

Mass spectrometry analysis of GaAs- glass bonded cathode assembly in high temperature thermal radiation degassing components

Hu Yuanyuan

Wuhan Textile University, Wuhan

Abstract: In order to solve the problem of low electron emission sensitivity of negative electron affinity GaAs photocathode, mass spectrometer was used to analyze the deflating components of GaAs glass bonded cathode assembly under high temperature thermal radiation degassing, and the atomic surface of GaAs electron emission layer was obtained. The results showed that: 150 °C was the surface venting of the component, 450 °C was the internal venting of the material, 580 °C was the obtained temperature of the clean surface, and more than 650 °C , there was As evaporation in the GaAs emission layer. This indicates that strictly controlling the surface clean temperature of emission layer is the key to ensure the sensitivity of cathode.

Key words: GaAs components; Glass bonding; Thermal radiation degassing; Mass spectrometry analysis

Received: 2019-06-06; Accepted: 2019-07-12; Published: 2019-07-18

质谱分析 GaAs- 玻璃粘接阴极组件在高温热辐射除气时的放气成份

胡媛媛

武汉纺织大学, 武汉

邮箱: yyhu0-r23@qq.com

摘 要: 为解决负电子亲合势 GaAs 光电阴极电子发射灵敏度低的问题, 运用质谱计对 GaAs- 玻璃粘接阴极组件在高温热辐射除气时的放气成份进行了分析, 获得了 GaAs 电子发射层原子级表面。结果表明: 组件 150℃为表面放气, 450℃为材料体内放气, 580℃为洁净表面获得温度, 大于 650℃时 GaAs 发射层面有 As 蒸发。这说明严格控制发射层表面洁净温度, 是保证制备高性能阴极灵敏度的关键。

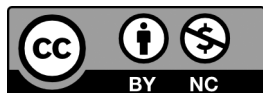
关键词: GaAs 组件; 玻璃粘接; 热辐射除气; 质谱分析

收稿日期: 2019-06-06; 录用日期: 2019-07-12; 发表日期: 2019-07-18

Copyright © 2019 by author(s) and SciScan Publishing Limited

This article is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/).

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>



引言

在砷化镓负电子亲合势 NEA 阴极研究中, 要获得阴极发射灵敏度大于 $1600 \mu\text{A}/\text{lm}$ 的首要条件必须使 GaAs 达到原子级清洁表面, 然后在超高真空 $1.5 \times 10^{-5} \text{Pa}$ 中用铯、氧交替对 GaAs 表面激活, 实现 NEA 阴极的制备。原子级洁净表面获得的方法比较多, 不同的研究对象可根据各自需要而选择其适用的方法。对于光电成像器件, 由于阴极必须是半透明的半导体, 考虑到成像质量, 在选用原子级表面获得方法时, 绝对不允许对发射层造成损伤或破坏, 否则, 易造成发射层死区和视场黑斑及亮点等各种视场缺陷而使器件报废。鉴于微光管成像器件光电阴极特殊要求, 我们选用真空高温热辐射加热方法来实现 GaAs 阴极组件的热清洗, 运用四极质谱计作为组件放气过程在线质量分析的工具, 对放气成份全过程进行质谱检测, 以使关键有害气体残气分压降到最小或消失作为判别发射层原子级洁净表面是否获得的标准。实践证明, 以质谱计分析判别残气成份的变化作为工艺质量检测过程中的控制手段, 实现在线工艺质量监测是一种可靠的有效监测手段。依靠质谱分析对制管工艺过程质量的在线监控促进了成像器件的研制。

1 实验装置与方法

对 GaAs 与玻璃粘接后制成的组件进行腐蚀、减薄、镀电极等工艺处理, 符合器件要求后通过无空气接触送入管子综合制管台阴极激活室。在真空度优于 10^{-8}Pa 时对 GaAs 组件进行除气热清洗。为了准确分清组件的放气, 我们分无组件热洗放气和有组件放气, 先分析无组件加热装置自身放气, 再分析放入 GaAs 组件后的热除气放气成份。最后进行谱图分析比较和数据处理, 得出 GaAs 组件在不同温度下的放气成份, 为阴极制备提供可靠的分析信息。依靠控制阴极组件在高温下放气成份变化, 达到获得原子级表面清洁的目的。图 1 是 GaAs 阴极热辐射除气质谱分析室。

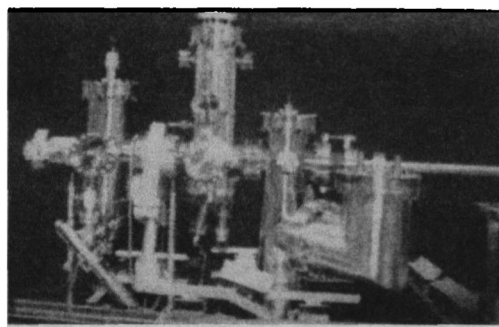


图 1 送样激活室装图

2 结果与讨论

砷化镓阴极组件热辐射除气分为：1) 清除组件表面吸附气体；2) 消除玻璃体内残气；3) 获得原子级清洁表面。由于激活系统为全无油机组，系统经烘烤后本底残气主要是 H 和 N。不同温度和不同大气压下无污染和有污染的残气谱如图 2 ~ 图 7 所示。图中放大器 10-10A 为质谱仪电流检测倍增器电流值。图 2 是 150℃ 时表面放气谱，可看到低温表面释放的残气主要是水蒸气、氮气和少量氧气，而且还有 Ar 气。这些气体是来自于组件室温吸附，它没有出现过污染气体。图 3 是 450℃ 组件放气谱，常规的 H_2^+ 、 H_2O^+ 、 N_2^+ 、 O_2^+ 气体放气量减少，但它们的放气时间较长。它归根于组件体内气体的再释放，在组件 450℃ 保温 90min 后，这些气体的分压强才开始降低，说明组件体内的气体高温释放是十分缓慢的。要彻底清除体内残气，必须连续测量体内残气释放，残气分压降到与热清洗前分压相同时，则可认为体内残气除净。图 5 是组件加热到 600℃ 时的残气谱。从图中可看出荷质比 $M/e=75$ 时峰出现，它的分压在 $1.33 \times 10^{-12}\text{Pa}$ ，它是砷的二次离子峰，说明 600℃ 时，GaAs 阴极组件有微量的砷蒸发，只要把砷分压控制在 $1.33 \times 10^{-12}\text{Pa}$ 以下，不致使 As 与 Ga 的分配比失调。我们把 GaAs 阴极最佳热清洗温度定为 580℃，就可以获得 GaAs 组件发射层原子层洁净表面。大量实验证明，依靠控制砷分压量作为热辐射清洗原子级表面获得判别标准，可以保证阴极激活灵敏度大于 $1000 \mu\text{A}/\text{cm}$ 。

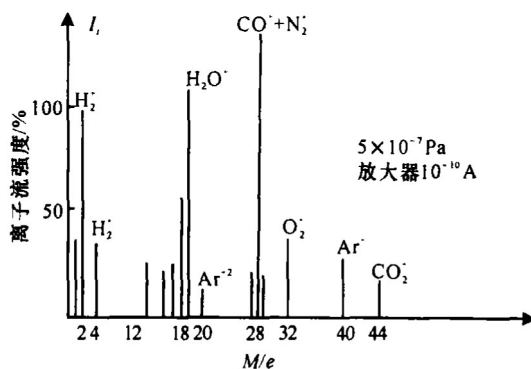


图2 150℃无污染放气谱

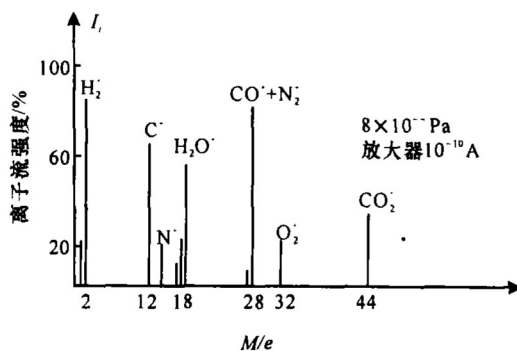


图3 450℃无污染放气谱

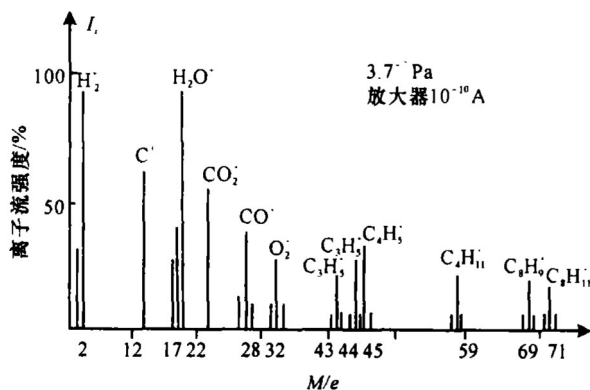


图4 250℃污染组件放气谱

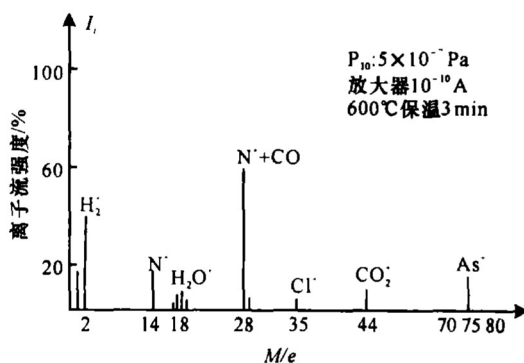


图 5 GaAs 组件无污染谱图

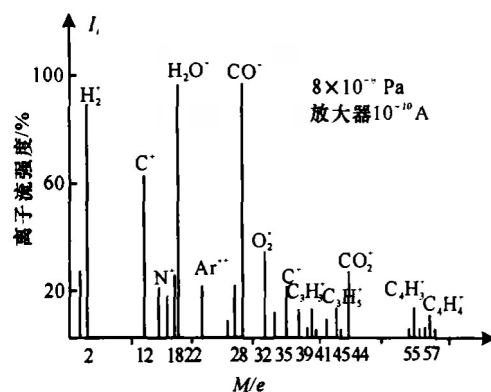


图 6 有污染组件 450℃放气谱

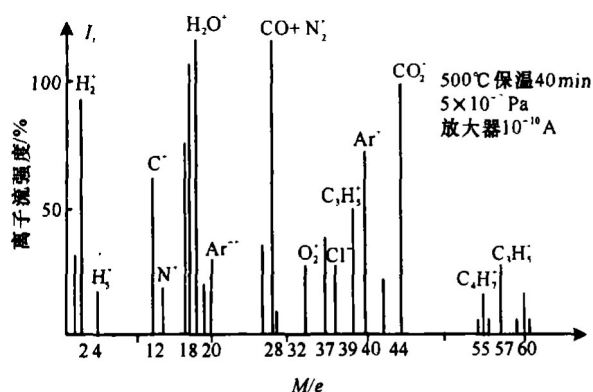


图 7 GaAs 组件有污染谱图

采用质谱计作为器件制造工艺质量在线检测，为分析工艺质量问题提供准确有力的分析信息和分析数据，从而保证器件研制工作顺利完成。

对有污染的组件,同以上无污染组件相比,其残气质谱分析谱图要复杂些。无污染组件热辐射清洗时间比较短,易去除残气,而有污染组件则必须延长热清洗时间,否则,很难获得高灵敏度阴极。图4是有污染组件 250℃表面放气谱,可看出有 CO, CO₂, C₃H₈, C, H, 质量峰,这表明组件制备过程中有污染,并且总压升高较快,放气时间长。随着温度增加,各种气体分压继续上升,当温度升到 450℃时才出现分压下降,2h 后总压才恢复到升温前的压强。而无污染组件在 40min 内就可达到升温前的压强,如图5所示。所以,对于有污染的组件,450℃烘烤下的保温时间必须延长 90min,并且,要用质谱计连续监测放气谱,以利于组件工艺质量分析。

实验发现,受污染的组件 600℃高温放气时间较长,如图所示6。而 $M/e=75$ 处的峰比无污染的要高,持续时间长。当热洗温度大于 620℃时,发现有 As 蒸发,主要表现是 $M/e=75$ 之峰随着温度升高而增高。当污染特别严重时,需采用真空化学清洗来加快组件除气。As 过量,蒸发会严重影响到阴极灵敏度的制备和器件成像质量。真空化学清洗可有效防止 GaAs 原子比的比例失配。GaAs 阴极组件是成像器件的关键部件,要实现高灵敏度制备,必须在超高真空 2×10^{-8} Pa 对阴极发射层基底进行清洁处理,以获得原子洁净表面,低于此真空度难以实现高灵敏度。高灵敏度 GaAs 阴极制备,除对真空度有要求外,组件体特性、铯和氧原材料等质量也是保证能否制备高灵敏度阴极的重要因素。应用质谱计不仅能实现对 GaAs 阴极原子级洁净表面,也可实现铯、氧原材料放气成分及其他工艺过程质量的分析。总之,通过质谱分析技术对 GaAs-玻璃粘接组件热辐射除气放气成份分析,成功实现了高灵敏度 GaAs 阴极的制备和工艺过程质量的控制,有力地推动了微光器件的研究,成功研制出了 3 代微光成像器件。

3 结论

通过对 GaAs-玻璃粘接组件阴极发射层热辐射除气放气成份的分析,获得了原子洁净表面,制备出了高灵敏度阴极。依据质谱分析结果,得出如下结论:

1) 无污染组件低温 150℃放出的气体主要有 H₂O、H₂、N₂、O₂、CO 等,它是组件表面吸附气体的再释放;450℃为体内扩散放气,放气成份主要是 H₂、

CO、CO₂。580℃是最佳热清洗温度；大于 600℃发射层表面有 As 偏析。

2) 组件有污染时，残气谱中含有 C_xH_y，化合物，各段除气时间相应延长。

3) 组件原子级清洁表面判别标准是谱峰无 C_xH_y 化合物，且真空度恢复到加温热除气前的压强。污染严重时，需采用真空化学清洗，通氧消除碳污染。

参考文献

- [1] 田民波, 刘德全. 薄膜科学与技术手册(上册) [M]. 北京: 机械工业出版社, 1991.
- [2] 徐江涛. 质谱分析与检测技术在成像器件研究中的应用 [J]. 真空科学与技术学报, 2002, 22 (增刊): 64-66.
- [3] 王乃铸. 在 P+GaAs 单晶材料上进行的 NEA 活化实验 [J]. 电子与信息学报, 1991, 13 (2): 167.
- [4] 徐江涛, 侯志鹏. 微光管制备超高真空的获得与技术改进 [J]. 应用光学, 2007, 28 (增刊): 196-198.