

此外,将线坐标网和角坐标网结合应用,可以更好地解决许多晶体学问题,如确定参考面(滑移面、孪生面、惯析面等)和参考方向(试样轴、晶带轴等)的密勒指数。

参 考 文 献

[1] 许顺生,金属X射线学,上海科学技术出版社,(1962)。

- [2] C. Palache, *The Amer. Min.*, 5-6—11 (1920).
[3] K. Lonsdals, *Acta Cryst.*, 1 (1948), 548—553.
[4] M. Majima and S. Togino, *Inst. Physical and Chemical Res. Sci. Papers*, 7 (1927), 111, 126.
[5] K. W. Andrews, D. J. Dyson, S. R. Keown, *Interpretation of Electron Diffraction Patterns*, (1971).

金 属 中 的 离 子 注 入

张 国 良

(北京师范大学低能核物理研究所)

一、前 言

离子注入工艺是把要注入的杂质元素电离成离子,然后通过磁分析器分析和加速器加速,得到较纯的离子,并以很快的速度,将这种离子打入固体靶内,以达到改变固体表面的物理化学性能。这种注入工艺早在五十年代就已进行了大量的研究。当时的研究以金属为主,主要是进行原子相互作用的物理探索,模拟反应堆材料的辐照损伤效应。在六十年代初,人们已经知道半导体材料的电学性质,可以由辐照损伤和射入快速离子而产生变化。掺杂的杂质质量只要 10^{-5} at%, 就能使半导体的电学性质发生显著的改变。这样小的掺杂量,对于离子注入工艺是极为方便和有利的。七十年代离子注入工艺又在 MOS 晶体管阈值电压控制中,表现出非常有效的结果,大大促进了离子注入工艺的应用。今天,在半导体工业中,离子注入工艺已经广泛应用。近几年随着半导体方面离子注入研究的发展,对金属材料的离子注入研究又再次在美国、日本和西欧各国盛行起来了。用离子注入改善金属表面的耐腐蚀性能、表面硬化、磨损以及研究表面的形态和相变的研究成果相继发表。1978年九月在匈牙利召开的国际离子

注入材料改性会议上,发表金属方面离子注入研究的文章就有 28 篇,仅次于半导体方面的文章,跃居第二位。英国在工业应用方面取得了可喜的进展,用氮离子注入制造了耐磨损的刀具、模具、冲头等工具,使用寿命有了显著地延长。

二、离子注入金属的特点 及其物理过程的概述

离子注入金属和注入半导体一样,首先把注入的原子电离成离子,然后使带电离子在强电场下加速。通常为了提高注入离子的纯度,还在离子行进的路径上,加一个磁分析器,使离子发生偏转。(按照洛伦兹关系,在一定的磁场强度下,只有特定荷质比的带电粒子,才能按一定的半径偏转。磁铁的半径是已经选定的,所以改变磁场强度,就可以选出一定质量的粒子通过磁分析器。)偏转后的离子就比较纯了,把它引入真空靶室,轰击固体靶。所以,一个通常的离子注入机,主要有离子源、加速管、磁分析器和靶室四部分组成。

高速运动的离子打入金属靶后,就在金属晶体中运动,不断地与金属原子发生碰撞,逐渐地消失能量,最后停止在金属晶体内。离子从

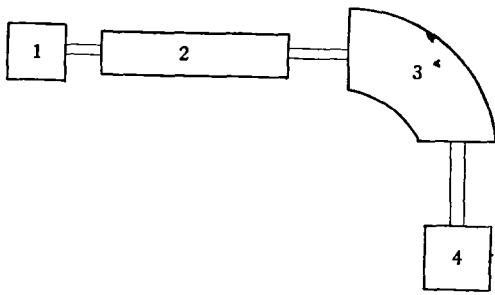


图1 离子注入设备示意图

1. 离子源; 2. 加速管; 3. 磁分析器; 4. 靶室

进入晶体到停止在金属晶体内所经过的总路程称为离子的射程, 记为 R 。加速电压高, 粒子的能量大, 进入金属内的射程也就长。加速电压相同, 则轻的粒子射程长, 被轰击金属原子质量小的射程长。即在同一注入能量下, 轻离子注入质量轻的金属比重离子注入质量重的金属射程长。离子射程在原来入射方向上的投影称为投影射程, 记作 R_p 。

对于不同能量的离子进入各种金属固体内的射程 R 、投影射程 R_p 以及离子射程分布, 可以按 LSS 理论进行计算, 都有现成的图表可查。

在同一能量下注入一定量 D 的离子, 它在金属中的分布呈统计分布, 离表面 X 距离的离子浓度为

$$N(X) = \frac{D}{\sqrt{2\pi}\sigma} e^{-\frac{(X-P)^2}{2\sigma^2}}$$

其中 D 为注入剂量, P 为分布最大值离表面的距离(即平均投影射程), σ 为标准偏差。

能量为 E 的离子进入金属内, 与金属原子发生碰撞, 交换能量。如果交换能量大于金属原子在晶体点阵中的位移阈能 (E_d), 被轰击的金属原子就会脱离点阵位置, 形成空穴和间隙。当 $E \gg E_d$ 时, 就会进行一系列的碰撞, 产生很多位移原子, 一直到 E 降低到两倍 E_d 时, 就不再发生晶格原子的位移碰撞了。假如忽略电子阻滞和激发造成的能量损失, 产生位移的原子数目可以近似地表示为

$$N(E) = \frac{E}{2E_d}$$

由于位移原子和空穴的产生, 造成晶格缺陷, 形成晶体损伤。损伤的分布也呈统计分布。但损伤的平均深度 $\langle X \rangle_D$ 小于平均射程 $\langle X \rangle_R$, 一般为

$$\frac{\langle X \rangle_R}{\langle X \rangle_D} \approx 1.2.$$

这些晶格缺陷在室温附近一般不稳定。注入后, 在短时间内经过退火可以形成间隙群、空洞等二次缺陷。

离子注入金属的特点是:

1. 离子注入是把高速运动的离子硬挤入金属内, 因此它不受热动力学平衡的限制, 即离子注入形成的化合物或合金不需要遵守通常的化学溶解度和相平衡规则。这样用通常方法不能达到的杂质溶解度, 用离子注入就可以达到。

2. 离子注入金属时的温度和注入后的温度可以任意控制, 注入的离子选择自由度比较大, 并且注入量不受相平衡规律限制。这样就可以按需要选择注入离子和注入量, 并控制注入时和注入后的温度, 使注入杂质形成的合金按实验需要进行扩散、溶解、沉淀, 为研究金属的相变、扩散等提供新的方法。

3. 注入部位可以自由选择。这样可以造成表面注入区域和整体性质不同的材料, 满足使用的要求。例如齿轮、轴承和轴的某一部分要求表面硬、耐磨性能好, 而基体要求韧性好。常规加工难以满足这样的要求, 而用离子注入工艺可以达到。这种处理是在真空靶室内进行的, 它不会引起表面氧化和其它沾污, 可以保证处理零件应有的尺寸公差。

4. 注入离子以很高的速率引起点阵损伤, 原子的位移速率可以达到 1dpa/sec (即每秒每个原子发生一次位移), 这样大的损伤速率是电子、中子辐照所不能达到的。所以可用离子注入进行辐照损伤研究。

三、离子注入在金属中的应用

1. 作为研究手段

目前用离子注入作为物理冶金的研究手

段,在国外已很盛行,已经发展成一门“注入冶金学”^[1]的专门科目,它是用离子注入的方法在金属表面形成一种新的系统,由这种新系统可以确定物理冶金上感兴趣的各种参数和基本性质(例如,注入杂质原子的位置和周围情况,注入离子的迁移,第二相的溶解、沉淀和扩散,损伤缺陷的生成规律和缺陷的微结构形式等),并进而研究如何形成新的合金系统。这种研究完全是从离子注入的特点出发的,现介绍几个具体的研究实例。

(1) 扩散系数的测定

S. M. Myers^[2] (1974, 1976年)报道了在室温下将铜离子注入铍单晶中,然后在一定的温度下进行退火,再用 2MeV 的氮离子进行背散射测定,确定注入的铜在铍中退火前后的浓度分布(见图 2)。图中水平坐标引入深度参数 d (即每单位面积从表面到深度 X 之间铜和铍的原子数), 纵坐标 c 为铜在铍中的浓度。扩散前后的浓度分布,经扩散方程推算可以进一步得出扩散系数(见图 3)。测定的扩散系数 D 接近 $10^{-15} \text{ cm}^2/\text{sec}$, 这样小的 D 用通常方法是不可能测出的。

(2) 注入形成置换固溶体的研究

Poate 等人 (1974, 1975年)^[3] 将金和钨的离子沿铜的 $\langle 110 \rangle$ 沟道方向注入,然后用离子背散射方法进行沟道测量,结果见图 4。

如图 4(a) 所示,金在铜中置换量为 $100 \pm$

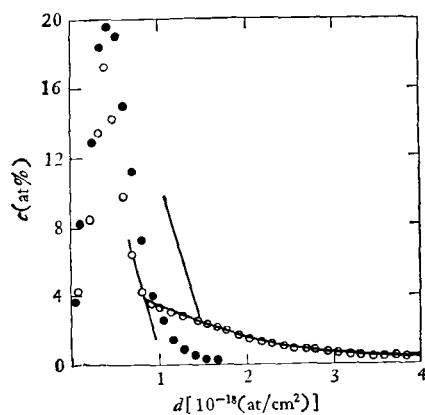


图 2 铜注入铍退火前后铜在铍中的分布
● 为未退火; ○ 为 673K 退火 94 小时

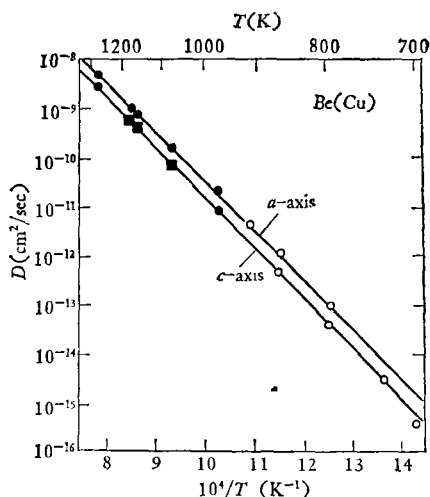


图 3 铜在铍中的扩散系数

○ 为离子注入得到的数据;
● 与 ■ 为通常方法得到的数据

1%, 这个结果与通常制备的铜-金合金系统结果相同。离子注入还能使通常不溶解的杂质产生亚稳态的置换合金。如图 4(b) 所示,注入钨离子 $10^{16}/\text{cm}^2$, 在铜中 90% 处于置换位置。说明用离子注入方法可以得到亚稳态的置换合金。

(3) 促进相变

离子注入可以使合金的化学组分发生变化,同时还产生了大的变形。因此在具有相变态附近组分的合金中,注入离子可以使化学组分进入相变态区域,就会产生相变。此外形变也可以促进相变,只要注入造成的形变在临界形变以上,就可以发生相变。改变化学组分一般需要注入相当多的离子,但形变引起相变,用离子注入很容易达到。日本鸭下源一^[4]用 18-8 不锈钢在 77K 注入氮离子 $10^{17}/\text{cm}^2$, 注入后试样产生了黑色小板状的马氏体 (α')。未注入氮的 18-8 不锈钢在 77K 进行深冷处理,不会产生马氏体相变。利用加工形变可以产生 $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ 相变。这种用离子注入方法使不锈钢直接生成 α' 相马氏体,既可硬化表面,又可用来说明低温下 γ 相向 α' 相转变的机制。

(4) 三元相图的研究

离子注入可以同时把多种元素注入到基体

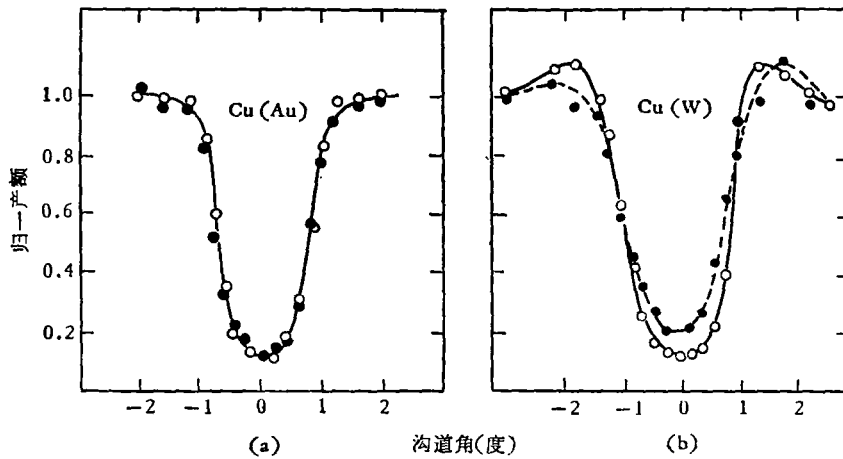


图4 用1.8 MeV He 离子测定金注入铜 Cu(Au) 和钨注入铜 Cu(W) 在<110>沟道方向的背散射产额
 ○ 为铜衬底<110>方向数据; ● 为注入离子[图(a)中为金,(b)中为钨]
 (金离子注入能量为150 keV;
 钨离子注入能量为80 keV)

中去,且注入的量可以严格控制,这为三元相图和多元相图的研究,提供了一种很好的研究方法。Myers^[5] 用铁、铝注入到铍中研究 Be-Al-

表1 铍中注入铁和铝的剂量及注入温度

T(K)	1		2		3	
	Fe(appm)	Al(appm)	Fe(appm)	Al(appm)	Fe(appm)	Al(appm)
773	170	—	—	—	—	—
873	320	≤70	≤100	≤200	—	—
973	620	—	—	—	—	—
1073	1100	≤70	≤100	≤200	—	—
1123	1600	—	≤100	≤200	—	—

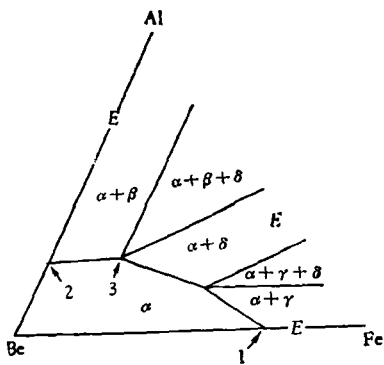


图5 Be-Al-Fe 三元系 Be 角区等温截面图
 α 为密集六方结构 Be; β 为面心立方结构 Al; γ 为密集六方结构 $FeBe_{11}$; δ 为面心立方结构 $AlFeBe_4$; E 为电子衍射测定的相结构
 (1, 2, 3 成分由表1给出)

Fe 三元系相图。注入剂量和温度见表1。三元系的等温截面图见图5。

注入后用透射电子显微镜在三个有记号 E 的位置,观察和确定预定相的沉淀。试验得出了一些新的结果: Fe-Be 二元系溶解度限的温度比以前低 200K, Al-Be 二元系的溶解度上限是以前上限的三分之一,三元系区域的位置和以前一致。

2. 改善金属表面物理化学性能

(1) 提高耐腐蚀和抗氧化性能

腐蚀和氧化本质上是在物体表面发生作用。因此,这是离子注入的一个理想的研究课题。根据电化学原理,可以注入杂质离子(例如铬)产生钝化膜,改善金属的腐蚀性能;可以注入铂族元素,使阴极反应容易;可以注入铅、砷、锑,抑制电化学过程;可以注入钼,增加抗点腐蚀的能力。如图6所示,在铁中注入 $20keV Cr^{+5} \times 10^{16}/cm^2$, 腐蚀临界电流密度 I_c 与含铬百分之四的铁-铬合金相当。图中还表示 Fe 中注入 $Ta^{+5} \times 10^{16}/cm^2$, 也有好的耐腐蚀效果。而从铁-钼平衡相图看,钼在铁中的溶解度限很小,根本不可能用通常的方法形成含钼这样高的合金,而用离子注入工艺可以制备这样的合金。

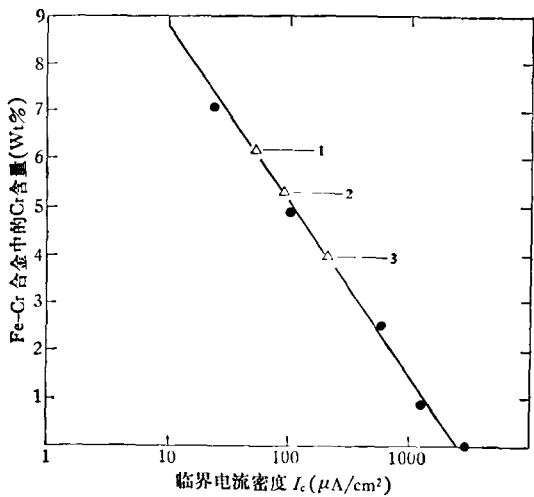


图6 铁注入铬、钽和铁铬合金水相腐蚀行为的比较

- 为通常的 FeCr 合金;
- △ 为已注入 Cr⁺, Ta⁺ 的铁合金
- (1. 注入量 $2 \times 10^{17} \text{Cr}^+/\text{cm}^2$;
- 2. 注入量 $5 \times 10^{16} \text{Ta}^+/\text{cm}^2$;
- 3. 注入量 $5 \times 10^{16} \text{Cr}^+/\text{cm}^2$)

抗氧化方面 Antill 等^[6]在含百分之二十铬、百分之二十五镍、百分之一铌的奥氏体不锈钢中注入千分之二钇(深度为 $0.2 \mu\text{m}$),在 800°C 二氧化碳气氛中进行氧化试验,试验结果表明大大地改善了不锈钢的抗氧化性能(如图7)。这是因为表面和晶界上存在钇离子,阻止了氧向内部扩散,从而减少了氧对晶界的优先腐蚀

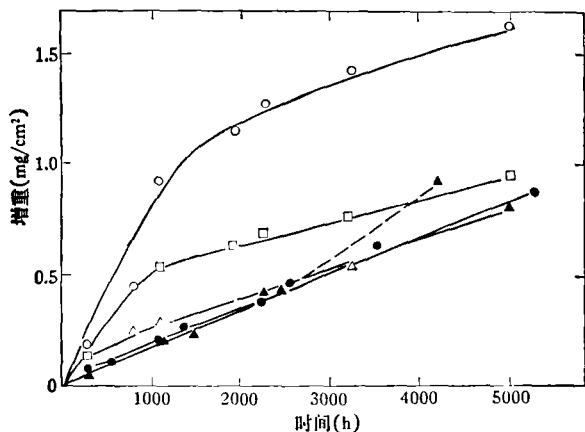


图7 注入钇和钽合金不锈钢(不锈钢成分为 20%Cr-25%Ni-1%Nb) 在 800°C CO_2 气氛中氧化行为的比较

- 为 20%Cr/25%Ni/1%Nb 合金;
- 为 20%Cr/25%Ni/1%Nb + 0.13%Y 合金;
- △ 为 20%Cr/25%Ni/1%Nb + 0.41%Y 合金;
- 与 ▲ 为 20%Cr/25%Ni/1%Nb 不锈钢用 Y 离子注入

物理

作用。

(2) 提高硬度,改善磨损性能

我们北京师范大学金属离子注入研究小组在 20 号钢和 35 号钢中,注入不同能量和不同剂量的氮离子,注入后用显微硬度计测量硬度变化,载荷为 10g。发现注入后试样硬度都有增加,硬度增加与注入剂量关系较大,而与注入能量关系较小(见图8)。

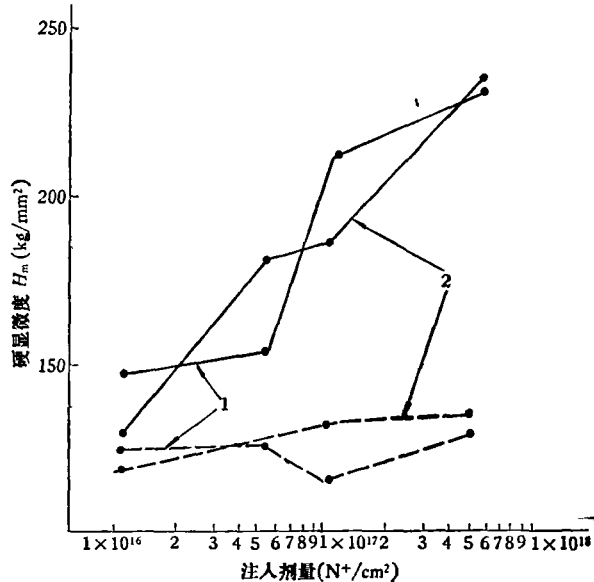


图8 注入不同能量和不同剂量的氮离子引起碳钢硬度的变化(基体 20 号碳钢)

- 1 直线为注入 100keV N^+ , 虚线为未注入部分;
- 2 直线为注入 150keV N^+ , 虚线为未注入部分

英国哈威尔原子能研究中心从 1973 年开始用离子注入方法进行磨损方面的研究,已取得有益的成果^[7],其研究主要结果如表 2。试验预示金属中的离子注入在工业中的应用,为时不会太久了。

(3) 其它

在超导研究中,为了制造化合物系超导材料 Nb_3Sn (超导转变温度为 18K),在 Nb 带表面注入 Sn^+ ,在 950°C 下进行热处理,形成 Nb_3Sn 。现在还在探索用离子注入方法制备超导转变温度更高的非平衡态超导体。

在磁性研究方面,通过离子注入在磁性石榴石结晶中引入应变应力,使磁化轴产生变化,形成磁泡,这方面的研究在日本等国也引起了

表2 离子注入金属研究成果实例

工 作	材 料	注入离子和剂量	注入效果
切 纸 刀	1C-1.6Cr 钢	$8 \times 10^{17} \text{N/cm}^2$	2 倍寿命
冲头(塑料 工业用)	镀铬	$4 \times 10^{17} \text{N/cm}^2$	改进
钻头(塑料 工业用)	高速钢	$8 \times 10^{17} \text{N/cm}^2$	5 倍寿命
切橡胶刀	WC-6%Co	$8 \times 10^{17} \text{N/cm}^2$	12 倍寿命
工 具	4Ni1Cr 钢	$4 \times 10^{17} \text{CO/cm}^2$	
工 具	12Cr2C 钢	$4 \times 10^{17} \text{N/cm}^2$	大大减少磨损
模 具	WC-6%Co	$5 \times 10^{17} \text{C/cm}^2$	产量 $\times 5$
模 具	WC-6%Co	$2 \times 10^{17} \text{CO/cm}^2$	寿命增长
模 具	WC-6%Co	$3 \times 10^{17} \text{C/cm}^2$	磨损率 $\times 1/3$

广泛的注意。

3. 模拟反应堆材料的辐照损伤研究

由于能源的需要，目前世界各国在建造原子反应堆上已经花了相当大的经费。今后原子反应堆的发展方向是设计、建造高温增殖堆、快中子堆和研究可控聚变堆。这些堆的发展，材料问题是个突出的问题。为了使设计的反应堆运行可靠、成本降低，必须要求堆内使用的材料具有良好的抗辐照性能，能经受住强中子流和裂变碎片的照射。堆内材料在使用期内，每个原子可能要位移 400 多次。如果使用材料在每

个原子位移数（即 dpa）较低的水平下就破坏了，那么堆的成本就会提高。要材料经受这样大的辐照损伤考验，用现有的材料试验堆检验材料，它的周期就会很长。例如，在一个中子通量为 $10^{14} \text{n/cm}^2 \cdot \text{sec}$ 的材料试验堆中，让受考验的材料每个原子经受几百次位移，一般需要十几年。但是重离子注入使材料造成的损伤要比中子辐照损伤大得多。

如图 9 所示，一个 MeV 级能量的重离子通过材料产生原子位移的本领是裂变中子的 10^6 倍。即是说，堆内中子照射十多年的损伤，用重离子模拟只要照射几小时就行了，这样就可以大大缩短材料考验的时间。这种模拟研究在美国已经进行很久了。最近在法国、西德也建立了国立重离子辐射研究所，重离子注入将成为发展反应堆材料不可缺少的一种研究方法。

四、展 望

金属中的离子注入目前已经从实验室研究阶段进入工业应用研究阶段。主要遇到的问题是流强和靶室。对于金属中离子注入来说，要改变其整体特性，像半导体中那样注入 $10^{-5} \text{at}\%$ 的杂质是微不足道的。要引起金属表面抗腐蚀性能和抗磨损性能的变化，至少注入的离子量要在 $10^{17}/\text{cm}^2$ 以上，模拟中子辐照损伤要求注入的剂量更大。这就要求注入机的离子源有一个新的突破，能使注入离子束流从目前微安级过渡到毫安级。如果离子注入机可达到几分钟

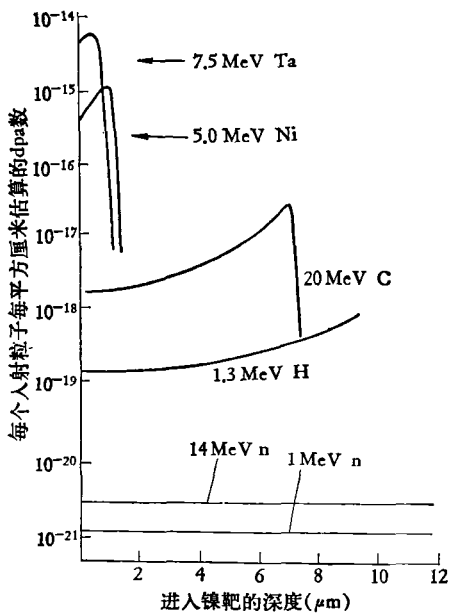


图 9 各种入射粒子在镍靶中产生的每个原子的位移数

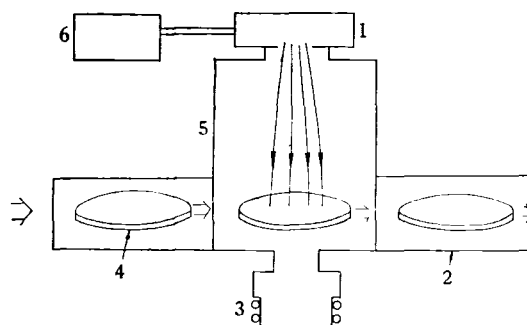


图 10 用于注入金属器件的专用离子注入机示意图
1. 离子源； 2. 真空锁； 3. 真空泵； 4. 组件（需要注入的样品）； 5. 工作室； 6. 控制系统

内注入重离子 $10^{20}/\text{cm}^2$, 那么金属中的离子注入工艺就可完全商品化了。

此外,从靶室的角度来考虑,一般半导体器件体积小,形状简单。而金属方面除了研究用的以外,一般作为零件,形状都较复杂,且体积要比半导体器件大得多。所以要求靶室有足够的空间体积,能在一定的真空度下,允许工件在靶室内旋转和平移。同时由于强流注入,靶片发热严重,因此靶室内靶片的冷却也要特殊考虑。

目前,强流注入机的研制,正是国际上注入机研究的一个突破点。预计1980年前将有10mA的强流注入机问世。此外,英国还在研究一种结构较为简单(仅用气体源,省去磁分析器)、适应大部件注入(靶室为 $\phi 2.5\text{m} \times 2.5\text{m}$)

的专用金属材料注入机(如图10)。

随着上述两类注入机的研究进展,金属中离子注入的研究将会得到迅速的发展。

参 考 文 献

- [1] S. T. Picraux, *Applications of Ion Beams to Materials*, (1975), 183—195.
- [2] S. M. Myers, *Applications of Ion Beams to Metals*, (1974), 283—294.
- [3] J. M. Poate, *Appl. Phys. Lett.*, **25** (1974), 698—701.
- [4] 鸭下源一, *金属表面技术*, **26-12**(1975), 14—19.
- [5] S. M. Myers, *Met. Trans.*, **7A** (1976), 795.
- [6] J. E. Antill, *Proc. Int. Conf. on Ion Implantation in Semiconductors and Other Materials*, (1973).
- [7] N. E. W. Hartley, *AERE-R9065*, (1978).

扩展消模糊滤波片动态范围的一种方法

董碧珍 郑师海 鄂云 杨克敏

(中国科学院物理研究所)

一、前 言

众所周知,在空间平移不变的系统中模糊图象可以用消卷积的方法通过空间滤波进行处理^[1]。

实际上,一般空间滤波片密度值为2左右,很少超过4。这样,它的密度值不能满足宽广的消模糊传递函数的动态范围的要求,使得图象处理效果受到影响。为此,我们研究一种用非相干光方法制作滤波片,既能扩展滤波片的动态范围,又能修正滤波片胶片的非线性。

二、滤波片的制作

在消卷积图象处理系统中,滤波片的消模糊传递函数为

$$F = \frac{1}{H} = \frac{1}{|H|} \cdot e^{-i\phi}$$

式中 H 为成象系统的模糊传递函数; $|H|$ 为模糊传递函数的振幅分量; $e^{+i\phi}$ 为模糊传递函数的位相分量。很明显,可以分别制作振幅分量和位相分量的滤波片,然后紧贴在一起,即构成完整的消模糊滤波片^[2]。

1. 用非相干光方法制作未修正的振幅滤波片

假设模糊传递函数为 $H(\xi, \eta)$, 对于圆对

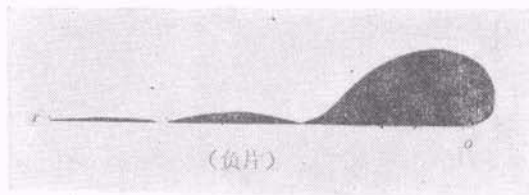


图1 透明的膜片(MASK)