

文章编号: 1004-0609(2003)02-0311-04

离子渗金属中等离子体参数与工艺参数的相关性^①

李成明¹, 徐 重², 田林海², 吕反修¹, 唐伟忠¹

(1. 北京科技大学 材料科学与工程学院, 北京 100083; 2. 太原理工大学 表面工程研究所, 太原 030024)

摘 要: 用朗缪尔单探针技术对离子渗金属中的等离子体参数进行了诊断, 讨论工艺参数对等离子体参数的影响。结果表明, 随着工件阴极电压、源极电压和气压的增加, 等离子体密度增大。利用等离子体参数结合放电特征对工艺参数进行了优化限定。讨论了等离子体参数对渗层成分的影响。

关键词: 等离子体参数; 工艺参数; 表面成分

中图分类号: TG 156.8

文献标识码: A

在等离子体表面改性中, 等离子体参数对改性层质量有重要影响^[1-3]。双层辉光离子渗金属技术已经从实验室走向实际应用^[4-6], 对该技术中的放电特征和扩散机制也有较成熟的研究成果^[7-9]; 但仍然需要对等离子体参数进行深入研究, 以有效控制表面改性层质量的稳定性。渗层厚度和表面成分梯度是双层辉光离子渗金属的两个重要性能参数, 它们不仅受实验宏观工艺参数的影响, 而且与放电等离子体中微观参数有关。等离子体与衬底物质表面的作用过程和等离子体中离子、电子、电中性粒子等所处的状态密切相关^[10]。在离子渗金属中等离子体具有两种基本功能: 一是将欲渗金属元素从源物质中溅射出来或激发和激活携有合金元素的运载气体; 二是等离子体中的粒子高速轰击衬底材料的表面, 直接影响到渗层的厚度和最表面的成分。本研究中通过对双层辉光离子钨钼共渗中的等离子体参数进行诊断, 进而对宏观工艺参数进行限定, 以保证渗金属过程中工艺参数的稳定性和良好的渗层质量。

1 实验

实验在自制的双层辉光离子渗金属产生炉中进行。首先抽真空至极限真空度, 充入氩气到所需压力, 对工件阴极施加直流电, 使阴极与阳极间产生辉光放电, 并在升至一定温度时, 对提供合金元素的源极施加直流电, 使源极与阳极间也产生辉光放电, 从源极溅射出来的合金元素原子通过放电空间

输运到工件表面, 被工件吸附并通过扩散形成渗层。阴极和源级分别用两台 0~1 000 V 可调直流电源供给电压。实验用源极为 W-Mo 粉末冶金轧制板材($w(\text{Mo}):w(\text{W})=1:4$), 基材选用 20[#] 钢板材, 充入气为氩气。选用不同气压和源极功率考察其对等离子体参数的影响。在观察孔安装具有可移动的朗缪尔单探针系统, 探针直径为 0.5 mm, 长度可调, 用 X-Y 记录仪记录伏安特性曲线。特别设计了探针电源以得到一个接近真实的伏安特性曲线。采用屏蔽以防止探针和瓷管因沉积金属而导电, 并应用探针溅射电源以去除探针表面沉积物。用 S250MK3 型扫描电镜(SEM)所带能谱仪进行渗层微区成分分析。

2 结果与讨论

2.1 等离子体诊断结果

在双层辉光离子渗金属中, 不等电位空心阴极效应的产生不仅使工件温度迅速升高, 同时也使源极的溅射更为强烈, 从而有效提供所需渗入的合金元素。不等电位空心阴极效应的产生, 微观上体现在等离子体密度的急剧增加上, 而对等离子体电位和电子温度的影响相对较小。因而实验中主要考察工艺参数对等离子体密度的影响。

图 1 所示为气压分别为 20, 30, 40 和 50 Pa 以及阴极电压为 400, 500 和 600 V 时, 等离子体密度随源极电压变化的曲线。可见, 等离子体密度均随源极电压的提高而增大, 从图 1(a) 还可明显看出,

① 基金项目: 山西省自然科学基金资助项目(991053)

收稿日期: 2002-05-17 修订日期: 2002-07-09

作者简介: 李成明(1962-), 男, 副教授, 博士。

通讯联系人: 李成明, 副教授, 博士; 电话: +86-10-62335466; E-mail: chengmli@sina.com

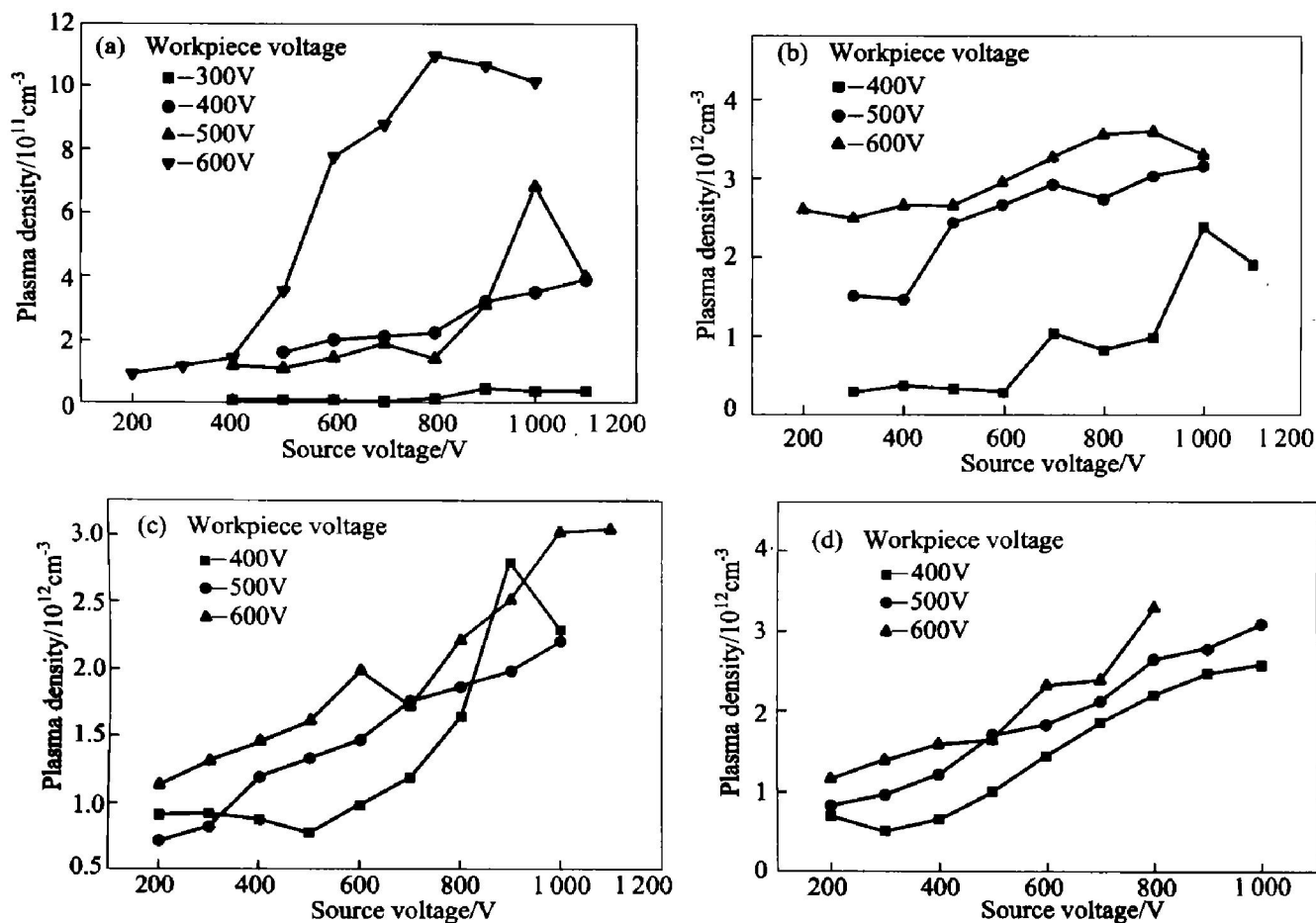


图 1 不同气压和工作阴极电压条件下源极电压与等离子体密度的关系

Fig. 1 Plasma density vs source voltage at different atmosphere pressures and cathodic voltages
(a) 20 Pa; (b) 30 Pa; (c) 40 Pa; (d) 50 Pa

在 20 Pa 时阴极电压从 300 V 增至 600 V, 等离子体密度提高了两个数量级, 即从 10^{10} cm^{-3} 到 10^{12} cm^{-3} , 飞跃产生在 500~600 V 之间, 说明不等电位空心阴极效应在极间距 20 mm 和 20 Pa 气压条件下, 产生于源极电压大于 500 V 和阴极电压 500~600 V。在气压为 30 Pa (如图 1(b) 所示), 阴极电压为 400 V 时, 产生不等电位空心阴极效应的源极电压为 700 V。阴极电压大于 500 V 时, 采用 200~1100 V 源极电压均可产生不等电位空心阴极效应, 等离子体密度在 10^{12} cm^{-3} 数量级。气压为 40 Pa 和 50 Pa (如图 1(c) 和 (d) 所示) 时, 等离子体密度基本在同一水平。图 2 所示为不同气压下, 阴源极间距为 20 mm, 阴极电压为 500 V 时, 等离子体密度随源极电压的变化。可见, 气压为 60 Pa 时等离子体密度迅速上升, 而源极电压不可能增加到更高值, 否则将引起电弧放电, 使真空室的温度急剧上升, 造成设备的损坏。

2.2 由等离子体参数确定的工艺参数

众所周知, 要获得良好的渗层, 必须在渗层表

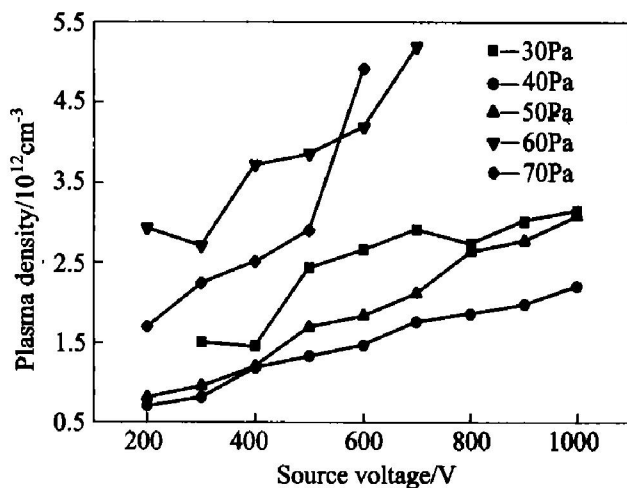


图 2 不同气压下源极电压与等离子体密度的关系

Fig. 2 Plasma density vs source voltage at different atmosphere pressures
(Workpiece voltage of 500 V)

面有相当的合金元素含量, 也就是源极合金元素的供给必须是最大限度的。因此在双层辉光离子渗金属中, 源极的溅射电压要尽可能高才能获得对源极的充分溅射。据实验条件和已有的实验结果所确定

的源极电压为 1 kV, 据等离子体参数的分布, 恰当的源极与阴极的距离为 20 mm。结合双辉放电的特性, 在气压为 30~50 Pa 时, 放电空间的等离子体密度较为接近, 能产生稳定的不等电位空心阴极放电; 当气压超过 60 Pa 时, 等离子体密度剧增, 放电电流迅速增强, 易于向电弧放电过渡; 当气压低于 20 Pa 时, 不利于不等电位空心阴极放电的产生。因此气压的选择应在保证有效不等电位空心阴极放电发生的同时, 尽量降低气压, 从而所确定的气压为 30~40 Pa。

阴极表面的成分不仅与等离子体密度相关, 而且与离子轰击表面的能量密切相关, 要求离子轰击的能量不能高于在渗层表面形成合金固溶体的合金元素的离位阈能, 这就限定了工件阴极的电压。到达工件阴极的离子的能量被认为是阴极位降的 50%~80%, 阴极位降近似认为是工件电压。

可以通过能量传递确定工件电压上限。入射粒子氩的相对质量 $M_1 = 39.994$, 动能为 V_c 。即阴极位降, 被碰撞静止原子的相对质量为 M_2 , 分别为 $M(W) = 183.85$, $M(Mo) = 95.94$, 根据动量和动能守恒关系^[11]可求出传递给被碰撞原子的动能为

$$E = E_m \sin^2 \frac{\theta}{2} \quad (1)$$

式中 θ 表示质心坐标系中的偏向角

$$E_m = \frac{4M_1M_2}{(M_1 + M_2)^2} E_c \quad (2)$$

$$E_c = 50\% \sim 80\% V_c \quad (3)$$

W、Mo 和 Fe 的离位阈能分别为 > 35 eV, -37 eV 和 -24 eV, 显然当离子能量约大于 40 eV, 固溶于渗层表面的合金元素有可能被离子轰击而溅射出来, 因而就需要限定离子轰击的能量, 也即工件的电压。轰击时 θ 平均为 45° , 按 70% 计算阴极位降获得的能量, 计算可得由合金元素 W 确定的工件电压为 665 V, 由 Mo 确定的工件电压为 470 V, 取其平均值所确定的工件电压值不能超过 550 V。为了使离子轰击的效果增强, 离子轰击的能量应大于 Fe 的离位阈能, 所确定的电压值为 350 V。因而工件电压限定在 400~450 V 范围内。

从上述等离子体参数及实验结果的综合分析可知, 在本实验条件下, 双层辉光离子钨钼共渗的合理工艺条件为: 源极电压 1 kV, 源极与阴极间距 20 mm, 气压 30~40 Pa, 工件电压 400~450 V。其中气压为最主要工艺参数, 这一点也可以从不等电位空心阴极效应电流放大的作用中反映出来^[12]。

2.3 等离子体密度对表面成分的影响

等离子体密度随着工件电压的增加而增加; 同时工件电压的提高使得到达工件阴极的离子能量也提高, 使吸附在阴极表面的 W-Mo 合金元素被溅射出来, 也即反溅射作用增强, 这不仅影响到阴极表面的成分, 也影响到阴极渗层的成分分布。

图 3 所示为工件阴极表面合金元素含量随等离子体密度的变化。等离子体密度比较高时, 表面的 W-Mo 合金元素含量较低, 而在较低的等离子体密度时, 虽然可获得表面的高合金成分, 但此时易于形成沉积层, 而不利于形成渗层。因而等离子体密度必须适中, 既要达到合理的表面渗层成分, 又须离子轰击增强扩散作用在表面充分起作用。

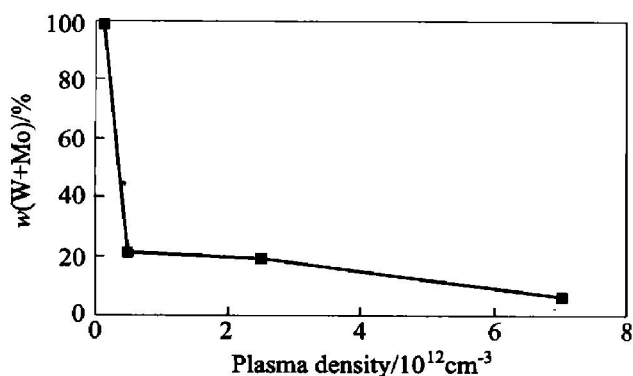


图 3 等离子体密度对渗层表面合金元素含量的影响

Fig. 3 Effect of plasma density on surface composition of alloying layer

3 结语

在双层辉光离子渗金属中, 随着工件电压、源极电压和气压的增加, 等离子体密度增加。源极电压的提高是为了保证合金元素的有效供给, 过高的工件阴极电压, 尽管使等离子体密度提高, 但使工件表面产生反溅射, 使工件表面的合金元素含量降低。较低的等离子体密度易在工件表面形成沉积层, 不利于离子轰击增强扩散。利用等离子体参数结合放电特征, 可对工艺参数进行优化和限定。

REFERENCES

- [1] Fancey K S, Matthews A. Some fundamental aspects of glow discharges in plasma assisted processes [J]. Surface and Coatings Technology, 1987, 33: 17-29.
- [2] Coburn J W. Surface processing with partially ionized plasma [J]. IEEE Transactions on Plasma Science, 1991, 19(6): 1048-1061.

- [3] Murpy A B, Arundell C J. Transport coefficients of argon, nitrogen, oxygen, argon-nitrogen and argon-oxygen plasmas [J]. Plasma Chemistry and Plasma Processing, 1994, 14 (4): 451 - 490.
- [4] XU Zhong, Regina Liu, XU Zai-feng. Surface alloying simplified [J]. Advanced Materials and Processes, 1997, 12: 33 - 35.
- [5] HE Zhi-yong, ZHAO Jin-xiang, XU Zhong. Plasma surface alloying of spheroidal graphite iron [J]. Surface and Coatings Technology, 2000, 131: 574 - 578.
- [6] LI Zhong-hou, LIU Xiao-ping, ZHAO Jin-xiang, et al. Age hardening of surface age high speed steel on high carbon steel after plasma decarbonizing [J]. Surface and Coatings Technology, 2000, 131: 579 - 581.
- [7] LI Cheng-ming, TIAN Lin-hai, XU Zhong, et al. Sputtering of W-Mo alloy under ion bombardment [J]. Trans Nonferrous Met Soc China, 1999, 9(3): 629 - 633.
- [8] 王从曾, 徐重, 苏永安, 等. 不等电位空心阴极放电特性的研究 [J]. 太原理工大学学报, 1990, 21(4): 82 - 88.
- WANG Cong-zeng, XU Zhong, SU Yong-an, et al. Research on characteristics of unequal potential hollow cathode discharge [J]. Journal of Taiyuan University of Technology, 1990, 21(4): 82 - 88.
- [9] 李成明, 田林海, 徐重. 离子钨钼共渗的扩散机制 [J]. 中国有色金属学报, 2000, 10(2): 185 - 188.
- LI Cheng-ming, TIAN Lin-hai, XU Zhong. Diffusion mechanism of ion bombardment W-Mo surface alloying [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2000, 10(2): 185 - 188.
- [10] Carter G, Nobes M J, Katardjiev I V. Fundamental irradiation processes relevant to plasma surface technology [J]. Vacuum, 1988, 38(6): 479 - 486.
- [11] 林栋梁. 晶体缺陷 [M]. 上海: 上海交通大学出版社, 1996. 31.
- LIN Dong-lian. Crystal Defects [M], Shanghai: Shanghai Jiaotong University Press, 1996. 31.
- [12] Pillow M E. A critical review of spectral and related physical properties of the hollow cathode discharge [J]. Spectrochimica Acta, 1981, 36(8): 821 - 843.

Relativity of plasma parameters and process parameters in ion surface alloying

LI Cheng-ming¹, XU Zhong², TIAN Lin-hai², LI Fan-xiu¹, TANG Wei-zhong¹

(1. School of Materials Science and Engineering

University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China;

2. Institute of Surface Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

Abstract: Langmuir probe technique was used for the plasma diagnostics of double-glow plasma surface alloying process. Effects of the process parameters on plasma parameters were discussed. It is shown that the plasma density increases with increasing workpiece voltage, source voltage and gas pressure. The process parameters are optimized and limited by considering the plasma parameters with discharge characteristics. The effect of plasma parameters on the surface composition of the alloyed layer was also discussed.

Key words: plasma parameter; process parameter; surface composition

(编辑 杨 兵)