

УДК 621.793:620

ИОННАЯ ИМПЛАНТАЦИЯ ПРИ СОЗДАНИИ ХРАНИЛИЩА ДЕЙТЕРИЯ

Лёгкий А.Д., Злобин В.Н., Сорокин А.М.

*Институт архитектуры и строительства Волгоградского государственного
технического университета, Волгоград, e-mail: aist@vgasu.ru*

Рассмотрено получение хранилища дейтерия на спеченных пористых титановых образцах. Рассчитана глубина проникновения ионов дейтерия в поверхность пористого титана, за счет увеличения сопротивления образцов. Показано увеличение сопротивления образцов за счет образования на поверхности диэлектрического слоя дейтерид титана. Найдено, что глубина проникновения ионов дейтерия в поверхность образцов значительно больше по сравнению с классическими представлениями о процессе легирования. Конструкция установки ионного легирования содержит вакуумную рабочую камеру, с рабочим столом для размещения образцов. Ионный пучок поступает из ионного источника в скрещенных электрических и магнитных полях типа Пеннинга. Рабочим газом ионного источника служит дейтерий. Газовое питание ионного источника происходит через специальный штуцер в конструкции ионного источника, соединенный с баллоном дейтерия через специальный натекатель. Рабочая камера откачивается высоковакуумным агрегатом, к которому присоединён на выходе форвакуумный насос. Электрическое питание установки ионной имплантации осуществляется от трех источников питания. Источник питания с напряжением до 5 кВ и током до 100 мА питает газовый разряд источника. Блок питания на 10 кВ питает отрицательным потенциалом мишень, и выходящие из отверстия в катоде ионного источника ионы дейтерия ускоряются на рабочий стол третьим блоком питания до 40 кВ и до 10 мА. Схема приведена на рисунке.

Ключевые слова: ионная установка, дейтерий, легирование, глубина проникновения ионов, блок питания

ION IMPLANTATION IN CREATING STORAGE DEUTERIUM

Legkiy A.D., Zlobin V.N., Sorokin A.M.

*Institute of Architecture and Construction of Volgograd State Technical University,
Volgograd, e-mail: aist@vgasu.ru*

The acquisition of deuterium storage on sintered porous titanium samples was considered. The depth of penetration of ions on the surface of porous titanium is calculated by increasing the resistance of the samples. An increased number of samples was shown due to the formation of a titanium deuteride dielectric layer on the surface. Found that the depth of penetration in other areas. The design of the ion doping unit contains a vacuum working chamber, with a working table for placing the samples. The ion beam comes from the main source in crossed Penning-type electric and magnetic fields. The working gas of the ion source is deuterium. Gas supply of the ion source occurs through a special fitting in the design of the ion source, connected to a deuterium balloon through a special leak. The working chamber is pumped out by a high-vacuum unit to which the foreline pump is connected at the outlet. Electric power supply of ion implantation is carried out from three power sources. A power source with a voltage of up to 5 kV and a current of up to 100 mA feeds the gas discharge of the source. A 10 kV power supply feeds negative potentials, up to 40 kV and up to 10 mA. The scheme is shown in the figure.

Keywords: ion installation, deuterium, doping, ion penetration depth, power supply

Хранилища дейтерия широко используются в физических экспериментах, а также в некоторых устройствах. Известно использование образцов из пористого титана для получения хранилищ дейтерия [1].

Образцы помещались в установку ионного легирования на рабочий стол, который обрабатывался ионами дейтерия из ионного источника Пеннинга. Образцы имели длину 10 мм и диаметр 7 мм. Сопротивление нелегированных образцов составляло 2,2 Ом, после ионного легирования сопротивление возрастало до 2,4 Ом, в связи с образованием диэлектрического слоя дейтерид титана.

Цель исследования: рассчитать глубину проникновения ионов дейтерия на выходе из ионного источника и сравнить ее с классическими расчетами по теории пробега. В результате экспериментов получены данные о пробега ионов в пористых материалах.

Ионная имплантация относится к нанотехнологиям. Это способ введения атомов примесей в поверхностный слой вещества путем бомбардировки её поверхности пучком ионов с высокой энергией (10–40 КэВ) [1].

В выполненной работе почти каждый химический элемент возможно нанести на поверхность практически каждого твердого тела, помещенного в вакууморазрядную камеру при бомбардировке высокоскоростными ионами. Схема воздействия ионной имплантации на поверхность представлена на рис. 1.

Ионы внедряются в твердое тело на глубину от 0,01 до 1 мкм, затрачивая энергию, в процессе соударения с основными атомами твердого тела [2].

Предложенная экспериментальная модель для реализации данного процесса, состоящая из вакууморазрядной

камеры, в которой располагается ионный источник, электроблоком-регулятором, и самой детали, на поверхности которой будет производиться обработка. К вакууморазрядной камере подведен вакуумный насос, устройство расхолаживания для ионного источника и данных насосов, а также устройство впрыска плазмообразующего газа.

В основе работы и устройства ионного источника предлагается действие электрического разряда в пересекающихся электрическом и магнитном полях в паре самого легируемого элемента и плазмообразующего газа. Заменяя в ионном источнике образец (центральную сменную часть), на выходе создаются ионы необходимого легирующего элемента [3].

Предложенное устройство работает следующим образом. В рабочую камеру помещают носитель, обрабатываемой поверхностью к ионному источнику. Откачивается камера и подается плазмообразующий газ. Затем включается электропитание на ионный источник и с помощью блока управления устанавливается необходимый режим обработки поверхности.

В случае использования в качестве плазмообразующего газа азота в приповерхностном слое образуются нитриды внедряемых элементов, кислорода – оксиды. Если в рабочей камере присутствуют другие элементы, с поверхностей которых могут выбиваться атомы и ионы, то они могут также дополнительно внедряться в поверхность детали вместе с ионами от источника. Если это кремний, то образуются силициды, если бор – бориды, если углерод – карбиды. В общем случае могут образовываться самые разнообразные соединения.

Описанный способ относится к высокотехнологическим процессам и обладает рядом преимуществ.

Существуют довольно обширные результаты по изменению свойств поверхностей за счет ионизационной радиации. Во многих случаях была обнаружена повышенная каталитическая активность, связываемая с радиационным повреждением кристаллической решетки экспериментального образца.

При бомбардировке поверхностей ионами платины и золота получают катализаторы, превосходящие по свойствам не только неимплантированные материалы, но и сплошные образцы из имплантируемого материала, несмотря на то, что концентрация ионов в материале достигает лишь нескольких процентов.

При этом открываются перспективы получения каталитически активных сплавов, которые не могут быть созданы обычными способами.

Ионная имплантация осуществляется в установке, которая содержит следующие основные элементы: вакууморазрядную камеру, ионный источник, устройство вакуумного разряда и газового питания, блок питания регулирования и защиты [4].

Вакууморазрядная камера представляет собой сварной вертикальный цилиндрический аппарат со съемной крышкой с внутренним диаметром 1135 мм и высотой 680 мм. Крышка крепится на корпусе с помощью откидных болтов. В крышке варены два штуцера: один – для источника ионов, а второй – для смотрового стекла. Вакууморазрядная камера устанавливается на опорах. В ее корпусе варены штуцеры: один – диаметром 500 мм для подключения системы вакуумной откачки и три – диаметром по 400 мм для различных вариантов установки источников ионов и загрузки обрабатываемых деталей. В днище варен штуцер для подачи в камеру кабеля высокого напряжения.

На рис. 2 представлена экспериментальная модель ионной имплантации.

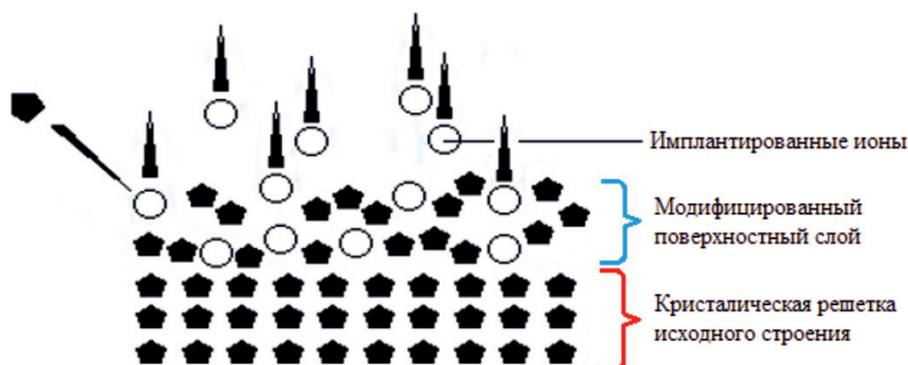


Рис. 1. Воздействие имплантированных ионов на кристаллическую решетку вещества

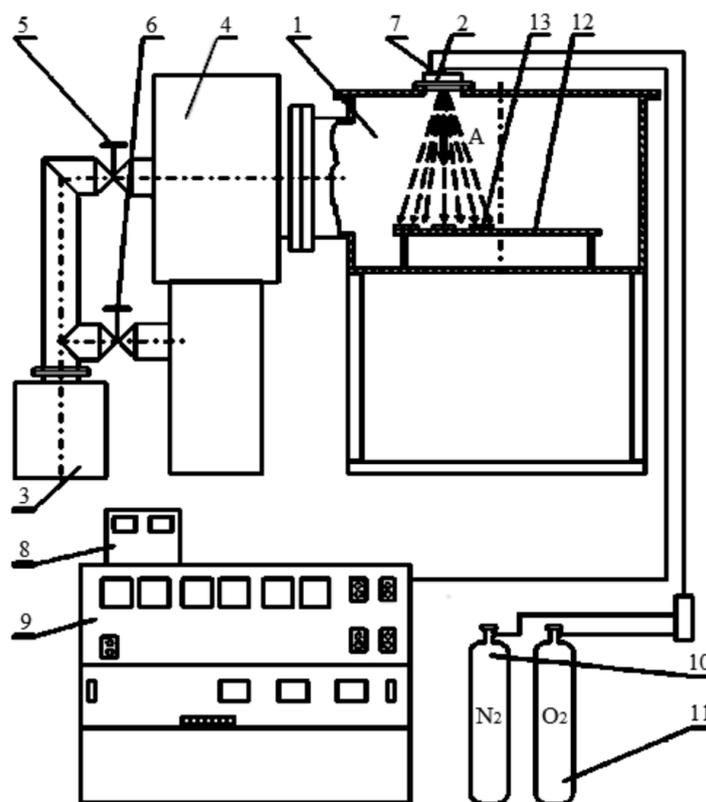


Рис. 2. Схема экспериментальной модели ионной имплантации: 1 – вакууморазрядная камера; 2 – ионный источник; 3 – форвакуумный компрессор; 4 – вакуумная установка пониженного давления; 5 – дренаж для предварительной откачки; 6 – дренаж основной откачки; 7 – натекатель; 8 – манометр для измерения вакуума; 9 – блок питания регулирования и защиты; 10 – баллон с азотом; 11 – баллон с кислородом; 12 – подставка; 13 – экспериментальный образец

Установка снабжена устройством вакуумного разрежения, которая содержит форвакуумный насос ВН-7, вакуумную установку пониженного давления ВА-8-4Пр и высоковольтный выпрямитель ВИП-2-50-60. Трубопроводы с давлением ниже атмосферного подсоединены с форвакуумным компрессором к вакуумной установке пониженного давления, регулируемые с помощью вентилях типа Ду-80. На крышке и боковой поверхности в вакуумной камере может располагаться несколько источников ионов.

Данная установка реализована следующим образом. После того, как загружена деталь в вакууморазрядную камеру, происходит ее герметизация и вакуумация. Затем происходит подача рабочего газа и начинает работать ионный источник, из которого данные полученные ионы наносятся на поверхность экспериментального образца, располагаемого в самой камере. Для работы предложенного ионного источника взят принцип разряда электрического тока в пе-

ресекающихся электрическом и магнитном полях в паре легируемого элемента и плазмообразующего газа [5].

При корпускулярном легировании каждый элемент возможно внедрить на поверхность образца, помещенного в вакууморазрядную камеру, с помощью высокоскоростного пучка ионов, имеющего энергию до нескольких мегаэлектронвольт. После чего ионы проникают в материал на глубину от 0,01 до 1 мкм, затрачивая энергию в результате соударения с основными атомами образца, располагаемыми на поверхности. Распределение примесей, находящихся на глубине для большинства материалов, на которых будет происходить бомбардировка ионами, можно рассчитать с помощью достаточно обоснованных теоретических предположений. Для малой D ионов профиль концентрации примеси по глубине описывается гауссовским распределением с центром, расположенным на глубине среднего пробега. При высоких

плотностях появляется сильное распыление и вызываемая ионным пучком миграция атомов, которые значительно изменяют или ограничивают максимальное проникновение бомбардирующими ионами, а также их концентрацию.

При достаточно продолжительном эксперименте бомбардируемые ионы передают значительное количество энергии атомам, находящимся на поверхности экспериментального образца, вызывая их перемещение. Вероятно то, что некоторые атомы могут удалиться с поверхности мишени в результате столкновений, особенно внедрении тяжелых ионов.

40–100 кэВ толщина имплантированного слоя обычно не превосходит 0,1 мкм.

Принципиальная схема для ионного источника является двухкомпонентной, один компонент которой является кольцевым, где выделяются выхлопные газовые ионы, а также вторым компонентом является продольная, где помимо основной ионизации происходит создание ионизирующей нейтрали рабочего вещества из образца, выходящая из данного вещества при помощи действия катодного нанесения газовыми ионами. Данная принципиальная схема ионного источника представлена на рис. 3.

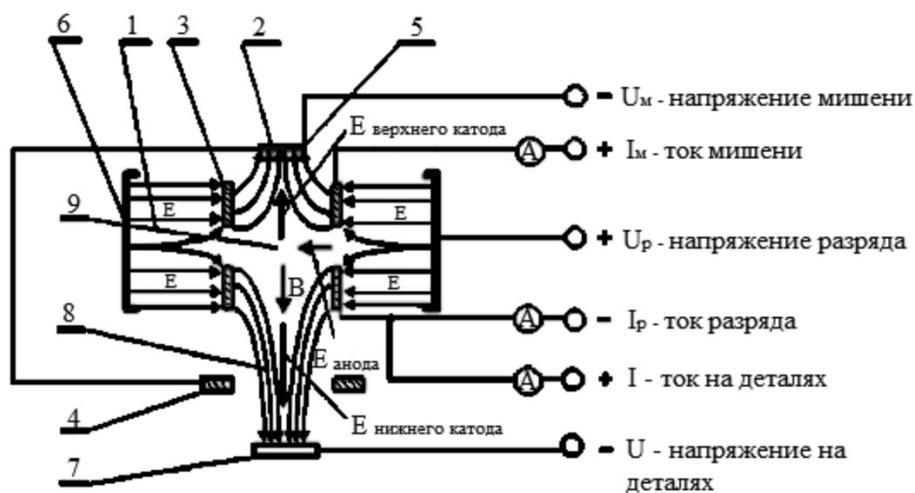


Рис. 3. Принципиальная схема, ионного источника: 1 – межэлектродное пространство для кольцевого разряда; 2 – ускоряющее поле образца; 3 – анод пространственного разряда Пеннинга и катод кольцевого разрядного пространства; 4 – нижний катод пространственного разряда Пеннинга; 5 – распиливаемый источник; 6 – анод кольцевого разрядного пространства; 7 – экспериментальный образец; 8 – ускоряющееся поле для испытываемой детали; 9 – плазменное пространство

В данных условиях заключительное равновесие достигается между количеством атомов, удаляемых распылением и количеством атомов, восполняемых корпускулярным легированием. В этих условиях распределение атомов имеет максимум у поверхности и падает с увеличением глубины.

С помощью данного легирования изменения затронут все физические свойства поверхности за счет всех заключенных в нем процессов: ионной имплантации, вакуумного нанесения, химического осадка из пара, ионное бомбардирование покрытия, ультрафиолетовое и рентгеновское излучение.

Итог ионной имплантации: образующийся поверхностный слой сплава с изменившимся составом не обладает четким разделом поверхности, характерной для осажденного слоя. При энергии имплантации

Подводя ток на электроды 6, 3, 5 (рис. 3) в ионном источнике на межэлектродное пространство, возникает тлеющий разряд. При создании давления газа ниже 0,066 Па ($5 \cdot 10^{-4}$ мм рт.ст.) устанавливается высоковольтный горение разряда. В плазмобразующем газе, ионы, например, азотом, ускоренные электрическим полем, переносятся к катоду 3. Часть из них проходит через кольцевое разрядное пространство и попадает под воздействие электростатического поля 2 и 8. После чего ионы, распиливаемый источник 5, упруго соударяются с атомами экспериментального образца. Возникает ядерное торможение, из-за чего данная кинетическая энергия ионов переходит атомам образца, вследствие чего происходит катодное распыление мишени. Характерно для ядерного торможения то, что при невысоких энергиях внедряемых

ионов в пределах 7...10 кВ [6]. Выделяемые газы ионов для нейтральных атомов металла переходят в плазменное пространство 9 и ионизируются электронами. Чтобы улучшить данный процесс, плазма располагается в магнитном поле, направленном параллельно оси источника [6]. На движущийся электрон, который находится в магнитном поле, возникает сила образованная правой тройкой векторов с направленным движением, а также вектором магнитной индукции. В результате сложения данных сил электрон будет двигаться по спирали вдоль силовых линий магнитного поля.

Одним из свойств многозарядного иона является то, что возникшая энергия на порядок больше, чем у однозарядного, из-за чего увеличивается глубина его бомбардировки. Однако стоит не забывать о том, что взаимодействие многозарядного иона становится сильнее с электронной оболочкой, а также самим ядром атома, возрастают при этом его химические и физические особенности в поверхности экспериментального образца [7].

Новшеством представленной установки ионной имплантации, управляемой напряжением выше 10...15 кВ, является наличие тормозного рентгеновского излучения, непосредственно возникающего внутри вакууморазрядной камеры.

Расчет

Рассчитана глубина проникновения ионов дейтерия в поверхность пористого титана, за счет увеличения сопротивления образцов, результаты представлено в таблице.

$R_1 = \rho \frac{l}{S_1} = 2,4$	$R_2 = \rho \frac{l}{S_2} = 2,2$
$S_1 = \pi r_1^2$	$S_2 = \pi r_2^2$
$R_1 = \rho \frac{l}{\pi r_1^2}$	$R_2 = \rho \frac{l}{\pi r_2^2}$
$r_1^2 = \frac{\rho l}{2,4\pi}$	$r_2^2 = \frac{\rho l}{2,2\pi}$
$r_1 = \sqrt{\frac{\rho l}{2,4\pi}}$	$r_2 = \sqrt{\frac{\rho l}{2,2\pi}}$
$r_1 = \sqrt{\frac{\rho \cdot 10}{2,4 \cdot 3,14}}$	$r_2 = \sqrt{\frac{\rho \cdot 10}{2,2 \cdot 3,14}}$
$r_1 = \sqrt{1,33 \cdot \rho}$	$r_2 = \sqrt{1,45 \cdot \rho}$
$r_1 = 1,15\sqrt{\rho}$	$r_2 = 1,2\sqrt{\rho}$

$$d = \frac{r_1}{r_2} = \frac{1,15\sqrt{\rho}}{1,2\sqrt{\rho}} = 0,96 ;$$

$$r_1 = 3,48;$$

$$r_2 = 3,36;$$

$$D = r_1 - r_2 = 0,12 \text{ мм} = 120 \text{ мкм} = 120000 \text{ \AA};$$

Если $3A = 1 \text{ атм. сл.}$, то

$$D = 400000 \text{ атм. сл.}$$

где

R_1 Сопротивление образцов, до и после легирования, равная 2,2 и 2,4 Ом,

S_1 Внутренняя и наружная площадь поверхности образца, мм²

r_1 Внутренний и внешний радиус образца, мм,

ρ Плотность образца,

l Длина образца, равная 10 мм,

π Число Пи,

D толщина стенки образца, мм.

Результаты исследования и их обсуждение

Предлагается новый метод экспериментального исследования пробегов ионов в образцах. Из полученного значения глубины проникновения ионов дейтерия титана возможно заключить, что глубина проникновения ионов дейтерия в поверхности образцов значительно возрастает по сравнению с классическими представлениями легирования.

Полученное значение глубины проникновения ионов дейтерия в 40000 атм. сл. значительно превышает глубины проникновения, рассчитанные по классическим представлениям процессов ионного легирования, которое составляет порядка 1000 А. Расчеты показывают то, что на выходе из источника выходят многозарядные ионы.

Заключение

Полученное значение глубины проникновения ионов дейтерия объясняется тем, что в обрабатываемых образцах структура спеченного титана приводит к каналированию ионных пучков. Благодаря каналированию пробег ионных пучков возрастает в 120 раз, по сравнению с классическими расчетами по теории пробега. Кроме этого, больший пробег ионов в образце связан с многозарядностью образованных ионов.

Список литературы

1. Злобин В.Н., Васильев И.П. Нанесение каталитических покрытий способом ионной имплантации в двигателестроении. Волгоград, Луганск, 2018. 210 с.

2. Кулакова И.И., Лисичкин Г.В. Каталитическая химия. Часть 1. Основы катализа. МГУ, конспект лекций по спецкурсу для студентов IV курса химического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова. М., 2014. 112 с.
3. Пархоменко В.Д., Каташинский А.С., Сердюк Г.Н., Болелький С.Н., Пархоменко Н.В., Цыбулев П.Н. Синтез катализаторов LaMnO_3 , LaFeO_3 , LaCoO_3 со структурой пероксида типа ABO_3 и их активность в реакциях окисления CO , CH_4 и селективного восстановления NO // Эко-технологии и ресурсосбережение. 2000. № 6. С. 9–14.
4. Воскоян П.С. Влияние природы носителя на каталитическую активность палладиевого катализатора синтеза винилацетата газофазным ацетоксилированием этилена // Катализ в промышленности. 2012. № 4. С. 33–41.
5. Кулакова И.И., Лисичкин Г.В. Каталитическая химия. Часть 1. Основы катализа: конспект лекций по спецкурсу для студентов IV курса химического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова. М., 2014. 112 с.
6. Сокольский Д.В., Попова Н.М., Заботин П.И., Лядокова Г.М., Бурмистров С.В., Пичугов Ю.В., Балмагамбетов С.А. Влияние состава палладий-оксихромового катализатора на нихроме на активность в реакции окисления окиси углерода // Каталитическая очистка отходящих газов химических производств и автотранспорта. Алма-Ата: ИОКЭ АН КазССР, 1973. С. 176–198.
7. Васильев И.П., Ключ О.В. Внутрицилиндровый катализ в дизелях. Калининград: КГТУ, 2008. 133 с.