

05;07;10

Импульсная катодолюминесценция алмаза, кальцита, сподумена и флюорита под воздействием электронного пучка субнаносекундной длительности

© *Е.Х. Бакшт, А.Г. Бураченко, В.Ф. Тарасенко*

Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск
E-mail: VFT@loi.hcei.tsc.ru

Поступило в Редакцию 12 мая 2010 г.

Проведены исследования амплитудно-временных характеристик импульсной катодолюминесценции (ИКЛ) алмаза (искусственного и природного), кальцита, сподумена и флюорита при временном разрешении ~ 0.3 ns. Для возбуждения использовался пучок электронов с длительностью импульса на полувывоте 0.1, 0.25 и 0.65 ns. Получены спектры ИКЛ при длительности импульса на полувывоте 0.1 и 0.25 ns и плотности тока пучка ~ 90 A/cm².

Люминесценция кристаллов под воздействием ионизирующего излучения является одним из важных элементов спектрального анализа твердых тел и позволяет определить внутреннюю структуру образца (химический состав, наличие дефектов, примесей, внутренних напряжений и т.д.) [1]. Применение компактных ускорителей с вакуумными диодами позволило существенно увеличить пиковую интенсивность люминесценции и в воздухе провести исследования характеристик ИКЛ различных минералов при возбуждении пучками электронов наносекундной длительности [2]. В работах [3,4] было показано, что для возбуждения импульсной катодолюминесценции можно использовать сверхкороткие лавинные электронные пучки (СЛЭП), генерируемые в газовых диодах, заполненных воздухом атмосферного давления [5,6]. С помощью стандартного малогабаритного спектрометра EPP-2000C (Stellar-Net Inc.) были получены спектры излучения синтетического рубина [3], природного сподумена [3,4] и природного алмаза [4]. Для записи одного спектра излучения было достаточно ~ 100 импульсов. Длительность импульса СЛЭП, генерируемого в воздухе атмосферного давления, составляла ~ 0.1 ns на полувывоте, а

амплитуда пучка в оптимальных условиях за анодом из тонкой фольги достигала десятков ампер (более 10^{10} электронов) [5,6]. Ускорители электронов с газовыми диодами, заполненными воздухом атмосферного давления, существенно проще, чем ускорители, в которых используются вакуумные диоды. Однако амплитуды и плотности тока пучка, получаемые при использовании газовых диодов, обычно существенно меньше, чем при использовании вакуумных диодов, особенно в неоптимальных условиях. Например, в [7,8] при возбуждении пучком убегающих электронов, генерируемых в воздухе атмосферного давления, за фольгой было получено менее 10^9 электронов. Поэтому для того чтобы зарегистрировать форму импульса ИКЛ, пришлось использовать фотоэлектронный умножитель [7]. Это ограничило временное разрешение системы регистрации до ~ 3 ns. Соответственно при исследовании временного поведения ИКЛ в кальците, флюорите, алмазе, кимберлите и шеелите фронт импульса люминесценции был определен с разрешением во времени не лучше 3 ns. И как показали результаты настоящей работы, форма импульсов ИКЛ была зарегистрирована с большой погрешностью, особенно в кальците и алмазе.

Цель данной работы — получить данные о ИКЛ в искусственном и природном алмазе, кальците, сподумене и флюорите при высоком временном разрешении системы регистрации. Исследования ИКЛ с временным разрешением ~ 0.3 ns ранее не проводились. Вторая цель данной работы — получить спектры люминесценции вышеперечисленных кристаллов при больших плотностях тока пучка (~ 100 А/см²) и субнаносекундной длительности импульса тока пучка.

Для измерений фронта импульса ИКЛ необходимы скоростные фотоприемники с высокой чувствительностью в видимой и УФ области спектра. Однако фотоприемники с временным разрешением ~ 100 ps имеют малую чувствительность. Второй вариант — возбуждать кристаллы импульсами тока пучка с большой плотностью. В этом случае можно применять стандартные фотодиоды с высоким временным разрешением.

В данной работе были использованы новые возможности по генерации пучков электронов с большой амплитудой и плотностью тока пучка в универсальном газовом диоде, подключенном к генератору СЛЭП-150 [9–11]. При атмосферном давлении воздуха за счет оптимизации конструкции катода и короткого фронта импульса напряжения от генератора (~ 0.25 ns) амплитуда тока СЛЭП за А1

фольгой толщиной $10\ \mu\text{m}$ была увеличена до $80\ \text{A}$ ($5 \cdot 10^{10}$ электронов со всей площади фольги [10]). Однако плотность тока СЛЭП в этих условиях была сравнительно малой. При длительности импульса тока пучка на полувысоте $\sim 100\ \text{ps}$ в центре фольги средняя плотность тока с коллектора, который имел диаметр приемной части $20\ \text{mm}$, не превышала $5\ \text{A}/\text{cm}^2$, а с поверхности приемной части коллектора диаметром $3\ \text{mm}$ не превышала $7\ \text{A}/\text{cm}^2$. Этой плотности тока СЛЭП было достаточно только для регистрации спектров ИКЛ спектрографом (EPP-2000C за ~ 100 импульсов) и амплитудно-временных характеристик ИКЛ при использовании фотоэлектронного умножителя.

Значительное увеличение плотности тока пучка на выходе из фольгового анода было получено при уменьшении в газовом диоде давления азота, водорода и гелия до $10\text{--}60\ \text{Torr}$ [11]. При этих давлениях плотность тока пучка увеличивалась более чем на порядок, и за AlMg фольгой толщиной $40\ \mu\text{m}$ достигала $\sim 100\ \text{A}/\text{cm}^2$. Кроме того, за счет изменения давления газа в диоде можно было регулировать длительность импульса тока пучка. В данных экспериментах использовались длительности импульсов 0.1 и $0.25\ \text{ns}$ на полувысоте, режимы 1 и 2 соответственно. Давления гелия в газовом диоде при этом составляли 60 и $30\ \text{Torr}$ соответственно. Также применялся импульс тока пучка специальной формы, состоящий из двух частей, который был получен при давлении гелия в газовом диоде около $1\ \text{Torr}$. Первый пик импульса имел длительность на полувысоте $0.65\ \text{ns}$, а второй генерировался через $3\ \text{ns}$ после начала первого (режим 3). Это позволяло регистрировать фронт повторного увеличения интенсивности люминесценции. Энергии электронов пучка лежали в сравнительно широком диапазоне (десятки—сотни keV [5,6]).

Исследуемые кристаллы устанавливались на расстоянии $\sim 5\ \text{mm}$ от поверхности фольги и закреплялись на торце кварцевого световода № 1 с приемной площадкой $3 \times 3\ \text{mm}$. Кристаллы были изготовлены в виде пластинок толщиной $0.2\text{--}0.5\ \text{mm}$. Осциллограф DPO70604 ($6\ \text{GHz}$, $25\ \text{GS} \times \text{s}^{-1}$) и фотоприемник PD025 с катодом LNS20 компании Photek располагались в пультной. Чувствительность фотоприемника в области $350\text{--}850\ \text{nm}$ составляла $\sim 40\ \text{mA}/\text{W}$. Оптический сигнал на окно фотоприемника подавался по световоду № 1, который был прозрачен в области длин волн $400\text{--}850\ \text{nm}$ (рис. 1, кривая 1). Время нарастания переходной характеристики для фотоприемника составляло $\sim 90\ \text{ps}$,

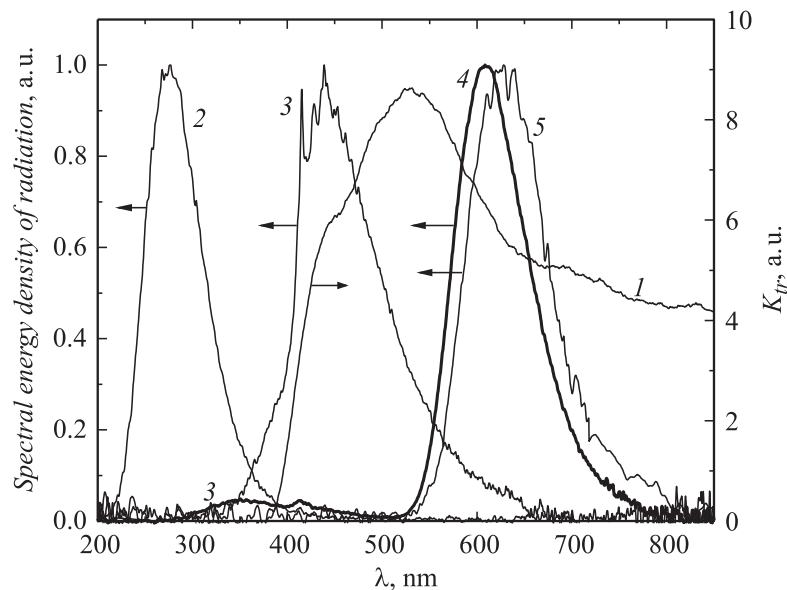


Рис. 1. Пропускание излучения световодом № 1 (1) и спектры импульсной катодолюминесценции флюорита (2), природного алмаза (3), природного сподумена (4) и кальцита (5). Возбуждение в режиме 2.

а для системы регистрации ИКЛ вместе со светодиодом это время составляло не более 300 ps. Форма тока пучка электронов измерялась с временным разрешением ~ 100 ps [5,6,9–11].

Перед регистрацией временного поведения ИКЛ были определены интегральные спектры люминесценции различных кристаллов. Полученные спектры при плотности тока пучка ~ 100 A/cm² и длительностью импульса на полувысоте 0.25 ns приведены на рис. 1. Измерения проводились спектрографом EPP-2000C (Stellar-Net Inc.). Свечение ИКЛ по световоду № 2 диаметром 0.6 mm подавалось на связанный с компьютером спектрограф, который со световодом № 2 позволяет регистрировать спектры излучения в диапазоне от 200 до 850 nm. Спектральное разрешение составляло 1.5 nm. Спектр ИКЛ записывался после накопления нескольких импульсов. Из полученного спектра вычиталась фоновая составляющая и производился учет спектральной чув-

ствительности спектрографа и пропускания световода № 2. Благодаря увеличению плотности тока пучка число импульсов для одного спектра ИКЛ существенно уменьшилось по сравнению с [3,4]. Так, для сподумена, природного алмаза и флюорита было достаточно небольшого числа импульсов (6, 10 и 1 импульс соответственно). Спектры излучения для флюорита 2, природного алмаза 3, сподумена 4 и кальцита 5 приведены на рис. 1. Наибольшая интенсивность ИКЛ была зарегистрирована в природном алмазе, сподуме и флюорите. ИКЛ в искусственном алмазе имела интенсивность, меньшую, чем в природном, но полоса ИКЛ была более широкой (от 215 до 670 nm). Увеличение плотности тока СЛЭП позволило зарегистрировать полосу рекомбинационной люминесценции сподумена в области 300–450 nm (рис. 1, кривая 4), которая имеет малую интенсивность и в интегральных спектрах ИКЛ не регистрируется [2]. Данная полоса не проявилась в спектрах ИКЛ при меньших плотностях тока СЛЭП [3,4]. Отметим, что наибольшую интенсивность ИКЛ в УФ-области спектра из исследованных кристаллов имел флюорит (рис. 1, кривая 2).

Результаты по временному поведению ИКЛ представлены на рис. 2 и 3. Так как световод № 1 имел большое поглощение в области длин волн короче 400 nm, а световод № 2 был малого диаметра, то временное поведение ИКЛ во флюорите зарегистрировать не удалось. На рис. 2 приведены импульсы люминесценции в природном алмазе (осциллограммы 1, 2 и 3) и сподуме (осциллограммы 4 и 5), полученные при различных длительностях тока пучка. Интенсивность излучения на рис. 2 и 3 возрастала при увеличении энергии пучка электронов как за счет увеличения его амплитуды, так и длительности. Осциллограммы 1 и 2 на рис. 2 получены при примерно одинаковой плотности тока СЛЭП ($\sim 100 \text{ A/cm}^2$), но разных длительностях импульса соответственно 0.1 и 0.25 ns. На осциллограммах 3 и 5 видно повторное увеличение интенсивности ИКЛ за счет второго пика тока пучка. Осциллограмма тока пучка специальной формы приведена на рис. 3 (кривая 5). Улучшение временного разрешения оптического сигнала при ИКЛ позволило в данной работе установить, что фронт импульса люминесценции природного алмаза, искусственного алмаза, сподумена и кальцита составляет соответственно ~ 1 , ~ 0.5 , ~ 0.4 и ~ 0.3 ns при минимальной длительности тока пучка (~ 0.1 ns). Наименьшая длительность спада импульса наблюдалась в кальците и искусственном алмазе (рис. 3). Фронт импульса люминесценции

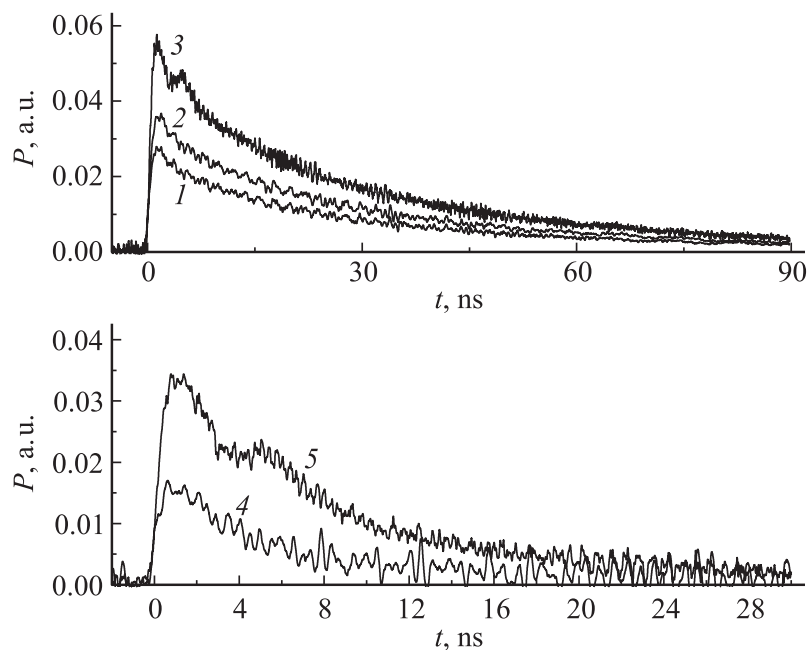


Рис. 2. Осциллограммы излучения при импульсной катодолюминесценции природного алмаза (1–3) и природного сподумена (4, 5). Возбуждение в режиме 1 (осциллограмма 1), в режиме 2 (осциллограммы 2 и 4) и в режиме 3 (осциллограммы 3 и 5).

для всех исследованных кристаллов короче, чем спад. Спад интенсивности ИКЛ в природном алмазе и сподумене близок к экспоненциальному (рис. 2). Длительность ИКЛ во всех кристаллах, в том числе в кальците, при длительностях тока пучка 0.1 и 0.25 ns существенно превышает длительность СЛЭП. Длительность фронта импульса ИКЛ в природном алмазе слабо изменялась при изменении длительности тока пучка и составила ~ 1 ns. Наименьшая длительность фронта люминесценции была зарегистрирована в кальците и составила ~ 0.3 ns. Отметим, что по этой длительности была проведена оценка времени нарастания переходной характеристики системы регистрации.

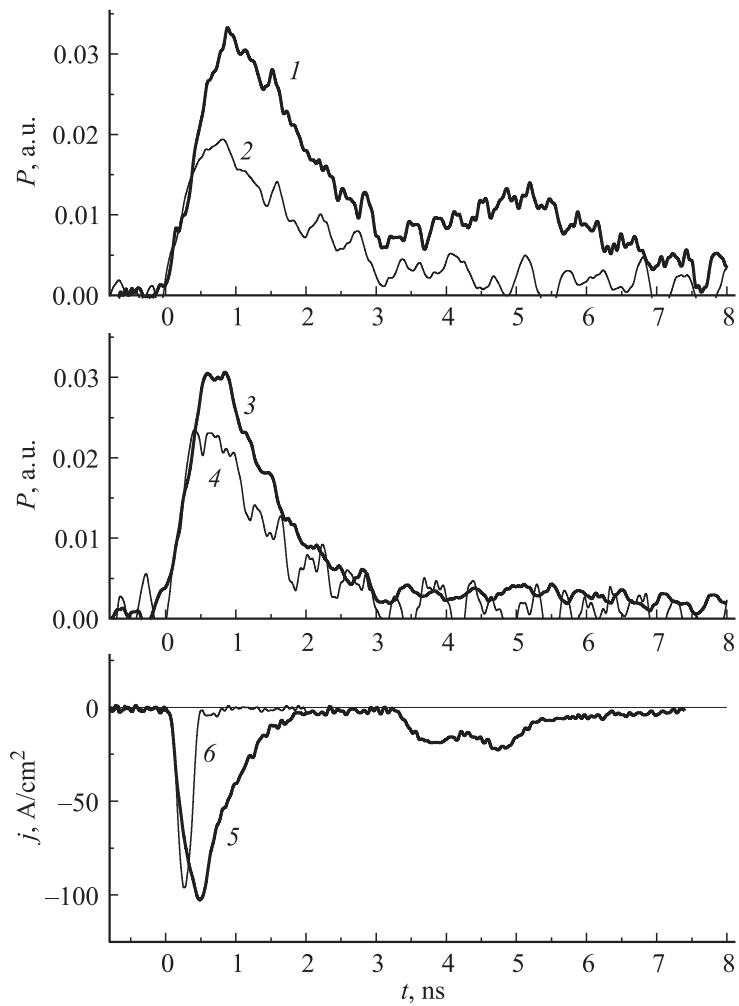


Рис. 3. Осциллограммы излучения при импульсной катодолуминесценции искусственного алмаза (1, 2) и кальцита (3, 4), а также тока пучка в режиме 3 (5) и в режиме 2 (6). Возбуждение в режиме 2 (осциллограммы 2 и 4) и в режиме 3 (осциллограммы 1 и 3). Амплитуда тока пучка в режиме 3 увеличена в 3 раза.

Таким образом, в данной работе продемонстрированы новые возможности по использованию уникальных свойств (субнаносекундной длительности и высокой плотности тока) пучков электронов, генерируемых в газовых диодах для изучения свойств ИКЛ. Измерены фронт и спад импульса люминесценции в алмазе (искусственном и природном), кальците и сподумене при временном разрешении ~ 0.3 ns. Показано, что фронт импульса люминесценции всех кристаллов при возбуждении импульсами тока пучка с длительностью 0.1 и 0.25 ns короче его спада. Получены импульсы ИКЛ при возбуждении двумя импульсами тока пучка, следующими с интервалом 3 ns. Проведенные исследования показывают перспективность применения газовых диодов для исследования ИКЛ в различных диэлектриках и полупроводниках. Кроме того, ускорители, генерирующие СЛЭП в воздухе атмосферного давления, могут найти применение для спектрального люминесцентного экспресс-анализа как природных, так и синтетических минералов.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 09-08-00030-а и ФЦП „Научные и научно-педагогические кадры инновационной России“, ГК № 02.740.11.0562.

Список литературы

- [1] Марфунин А.С. Спектроскопия, люминесценция и радиационные центры в минералах. М.: Недра, 1975. 328 с.
- [2] Соломонов В.И., Михайлов С.Г. Импульсная катодолюминесценция и ее применение для анализа конденсированных веществ. Екатеринбург: Изд-во УрО РАН, 2003. 182 с.
- [3] Липатов Е.И., Тарасенко В.Ф., Орловский В.М., Алексеев С.Б., Рыбка Д.В. // Письма в ЖТФ. 2005. Т. 31. В. 6. С. 29–33.
- [4] Липатов Е.И., Тарасенко В.Ф., Орловский В.М., Алексеев С.Б. // Квантовая электроника. 2005. Т. 35. № 8. С. 745–748.
- [5] Тарасенко В.Ф., Рыбка Д.В., Бакиит Е.Х., Костыря И.Д., Ломаев М.И. // ПТЭ. 2008. № 2. С. 62–68.
- [6] Tarasenko V.F., Baksh E.K., Burachenko A.G., Kostyrya I.D., Lomaev M.I., Rybka D.V. // Plasma Devices and Operation. 2008. V. 16. N 4. P. 267–298.
- [7] Babich L.P., Becker K.H., Loiko T.V. // IEEE Transaction Plasma Science. 2009. V. 37. N 11. P. 2261–2264.

- [8] *Бабич Л.П., Лойко Т.В.* // Физика плазмы. 2010. Т. 36. В. 3. С. 287–294.
- [9] *Tarasenko V.F., Baksh E.Kh, Burachenko A.G., Kostyrya I.D., Lomaev M.I., Rybka D.V.* // IEEE Transaction Plasma Science. 2009. V. 37. N 11. P. 832–838.
- [10] *Костыря И.Д., Бакшт Е.Х., Тарасенко В.Ф.* // ПТЭ. 2010. № 4. С. 84–87.
- [11] *Тарасенко В.Ф., Бакшт Е.Х., Бураченко А.Г., Ломаев М.И., Сорокин Д.А., Шутько Ю.В.* // Письма в ЖТФ. 2010. Т. 36. В. 4. С. 60–67.