

Mo-Re 合金薄膜的辐照效应研究

胡殷¹, 李正操^{1,*}, 盛国福², 张政军¹

(1. 清华大学材料科学与工程系, 北京 100084; 2. 清华大学工程物理系, 北京 100084)

摘要: 使用离子注入技术, 将 200 keV 氙离子注入到 Mo-Re 合金薄膜中, 实现对薄膜的表面选区辐照改性。该薄膜的合金成分用 X 射线荧光光谱(XRF)测出。利用白光干涉表面形貌仪, 测量了辐照区的溅射刻蚀深度和表面粗糙度, 评价了合金成分对薄膜辐照行为的影响。结果表明: 适量 Re 的加入能够显著提高合金薄膜的抗溅射能力。

关键词: Mo-Re 合金; Re 效应; 辐照损伤; 溅射深度

中图分类号: O484

文献标志码: A

文章编号: 1000-6931(2007)S1-0422-04

Irradiation Effect of Molybdenum-Rhenium Alloy

HU Yin¹, LI Zheng-cao^{1,*}, SHENG Guo-fu², ZHANG Zheng-jun¹

(1. Department of Material Science and Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China;

2. Department of Physics Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Abstract: Using ion implantation technology, the selective surface modification was carried out on Mo-Re alloy films after the irradiation by Xe ions of 200 keV. The different alloy components of these films were analyzed by X-ray fluorescence spectrum (XRF). On the other hand, white-light interferometric profilometer was applied to measure the etching depth and surface roughness of the irradiated area, in order to investigate the relationship between alloy components and irradiation properties. The results show that the addition of Re could improve the anti-sputtering property of the Mo alloy films.

Key words: molybdenum-rhenium alloy; rhenium effect; irradiation damage; surface sputtering depth

作为一种具有重要战略意义的稀有金属, 金属钼以及钼合金有以下突出特性: 1) 高熔点, 纯钼的熔点高达 2 890 K, 属于难熔金属; 2) 机械强度大、硬度高、耐磨性好; 3) 具有高温韧性; 4) 具有良好的导热导电性能, 热膨胀

系数低。因此, 钼以及钼合金广泛应用于冶金、机械、石油、化工、国防、航空航天、电子、核工业等诸多领域^[1]。

由于其优秀的高温机械性能和传热性能, 钼合金被用于制造卫星推进器的栅极极板^[2-3]

收稿日期: 2007-11-15; 修回日期: 2007-12-10

作者简介: 胡殷(1982—), 男, 重庆铜梁县人, 博士研究生, 核燃料循环与材料专业

* 通讯作者: 李正操, zcli@tsinghua.edu.cn

及聚变反应堆的结构部件^[4]。在这些环境下,钼合金可能承受严重的辐照损伤,因此,其辐照性能成为一项重要的研究课题。

合金元素 Re 加入到 Mo 中,不仅能提高钼的常温和高温强度,而且可改善钼的塑性。纯钼在常温下的抗拉强度为 650 MPa 左右,而添加高铼的钼铼合金的抗拉强度可达 1 000 MPa 以上;纯钼在常温时的延伸率为 0,而钼铼合金的延伸率可达 20% 以上^[5]。另一方面,加入适量 Re 后,合金的块体辐照性能也会有一定的改善^[6],但合金的表面辐照效应尚有待深入研究。

1 Mo-Re 合金薄膜的制备与表征

为方便观察 Mo-Re 合金表面在辐照作用下的变化规律,选择了表面平整、元素分布均匀的合金薄膜作为研究对象。

Mo-Re 合金薄膜的制备采用磁控共溅射镀膜法。金属 Mo 靶(纯度 > 99.9%) 和金属 Re 靶(纯度 > 99.5%) 作为溅射源,单晶硅作为基底,在 10^{-5} Pa 的背底真空下,利用 Ar^+ 同时磁控溅射 Mo 靶和 Re 靶,在单晶 Si(100) 基底上形成薄膜。在同样的溅射参数下,通过调整镀膜时间,可控制薄膜的厚度处在一定范围内。通过调整两靶的大小和相对位置,可控制薄膜中的合金元素比例。

1.1 镀膜厚度与平整度

为考察所得薄膜的质量,对 Si 基底上的 Mo-Re 合金薄膜进行台阶仪测试。测试时,利用基片上划出的硅表面作为基准,测量薄膜表面的相对高度。薄膜的厚度始终保持在 120~140 nm 之间,表面粗糙度 R_g 约为 1.2 nm。

1.2 薄膜合金元素成分比

利用 X 射线荧光光谱(XRF)测定薄膜中的合金元素成分,结果列于表 1。

表 1 不同样品中的 Re 含量

Table 1 Re content in different samples

样品编号	Re 含量(以原子个数计)/%
1	0
2	3.6
3	5.2
4	8.4

由表 1 可见,在不同的样品中,合金元素 Re 的原子百分比含量从 0% 变化到 8.4%。将各样品在同样的辐照条件下进行处理分析,可得出合金元素 Re 在辐照过程中起到的作用。

2 选区辐照的研究方法

为使辐照前后合金薄膜发生的变化更易于观察,设计了如图 1 所示选区辐照的研究方法。 Xe^+ 经过 LC-4 型高能粒子注入机加速,能量达到 200 keV 后,束流强度恒定为 $1.5 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 。经过栅网的阻挡,注入到薄膜上,形成形状规律的辐照花纹,这样得到的辐照区与非辐照区对比鲜明,易于测量。

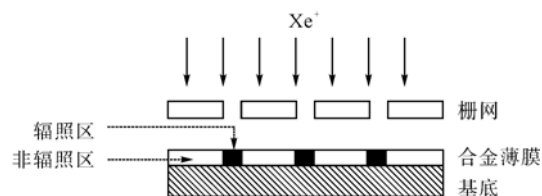


图 1 选区辐照示意图

Fig. 1 Scheme of selective irradiation

通过选取辐照实验,可方便观察辐照后样品表面高低、粗糙度、微结构以及成分的变化。

200 keV Xe^+ 注入到 Mo-Re 合金薄膜中后,能够穿透的距离较为有限(经 SRIM2003 模拟,辐照深度 $d=29.9$ nm)。因此,辐照效应主要发生在受辐照样品的表面,表现为溅射效应与表面损伤。纯 Mo 薄膜样品,受到剂量(以单位面积上离子数计,下同)为 $5 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$ 的辐照后,用白光干涉仪进行测量,得到的表面形貌示于图 2。

如图 2a 所示,选区辐照后的薄膜表面出现了格子状的辐照花纹,格子中央的部分是辐照区域。为更好地观察辐照前后薄膜表面状况的变化,在图 2b 中将图 2a 中圈选的区域放大 5 倍,得到了更清晰的对比效果。

由图 2 可看出,辐照区比非辐照区要低十几 nm,同时其粗糙程度也大为增加,这表征了离子辐照对合金薄膜表面造成的损伤程度。

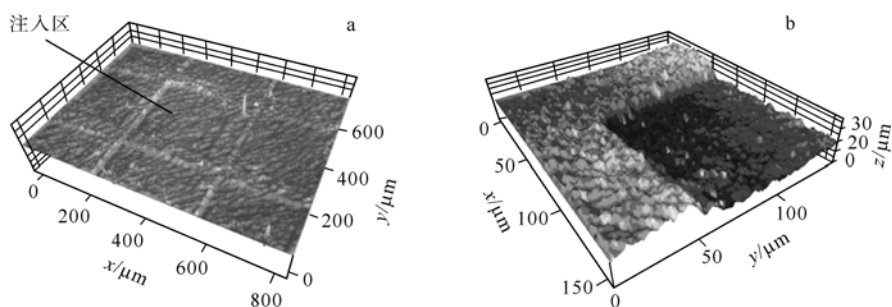


图2 辐照后的合金薄膜表面形貌

Fig. 2 Surface micromorpholog of alloy films after irradiation

图 b 为图 a 的选区放大图

3 辐照效果的评价与分析

对一系列 Re 含量各不相同的合金薄膜重复上述实验:离子能量 200 keV,束流强度 $1.5 \mu\text{A}/\text{cm}^2$,辐照剂量 $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ 。将一系列损伤结果(表面粗糙度 R_g ,表面溅射深度 d)汇总得到图 3。

由图 3 可看出,在本实验条件下,辐照使得合金薄膜的表面受到溅射剥蚀,在辐照区变得凹陷(溅射深度 $d=10\sim 18 \text{ nm}$)的同时,受到辐照的表面也变得更加粗糙(粗糙度 R_g 从 1.2 nm 增加到 $1.9\sim 2.9 \text{ nm}$)。

另一方面,当 Re 的含量增加时,粗糙度和溅射深度均呈现先减小、后增大的变化趋势,在 Re 的原子比含量为 5.2% 时出现最小值。因此,含 Re 5.2% 的合金薄膜表现出了较好的抗辐照性能。

通过改变辐照剂量(表 2),从而得到合金

薄膜在一定辐照剂量范围内的溅射深度信息,结果如图 4 所示(Xe^+ 能量为 200 keV,常温下)。

表 2 实验所用到的辐照剂量
Table 2 Series of irradiation dose

实验编号	辐照剂量 ¹⁾ / cm^{-2}
1	1×10^{15}
2	5×10^{15}
3	2×10^{16}
4	1×10^{17}

注:1) 以离子数计

由图 4 可看出,随着辐照剂量的增大,各种合金比的薄膜的溅射深度均逐渐增加。但是,无论在哪种剂量下,Re 的原子比含量为 5.2% 的薄膜的溅射深度最浅,其抗辐照能力最佳。

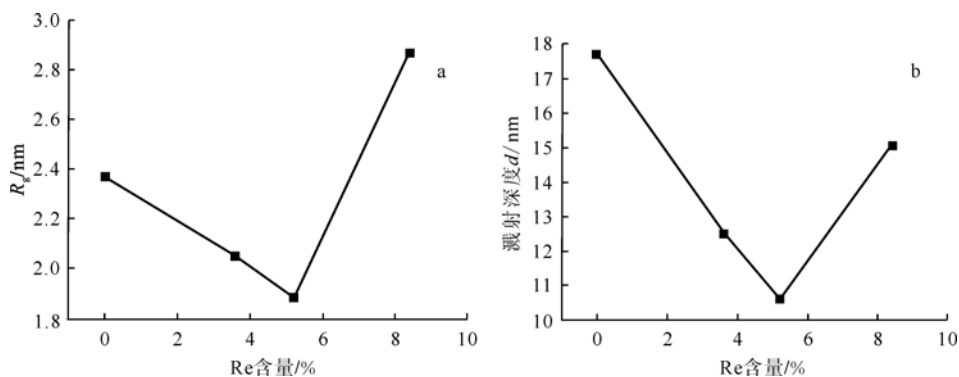


图3 辐照后表面状态随 Re 含量的变化

Fig. 3 Surface irradiation effect vs. Re content

a——辐照区粗糙度;

b——辐照区溅射深度

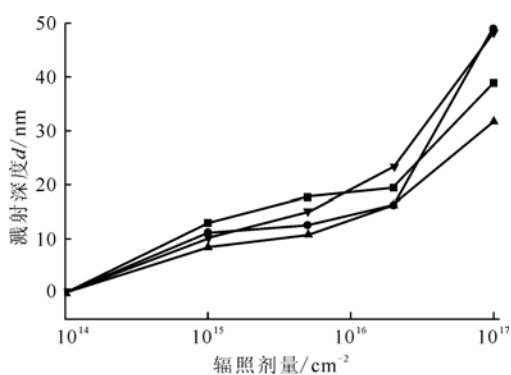


图 4 不同辐照剂量下的溅射深度

Fig. 4 Sputtering depth vs. irradiation dose

■——含 Re 0%; ●——含 Re 3.6%;
▲——含 Re 5.2%; ▼——含 Re 8.4%

4 结语

采用磁控溅射技术制备了合金含量系列变化的 Mo-Re 合金薄膜。应用选区辐照的研究方法,考察了该合金薄膜在能量为 200 keV Xe⁺ 辐照下发生的表面辐照效应。通过对薄膜表面溅射深度和粗糙度的标定,找到了 Mo-Re 合金薄膜中 Re 的原子比的最佳含量为 5.2%,并证明了其在不同辐照剂量下均具有最好的抗辐照能力。

参考文献:

[1] 殷为宏. 现代高科技中的钼[J]. 中国铝业,

1997,21(2-3):27-33.

YING Weihong. Molybdenum in modern high technology[J]. China Molybdenum Industry, 1997,21(2-3):27-33(in Chinese).

[2] 吴建军,张传胜. 离子发动机关键技术分析[J]. 国防科技大学学报, 2003,25(1):7-11.

WU Jianjun, ZHANG Chuansheng. Analysis of the key technology and construction of ion thruster[J]. Journal of National University of Defense Technology, 2003,25(1):7-11(in Chinese).

[3] WILBUR P J. Ion thruster development trends and status in the United States[J]. Journal of Propulsion and Power, 1998,14(5):708-715.

[4] NEMOTO Y. Microstructural development and radiation hardening of neutron irradiated Mo-Re alloys[J]. Journal of Nuclear Materials, 2004, 324:62-70.

[5] 谭拴斌,郭让民,杨升红,等. 钼铼合金的结构和性能[J]. 稀有金属,2005,27(6):788-793.

TAN Shuanbin, GUO Rangmin, YANG Sheng-hong, et al. Structure and properties of molybdenum-rhenium alloys[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2005,27(6):788-793(in Chinese).

[6] FABRITSIEV S A, POKROVSKY A S. The effect of rhenium on the radiation damage resistivity of Mo-Re alloys[J]. Journal of Nuclear Materials, 1998,252:216-227.