

范围内。对它们加热，测出加热的直流电流与规管内氢压的关系，它代表钽银管的温度与氢的渗透量之间的关系。图3画出了三个不同电阻值(表示不同长度的钽银管)的提纯器在两种不同输入氢压下的曲线。表1列出三个提纯器的电阻值及两种氢压数值。从图3和表1可看出，对同一个钽银管在输入氢压较高时，氢的渗透量较大；相同内外径的钽银管较长者，氢的渗透量较大；而更主要的是加热电流(决定了钽银管的温度)对氢的渗透量的影响。

表1 提纯器的不同电阻值和不同的输入氢气压力

提纯器编号	电阻值 (毫欧)	输入氢压(大气压)	
		曲线 1	曲线 2
No. 1	23	2	4
No. 2	25	6	7.5
No. 3	22	2.5	5

把从提纯器出来的氢束送入电离泡中，泡内预先抽至低于 10^{-3} 托的压力。当泡内的氢压达到 5×10^{-2} —0.5托范围内时，用射频电场激励它，使氢分子离解成原子，并发出绚丽的玫瑰色红光。而在未经提纯的氢气或泡内预抽的压力仍高于 10^{-3} 托，泡内杂质含量较多，用射频电场激励时就发出乳白色、粉红色等各种颜色的光。再把离解后的氢原子束经聚焦系统注入到贮存泡中，只有当电离泡发出玫瑰色红光时，氢激光器才振荡。从电离泡发出光的颜色以及氢激光器的振荡，就可说明提纯后的氢束纯度

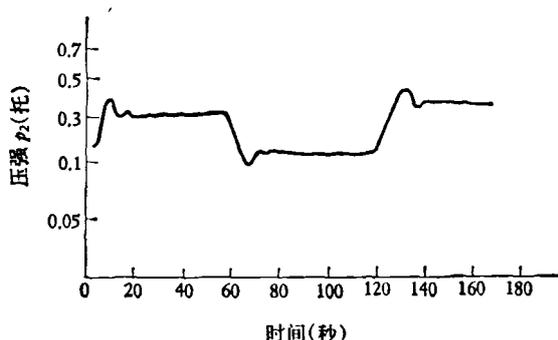


图4 改变流量到所要求的值所需的时间

在99.99%以上^[1,2]。

氢束流量达到稳定平衡时所需的时间与流量变化范围有关，变化范围大所需时间长，反之则短。在满足激光器自动调谐所需的范围内，每改变一次流量，整个系统所需时间约为30秒，如图4所示。而间热式方法长达20分。

在快速提纯器的初期设计中，李白文参与了讨论，段保权、许淑华提供了低压大电流直流稳压电流，谨此致谢。

参 考 文 献

- [1] W. B. Bridges, A. N. Chester, J. E. Etter, A. E. Popa, B. L. Walsh and H. T. M. Wang, AD/A 016284, (1975), 28.
- [2] O. M. Katz and E. A. Gulbrausen, *Rev. Sci. Inst.*, **31**(1960), 615.
- [3] K. Landecker and A. J. Gray, *Rev. Sci. Inst.*, **25**(1954), 1151.
- [4] R. W. Crompton and M. T. Elford, *J. Sci. Inst.*, **39**(1962), 480.

多晶磷化镓次级发射体——GaP:Cs

高鸿楷 陈国夫

(中国科学院西安光学精密机械研究所)

一、引 言

在无油超高真空中，用铯激活P型重掺杂

的磷化镓(GaP)晶体，形成的负电子亲和势发射体GaP:Cs是一种优良的次级电子发射体^[1,2]。它的次级电子发射系数高，而且随一次电子能量的增加而上升。当一次电子能量为600eV

时,多晶 GaP:Cs 的次级电子发射系数已达 30, 国外报道是 20—50^[1-3]. 普通合金材料的次级电子发射系数通常只有 3—6.

汽相沉积多晶 GaP 是以能冲压成任意形状的钼片为衬底的,生长成活率高,激活也不困难. 因此,它不但能满足光电器件的实用要求,而且造价便宜,具有增益高、暗电流小、电子初能量集中等优点,是制作低照度快速光电器件的极好材料. 若与光电倍增管的制作工艺适当配合,此材料可用来代替高速或超高速光电倍增管的第一倍增极或全部倍增极,从而可大大提高器件的灵敏度、响应速度和时间分辨率.

本文介绍在金属钼片上汽相沉积多晶 GaP 的制备方法、激活工艺,并对结果进行了初步讨论.

二、实验与结果

1. 汽相沉积设备

生长炉采用三组电阻丝加热的两温区管式炉. 低温炉口附近的第三组加热器用来补偿衬底区热量的过大散失和改变衬底区的温度梯度. 在反应管的一端带有一小管式炉,为镓源加热器. 反应管、衬管、舟、料瓶均为高纯石英制品. 沉积装置与通常的 III-V 族半导体材料汽相外延装置类似.

2. 原料

运载气体氢中含氧量可降到 1ppm,露点可达 -72℃. 三氯化磷 (PCl₃) 纯度为 99.999%, 镓纯度为 99.9999%, 锌纯度为 99.9999%. 镓、锌和石英制品在使用前分别经过清洁处理.

3. 衬底

选用电阻小、易加工、在生长环境中能保持化学稳定、与 GaP 的界面粘附力较强的钼片 (厚度为 0.01cm) 作衬底. 使用前经过超声清洗,混合酸溶液 (H₂SO₄:HNO₃:H₂O = 1:1:3) 腐蚀 1—2 分钟,再在钝化液中浸一下,然后用去离子水冲洗,干后装入系统.

4. 多晶生长

系统装配好后,在 PCl₃ 料瓶中加入 PCl₃,然后通氢气吹除瓶内存留的空气. 把镓和锌装入反应系统. 调节炉温,使镓区温度为生长时的镓源温度,衬底区温度在 900℃ 以上. 通氢气对镓进行氢气还原处理两小时后,用 PCl₃ 饱和和镓. 携带 PCl₃ 的氢气流量与生长时间同,使镓源表面形成完整的 GaP 外壳.

装入衬底,通氢气一小时,套上已达生长温度的炉子,7—10 分钟后进行生长. 氢气通过恒温的 PCl₃ 料瓶携带 PCl₃ 进入反应管,流量 30—60ml/min,携带杂质锌的旁路氢气 (H_{2,旁}) 同时进入反应管,对 PCl₃ 进行稀释,使 PCl₃ 浓度范围用流量比 (H_{2,旁}/H_{2,PCl₃}) 表示为 0—3.5. 生长温度: 镓源 934℃, 钼片 700—760℃, 锌源 400—440℃. 生长时间随需要的厚度而定.

在钼片温度为 740℃、流量比为 2 (总氢气流量为 90ml/min) 时,曲面钼片上多晶 GaP 的生长速度约为 13.7μm/hr. 当流量比为 1.4 (总氢气流量为 120ml/min) 时,在平面钼片上多晶 GaP 的生长速度约为 24μm/hr. 晶粒大小可从 1.5μm 到 12μm. 多晶 GaP 中掺锌浓度可达 4.4 × 10¹⁸—1 × 10¹⁹/cm³, 晶粒表面形状多呈三角形、三棱锥形和长方形.

5. 铯的激活与测量

采用可拆卸的带有电子枪的玻璃真空系统. 它主要由三部分组成: (1) 电子枪, (2) 激活室, (3) 样品支架. 整个装置如图 1 所示. 球形电容器聚焦的球形收集极电子枪,其球形收集极的内表面真空蒸镀厚约为 1μm 的铬导电膜,以保证各个方向发射的二次电子均能收集.

把清洁的多晶 GaP 样品固定在样品支架上,装入激活室,开启真空机组. 当真空度达 10⁻⁷mmHg 时开始加热激活装置,去气 24 小时,残余气体压强达 10⁻⁸—5 × 10⁻⁹mmHg. 激活前还要对各金属部件进行充分去气. 要形成负电子亲和势发射表面就必须使材料表面达到原子清洁^[6]. 清洁处理是用钨丝加热,用热电

三、讨 论

1. PCl_3 浓度的影响

当生长温度在 740°C ，生长区温度梯度为 $10^\circ\text{C}/\text{cm}$ 时，若 PCl_3 浓度用流量比 $\text{H}_2/\text{H}_2\text{PCl}_3$ 表示，则 $\text{H}_2/\text{H}_2\text{PCl}_3 > 3.5$ 时不能生长，流量比从 $3.5 \rightarrow 0$ 变化时，多晶 GaP 生长速度随流量比的减小而增大。

在生长开始阶段，采用大的 PCl_3 浓度（流量比为 1.6），几分钟后再将 PCl_3 浓度减小（流量比为 5），同样能得到良好的生长层。这说明多晶生长一开始要求 PCl_3 的浓度较大才能在铝片上迅速成核。以后，虽然降低了 PCl_3 浓度，但由于已有了结晶中心，仍可以在晶核上继续生长。若在生长的开始阶段 PCl_3 浓度达不到要求值，就不能在铝片上成核，所以也就不能生长。

实验表明，晶粒大小与 PCl_3 浓度关系不大。

2. 生长温度的影响

在本实验条件下，控制 PCl_3 温度为定值，并使 H_2PCl_3 流量为 $30\text{ml}/\text{min}$ 和旁路氢气 H_2 流量为 $60\text{ml}/\text{min}$ 保持不变。改变生长温度，得到不同温度下生长的多晶膜。其晶粒尺寸不同，晶粒尺寸随生长温度的升高而显著增大，生长速度也随温度的升高而加快。但温度超过 750°C 时，生长速度就开始变慢。

3. 衬底温度梯度的影响

平均晶粒尺寸随温度梯度增大而减小，这和晶粒尺寸随生长温度的降低而减小相一致。由于晶粒尺寸随温度的变化而显著变化，所以在较大的温度梯度下，生长层的高温端和低温端晶粒尺寸相差较大。当温度梯度控制在 $3^\circ\text{C}/\text{cm}$ 时，多晶 GaP 生长层的厚度和晶粒尺寸都比较均匀。这说明要得到均匀的优良的多晶膜，最好在小的温度梯度下生长。（下转第 501 页）

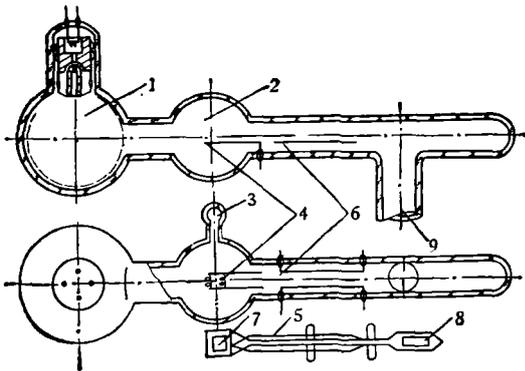


图 1 激活与测量装置图

1. 电子枪；2. 激活室；3. 铯源；4. 加热钼丝；5. 热电偶；6. 转移轨道；7. 样品支片；8. 软铁块；9. 抽气口

偶测温来进行的。清洁温度应接近 GaP 晶体的蒸发温度，并保温几分钟。随后把适量的铯原子引到清洁的 GaP 表面。当形成最佳的负电子亲和势发射体时停止引进铯，激活完毕。这时可将样品转移到电子枪内进行二次发射特性的测量。次级发射特性如图 2 所示。

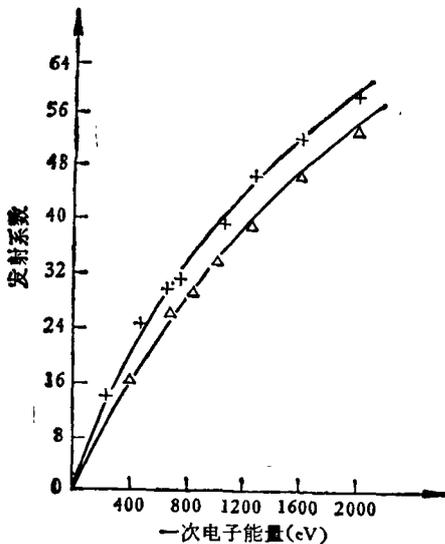


图 2 次级发射特性

用铯激活后，次级电子发射系数随一次电子能量的增大而增加：当一次电子能量为 600eV 时，次级电子发射系数达 30；一次电子能量为 1500eV 时达 50。