

一台小型重离子加速器及其应用

肖宗礼 赵力民 汪静岩

贺榆生 付宝君 肖国青

(中国科学院近代物理研究所)

张福甲 彭银成

(兰州大学)

谢 燮

(兰州物理所)

摘要: 本文叙述一台采用双潘宁型多电荷重离子源的小型重离子加速器, 简要地介绍它在磷化镓半导体光探测器的研制、聚合物和金属材料的离子注入改性等方面的研究和应用。

一、序言

为了重离子源的研究和重离子束的应用, 建造了一台小型卧式的重离子加速器, 现已扩建成为一台200KV的离子注入机。它由高压直流电源、离子源、加速管、真空系统、磁分析器、静电四极透镜、XY扫描系统、靶室和控制台等部分所组成。

这台加速器采用双潘宁型的多电荷重离子源, 它能够方便地引出各种气体的和固体的多电荷离子。加速后, 气体离子的总束流强度为几个毫安。已加速和分析了C、N、O、Ne、Al、Ar、Fe、Cu、Zn、Kr和Xe等离子。该加速器已用于各种材料的离子注入、

辐照损伤和束箔光谱学等方面的研究和应用。图1为该加速器的照片。

二、加速器的主要特征

离子源是一个能够产生多电荷离子的双潘宁源。图2是它的源体结构图。直热式阴极使用钨丝, 寿命可达100小时以上, 制作简单、价格低廉、使用方便和消耗功率少。灯丝杆采用金属和陶瓷焊接, 进行绝缘和密封, 结构紧凑和安全可靠。灯丝杆、磁场线圈和各个电极都用煤油进行循环冷却。各种金属离子是用辅助气体的离子(Ar^+ 和 N^+ 等)轰击反射电极上的插入件, 溅射出所需要的金属原子再被电离而形成。这种源可以产生1至4个电荷态的各种离子。图2为双潘宁源的源体结构图。

高压直流电源由对称式、三级倍加整流电路构成, 采用高压硅堆作为整流元件。离子束从离子源引出后, 由一组双圆筒型静电透镜聚焦和加速。在加速管后面是一台 90° 偏转的双聚焦型磁分析器, 磁轭和磁极材料采用电工纯铁, 最大磁感应强度为一万四千高斯。

束流直径在磁分析器前小于5毫米, 在静电四极透镜后约为2毫米。在磁分析器后



图1: 200KV重离子加速器的照片

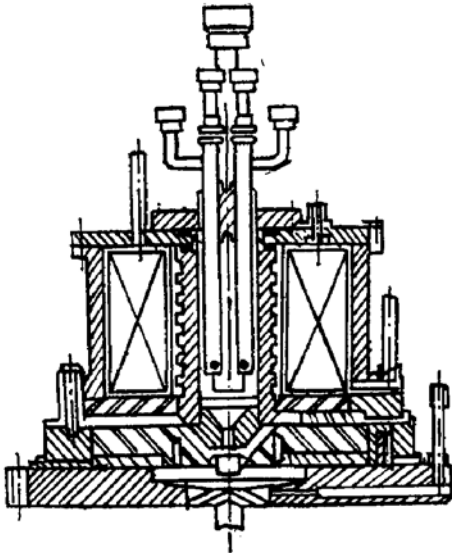


图2. 双潘宁源的源体结构图

面是一台三组合的静电四极透镜，束流被此透镜进一步聚焦后，经过X和Y方向的扫描以及静电偏转后进入靶室。束流在靶上的最大扫描面积为 $80 \times 80 \text{mm}^2$ 。

靶室有常温的水冷固定靶和旋转靶，有低温的液氮冷却的固定靶和旋转靶，有大面积的水冷移动靶和高温靶等。对于半导体的离子注入，有一个自动换样品的靶室，可一次装入50个片子，由束流积分仪控制注入剂量，自动换片。

真空系统由一台装有高效率、长寿命的液氮冷阱的扩散泵机组和两台分子泵机组所组成，真空度可到 1×10^{-6} 托。

离子源的运行参数通过工业电视进行观测，用可逆马达来调节。

在一定的加速电压下，被加速离子的最终能量与其所带的电荷数成正比。因此，用低电压的小型加速器，加速由多电荷离子源引出的高电荷态的离子，可以获得较高能量的粒子，而不用剥离器，经济而又简单，束流品质又好。我们这台小型加速器之所以采用双潘宁型多电荷离子源，就是因为它综合了双等离子体源和潘宁源的优点，既能得到较高的束流强度，又能获得较高电荷态的离子。因此，这台加速器是一台既能满足半导体器件的生产和研制的要求，又能进行各

种材料改性的研究和应用，还可以进行低能重离子物理研究用的小型、强流和多用途的重离子加速器。

三、离子注入的研究和应用

离子注入是利用小型加速器将所需要的离子加速到几十至几百千电子伏的能量，并将其注入到各种材料的近表面层，从而改善材料表层的物理和化学性质的一种新技术。

离子注入半导体材料的研究和应用，研制和生产半导体器件、大规模和超大规模集成电路等方面已获得了重大的成就。离子注入化合物半导体，可以研制和生产激光器、微波器件以及发光显示和光探测器件等，为高速集成电路、集成光路和光子计算机等的研究和生产开辟了广阔的前景。

近年来，国内外对金属材料的离子注入改性的研究和应用发展很快，某些国家已用于工业生产。离子注入金属材料的表层，可以提高材料表层的硬度、耐磨损、耐腐蚀、抗氧化和抗疲劳等性能，并可以改变材料表层的摩擦系数，还能在材料表层形成亚稳相和非晶态。

此外，离子注入还是一种独特的表面处理工艺，它不会引起部件的尺寸和精度的改变，而且注入层和基体之间不存在界面，所以注入层不会发生脱落现象。

聚合物的离子注入是从八十年代初开始的，此后越来越活跃。离子注入可以使聚合物的导电性大大提高，还可以提高其硬度、粘度、抗氧化性和抗腐蚀性等。

在离子注入过程中，聚合物会发生各种变化，各种键的断裂、降解、交联，生成各种自由基，产生各种小分子和共轭体系，使聚合物的颜色加深，有较强的顺磁吸收及较小的g因子。

几年来，我们利用这台小型重离子加速器，与兰州大学、兰州物理所等单位协作，在半导体、金属和聚合物等材料的注入改性

方面的研究和应用中,取得了一些有意义结果,下面将分别举例介绍。

1. GaP光探测器的研制

GaP单晶的最重要的应用是作为发光二极管的半导体材料。然而,用离子注入技术对其光敏性进行研究,还是一个的新的课题。此外,对化合物半导体的离子注入进行更深入地研究,也是目前国内外科研的一个新的领域。

所谓光探测器,即是光信号转变成电信号的元件。普通的Ge、Si光电管,对近红外光显示出它的优越性,而对可见光的敏感性却很差。其原因除了受Ge、Si材料本身窄禁带宽度的限制以外,还由于入射光的大部分在这种材料的表面,而不是在它的p-n结区域被吸收。此外,利用扩散法形成的p-n结,它所引入扩散层中的缺陷,造成了较大的光生载流子复合率。而且,Si表面的反射系数大,4000埃时约为50%。存在的这些固有的问题,作为半透明、宽禁带(2.26eV)的GaP半导体材料,用离子注入技术可以得到克服。

我们用能量为110KeV,剂量为 $2 \times 10^{13}/\text{cm}^2$ 的Zn离子注入到GaP中,经900°C退火,制成了光探测器,对其性能进行了探讨。在可见光范围内(380~440nm),对光显示出有较高的电流响应。当入射光的波长为400nm时,其最大量子效率为45%,较Si光电二极管要高得多。图3为该探测器的光谱响应曲线。

用PHI550型多用途电子能谱仪对注入剖面进行了分析。Zn离子在GaP中的浓度分布近似为高斯分布。用x光电子能谱仪,对注入的Zn离子进行了化学位移和结合态的分析。由于注入的Zn离子在GaP单晶的禁带中引入受主杂质能级,它容易得到电子,使其结合能降低。GaP单晶中所注入的Zn $2P_{3/2}$ 电子的结合能是1021.1eV,比它的标准值1021.5eV低0.4eV。

2. 聚合物的注入改性研究

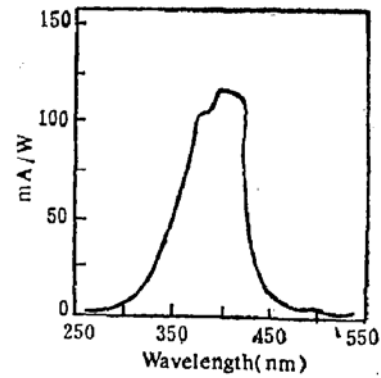


图3. GaP光探测器的光谱响应曲线

我们用能量为110KeV的 N^+ 离子注入到聚乙烯醇(PVA)、聚乙烯醇—二氯二茂钛(PVA-DD)、聚乙二醇(PEG)、聚甲醛(PFA)、聚丙烯腈(PAN)和聚对氨基苯甲醛(PPAB)等聚合物的样品中,注入剂量为 $5 \times 10^{18}/\text{cm}^2$ 。注入后进行的热电势测量表明,聚合物的主链为脂肪链的PVA、PVA-DD、PEG、PFA和PAN呈n型导电,而主链为芳香链的PPAB则呈p型导电。

其次,我们对注入剂量分别为 1×10^{15} 、 5×10^{15} 、 1×10^{16} 和 $5 \times 10^{16}/\text{cm}^2$ 的聚乙烯醇的表面导电率也进行了测量。发现剂量增大,导电率显著增加(见图4)。

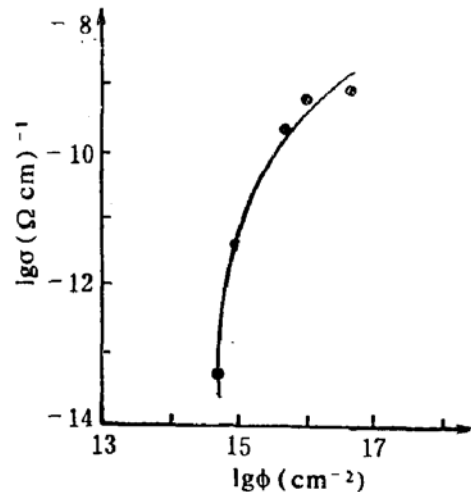


图4. 聚乙烯醇的表面导电率随注入剂量的变化

我们又对未注入和注入后(剂量为 $5 \times 10^{16}/\text{cm}^2$)的聚乙烯醇和聚乙烯醇—二氯二茂钛的样品进行了x射线衍射谱的测定和用扫描电镜进行了观察。发现原来为结晶的聚合物,注入后都变为无定形材料,其宏观

结构受到了彻底地破坏。此外，我们还测定了聚乙烯醇和聚乙烯醇——二氯二茂钛注入前后（剂量为 $5 \times 10^{18}/\text{cm}^2$ ）以及注入后五个月的聚乙烯醇的顺磁共振谱（剂量为 1×10^{15} 、 5×10^{15} 、 1×10^{16} 和 5×10^{16} ）。结果表明，注入前没有顺磁吸收的，注入后都有很强的吸收，而且很稳定，g值随注入剂量的增大而急剧地降低，这和表面导电率的变化是对应的。

从以上测量结果可以认为：注入剂量越大，生成的自由基越多，形成的共轭区越大，则表面的电导率越高。

3. 金属材料的注入改性研究

几年来，我们对1Cr18Ni9Ti、9Cr18、GCr15和坡莫合金等金属材料进行了离子注入改性的研究，都取得了一些有意义的结果和数据。现举例说明对氮离子注入的GCr15轴承钢的研究结果，目的是探讨材料表面硬度和耐磨损性能的提高与注入的离子种类、剂量以及注入后材料表面层的相结构和成分的关系。

我们用能量为110KeV的 N^+ 离子，经过XY扫描，均匀地注入到GCr15钢的样品表面上，离子流密度为 $5\mu\text{A}/\text{cm}^2$ ，样品的温度保持在 60°C 以下。注入后，通过磨损测量表明，表面的耐磨损性能随注入剂量的增加而提高，当注入剂量达到 $5 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ 以后，开

始有显著的提高。图5为不同剂量的 N^+ 注入GCr15钢样品的磨损曲线。

我们对注入样品表面的显微硬度也进行了测定，负荷为50克。结果表明：注入的剂量越大，表面的硬度越高。

其次，用内转换电子穆斯堡尔谱仪分析样品表层中铁的相态表明：表层的相结构和成分会由于注入剂量的增加而变化。当注入剂量达到 $3 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ 时，开始析出铁的碳氮化合物 $\epsilon\text{-Fe}_{2+x}(\text{C},\text{N})$ ；到 $5 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ 时，铁的氮化物 $\zeta\text{-Fe}_2\text{N}$ 也析出了，而 $\epsilon\text{-Fe}_{2+x}(\text{C},\text{N})$ 中的C逐渐被N所取代；当剂量达到 $7 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ 时，注入层中只观察到 $\epsilon\text{-Fe}_2\text{N}$ 和 $\zeta\text{-Fe}_2\text{N}$ 相的存在，说明氮已达到饱和。

此外，我们又从x射线衍射分析中得到证实：当注入剂量达到 $3 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ 时，开始出现铁的碳氮化合物 $\epsilon\text{-Fe}_{2+x}(\text{C},\text{N})$ ，较宽的衍射峰表明它是多晶，而随注入层深度的变化，含氮量的不同，也会使衍射峰变宽。

根据以上测试结果的对照和分析，我们认为：注入后，在材料表面层中发生的相结构和成分的变化，生成高硬度的相，是硬度和耐磨损性能提高的主要因素。对于GCr15钢来说，注入剂量要达到 $5 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ 以上才有显著的效果；而注入剂量大于 $7 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ 也是不必要的，因为 $\epsilon\text{-Fe}_2\text{N}$ 和 $\zeta\text{-Fe}_2\text{N}$ 相已含有最高的氮成分。结合图5可以认为：图中 $7 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ 所对应的磨损曲线的前端，磨损量很小的平坦区，是 $\epsilon\text{-Fe}_2\text{N}$ 和 $\zeta\text{-Fe}_2\text{N}$ 相析出的结果，两者都是高硬度相。而磨损量较小的中间段是 $\epsilon\text{-Fe}_{2+x}(\text{C},\text{N})$ 相在起作用，直到此相完全被磨掉，才会与未注入样品具有相同的磨损量。

当然，对于相结构和成分不同的各种材料，由于注入的离子种类和注入条件的不同，注入后所形成的相结构和成分也各不相同，所获得的性能改变也不相同，其所需要的最佳注入

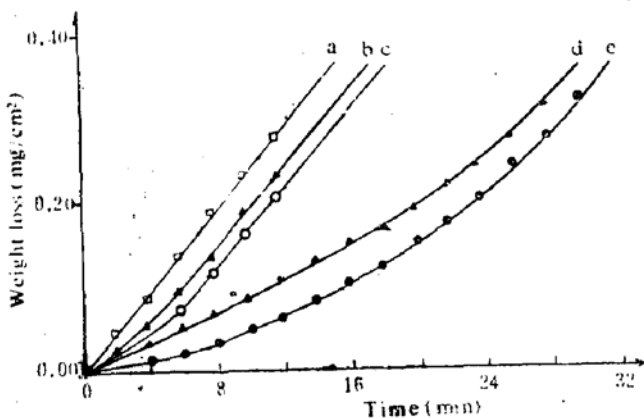


图5. GCr15钢的磨损曲线

a.未注入 b. 1×10^{17} c. 3×10^{17} d. 5×10^{17}
e. $7 \times 10^{17}/\text{cm}^2$

剂量也不相同。

除了表面层的相态改变以外，注入后所形成的间隙原子、空位和位错等损伤也是使材料表面层的硬度和耐磨损性能提高的因素，但只是在低的注入剂量时才是主要的，而且提高的程度不显著。

四、结语

这台小型重离子加速器，也是一台离子注入机，自从1983年下半年开始投入使用以来，运行效率不断提高，每年运行达200天以上，供束时间达1600小时以上。今后，这台加速器将进一步完善和提高，并将在高温超导、稀土永磁、超硬膜、高速集成电路以及集成光路等新材料、新工艺和新器件的研究、生产和应用等方面开拓新的领域。

参考文献

1. R. Keller and H. Winter, Particle Ac-

celerators, Vol.7, No. 2, 1976, 77

—82

2. B. H. Wolf, NIM. Vol. 139, 1976, 13—16
3. J. P. Donnelly, NIM. Vol. 182/183, 1981, 553—571
4. N. G. 盖洛德, 《高分子合成》, 第三卷, 第57页
5. J. R. 埃利奥特, 《高分子合成》, 第二卷, 第76页
6. M. S. Dresselhaus et al, Mat, Res. Soc. Symp Proc. Vol. 27 (1984), 413—422
7. B. Wasserman et al, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 27(1984), 423—428
8. 邹世昌、林成鲁, “离子束金属表面改性的新进展”, 机械工程材料, 1981年, 第5期