

国产氩离子枪的研发*

臧侃 董华军 郭方准[†]

(大连交通大学 大连 116028)

2013-07-08 收到

[†] email: guofz@hotmail.co.jp

DOI: 10.7693/wl20140106

Development of domestic Ar ion gun

ZANG Kan DONG Hua-Jun GUO Fang-Zhun[†]

(Dalian Jiaotong University, Dalian 116028, China)

摘要 氩离子枪主要由离子源、加速电极、聚焦透镜和控制电源构成,可以产生并发射氩离子束,用于样品的表面清洁处理、表面刻蚀或深度分析,是表面分析和纳米科技装置中的重要构成之一。文章介绍国产氩离子枪的设计原理和测试结果,氩离子的加速电压可达2 kV,在工作距离150 mm和氩气分压为 2.0×10^{-3} Pa的情况下,可产生4.5 μ A的氩离子束流,束斑的直径在10—20 mm之间可调。

关键词 氩离子, 静电透镜, 离子溅射, 表面科学

Abstract The ion gun generates Ar ion beams with well defined space and energy distribution. It is composed of ion source, extraction grid, collimator lens structure and electronics controller. It is an important equipment in surface science and nanotechnology, which provides a means to sputter or etch a surface and generates an elemental or chemical depth profile. In this article, a domestic Ar ion gun with 2 kV beam voltage and 4.5 μ A beam current is introduced.

Keywords Ar ion, electrostatic lens, ion sputter, surface science

1 引言

固体表面的原子由于失去了本体原子的排列周期性,会表现出一系列不同的物理和化学性质^[1]。表面科学的研究内容主要包括表面状态、表面扩散、表面重建、表面声子、表面等离子激元、电子的发射和隧道效应、自旋电子、以及自组装和纳米结构等^[2-6]。获得和控制表面原子精度的构造,是表面科学的基础,也是纳米科技的前提^[7]。典型的表面处理手段有解离、退火和

离子溅射,而退火和离子溅射几乎是表面分析仪器的标准配置。退火相对简单,只要能够实现精准的温度控制即可。离子溅射需要通过离子枪来实现,离子枪将质量大且不活性的氩(Ar)原子离子化后加速到数千电子伏特,聚焦照射到样品表面。我国目前尚无国产的用于表面科学领域的离子枪,相关产品都是从欧美或日本进口。科研装备过度依赖进口,不仅使我国的科学研究受制于国外,也限制了我国自主创新的能力。《国家中长期科学与技术发展规划纲要(2006—2020年)》中,明确要求提高科研装备的自主创新能力,并将高端技术装备研发列为五项战略性新兴产业之一。

笔者团队自主研发了国产氩离子枪和控制电

* 国家自然科学基金(批准号: 51207016)、中国博士后科学基金(批准号: 2012M521400)资助项目;中国科学院“百人计划”资助项目;辽宁省教育厅“攀登学者”资助项目

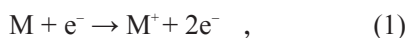
源, 本文将详细介绍其原理和测试结果。

2 氩离子枪的原理和设计

2.1 基本原理

氩离子的产生主要有两种方式: 一种是一定能量的电子碰撞氩原子使其离子化; 另一种是向真空中的两个电极板之间导入射频(13.56 MHz), 使两个极板之间的氩原子成为等离子体^[8]。本文介绍的氩离子枪, 选用第一种方式获得氩离子。

电子使气体分子离子化的过程为



其中M是被离子化的中性气体分子, e^- 是电子, M^+ 是离子。通过加热电阻丝而放出热电子, 在电阻丝附近设置相对高电压的阳极栅网。如果阳极栅网和电阻丝之间的电位差为U, 则电子被加速并获得动能 eU 。热电子放出和加速的示意图如图1(a)所示, 大多数电子被束缚在阳极栅网中。本文介绍的电阻丝选用直径0.1 mm的钨丝, 阳极栅网和电阻丝之间的电压差为180 V。从垂直于热电子加速运动的方向导入惰性气体氩气(Ar), 被加速的电子引起中性氩原子周围电场的剧烈变化, 促使其按式(1)的过程失去一个电子而被离子化。这种方式的离子化效率取决于导入气体的种类、热电子的密度和能量。电子的德布罗意波长和能量的关系为

$$\lambda(\text{\AA}) = \sqrt{150.4/E(\text{eV})} . \quad (2)$$

如果电子的能量很低, 则电子和气体分子之间没有能量传递, 因此也就不会发生电离。当电子的能量达到180 eV时, 德布罗意波长为0.91 \AA, 这和氩原子的半径一致, 导致电子和氩原子之间发

生能量转移, 最终以大约千分之一的离子化率促使中性的氩原子离子化。如果热电子的能量过高, 德布罗意波长相比氩原子的半径过小, 则氩原子对热电子来讲处于“透明”状态, 离子化效率降低。

拥有 eU 能量的电子被束缚在阳极栅网之内, 氩离子也大量形成于同一空间。在氩离子发生空间的某一个方向上, 设置一个离子引导孔(extract aperture)。离子引导孔上覆盖栅网, 该引导孔相对于氩离子处于负电压, 电压值在数百至数千伏特之间可调。氩离子被加速后飞向离子引导孔, 部分被引导孔的栅网捕捉, 大部分穿过引导孔喷射出去。离子引导孔不仅可以加速氩离子, 也可以约束离子束流的指向。

由于离子加速电极(即离子引导孔)的尺寸有限和加工精度等原因, 会造成离子加速电场均匀性的不足, 从而造成离子的能量会有一些的分布。同时喷射出去的离子束指向性差别较大, 需要聚焦透镜来进行进一步的约束。

离子束的聚焦采用静电聚焦透镜的方式, 其基本原理如图1(b)所示。静电聚焦透镜是由3个互相绝缘的圆筒电极(不锈钢材质)构成, 中间的电极处于正电压, 两侧的电极接地而处于零电位, 中间电极的电压通过可变电阻来调节。从A点进入透镜的氩离子, 在到达中间电极之前被减速, 穿过中间电极之后被加速到最初的能量, 最后射出聚焦透镜。从A出发的离子在B点受到向外的力, 在C点受到向内的力, 因此, 在B点离子束发散, 在C点离子束聚焦。虽然B点和C点的力大小相同, 但是靠近C点后氩离子的轴向速度减小, 聚焦的效果大于发散的效果。氩离子穿过中间电极后, 在D点聚焦, 在E点发散。从整体效果上看, 离子束被聚焦。

作为样品表面原子精度处理的装置, 氩离子枪的构造要符合超高真空的环境要求。使用表面分析仪器时, 一般要使分析室保持在 10^{-8} Pa或更高的真空环境中, 氩离子溅射由于需要导入大量的氩气, 因此需要在样品制

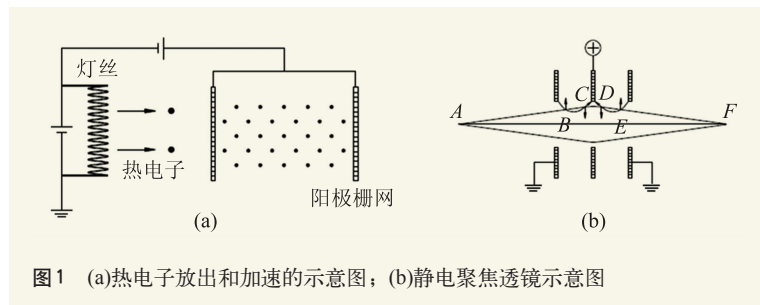


图1 (a)热电子放出和加速的示意图; (b)静电聚焦透镜示意图

备室中完成样品的表面处理。样品制备室先获得超高真空以后，从离子枪本身的接口或者样品制备室的其他接口向真空腔体内导入惰性气体氩气，启动离子枪而发射高能氩离子束，对样品的表面进行溅射处理以获得所需的表面。为确保足够的氩离子束流，在离子化率一定的前提下需要导入真空腔体内更多的氩气，但过多的氩气导入也不利于样品表面原子的重构。本文介绍的氩离子枪，使用时建议导入的氩气分压在 10^{-3} Pa 数量级。在进行表面刻蚀或深度分析时，氩离子枪可以单独使用。在进行样品表面的清洁处理或表面重构时，通常是氩离子溅射和真空退火反复循环使用。

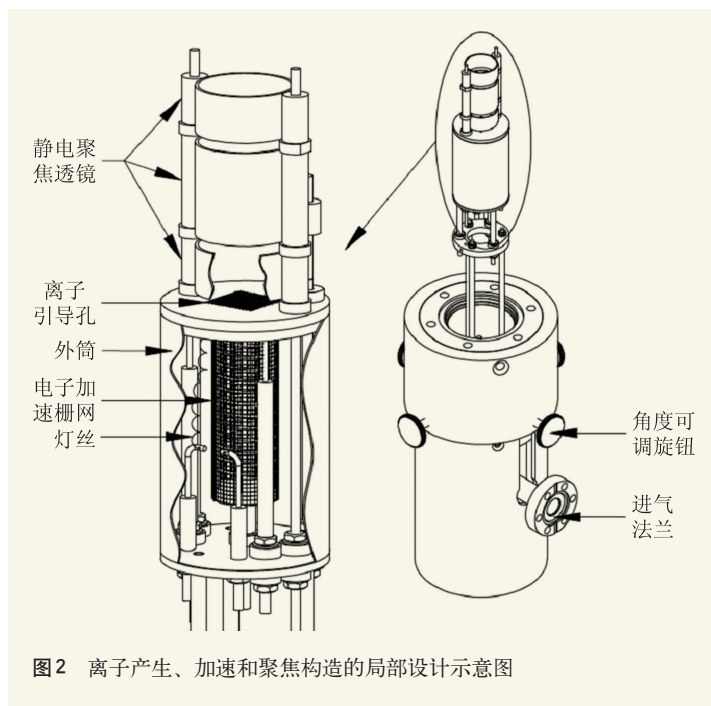


图2 离子产生、加速和聚焦构造的局部设计示意图

2.2 基本设计

离子枪的核心构造如图2所示，主要由灯丝、电子加速栅网、外筒、离子引导孔(含栅网)、静电聚焦透镜、角度可调旋钮和进气法兰构成。在这个核心构造里要产生氩离子，并完成对离子的加速和聚焦。各部件彼此之间通过三氧化二铝绝缘块实现电气绝缘，通过铜导线和底座法兰上的电极端子连接，最后从控制电源获得所需的电信号。灯丝设计为两根，共同使用一个公用电极，以便于在发生一根灯丝断线的情况下不用破坏真空即可立刻使用另一根备用灯丝。电子加速栅网和离子引导孔栅网为不锈钢材质，线径0.1 mm，间隔1 mm。静电聚焦透镜的三组电极呈圆筒形，内径为18 mm，电极的间隔是2 mm。整套离子枪的用材完全符合超高真空环境的使用要求，可耐200 °C以上的高温烘烤，接口法兰为国际标准的CF35刀口法兰。

该离子枪的前端不带束流偏转电极，束流方向的调整可以通过连接在刀口法兰上的角度微调机构来实现。角度微调机构内藏焊接波纹管来实现真空密封和变角驱动，手动调节外侧的4个角度可调旋钮，即可完成离子枪的指向，即束流的

方向调节。在离子枪底座法兰的侧面，连接一个CF16刀口法兰。该CF16刀口法兰通过气体流量微调阀和氩气源相连，实现向离子枪内精确导入氩气。这种气体导入方式的长处在于：首先，导入的气流和热电子的加速运动方向垂直，使得氩原子的离子化率增加；其次，氩原子离子化的区域气体浓度较高，最大限度地减少真空腔体内的真空恶化。

离子枪的电路示意图以及与电源之间的对应关系如图3所示，电源和离子枪本体之间通过多根电缆连接。控制电源是离子枪的重要组成部分，包括电子回路、显示仪表等。在电源内部，将输入电压转换成离子枪所需的电压或电流值后传递给离子枪本体上的相应电极。启动离子枪控制电源之后，灯丝和加速栅网之间就自动施加180 V的热电子加速电压。调整控制电源的电流旋钮，逐步加大灯丝的通电电流，观察电源显示屏上的发射电流数值变化，一般情况下发射电流值达到20 mA左右即可满足使用。调节聚焦旋钮，通过可变电阻改变静电聚焦透镜中间电极的电压值，完成离子束的聚焦。氩离子的加速电压备有4个选择值，分别是500 V、1000 V、1500 V和2000 V，离子能量的分布差小于1 eV。

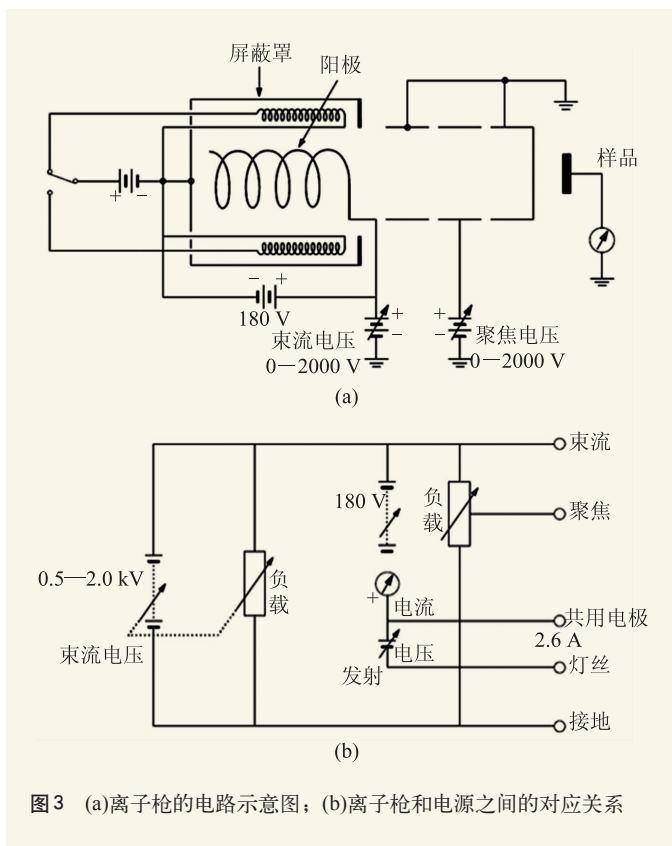


图3 (a)离子枪的电路示意图；(b)离子枪和电源之间的对应关系

3 氩离子枪的测试

对离子枪而言，离子束流值和束斑的空间分布是最为重要的参数。离子束斑在指定位置(工作距离)上的大小要合适，如果束斑太小而不能一次性覆盖样品表面，会造成表面溅射处理的不均匀。我们用不锈钢做成刀锋薄片，通过陶瓷绝缘片将刀锋薄片固定在高精度直线驱动器的前端。刀锋薄片上连接一根导线，通过和同轴端子连接而将电荷信号传递到真空外侧。BNC同轴端子在大气一侧和真空腔体之间连接一个微电流显示仪而形成回路，如果刀锋薄片上有电荷存在，则微电流显示仪会显示相应的电流值。刀锋薄片和直线驱动器组成的离子束流和空间分布测量机构，相比较荧光屏和法拉第筒更加简单可靠。

实验时，将离子束斑测量机构连接到真空腔体上，使刀锋薄片处于样品位置。启动真空获得(机械泵和分子泵组合)和检测系统(真空计)，使真空腔体内的极限真空达到超高真空。适当关闭分

子泵前端的闸板阀或启动旁抽机构，降低真空泵的有效排气速度，开启氩离子枪的气体流量微调阀，通过离子枪向真空腔体内导入氩气。选定离子加速电压，将聚焦旋钮设定在中间位置，旋转电流旋钮，观察发射电流值的变化。随着发射电流的增加，连接在刀锋薄片上的微电流显示仪也出现读数。控制器上的发射电流值是热电子的电流值，而微电流仪显示的是氩离子束的电流值。精确地直线驱动刀锋薄片，记录下不同位置的微电流值，可获得离子束的空间分布信息。当刀锋薄片逐渐进入离子束斑领域时，微电流值会逐渐增大。如果束斑的直径大于刀锋薄片宽度，则当刀锋薄片全部被离子束斑覆盖时，微电流值达到峰值。继续向前驱动刀锋薄片，当刀锋薄片逐步离开离子束斑时，微电流值逐渐减小。

离子束流值和束斑的空间分布受多项参数影响，例如氩气分压、离子加速电压、聚焦电压、灯丝发射热电子以及样品距离等。

图4是在工作距离150 mm、聚焦电压1200 V、加速电压1500 V和氩气分压为 2.0×10^{-3} Pa的状况下实测的离子束流值和空间分布曲线。从实测的结果可知，离子束流可达 $4.5 \mu\text{A}$ ，束流分布的对称性良好。束斑的直径通过半最大值(full wave at half maximum, FWHM)方式来评价，实测结果约为10 mm。在该条件下，调节聚焦电压(900—1400 V)来改变束斑的空间分布，束斑直径的实测结果：最小值10 mm，最大值20 mm。

灯丝电流和发射电流的测试结果如图5(a)所示，二者呈正比例关系。电源为灯丝供应一定电流，依据焦耳定律灯丝会发热。由于金属原子中最外层电子受原子核的束缚力较小，温度的升高使外层电子热运动加剧，当其达到摆脱原子核束缚的能量时，外层电子脱离原子核而逸出，成为热电子。发射出来的热电子在向阳极栅网加速的过程中，其电流值作为发射电流被检测出来。在实际的测试过程中，即使停止继续升高灯丝电流，发射电流仍会缓慢升高。这是因为灯丝的电

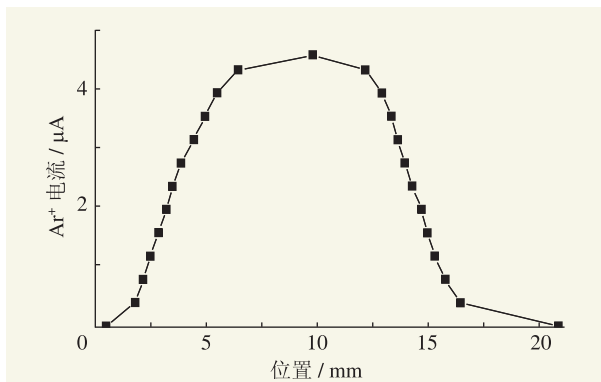


图4 离子束流值和空间分布曲线

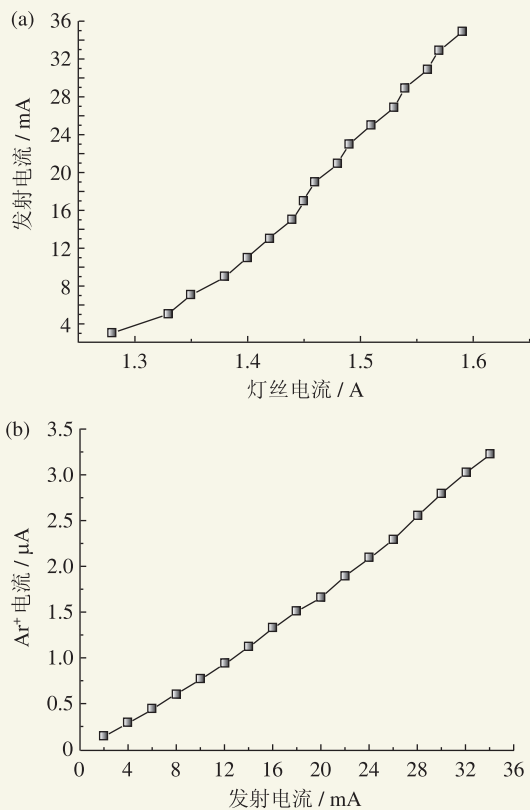


图5 (a)灯丝电流和发射电流的关系；(b)发射电流和离子束流的关系

阻随着温度的升高而成正比例增加，而电阻的增加又促使灯丝的温度升高。

在加速电压 500 V、聚焦电压 350 V 的状况下，发射电流和离子束流的测试结果如图 5(b) 所示。放射出来的热电子经过阳极栅网加速后，电子能量为 180 eV，这一能量是氩原子离子化效率最佳的能量。在电子能量和氩原子离子化率不变的前提下，一定压强下产生的氩离子数量和发射电流成正比。通过这一测试结果，我们可以大致估算离子束流，从而可以通过调节发射电流来控制离子束流值。

4 结束语

该氩离子枪在工作距离 150 mm 和氩气分压为 2.0×10^{-3} Pa 的情况下，可产生 4.5 μ A 的氩离子束流，束斑的直径在 10—20 mm 之间可调，各项性能完全满足超高真空环境中固体表面的清洁处理、表面刻蚀或深度分析的要求。该氩离子枪将离子发生、加速导引和聚焦等一系列原理体现在设计理念中，同时配以完全自主的电子控制技术，实现了可以实际应用的氩离子枪国产化，填补了我国在相关带电粒子发射领域的空白。该氩离子枪的成功研发，使我国掌握了小型粒子束发射装置的设计和电控的完整技术，为下一步电子枪和等离子体源的研发打下了坚实的基础。

致谢 本项目在设计和测试阶段，大连齐维科技发展有限公司的杨梅花亦作出了贡献，特此感谢！

参考文献

- [1] 冯端. 凝聚态物理学. 北京: 高等教育出版社, 2006
- [2] Kubo A, Onda K, Petek H *et al.* Nano Lett., 2005, 5: 1123
- [3] Guo Q M, Qin Z H, Liu C D *et al.* Surf. Sci., 2010, 604: 1820
- [4] Zang K, Guo Q M, Fu H *et al.* J. Phys.: Condens. Matter, 2010, 22: 085002
- [5] Qin Z H, Liu C D, Chen J *et al.* J. Chem. Phys., 2012, 136: 024701
- [6] Guo F Z, Wakita T, Shimizu H. J. Phys.: Condens. Matter, 2005, 17: 1363
- [7] 赞格威尔. 表面物理学. 世界图书出版公司, 2006
- [8] 李芬, 朱颖, 李刘合等. 真空电子技术, 2011, (3): 49