

Член-корреспондент АН СССР Е. М. САВИЦКИЙ, Ю. Г. АБАШЕВ,
Г. С. БУРХАНОВ, Н. Н. РАСКАТОВ, П. В. ЧЕРНЫШЕВ

ПРИМЕНЕНИЕ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ВОЛЬФРАМА В ДЕТЕКТОРАХ АТОМНЫХ ПУЧКОВ

Монокристаллы тугоплавких металлов начинают находить применение не только в конструкциях новой техники, но и в экспериментальной технике научных исследований (¹, ²). Примером может быть использование монокристалла вольфрама в качестве чувствительного элемента термометра сопротивления для точного измерения высоких температур (погрешность измерения 0,55%) (³).

В лаборатории нейтронной физики Объединенного института ядерных исследований был разработан метод изучения слабого взаимодействия между нейтронами и электронами путем наблюдения дифракции нейтронов на монокристалле ¹⁸⁶W (⁴). Применение монокристалла вместо порошка позволило наблюдать более слабый (в несколько сотен раз) эффект.

В настоящей работе рассматривается возможность применения монокристалла вольфрама в качестве ионного эмиттера при детектировании атомных (молекулярных) пучков в квантовых мерах частоты (⁵). Детекторы молекулярных пучков, основанные на явлении поверхностной ионизации, нашли наибольшее применение благодаря высокой чувствительности к сечению частиц пучка и малой чувствительности к флуктуациям давления остаточных газов в приборе. Однако применение в качестве ионных эмиттеров поликристаллических тугоплавких металлов технической чистоты является причиной значительного фонового флуктуирующего тока, вызванного эмиссией ионов щелочных металлов (калия, натрия), содержащихся в материале эмиттера. Эмиссия носит импульсный характер, при этом быстрое изменение температуры вызывает резкое возрастание интенсивности всплесков тока.

Импульсная фоновая эмиссия сильно уменьшает отношение сигнал/шум атомно-лучевых трубок (АЛТ) и ограничивает тем самым повышение точности и стабильности квантовых мер частоты (³). В этой связи была исследована фоновая эмиссия высокочистых монокристаллов вольфрама в сравнении с поликристаллическим вольфрамом. В качестве образцов использовалась фольга размером 0,03×0,5×12 мм². Поверхность монокристаллической фольги соответствовала кристаллографической плоскости (110). Фоновая эмиссия наблюдалась в режиме регистрации интегрального ионного тока с использованием вторично-электронного умножителя и регистрацией характера эмиссии самоиоизирующим прибором. Остаточное давление в приборе не превышало 1·10⁻⁷ мм рт. ст. Измерения проводились в диапазоне температур 1100—2200° К.

Как показал масс-спектрометрический анализ, эмиссия всех исследованных образцов состоит в основном из ионов K⁺ и Na⁺. Температурная зависимость величины ионных токов K⁺ и Na⁺ представлена на рис. 1. Эмиссия поликристаллических образцов была нестабильна во всем исследованном диапазоне температур. Наиболее интенсивные и частые всплески (в десятки раз больше постоянного уровня эмиссии) наблюдались в температурном интервале 1100—1500° К. Выше 1700° наблюдался сильный рост ионного тока, не сопровождавшийся, однако, увеличением частоты и интенсивности всплесков.

В противоположность поликристаллическим образцам эмиссия монокристаллов вольфрама была стабильна во всем интервале температур, ионный ток монотонно увеличивался с ростом температуры. Уровень эмиссии монокристаллов был ниже, чем у поликристаллов. Не обнаружено появления всплесков ионного тока при быстром изменении температуры ленты и ухудшении вакуума на порядок.

Интересно отметить, что фоновая эмиссия прокатанного монокристалла была также стабильна и подобна по своему характеру эмиссии лент с монокристаллической структурой. Однако рекристаллизационный отжиг де-

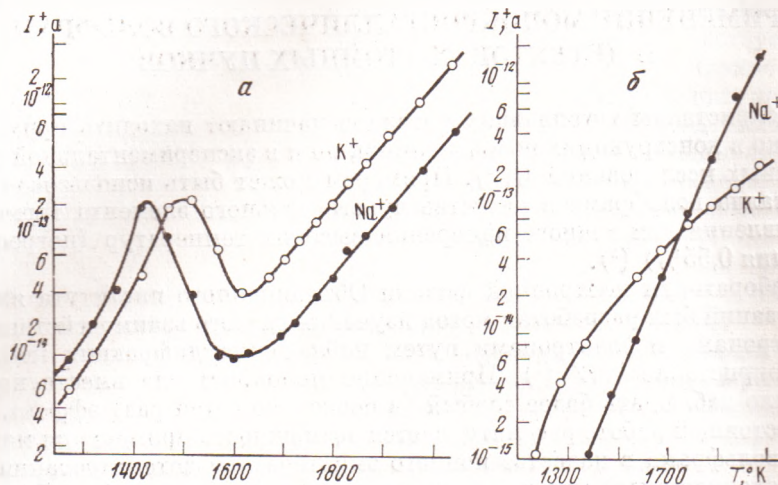


Рис. 1. Зависимость величины ионных токов K^+ и Na^+ от температуры эмиттеров для поликристаллических (а) образцов и для образцов монокристаллического вольфрама (б)

формированного монокристалла вольфрама вновь привел к появлению ионных всплесков, частота и интенсивность которых возрастали с понижением температуры до $1100^\circ K$.

Анализ результатов исследования показывает, что причиной стабильной эмиссии монокристаллического вольфрама является его более высокая по сравнению с поликристаллами чистота по примесям, отсутствие большеугловых границ зерен и равномерное распределение примесей щелочных металлов.

Наличие больших всплесков тока при низких температурах эмиссии поликристаллического вольфрама связано, по-видимому, с окислением вольфрама и испарением его окислов, вследствие чего открываются расположенные в толще металла «карманы» с большой концентрацией примесей ($6-8$). Такие «карманы», вероятнее всего, располагаются на границах зерен. С ростом температуры скорость окисления падает, что вызывает уменьшение частоты и интенсивности ионных всплесков. Резкое возрастание общего уровня эмиссии при температурах выше $1700^\circ K$ обусловлено прежде всего увеличением скорости граничной диффузии.

Появление всплесков тока в эмиссии отожженного прокатанного монокристалла вызвано рекристаллизацией, образованием грубых границ зерен и резким увеличением концентрации примесей на этих границах. Атомы щелочных металлов группируются в сгустки и при испарении дают интенсивные всплески ионного тока.

Отжиг ориентированного монокристалла не нарушает существенно его структуры, а следовательно, и характера ионной эмиссии.

Для более сильного подавления фонового тока необходимо использовать монокристаллы металлов, работа выхода которых меньше потенциалов ионизации калия и натрия.

Исследование ионной эмиссии монокристаллов может оказаться полезным при изучении физико-химических процессов на поверхности металлов.

В результате проведенного исследования показано, что основной причиной всплесков ионного тока в фоновой эмиссии вольфрама являются границы зерен. Фоновая эмиссия монокристаллов вольфрама стабильна во всем исследованном интервале температур, а уровень ее ниже, чем у поликристаллов. Характер фоновой эмиссии монокристаллов вольфрама не изменяется после их длительного отжига. Монокристаллические ленты вольфрама используются в настоящее время для детектирования атомного пучка цезия в атомно-лучевой мере частоты. Результаты исследований и опыт применения монокристаллов вольфрама показали, что шум детектора, обусловленный фоновой эмиссией, значительно ниже дробового шума атомного пучка. Применение монокристаллических детекторов позволяет избавиться от всплесков фонового тока, обычно в десятки раз превосходящих шум пучка, повысить тем самым реальное отношение сигнал/шум атомно-лучевых трубок и в конечном итоге точность и стабильность эталона времени и частоты.

Таким образом, монокристаллы вольфрама можно эффективно использовать в качестве эмиттеров в детекторах атомных пучков, в ионных источниках масс-спектрометров, а также во всех случаях, где всплески ионного тока примесей вызывают нежелательные эффекты.

Институт металлургии им. А. А. Байкова
Академии наук СССР
Москва

Поступило
13 V 1974

Всесоюзный научно-исследовательский институт
физико-технических и радиотехнических измерений

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ *Е. М. Савицкий*, Вестн. АН СССР, № 7, 47 (1970). ² *Е. М. Савицкий, Г. С. Бурханов*, Монокристаллы тугоплавких и редких металлов и сплавов, «Наука», 1972.
³ *Е. М. Савицкий, В. И. Лах и др.*, Электронная техника, Материалы, № 14, 12 (1971). ⁴ *В. В. Григорьянц, М. Е. Жабогинский, В. Ф. Золин*, Квантовые стандарты частоты, «Наука», 1968. ⁵ *E. Baudin*, These Doct., Paris, 1967. ⁶ *H. F. Winters, D. R. Denison et al.*, J. Appl. Phys., v. 34, 1810 (1963). ⁷ *W. R. Reuth, D. Lichtman*, Surface Sci., v. 12, 96 (1968). ⁸ *M. Riedel, O. Kaposi, R. Karacsonyi*, Ann. Univ. Sci. Budapest de Rolando Eötvös. Sect. Chim., v. 12, 179 (1971).