

УДК 621.382.002

Влияние качества поверхности и приповерхностных слоев стекла на чувствительность многощелочных фотокатодов, выращенных в сверхвысоковакуумных камерах

В. И. Локтионов, И. А. Нестеров
ОАО "Катод", г. Новосибирск, Россия

Определены причины ограничения уровня чувствительности многощелочных фотокатодов, сформированных в сверхвысоковакуумных (СВВ) камерах, которые входят в состав установки "переноса" для сборки ЭОП 2⁺-го поколения. Проведен анализ поверхности и приповерхностных слоев стекла, на основе которого были предложены методы очистки поверхности и блокировки содержимого трещиноватого слоя стекла от формируемого фотокатода (ФК), что позволило поднять средний уровень интегральной чувствительности до 600 мкА/лм.

Один из важнейших параметров современного электронно-оптического преобразователя (ЭОП) — чувствительность фотокатода. От него зависят такие параметры ЭОП, как коэффициент преобразования, отношение сигнал/шум, дальность. Поэтому в производстве ЭОП особое внимание уделяется тем условиям, в которых формируются ФК.

На основе спроектированных и изготовленных в ОАО "Катод" СВВ-камер разработана индивидуально-групповая технология активировки многощелочных ФК.

В камере предварительного термического обезгаживания (КТО) подложки фотокатодных узлов (ФКУ) проходили термический отжиг при температуре 400 °С, далее они перегружались в камеру активировки фотокатодов, где подвергались финишной термической обработке при температуре 400–430 °С в течение 40 мин. Каждый ФКУ отжигался индивидуально, после чего он охлаждался до температуры активировки многощелочного фотокатода, т. е. 180–190 °С, и проводился процесс напыления фоточувствительных слоев. По окончании процесса готовые ФК укладывались в специальные носители и сохранялись до начала процесса активировки полученного бищелочного ФК третьим металлом — цезием. После обработки цезием готовые многощелочные ФК перегружались методом "переноса" в камеру сборки (КС) корпусной линии установки "переноса" для сочленения с экранно-корпусным узлом (ЭКУ).

Исследования показали, что технология формирования ФК в СВВ-камере в сравнении с классической — в стеклянном баллоне—"контейнере" может не зависеть от точности соблюдения внутриконтейнерной геометрии, химического состава стекла самого ФКУ и стеклянного баллона, так как все необходимые щелочные металлы — К и Na — поступают на подложку ФКУ из

отдельных источников. Следует отметить, что в СВВ-камере требуется меньшая температура подложки при активировке ФК, проще поддерживать и контролировать необходимые концентрации сурьмы (Sb), калия (К) и натрия (Na), поступающих на подложку во время активировки ФК.

Результаты исследований позволяют утверждать, что технология получения ФК в СВВ-камере в достаточной степени отработана и стабильна, т. е. удовлетворяются условия по вакууму. Поддерживаются на постоянном уровне технологические процессы напыления фоточувствительных слоев (поддержание потоков веществ на постоянном уровне, температуры подложки при предварительном термическом обезгаживании ФКУ и при росте ФК, одинаковое время набора требуемой толщины фотокатодов и т. п.), что позволяет получать ФК с практически постоянной среднестатистической чувствительностью. Однако несмотря на точное соблюдение всех вышеописанных технологических требований, итоговая чувствительность в готовом вакуумном блоке не превышала в основной своей массе уровня 300–400 мкА/лм, интегральной чувствительности. Перед разработчиками технологии индивидуально-групповой обработки ФК была поставлена задача повысить средний уровень чувствительности, а также максимально увеличить процент выхода проборов с требуемой чувствительностью. Сформулировано предположение, что ограничение уровня чувствительности заложено в конструктивных недоработках существующих активировочных СВВ-камер. Как показали исследования, ограничение уровня чувствительности было заложено в том, что термическое обезгаживание ФКУ, производимое перед процессом активировки ФК непосредственно в камере его активировки, не обеспечивает качественной подготовки поверхности

ФКУ к нанесению фоточувствительных слоев, несмотря на то что предварительно проводилось обезгаживание ФКУ в камере КТО.

Было также сформулировано предположение о том, что продукты разложения, которые образуются при термическом отжиге ФКУ в камере активировки, могут оказывать влияние на процесс активировки ФК. Параллельно с этими предположениями рассмотрен вопрос о содержимом разрушенного слоя стекла и его влиянии на процесс активировки ФК.

В процессе доработки индивидуально-групповой технологии активировки ФК было обнаружено интересное явление. При активировании многощелочного фотокатода на ФКУ, на котором до этого был выращен ФК, впоследствии разрушенный путем прогрева подложки до температуры "сгона" сурьмы с поверхности подложки, т. е. температуры порядка 400—430 °С, чувствительность ФК была на 20—25 % выше, чем у предыдущего образца, выращенного на этой же подложке при равных температурных и технологических условиях. Под технологическими условиями подразумевается стабильность молекулярных потоков веществ Sb, K, Na из эффузионных ячеек (источников). Исследования показали, что увеличение температуры предварительного термического отжига ФКУ и времени выдержки при этих температурах не приводит к исчезновению данного эффекта приращения чувствительности, при повторном использовании стеклянной подложки, после спыления с нее первичного ФК. Однако и многократное повторение процедуры "сгона" ФК не дает дальнейшего увеличения чувствительности полученных ФК.

На основе полученных практических данных можно сделать следующее заключение.

1. Разработанный технологический процесс напыления ФК можно считать стабильным, и его влияние на чувствительность последнего определяется жестким соблюдением технологических факторов, описанных ранее.

2. Решающее влияние на чувствительность ФК, формируемых в камере СВВ, оказывает качество подготовки поверхности стекла перед напылением ФК.

Известны три вида загрязнений, которые необходимо удалить с поверхности, чтобы она была чистой:

первый — инородная фаза различных окислов, в том числе и металлов;

второй — адсорбированные газы и примеси;

третий — нарушения кристаллической решетки, к которым относятся также внедрившиеся в кристалл вблизи поверхности ионы [1].

В случае стекла имеет место структура разрушенного слоя стекла, который состоит из рельефного слоя полированной поверхности и трещиноватого слоя [2].

Первый вид загрязнений, т. е. окислы металлов, могут появляться на поверхности стекла

при технологических операциях изготовления ФКУ. Окислы металлов удаляются при химико-механической обработке стекла в процессе подготовки ФКУ к загрузке в стеклянный баллон-"контейнер" или в СВВ-камеру.

Второй вид загрязнений по химическому составу представляет собой поверхностно-адсорбированную воду, газы CO, CO₂, O₂, H₂, различные углеводороды C_nH_m.

Третий вид — разрушенный слой стекла, структура и содержимое которого само по себе может влиять на формирование фотокатода и его чувствительность.

Для удаления поверхностных загрязнений с поверхности стекла необходимо использовать методы вакуумной очистки [2].

В описанном случае следует использовать следующие два метода:

Метод термической десорбции основан на том, что в процессе нагрева поверхности в вакууме до определенных температур происходят разрушение связей физически и химически адсорбированных молекул с поверхностью и понижение концентрации этих молекул вблизи поверхности. К недостаткам этого метода относится то, что он требует создания высоких температур, зачастую превышающих температуру плавления материала обрабатываемого образца. Кроме того, применение метода может приводить к существенному изменению самой структуры поверхности за счет испарения атомов, входящих в состав стекла [2].

Эффективным методом очистки поверхности является ионное травление или бомбардировка поверхности в высоком вакууме ионами с энергией 10²—10³ эВ.

Метод ионных пучков основан на применении специальных устройств, называемых ионными пушками. В ионной пушке, находящейся в вакууме, ионизируются молекулы газа (например аргона), ионы ускоряются электростатическим полем, коллимируются в пучок известной геометрии и направляются на очищаемую поверхность [2].

Для выяснения природы поверхностных загрязнений и изменения их концентраций в зависимости от технологической обработки, для обоснования правильности выбранных методов очистки поверхности был проведен анализ поверхности ФКУ. Были представлены на анализ ФКУ после "сгона" ФК с поверхности подложки (чувствительность ФК отличалась друг от друга не более чем на 10 %) и ФКУ, не подвергавшиеся никакой обработке.

Был проведен анализ поверхности методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Измерения проводили на фотоэлектронном спектрометре VG ESCALAB HP с использованием AlK_α-излучения, мощность рентгеновского источника — 200 Вт. Аргоновое травление поверхности образцов производили с помощью штатного ионного источника спектрометра — AG21, угол падения ионов — 45°, энергия ионов Ar⁺ — 1,8 кэВ, диаметр пучка ~8 мм, плотность

ионного тока, замеренная на проводящем держателе образца, 30 мкА/см² (на самих образцах ~15 мкА/см²). Время травления составило 10 мин для каждого из образцов.

Всего было исследовано четыре образца, маркировка образцов приведена в табл. 1.

Таблица 1

№ образца	№ ФКУ	Предварительная обработка
1	1	Активировка ФК и последующий его "сгон"
2	2	То же
3	3	Нет
4	4	"

В результате получены следующие данные.

Элементный состав поверхности ФКУ:

До обработок (исходная поверхность): в состав поверхности всех образцов входят Si, O, Na, K, Ca, S и, вероятно, Na и Al, последний — в следовых количествах. Кроме того, в образцах 1 и 2 обнаружены Mn, Cs и Sb.

Образцы были прогреты до 400 °С, потом подвергнуты ионному травлению аргоном. Произведена оценка концентраций элементов на поверхности стекла до прогрева образцов, после прогрева и после ионного травления. Результаты сведены в табл. 2 и 3 для обработанных и необработанных образцов, соответственно. Наличие пиков Sb и Cs в обработанных образцах связано с наличием остатков многощелочного ФК на поверхности ФКУ, но они полностью исчезают после ионного травления. Кроме того, аргоновое травление заметно обогащает поверхность всех образцов кальцием, что связано с обнажением силикатного каркаса стекла. Наличие бора, алюминия в спектре объясняется составом стекла. Ионное травление практически полностью убирает поверхностные углерод и хлор, заметно снижает содержание азота и калия, слабо влияет на концентрацию бора, кислорода и натрия.

Оценка концентраций элементов: образцы 1 и 2 (табл. 2), образцы 3 и 4 (табл. 3).

Таблица 2

Элемент	Образец					
	1о ^A	1h	1e	2о	2h	2e
C/Si	3,38	2,61	0,25	3,23	2,35	0,27
C/Si (2-й пик)	0,29	0,21	—	0,24	0,12	0,027 ^C
Ca/Si	0,020	0,020	0,070	0,029	0,025	0,14
K/Si	0,21	0,20	0,095	0,20	0,20	0,063
N/Si	0,061	0,084	0,028	0,024	0,029	0,015
O/Si	2,27	2,16	2,12	1,42	1,67	2,12
O/Si (2-й пик)	1,37	1,30	0,88	2,79	2,02	0,98
Mn/Si	0,058	0,056	—	0,104	0,099	0,0067
Cs/Si	0,034	0,040	0,010	0,056	0,065	0,0069
Sb/Si ^B	0,023	0,014	—	0,026	0,019	—
Na/Si	0,15	0,15	0,10	0,29	0,26	0,19
Cl/Si	—	—	—	—	0,045	0,009

Примечание. А — суффикс "о" означает исходный образец; "h" — прогретый при 400 °С; "e" — протравленный аргоном; В — все количественные параметры для Sb3р — грубая оценка (из-за наложения пика Mn2s); С — "карбидное" состояние углерода.

Таблица 3

Элемент	Образец					
	3о ^A	3h	3e	4о	4h	4e
C/Si	2,23	2,97	0,33	4,31	3,25	0,17
C/Si (2-й пик)	0,19	—	—	0,42	0,24	0,01 ^C
Ca/Si	0,024	0,028	0,19	0,043	0,046	0,17
K/Si	0,097	0,094	0,056	0,13	0,12	0,061
N/Si	0,041	0,047	0,024	0,11	0,11	0,018
O/Si	1,70	1,12	1,10	1,95	1,80	1,71
O/Si (2-й пик)	1,26	1,71	2,08	1,48	1,44	1,53
V/Si ^B	—	—	0,051	0,075	0,059	0,066
Na/Si	0,093	0,17	0,15	0,18	0,24	0,20
Cl/Si	0,0092	0,021	0,0044	0,049	0,021	—

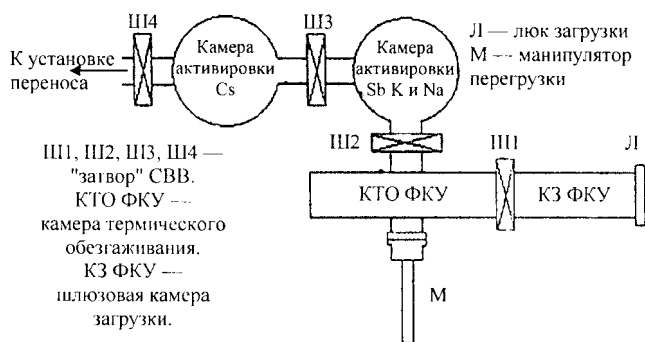
Примечание. Обозначения те же, что и в табл. 2.

Особый интерес вызывает наличие поверхностного дефектного (трещиноватого) слоя, который образуется при абразивной обработке поверхности стекла. Формирование в обработанном стекле так называемого поверхностного слоя в общем случае является следствием нарушения сплошности материала при резании, развития и пересечения микротрещин. Авторами работ [3—8] рассмотрены вопросы, касающиеся глубины распространения трещин, строения полированной поверхности, оптической прочности поверхности (ОПП), всасывания жидкости в микротрещины в зависимости от энергетических условий абразивной обработки поверхности хрупких прозрачных материалов

На основе полученных практических данных о качественном и количественном составе поверхностных загрязнений авторы статьи предложили комплексное решение поставленной задачи. Была спроектирована и изготовлена фотокатодная часть установки переноса с использованием ФК, выращенных по бесконтейнерной технологии (рисунок). В данном комплексе имеется шлюзовая камера загрузки ФКУ. После загрузки из атмосферы и получения рабочего вакуума в этой камере ФКУ предварительно подвергаются термическому отжигу при $T = 200$ °С. Камера термического обезгаживания ФКУ (КТО ФКУ) предназначена для финишной комплексной обработки ФКУ. После перегрузки из шлюзовой камеры ФКУ подвергаются ионному травлению с последующим термическим отжигом при $T \sim 400$ °С, остывшие фотокатоды перегружаются в активировочную камеру, где происходит активировка Sb, K и Na. Готовый бищелочной катод перегружается в камеру активировки цезием, из которой после активировки и получения итоговой чувствительности перегружается в КС корпусной части установки переноса. Однако на основе анализа данных, полученных при теоретических изысканиях по вопросу образования разрушенного поверхностного слоя полированного стекла ФКУ, были сделаны следующие выводы.

1. При полировке поверхности алмазным абразивом с определенным размером зерна получена глубина трещиноватого слоя, как минимум равная размеру зерна последнего абразива, которым полировалось стекло [4, 8, 9].

2. В микротрещины проникает вода, которая способна разлагать стекло, т. е. образуются КОН, NaOH, H_2SiO_3 и другие продукты взаимодействия воды со стеклом, которые способны негативно воздействовать на формируемые фоточувствительные слои.



Фотокатодная часть установки переноса

Та же вода даже при достаточно длительном термическом предварительном отжиге ФКУ не полностью удаляется из трещиноватого слоя стекла [10] и способна оказывать воздействие на формируемый ФК, а точнее, на его конечную чувствительность. Содержание воды в трещиноватом слое подтверждает и практическая работа [9]. Из-за больших энергий электронов, требуемых для реализации метода оплавления поверхности стекла, для удаления трещиноватого слоя, предложенного авторами [10], и связанных с этим технологических трудностей авторы статьи разработали метод "блокировки" трещиноватого слоя стекла и всех агрессивных компонентов, замурованных в нем. Суть метода заключается в получении сплошной поликристаллической пленки Sb на поверхности

ФКУ, на которой впоследствии и выращивается многощелочной фотокатод. "Нижняя" часть пленки, которая лежит на поверхности стекла, блокирует доступ агрессивных компонентов к фоточувствительным слоям ФК, а та поверхность пленки, которая обращена в вакуум, служит подложкой для роста ФК. Эти решения позволили поднять среднюю интегральную чувствительность на уровень 600 мкА/лм, а разделение активировочных камер на две разные камеры — увеличить производительность установки на 50 %.

Литература

1. Моррисон С. Химическая физика поверхности твердого тела. — М.: Мир, 1980. — 490 с.
2. Каминский М. Атомные и ионные столкновения на поверхности металлов. — М.: Мир, 1967.
3. Ардамацкий А. Л. Алмазная обработка оптических деталей. — Л.: Машиностроение, Ленингр. отделение, 1978. — 232 с.
4. Подстригач Я. С., Осадчук В. А., Марголин А. М. Остаточные напряжения, длительная прочность и надежность стеклоконструкций. — Киев: Наук. думка, 1991. — 289 с.
5. Качкин С. С., Куманин К. Г., Тихомиров Г. П. и др. Связь между порогом светового разряда на сапфире, электронограммой поверхности и качеством ее полировки// Оптико-механическая промышленность. 1968. № 11. С. 70.
6. Ферман И. А., Хазов Л. Д. О механизме разрушения поверхности прозрачного диэлектрика при облучении коротким световым импульсом// Квантовая электроника. 1972. № 4 (10). С. 25.
7. Данилсейко Ю. К., Маненков А. А., Прохоров А. М., Хаимов-Мальков В. Я. Поверхностное разрушение кристаллов рубина лазерным излучением// ЖЭТФ. 1970. Т. 58. № 1. С. 31.
8. Исследование механизма образования дефектного приповерхностного слоя при абразивной обработке хрупких прозрачных материалов// Физика и химия обработки материалов. 1978. № 4.
9. Многопрофильная лазерная технология обработки кварцевого стекла// Электронный журнал "Исследовано в России". <http://zhurnal.ape.relarn.ru/articles/>
10. Лохов Ю. Н., Углов А. А., Чередниченко Д. И. Десорбция щелочных металлов с поверхности оптических стекол при электронно-лучевой обработке в вакууме// Физика и химия обработки материалов. 1998. № 3. С. 34—37.

Статья поступила в редакцию 10 октября 2004 г.

Quality of surface and underlying glass layer influence on sensitivity of multialkaline photocathodes, grown in ultra-high vacuum chambers

V. I. Loktionov, I. A. Nesterov
Joint Stock Company "Katod", Novosibirsk, Russia

The reasons are determined, that limit sensitivity level of multialkaline photocathodes, formed in UHV chambers, that are comprised "transfer" setup assembly for assembly of super 2+-generation image intensifiers tubes (I^2). Analysis of surface and underlying glass layers are performed. On the base of this analysis the methods of cleaning and closing destroyed glass layer to prevent photocathode deterioration are posed. This allows to increase mean level of integral sensitivity to 600 $\mu\text{A}/\text{lm}$.