗之间产生良好的匹配,特别是石英 Al_2O_3 陶瓷、BN结构形式的微波输入窗产生的匹配效果更为良好,这种结构的输入窗有较长的寿命,累计运行300h后,尚未见明显损伤。

· · (2) 带有磁轭的螺线管线圈能够明显地增加磁通密度,对等离子密度的提高和离子源稳定正常运行产生良好的影响。

· · (3) 本源结构紧凑,各部件设计合理,能获得稳定的微波等离子体,其等离子密度较高,可达 $5.8 \times 10^{11}\text{cm}^{-3}$,电子温度为3—12eV。使用较低的引出电压(如-500V)可获得90mA的离子束流。

· · (4) 利用本源离解 CH_4-NH_3 制备成三种C:N膜,经真空退火,其中两种C:N膜裂解成不同粗细的团簇纤维,500·600℃温度下退火,无石墨化趋势。

* 国防科工委资助课题

作者单位:(四川大学原子核科学技术研究所教育部辐射物理及技术开放实验室·成都·610064)

参考文献

- 1 Musil J. Vacuum, 1986, 36(1):161-169
- 2 Torii Y, Shimada M, Mutanabe L. Rev Sci Instr, 1990, 61(1):253-255
- 3 Shimada M, Mutanabe L, Torii Y. J Vac Sci Technol, 1991, A9(3):707-710
- 4 Wutte D, Leitner M, Winter H P. Rev Sci Instr, 1994, 65(4):1094-1096

收稿日期:1998-01-20

修回日期:1998-05-25