

100keV金属表面改性离子注入与混合两用机

陈鉴璞 邱 宏 舒传玉 梁笳鸣 李继纲

姜福友 郁庆长 杜锡九 竺仁全 沈本蔚 魏成连

(中国科学院高能物理研究所 北京 100039)

摘要 叙述了100keV金属表面改性离子注入与混合两用机的总体结构及各主要部件的技术参数。该机经过调试各项主要指标已达到设计要求,工作稳定可靠,已开始金属材料表面改性实验。

关键词 离子注入机,金属表面改性,离子束混合,离子源

由中国科学院高能物理研究所研制的100keV金属表面改性离子注入与混合两用机主要供金属材料改性实验使用,该机具有两种基本功能:(1)用几十至100keV氮离子直接注入工件,工件在靶室内可作机械扫描,扫描范围线度最大为20cm,轴件最大直径5cm,机械扫描均匀度由微机控制;(2)非氮元素的注入可用离子束混合法反冲注入。工件在靶室内用Kaufman小型离子源溅射镀膜(膜材料为所需注入的元素,如Ti, Cr等),厚度可控制在30—50nm。然后用几十至100keV氮离子轰击。通过混合机制,薄膜材料进入工件表层,由于轰击会使溅射表面变薄,所以需要淀积补充。

由于该机可提供各种气体元素的离子(只需改换离子源放电气体),因而在注入氮离子前可用氩离子轰击工件表面以清除氧化层,提高注入改性的效果。

离子注入与混合两种方法应用在金属材料的改性上已经取得了不少成果,但大部分还只属于实验室范围内的研究成果^[1]。

本机采用离子束溅射淀积制膜法具有下述优点:(1)溅射淀积制膜的淀积率较蒸发法^[2]低,典型值为5—300nm/min,这对于混合注入并不成问题,反使膜厚的控制比较简单。只需经过实验测得一定条件下的淀积率后,调节淀积时间即得到所需膜厚;(2)各种材料淀积率相差不大;(3)成分复杂的材料可保持原来成分淀积制膜;(4)对灰尘颗粒造成的“影子效应”不太严重;(5)溅射原子以较高动能到达工件表面,对于膜的结合和粘附性都有好处,因而成膜质量提高。溅射可以制备无孔薄膜,没有真空蒸发常出现的成团喷射现象,在很薄条件下几乎可重现工件的抛光面;(6)工件可朝上放置(真空蒸发制膜工件必须朝下,很不方便)。

该法的缺点是设备复杂,需要专门的溅射离子源,淀积率低。

1 注入机的总体结构

该机采用直立式结构(图1),即加速管直立放置,束由上向下,工件在靶室内水平放置。

收稿日期:1992-09-08, 修回日期:1993-03-08

注入束离子源采用双等离子体离子源,可以产生氮、氢或氩等气体离子束。直接注入时氮离子束经过双隙加速管加速,最大加速电压为100kV。加速管下面是真空室,由一台YH-500油扩散泵机组将离子源排出的气体抽走。真空室内有法拉第筒测量束流。

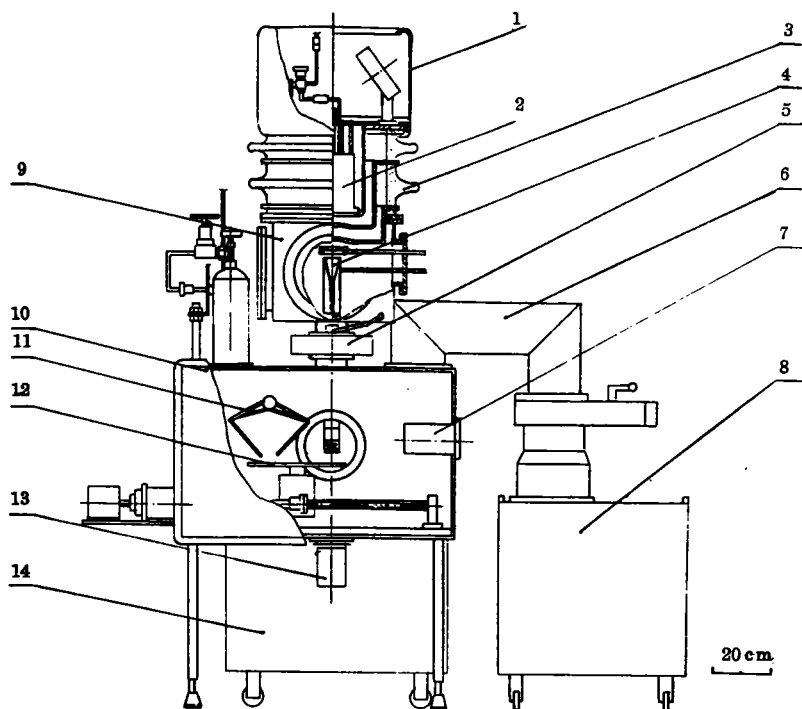


图1 100keV金属离子注入机主机示意图

1. 高压帽, 2. 双等离子源, 3. 加速管, 4,13. 法拉第筒, 5. 真空阀门, 6. 抽气管道, 7. Kaufman源,
8,14. 真空机组, 9. 真空室, 10. 靶室, 11. 溅射靶, 12. 工作台

Fig.1 Diagram of the 100keV ion implanter

1. High voltage terminal, 2. Duoplasmatron ion source, 3. Accelerating tube,
4,13. Faraday cups, 5. Isolating valve (Gate valve),
6. Pump line, 7. Kaufman ion source, 8,14. Diffusion pumping sets,
9. Vacuum chamber, 10. Target chamber, 11. Sputtering target holders,
12. Work-piece table

真空室和靶室由一真空阀门隔开,便于在靶室暴露大气取放工件时离子源和加速管仍保持真空状态。靶室为一长方盒子式结构,其中一侧面可以开启。靶室内装有溅射用Kaufman型离子源和两个溅射靶。溅射靶底座有水冷,靶向工件可作任意角度倾斜。镀膜时工件也可作机械扫描,因而有较高均匀性。靶室底部备有法拉第筒测束流。靶室另有一台油扩散泵机组抽真空,主要是抽去溅射离子源排出的氩气以及束轰击工件时放出的气体。真空室和靶室的静态真空优于0.6mPa,注入氮离子束时为~2mPa,开机1h后即可正常工作。

主机、100kV高压电源、双等离子体源供电电源及各自的隔离变压器和两台扩散泵机组都安装在一个屏蔽室内。室壁内衬铅板,防止X射线剂量对人体的损害。屏蔽门有安全连锁,正常工作时不能打开,打开后高压即脱落接地。

2 注入机主要部件的技术参数

2.1 注入用双等离子体离子源

这类离子源引出束流强,发射度小,但阴极寿命不够长,我们主要用它产生氮离子束。使用在重离子条件下(包括出氦离子束),阴极寿命问题更突出。因此,结构的设计已注意到便于灯丝的更换。

工作参数:在40kV引出电压下可产生7mA以上氮离子流($N^+ + N_2^+$ 混合束),弧流不超过5A,气耗小于5ml/min(大气压下),轴上最大磁场强度0.5T。

阴极采用间热式硼化钨作电子发射体,寿命可超过100h。但实际寿命取决于固定阴极及屏蔽钨丝的Ta筒耐重离子轰击的能力。Ta筒不宜太厚,否则吸热太多,使阴极功率增大。

2.2 双隙加速的加速管

为了使整个系统尽量简单,不再采用另外的透镜使束会聚,而采用三电极双隙加速系统。第一个引出隙为2cm,最大引出电压40kV。此电压可以根据不同束流及不同加速电压而改变,以得到较佳的束流聚焦;第二个加速隙也是2cm,当总加速电压为100kV、引出电压为40kV时,此隙耐受60kV。第三电极并不直接接地,而是接在对地为-3kV的电源上,可以抑制来自真空室和靶室的次级电子进入加速管被反向加速。这一措施可减少X射线剂量,也可减轻主高压电源的负载。调试结果表明,总电压100kV、引出电压40kV时可得到聚焦较好的氮离子束。

电极材料为不锈钢,中心孔径2cm。高压瓷制成的两个瓷环(外部上釉)高分别为8cm及12cm,内径32cm。第三电极与接地法兰间用厚为1cm的瓷环隔开。瓷环与电极筒(支持电极用)用Vinyl胶粘合,真空密封良好。

2.3 真空室

真空室由 $\phi 34$ cm的筒体构成,为抽真空管道提供一个接口,并设计有两个观察窗及可移动的法拉第筒测束装置。调试离子源参数时在此处测束。法拉第筒上面的光阑孔径 $\phi 3$ cm。

2.4 靶室

靶室成长方形盒子状,尺寸为82cm $\times$ 60cm $\times$ 50cm,一侧开门,用橡皮圈密封,门中间有铅玻璃观察窗。靶室底部正对束的位置有水冷的法拉第筒,口径 $\phi 5$ cm。上部有一抽真空管道接口。

靶室机械扫描机构有三种功能:(1)平移。 $\phi 30$ cm圆盘以恒速旋转,圆盘圆心同时有直线平移动作,此平移动作由微机控制的步进马达驱动,速度是可变的,束打在圆盘边缘部位时,平移速度较慢,束移向圆盘中心时,平移速度加快,使靶盘上的各部位注入时间基本相同,从而达到注入的均匀性,平移距离最大40cm;(2)轴件表面注入。允许处理轴的最大轴径为 $\phi 5$ cm,转速 ~ 40 rpm,可平移20cm,平移速度可按需要由步进马达提供;(3)内孔注入。工件高度最大15cm,内孔径不大于 $\phi 4$ cm,工件轴线相对于束的角度可以调节。

扫描速度原则上以恒速转动为快扫描,步进马达控制的变速运动为慢扫描,两者之比可以是5—10倍。提高扫描速度有利于均匀性,但应同时兼顾运转的平稳和传动机构的寿命。

2.5 溅射用Kaufman型离子源^[3]

引出氦离子束的设计指标:束流密度大于1mA/cm²,束径为4cm。

采用永久磁铁的会切场结构。用8块钕铁硼永久磁铁极性交替地均匀分布在4.7cm圆周上,其表面磁场强度大于0.2T。由于钕铁硼材料的工作温度不能超过120℃,因此离子源采用去离子水冷系统冷却。

引出系统由两个钼片电极组成,其发射电极有311个 $\phi 2\text{mm}$ 孔,引出极的相应孔径为 $\phi 1.6\text{mm}$,从而对引出的束流产生一定的会聚作用。保证两电极对应孔同心是十分重要的,为此在设计中将引出电极的三个孔改为2mm,并与发射极三个孔进行精密加工作对中用。引出极的占空比为50%。两电极之间的距离为1mm。引出电压最大为2kV。为了保证电极之间的耐压,绝缘瓷圈采取了一定的措施,增长了绝缘距离。离子源的工作气压为0.02—0.06Pa。

灯丝用 $\phi 0.5\text{mm}$ 的钨丝,灯丝电流为16—20A。如用 $\phi 0.4\text{mm}$ 的钨钼丝,灯丝电流可在13A左右。

3 注入机的调试

经过一段时间的调试,注入机已经能可靠稳定地运行。氮离子束能量可从20—100kV连续变化,最大束流达到5mA以上。氩离子束溅射淀积镀膜获得了满意的效果。各项指标均已达到设计要求。

靶室和真空室四壁的材料由不锈钢改成铝合金后,内表面的氧化层给注入机的调束带来了困难。出束时,内壁表面放电现象严重,完全不能正常工作。但在对靶室及真空室进行了化学处理后,成功地解决了上述问题。

调束时,束散射产生的二次电子往往不能被有效地抑制而反向流入加速管的第二电极。该电子流会使引出电压升高,从而破坏束流光学特性,导致严重的击穿现象。为此,在高压头部与加速管第二电极之间并以旁路电阻,让电子流通过,效果极佳。其缺点是增加了一定的功耗。离子源引出电源的限流电阻原用 $24 \times 2\text{k}\Omega$ 、每个耐压2kV的金属膜电阻。出束过程中当出现高压打火时,引出电压全部加在限流电阻上。由于过电压分布并不均匀,部分电阻、尤其两端的电阻容易被击穿,也会使束流光学特性变坏。在采用措施改善沿限流电阻串的电场分布后,电阻损坏基本得以防止。用有机实芯电阻代替金属膜电阻证明是极好的选择,因这种电阻有较好的耐压及恢复能力。同样,加在加速管第三电极上的抑制电源也遇到了类似问题。另外,离子源各电源及引出电源均处在高压端,为了减少互相间的干扰,采用了各自的隔离变压器分别供电。出束过程中,由于各隔离变压器的阻抗不同,引起次级各线路之间产生过电压,从而造成某些部分的击穿,当束流的能量和流强接近最大值时尤其明显。将这些隔离变压器的次级端通过适当的途径与高压端相接就会消除上述过电压击穿现象。

油扩散泵机组具有抽速高、工作可靠及价格低廉的优点;但油分子容易进入靶室及真空室造成污染,这不仅引起放电造成束流不稳定,而且使离子源性能变坏,另外对金属表面改性实验本身也非常不利。采用液氮冷阱并将机械泵换用硅油可以有效地阻止油分子的侵入。

这台金属离子注入机的初步运行情况是良好的。在该机上对GCr15, 9Cr18, Cr12MoV和40CrNiMo的钢种试样镀40—50nm Ti膜后,用96—100keV氮离子束轰击(剂量为 $\sim 2 \times 10^{17}/\text{cm}^2$),测试结果表明可大幅度提高材料的表面硬度及降低其摩擦系数。

参 考 文 献

- 1 Wittkower A, Hirvonen J K. Nucl Instr Meth, 1985; B6:78
- 2 Z-200 样本, 1986
- 3 陈鉴璞, 邱宏, 竺仁全, 等. 第四届全国离子源学术交流会议文集, 四川乐山, 1991:96

A 100 keV ion implantation and mixing machine for metal surface modification

Chen Jianpu Qiu Hong Shu Chuanyu Liang Jiaming
Li Jigang Jiang Fuyou Yu Qingchang Du Xijiu
Zhu Renquan Shen Benwei Wei Chenglian

(Institute of High Energy Physics, Academia Sinica, Beijing 100039)

Abstract

A 100 keV ion implanter for metal surface modification has been constructed. It has two functions, i.e. direct implantation of nitrogen ions with energy of tens to 100 keV into work pieces, or ion beam mixing and recoil implantation adopted for implanting non-nitrogen elements. The overall structure and major parts of the implanter are described. After tuning the main work parameters, the machine has met the design target. The machine runs stably and reliably and several experiments on metal surface modification are being performed.

Key words Ion implanter, Metal surface modification, Ion mixing, Ion sources