

Метод лазерного напыления УФ фотокатодов на основе галогенидов щелочных металлов

В.М.Брендель, В.В.Букин, С.В.Гарнов, В.Х.Багдасаров, Н.Н.Денисов, С.Г.Гаранин, В.А.Терёхин, Ю.А.Трутнев

Предложена методика изготовления УФ фотокатодов на основе галогенидов щелочных металлов, устойчивых к воздействию окружающей среды, путем импульсного лазерного осаждения. Получены образцы фотокатодов с высокими гомогенностью и адгезией фотоэмиссионного слоя. После изготовления фотокатоды монтировались в вакуумный фотодиод, анодом служила вольфрамовая сетка. С использованием импульсных УФ лазеров проведены эксперименты по определению квантовой эффективности этих фотокатодов. При постоянном внешнем напряжении между фотокатодом и анодной сеткой регистрировался сигнал с шунта, пропорциональный общему заряду, ушедшему с катода под действием лазерного УФ излучения. Разработанная методика напыления позволяет изготавливать фотокатоды с почти одинаковой квантовой эффективностью по всей поверхности фотоэмиссионного слоя, что является ее основным преимуществом перед методом токового испарения для нанесения тонких пленок.

Ключевые слова: фотокатод, PLD, фотоэмиссия, квантовый выход.

1. Введение

УФ фотокатоды находят все более широкое применение, например в качестве детекторов электромагнитного УФ излучения и электронных инжекторов ускорителей элементарных частиц. Особенно актуальна возможность создания крупногабаритных фотокатодов (диаметром более 200 мм) с высокой квантовой эффективностью и однородностью фотоэмиссионного слоя.

Чистые металлы обладают низкой квантовой эффективностью даже после дополнительной лазерной очистки поверхности от примесей, увеличивающих потенциальный барьер выхода электронов [1]. Осаждение на металлическую подложку тонкой пленки из галогенидных соединений широко применяется для увеличения квантового выхода. Как правило, процесс осаждения тонких пленок требует дорогостоящего высоковакуумного оборудования, сложного устройства нагрева мишени, высокоточного контрольно-измерительного оборудования. Однако даже при наличии такого оборудования получение качественных, например цезиевых, тонких пленок требует длительной обработки технологии.

В.М.Брендель, В.В.Букин, С.В.Гарнов, В.Х.Багдасаров, Н.Н.Денисов. Институт общей физики им. А.М.Прохорова РАН, Россия, 119991 Москва, ул. Вавилова, 38;

e-mail: vadim-boss@mail.ru, vladimir.bukin@gmail.com

С.Г.Гаранин. Институт лазерно-физических исследований ФГУП «Российский федеральный ядерный центр – ВНИИЭФ», Россия, Нижегородская обл., 607188 Саров, просп. Мира, 37

В.А.Терёхин. Институт теоретической и математической физики ФГУП «Российский федеральный ядерный центр – ВНИИЭФ», Россия, Нижегородская обл., 607188 Саров, просп. Мира, 37

Ю.А.Трутнев. ФГУП «Российский федеральный ядерный центр – ВНИИЭФ», Россия, Нижегородская обл., 607188 Саров, просп. Мира, 37

Поступила в редакцию 14 июня 2012 г, после доработки – 27 июля 2012 г.

В работе [2] использовался метод осаждения тонких пленок из лазерно-индуцированной плазмы, возникающей при абляции мишени интенсивным лазерным излучением (pulse laser deposition (PLD)), для осаждения магниево-цинковой пленки. Были получены хорошая однородность пленки, высокие стехиометрическая чистота и адгезия, а также квантовая эффективность, сравнимая с достигаемой традиционным методом осаждения путем термического испарения мишени.

Известно [3–6], что тонкие пленки галогенидов, нанесенные на металлические подложки, существенно улучшают квантовую эффективность чистых металлов. Такие покрытия устойчивы к воздействию окружающей среды, что существенно упрощает «корпусирование» фотокатодов, особенно при больших поверхностях, испускающих электроны.

В настоящей работе использовался PLD-метод для нанесения пленок галогенидов (CsI, CsBr), измерена квантовая эффективность изготовленных фотокатодов, проведено сравнение однородности и адгезии фотоэмиссионных слоев, полученных методами PLD и термического испарения.

2. Изготовление фотокатодов методом PLD

Метод PLD для нанесения тонких пленок появился относительно давно и продолжает развиваться в настоящее время. Импульсное лазерное осаждение особенно эффективно для нанесения покрытий сложного стехиометрического состава, для него характерна большая скорость роста пленок, технологическая гибкость и простота настройки. К недостаткам метода можно отнести наличие крупноразмерных частиц на покрытии при неправильно подобранном режиме работы лазера.

Импульсное лазерное осаждение сопровождается целым рядом процессов, которые можно объединить в три группы:

– взаимодействие лазерного излучения с мишенью (поглощение электромагнитной энергии, нагрев и расплавление материала мишени, его испарение);

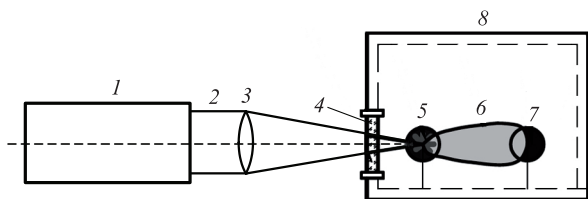


Рис.1. Схема импульсного лазерного напыления тонкопленочного покрытия:

1 – импульсный лазер; 2 – пучок лазерного излучения; 3 – фокусирующая оптика; 4 – кварцевое окно; 5 – мишень; 6 – плазменный факел; 7 – подложка; 8 – вакуумная камера.

– расширение плазменного облака (начальная температура плазмы в облаке 5000–15000 К);

– осаждение материала мишени на поверхность подложки.

Для нанесения методом PLD покрытий галогенидных соединений нами была разработана и изготовлена установка, содержащая следующие узлы (рис.1): вакуумную камеру с системой крепления мишени и подложки и окном для ввода лазерного излучения; вакуумметр Edwards WRG-S; форвакуумный поршневой насос и турбомолекулярный вакуумный насос Varian S.P.A.; импульсный твердотельный Nd:YAG-лазер с ламповой накачкой и пассивным насыщающимся затвором из LiF; оптическую систему с фокусным расстоянием 50 мм, фокусирующую лазерное излучение на мишени; бесконтактный нагреватель подложки – полупроводниковый лазер (808 нм, 9 Вт) с волоконным выходом и оптической системой для коллимации излучения.

В качестве подложек мы использовали пластины из меди и никеля толщиной 1.5 мм с диаметром 25 мм. Нанесение тонкопленочного покрытия начинается с подготовки мишени и подложки. Если материал для нанесения покрытия поставляется в виде сухого порошка (в нашем случае – CsBr), то для качественного нанесения порошок прессуется в таблетку. Необходимо добиться достаточной плотности материала, чтобы в процессе PLD мишень не была «пробита» лазерным излучением на большую глубину (превышающую 2–3 мм – глубину фокусировки лазерного пучка), в противном случае процесс нанесения становится неэффективным. Если материал поставляется в виде монокристалла (CsI) или иного плотного материала, то дополнительная подготовка мишени не требуется.

В процессе отработки технологии изготовления фотокатода стало очевидным, что одним из основных условий получения однородного фотоэмиссионного покрытия с высокой квантовой эффективностью является качественная подготовка подложки, состоящая из нескольких этапов: механической чистки, лазерной чистки, химической чистки в 50%-ном растворе соляной кислоты, промывки в дистиллированной воде и сушке при комнатной температуре. Отклонения от данной методики очистки подложки приводят к существенному снижению квантовой эффективности и однородности полученного фотокатода.

Подготовленные подложка и мишень устанавливаются в вакуумной камере параллельно друг другу, при этом угол падения лазерного пучка выставляется в пределах 45°–90°, в зависимости от плотности мишени (чем плотнее мишень, тем меньше угол). Вакуумная камера откачивается до остаточного давления 10^{-5} – 10^{-4} Торр, что вполне достаточно для нанесения качественного покрытия. Методика PLD не требует сверхвысокого вакуума, т. к.

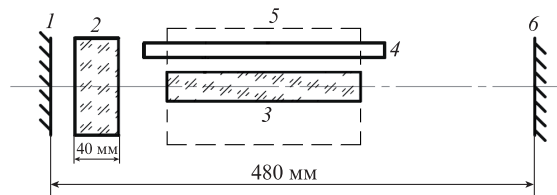


Рис.2. Схема импульсного Nd:YAG-лазера:

1 – плоское глухое зеркало; 2 – пассивный затвор из LiF ($T_0 = 5\%$); 3 – активный элемент диаметром 6.3 мм и длиной 100 мм (1.1% Nd); 4 – импульсная ксеноновая лампа накачки; 5 – эллиптический отражатель; 6 – плоское выходное зеркало ($T = 40\%$).

скорость частиц в плазменном облаке большая ($\sim 10^4$ м/с) и они не успевают взаимодействовать с примесями в объеме камеры. Для улучшения адгезии осаждаемого покрытия мы нагревали подложку до 60°C излучением полупроводникового лазера, проникающим в камеру через кварцевое окно. Температура подложки контролировалась термопарой или бесконтактным термометром.

После нагрева подложки до 60°C на поверхность мишени подается сфокусированное импульсное лазерное излучение. Нами был разработан твердотельный импульсный Nd:YAG-лазер с ламповой накачкой и пассивным модулятором добротности из LiF (рис.2). Насыщающийся поглотитель устанавливался вблизи глухого зеркала, и его положение подбиралось из условия получения максимально коротких импульсов. Лазер генерировал одномодовое излучение с длиной волны 1064 нм, длительностью импульсов 100 нс, энергией менее 1 Дж и частотой их следования не более 20 Гц.

Мощность и частота импульсов лазера регулируются в широких пределах блоком питания импульсной лампы. Для получения качественного покрытия необходимо, чтобы плотность мощности в каждом импульсе лазерного излучения лишь немного превышала порог образования лазерной плазмы, в противном случае растут вероятность разлета крупных частиц мишени и осаждение их на подложке, что ухудшает качество покрытия. Длительность процесса нанесения покрытия (рис.3) подбирается экспериментально и зависит от материала мишени, его плот-

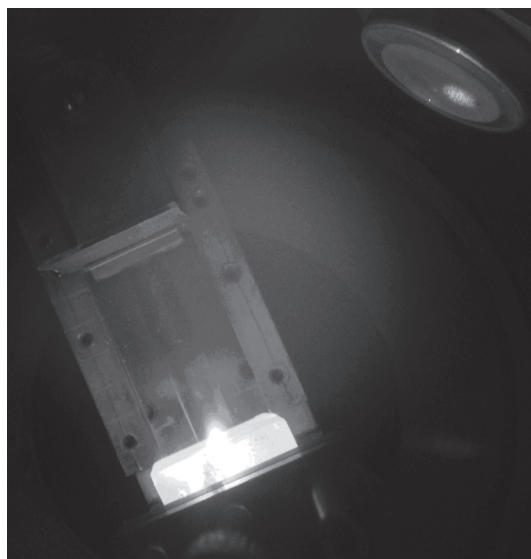


Рис.3. Фотография плазменного облака в процессе нанесения CsI на медную подложку.

ности и требуемой толщины пленки. Тонкие пленки (толщиной несколько десятков нанометров) из плотных материалов (кристалл CsI, спрессованная таблетка CsBr) наносятся за 1–2 мин при частоте следования лазерных импульсов 20 Гц. В процессе нанесения для улучшения диффузии частиц плазменного облака в материал подложки необходимо поддерживать ее в нагретом состоянии. Известно [3], что квантовая эффективность достигает максимального значения при толщине покрытия 0.5 мкм. Дальнейшее увеличение толщины слоя не приводит к увеличению квантовой эффективности. Экспериментально было подобрано время нанесения, при котором толщина пленки равна 0.5–0.7 мкм. При частоте следования лазерных импульсов 20 Гц оно составило ~16 мин. Толщина пленки контролировалась с помощью интерферометра.

После окончания работы лазера подложка остается в вакуумной камере и отжигается при температуре 60°C в течение трех часов. Отжиг существенно улучшает квантовый выход фотокатода, т.к. удаляет из новообразованной пленки нежелательные примеси (преимущественно – пары воды). После отжига образец извлекается из вакуумной камеры, в течение 10 мин находится на открытом воздухе, затем переносится на стенд для измерения квантовой эффективности.

3. Методика измерения квантовой эффективности фотокатодов

Экспериментальное исследование квантовой эффективности фотокатодов проводилось методом измерения заряда, накапливаемого на измерительной емкости в результате протекания фототока между сетчатым анодом и фотоэмиссионным катодом при облучении последнего одиночными импульсами лазерного излучения с различными спектральными и временными параметрами.

Принципиальная схема измерений квантовой эффективности фотокатодов представлена на рис.4. Расстояние

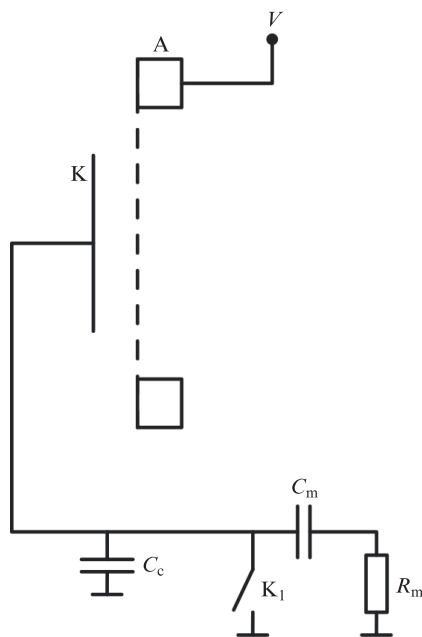


Рис.4. Принципиальная схема измерений квантовой эффективности фотокатодов:

К – фотокатод; А – сетка-анод; K_1 – ключ; $V = 0–20$ кВ – приложенное напряжение; $C_c = 100$ пФ; $C_m = 10$ нФ; $R_m = 1$ МОм.

сетка–катод составляло 1–5 мм. Для защиты измерительного оборудования от высокого напряжения в случае пробоя промежутка сетка–катод в схеме имелась защитная измерительная емкость C_m (~10 нФ). При стекании заряда с фотокатода заряжалась емкость кабеля C_c , после чего заряд определялся по регистрируемому импульсу тока перезарядки, протекающему через измерительный резистор R_m . Поскольку емкость кабеля C_c была много меньше защитной измерительной емкости C_m , форма основного импульса тока через входное сопротивление осциллографа R_m не искажалась по сравнению с наблюдаемой при закорачивании C_m . Цифровым запоминающим осциллографом регистрировался импульс напряжения с характерной длительностью $\tau = R_m C_c \sim 100$ мкс. Площадь под кривой импульса напряжения, деленная на входное сопротивление осциллографа, являлась площадью под кривой импульса тока, т.е. полным зарядом Q , ушедшим с катода в результате фотоэмиссии:

$$Q = \int_{-\infty}^{+\infty} I(t) dt = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{U(t)}{R_m} dt, \quad (1)$$

где Q – заряд (в кулонах); $I(t)$ – временная зависимость тока (в амперах); $U(t)$ – временная зависимость напряжения (в вольтах); R_m – сопротивление (в омах); t – время (в секундах).

По определенному таким образом заряду Q и измеренной энергии одиночного лазерного импульса W (в электронвольтах) рассчитывалась квантовая эффективность Y :

$$Y = \frac{N_{el}}{N_{ph}} = \frac{Q \hbar \omega}{W e}, \quad (2)$$

где N_{el} и N_{ph} – соответственно количество вышедших фотоэлектронов и падающих на катод фотонов; $\hbar \omega$ – энергия кванта лазерного излучения (в электронвольтах); e – элементарный заряд электрона (в кулонах).

При определении заряда, протекающего через измерительный резистор в процессе перезарядки фотокатода, вычислялась площадь под кривой импульса тока без дополнительных предположений о форме импульса перезарядки. В связи с этим влияние паразитных индуктивностей или емкостей, также присутствовавших в схеме, не сказывалось на величине полученного заряда.

Отметим, что связь по постоянному току между катодом и измерительным резистором отсутствовала из-за наличия защитного конденсатора. Поэтому после воздействия лазерного импульса измерительный конденсатор заряжался. Для проведения последующих измерений сброс заряда осуществлялся замыканием ключа K_1 .

Для обеспечения съема всего заряда необходимо было прикладывать достаточно большое напряжение к зазору сетка–катод. Данное обстоятельство связано с тем, что при рождении фотоэлектронов в концентрации, превышающей поверхностную плотность заряда конденсатора сетка–катод, лишь часть заряда будет уходить с катода. Поверхностная плотность заряда в конденсаторе σ при напряженности поля $E = 1$ кВ/см равна 89 пКл/см². Поскольку плотность энергии излучения используемых лазерных источников Φ составляла не более 1 мДж/см², для обеспечения съема всего заряда требовалось ослабление лазерного пучка и повышение напряжения между сеткой и катодом. В этом случае при $\sigma \hbar \omega / e < Y \Phi$ наблюдалась практически линейная зависимость снятого заряда от приложенного напряжения. Отметим, что, определив напряжение насыщения, при котором линейная зависимость

прекращается и снимаемый заряд практически перестает зависеть от приложенного напряжения, можно вычислить квантовую эффективность по формуле

$$Y = \frac{\sigma_{\text{sat}} \hbar \omega}{\Phi e}, \quad (3)$$

где σ_{sat} – плотность заряда при насыщении.

Однако выражение (3) справедливо лишь в том случае, когда время пролета электронов от катода до сетки много больше длительности лазерного импульса. В случае применения источника пикосекундного лазерного излучения данное условие выполняется, и такой расчет квантовой эффективности дает результат, близкий к результатам прямых измерений. При использовании в качестве источников фотовозбуждения эксимерных лазеров с длительностью импульса 5–7 нс полученные значения квантовой эффективности были занижены по сравнению с результатами прямых измерений.

Исследуемый фотокатод помещался в непроводящий, изготовленный из тефлона держатель (рис.5,а). В тот же держатель на расстоянии 1–5 мм от катода (в зависимости от эксперимента) помещался анод. По сути полученная сборка представляет собой вакуумный фотодиод. В качестве анода использовалась сетка с прозрачностью более 80%, изготовленная из вольфрамовой проволоки диаметром 35 мкм, натянутой с шагом 520 мкм на медное кольцо диаметром 50 мм. Фотография сетки приведена на рис.5,б.

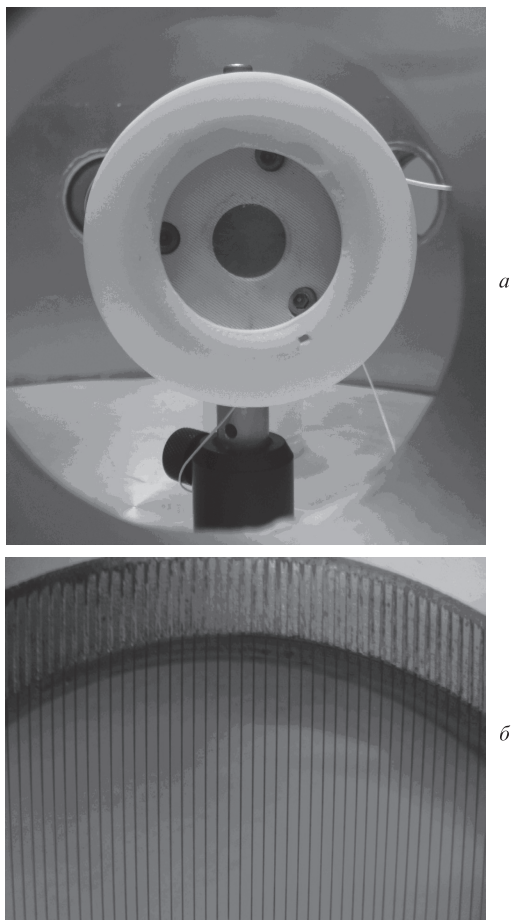


Рис.5. Внешний вид образца фотокатода с тефлоновым держателем и сеткой, помещенного в вакуумную камеру (а), и фотография сетчатого анода (б).

На анодную сетку подавалось постоянное напряжение менее 20 кВ от высоковольтного источника питания SRS PS375. Фотокатод подключался подводящим кабелем к осциллографу Tektronix TDS 2022B либо LeCroy WaveRunner 62Xi.

Облучение катода проводилось лазерными импульсами через анодную сетку при нормальном угле падения излучения на фотокатод. Таким образом, данная схема позволяла регистрировать суммарный заряд, эмиттированный с фотокатода за все время действия лазерного импульса.

Все измерения квантовой эффективности выполнялись в вакууме. Для этого конструкция, состоящая из фотокатода, анодной сетки и тефлонового держателя помещалась в вакуумную камеру с кварцевыми окнами, которая откачивалась мембранным (Adixen AMD4) и турбомолекулярным (Adixen ATH200) насосами до остаточного давления 10^{-5} Тор. Возбуждение фотоэмиссии с катода внутри вакуумной камеры осуществлялось коллимированным (либо сфокусированным линзой из CaF_2) лазерным пучком (диаметр пятна 1–3 мм), проходящим сквозь входное кварцевое окно. Интенсивность лазерного импульса на поверхности фотокатодов изменялась от 10^3 до 10^5 Вт/см².

В качестве источников, возбуждающих электронную эмиссию, использовались эксимерные AgF- и KгF-лазеры с длинами волн излучения соответственно 193 и 248 нм, длительностью импульсов 5 нс и частотой их следования 100 Гц. Полученные значения квантовой эффективности для различных материалов приведены в табл.1.

Табл.1. Результаты измерений квантовой эффективности фотокатодов из CsI и CsBr.

Материал фотокатода	Метод изготовления	λ (нм)	Y
CsI	PLD	193	1×10^{-2}
CsI	токовое испарение	193	1.5×10^{-2}
CsBr	PLD	193	3.3×10^{-3}
CsBr	PLD	248	1×10^{-4}

Для сравнения полученных результатов был изготовлен фотокатод из CsI на медной подложке традиционным методом токового испарения. Квантовая эффективность этого фотокатода близка к квантовой эффективности образцов, изготовленных PLD-методом, однако равномерность фотоэмиссионного покрытия была существенно ниже. При сканировании лазерного пятна по площади образца квантовая эффективность изменялась от 0 до 100%. Для образцов, полученных методом PLD, сканирование по площади фотокатода показало, что отклонение эффективности от максимального значения не превышает 20%. Также фоточувствительный слой, нанесенный PLD-методом, имеет высокую устойчивость к истиранию, что свидетельствует о его хорошей адгезии к подложке.

4. Заключение

Методом PLD были изготовлены фотокатоды, устойчивые к воздействию окружающей среды. Продemonстрировано, что тщательная подготовка поверхности подложки – одно из основных условий получения однородного фотоэмиссионного слоя. Оптимальный угол падения лазерного излучения составляет 45° – 90° . Для более плотных мишеней этот угол меньше.

Полученные значения квантовой эффективности оказались ниже приведенных в литературе [1]. Мы связываем это с тем, что за 10 мин нахождения на открытом воздухе галогенидное фотоэмиссионное покрытие успевае т поглотить достаточное количество паров воды, что существенно снижает эффективность. Для ее увеличения необходимо проводить дополнительный отжиг фотокатодов непосредственно в измерительной вакуумной камере. Однородность фоточувствительного слоя и адгезия значительно выше, чем для образца, полученного методом токового испарения. Квантовая эффективность при сканировании по площади фотокатода изменяется несущественно, что позволяет применять PLD-технологию для изготовления крупногабаритных УФ фотокатодов с высокой квантовой эффективностью по всей площади фотоэмиссионного слоя. Таким образом, метод импульсного

лазерного напыления весьма перспективен для создания УФ фотокатодов с высокими эксплуатационными характеристиками.

1. Бузулуцков А.Ф. *Физика элементарных частиц и атомного ядра*, **39** (3), 813 (2008).
2. Cultrera L. et al. *Phys. Rev. Spec. Top. Accel. Beams*, **12**, 043502 (2009).
3. Anderson D.F., Kwan S., Peskov V., Hoeneisen B. *Proc. Conf. on Advanced Technology and Particle Physics* (Como, Italy, 1992).
4. Maldonado J.R., Zhi Liu, Dowell D.H., Kirb R.E., Yun Sun, Pianetta P., Pease F. *Phys. Rev. Spec. Top. Accel. Beams*, **11**, 060702 (2008).
5. Charpak G., Lemenovski D., Peskov V., Scigoeki D. *Nuclear Instum. Methods Phys. Res. A*, **310**, 128 (1991).
6. Buzulutskov A., Breskin A., Chechik R. *Nuclear Instum. Methods Phys. Res. A*, **366**, 410 (1995).