

11;12

## ВЛИЯНИЕ КРЕМНИЯ НА ТЕРМОПОЛЕВЫЕ ФОРМОИЗМЕНЕНИЯ РЕНИЯ

© О.Л.Голубев, Е.Л.Конторович, В.Н.Шредник

В присутствии достаточно сильных электрических полей  $F$ , компенсирующих влияние сил поверхностного натяжения, т. е. при

$$F^2/8\pi = \gamma K, \quad (1)$$

где  $\gamma$  — коэффициент поверхностного натяжения, а  $K$  — кривизна, поверхность проводника становится устойчивой к изменению формы при нагреве [1].

При

$$F > (8\pi\gamma K)^{1/2} \quad (2)$$

пондеромоторное растягивающее давление превышает сжимающее давление сил поверхностного натяжения. В этом случае при температурах  $T$ , обеспечивающих миграционные потоки на поверхности твердого тела, начинаются явления кристаллического роста в поле, сопровождающиеся изменениями формы. Первоначально скругленный кристалл ограняется (перестройка в поле), затем на гранях вырастают крупные наросты и на вершинах и ребрах обеих ограненных форм появляются мелкие наросты — микровыступы [2]. Особенности этих термополевых изменений во всей их сложности подробно обсуждены в ряде обзорных статей [2-4]. В работах последних лет [5-7] было показано, что некоторые адсорбаты (Si, Be), присутствующие на поверхности тугоплавких металлов (W, Ir) в количестве от одного до нескольких моноатомных слоев, заметным образом влияют на характер термополевых изменений. В одних случаях микровыступы вырастают в тех кристаллографических участках, где они никогда не наблюдались на чистой подложке: Si-W, Be-W [5,6]. В других (Si-Ir [7]) такой рост микровыступов дополняется существенным повышением  $T$  и  $F$ , отвечающих появлению обычных формообразований. Во всех перечисленных случаях эти характерные особенности формоизменений объяснялись реконструкцией поверхности (способствующей зарождению новых слоев при кристаллическом росте), а также химическим взаимодействием (особенно в случае Si-Ir), причем на оба эти процесса оказывало сильное влияние электрическое поле.

В настоящей работе еще одна адсорбционная система, родственная упомянутым, а именно кремний на рении, исследуется с целью поиска и изучения отмеченных нетривиальных эффектов. В работе использована методика полевой электронной микроскопии. В отпаянных стеклянных колбах-проекторах с давлением остаточных газов на уровне  $10^{-10}$  Тор помещались острия из рения с радиусом закругления 0.5–1 мкм. В некоторых из этих приборов были предусмотрены источники напыления кремния в виде прогреваемых током стерженьков. При нагревании рений образует с кремнием ряд силицидов. Кремний растворяется в объеме рения начиная с  $T$  750–850 К и удалить полностью его затем испарением достаточно трудно [8]. Поэтому контрольные опыты с чистым рением проводились в приборах, где источников кремния не было вообще. Хотя термополевые формоизменения рения в первом приближении изучены [9], было необходимо получение новых данных, особенно количественных. Напряженность электрического поля  $F$  вычислялась через измеряемое напряжение  $U$  после определения полевого множителя  $\alpha = F/U$  (из наклона вольт-амперных характеристик Фаулера-Нордгейма  $\lg I/U^2 = f(1/U)$  [10]). При этом предполагалось, что работа выхода  $\varphi$  рения равна 4.8 эВ [11]. Направление поля соответствовало ускорению электронов (“–” на острие) в случае наблюдения эмиссионных изображений и токовых измерений и торможению электронов (“+” на острие) в случае выращивания всех термополевых форм. Температура острия определялась с помощью оптического пирометра Pigo.

В координатах  $(T, F)$ , где  $F$  — поле обработки — начальное поле, устанавливаемое для исходной сглаженной формы отжига (см., например, для рения рис. 1, а),  $T$  — температура прогрева в поле  $F$ , определялись пороговые состояния, т.е. наименьшие  $T$  и  $F$ , необходимые для достижения характерных стадий формоизменения:

1) перестройка в поле, т.е. превращение скругленного кристалла в ограненный наиболее плотноупакованными гранями (рис. 1, б);

2) появление микровыступов на перестроенных формах (микровыступы-пирамиды размером до 200–300 Å у основания и до одного или нескольких атомов на вершине, высота микровыступов такова, что они возвышаются над вершинами многогранных углов, на которых растут) (рис. 1, в);

3) появление микровыступов на макроростах, т.е. наростах, растущих на развитых гранях и соизмеримых с ними — обычно не менее 1000–3000 Å в диаметре (рис. 1, г); рост макроростов может быть выявлен, например, по-

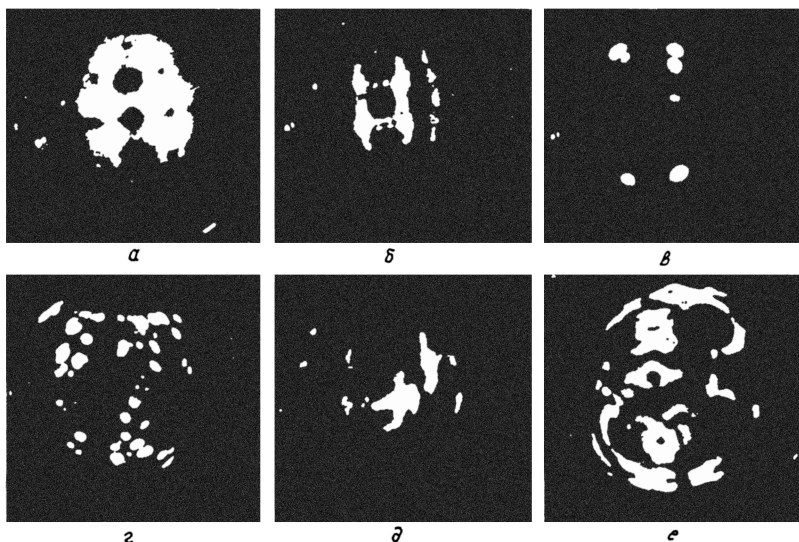


Рис. 1. Полевые электронные изображения кристаллов — острый рения (*a-d*) и рения, покрытого перед термополевой обработкой двумя монокристаллическими слоями кремния. *a* — исходная сглаженная форма отжига (в центре грань  $\{1010\}$ ); *b* — ограненная перестроенная в поле форма; *c* — микровыступы на перестроенной форме; *г* — микровыступы на макронаростах; *д* — макронаросты, выявленные после сглаживания микровыступов; *e* — макронаросты после сглаживания микровыступов (в центре нарост на грани  $\{1120\}$ ).

сле осторожного термического сглаживания микровыступов (рис. 1, *д*).

Эти три стадии требуют от первой к третьей последовательно больших  $T$  и  $F$ . Время термополевой обработки составляло одну минуту. Пороговые кривые в координатах ( $T$ ,  $F$ ) для отмеченных формоизменений получены для безусловно чистого рения, а также для рения, на который в начале опыта, на стадии исходной сглаженной формы, наносился кремний в количестве одного-двух монокристаллических слоев (рис. 2). Кроме того, контрольные измерения пороговых ( $T$ ,  $F$ ) были проведены также для рения, не до конца очищенного от растворенного кремния. Выяснилось, что присутствие кремния сдвигает границы всех трех стадий формоизменений в сторону больших  $T$  и  $F$ . Если интервалы  $T$  и  $F$  для изученных формоизменений чистого рения лежат в пределах  $T$ : 1150–1850 К и  $F$ : 0.4–0.93 В/Å, то в случае системы Si–Re (2 монокристаллических слоя Si) пороги для тех же фор-

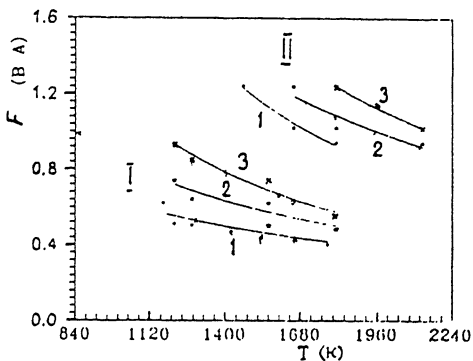


Рис. 2. Пороговые кривые, отражающие минимальные  $T$  и  $F$  обработки острий радиусом  $0.5-1 \text{ мкм}$  в течение 1 минуты, достаточные для достижения характерных полевых форм: перестройки в поле (1), микровыступов на перестроенной форме (2), микровыступов на макронаростах (3). I — кривые для чистого Re, II — кривые для системы Si-Re.

моизменений оказываются в пределах  $T$ :  $1450-2130 \text{ К}$  и  $F$ :  $0.94-1.24 \text{ В/Å}$ . При меньшем количестве напыленного кремния, а также для случая рения, не полностью очищенного от кремния, соответствующие кривые занимали положения, промежуточные сравнительно с теми крайними, что показаны на рис. 2. Из рис. 2 также следует, что сдвиг в сторону больших  $T$  для появления микровыступов (на одних и тех же формах) при минимальных  $F$  составлял не менее  $250 \text{ К}$ , а поле при одних и тех же  $T$  для соответственных форм выросло при переходе от Re к Si-Re в  $2.2-2.7$  раза. Эти сдвиги лежат далеко за пределами возможных погрешностей измерений  $T$  и  $F$  или же неточности определения  $F$  из-за некоторого произвола принятой  $\varphi$  рения.

Таким образом, кремний, растворяясь в рении или же образуя приповерхностную силицидную корку, усиливает межатомные связи. Кристалл становится прочнее. Соответствующие энергетические барьеры, которые преодолеваются во время процесса кристаллического роста, становятся выше. Подобная ситуация отличала и систему Si-Ir [7].

Что касается морфологии полевого кристаллического роста на развитых гранях кристалла рения, она также обнаруживала заметные отличия в случае чистого рения и рения, покрытого кремнием. Нас более всего интересует грань, находящаяся на вершине, т.е. в области максимального электрического поля. В силу характерной текстуры проволок обычно на вершине рениевого острия с равной вероятностью оказывается одна из двух граней призмы:  $\{1010\}$  или  $\{1120\}$ . Грань  $\{1010\}$  более плотноупакованная, в случае чистого рения рост макронаростов проявляется наи-

более ярко именно на этих гранях [9], что подтверждается и опытами данной работы (рис. 1, д). Грань {1120} более шероховата, и макронаросты на ней обычно не наблюдались. В случае системы Si-Re макронаросты и микровыступы вырастали на вершинной центральной грани типа {1120}. На рис. 1, е показан пример термополевых макронаростов для этой системы после подглаживания микровыступов легким прогревом в отсутствии поля (без этого эмиссионная картина демонстрирует лишь пятна микровыступов, довольно хаотично расположенные). В том числе в центре грани {1120} виден хорошо сформированный нарост. Для безусловно чистого рения такой рост не наблюдался. С другой стороны, даже для недостаточно очищенного от кремния рения рост выступов в центре грани {1120} нередко имел место. Таким образом, участие кремния способствовало изменению структуры этих (а возможно и других) граней рения, что приводило к наблюдаемым особенностям кристаллического роста в поле.

Действующие электрические поля у заостренных форм были существенно выше исходных полей обработки. Они достигали 1.5–1.7 В/Å для чистого рения (как это следовало из наклонов прямых Фаулера-Нордгейма). При таких полях и наибольших из применявшихся температур рений интенсивно испарялся полем через микровыступы, что подтверждалось осязательным затуплением острий.

В данной работе не ставилась цель получения предельно высоких плотностей тока автоэлектронной эмиссии. Тем не менее, плотности тока с микровыступов до  $10^5$  А/см<sup>2</sup> отбирались в стационарном режиме при получении вольт-амперных характеристик. Эти плотности тока невелики для автоэлектронной эмиссии (особенно с микровыступов). Их отбор не приводил к каким-либо изменениям формы поверхности или вида вольт-амперных характеристик.

В заключение авторы благодарят Т.И. Судакову за помощь в изготовлении образцов и приборов. Работа поддерживалась Российским фондом фундаментальных исследований (проект N -94-02-06053).

#### Список литературы

- [1] Herring C. In "Structure and Properties of Solid Surfaces" Chicago. University of Chicago Press, 1953. P. 5–81.
- [2] Шредник В.Н. В кн. "Рост кристаллов", т. 13, М.: Наука, 1980. С. 68–79.
- [3] Сокольская И.Л. В кн. "Поверхностная диффузия и растекание", М.: Наука, 1969. С. 108–148.
- [4] Власов Ю.А., Голубев О.Л., Шредник В.Н. В кн. "Рост кристаллов", т. 19, М.: Наука, 1991. С. 5–21.

- [5] *Butenko V.G., Vlasov Yu.A., Golubev O.L., Shrednik V.N.* // Surf. Sci. 1992. V. 266. P. 165-169.
- [6] *Голубев О.Л., Конторович Е.Л., Шредник В.Н.* // ЖТФ. 1996. Т. 66. В. 3. С. 88-96.
- [7] *Голубев О.Л., Конторович Е.Л., Шредник В.Н.* // Письма в ЖТФ. 1996. Т. 22. В. 9. С. 51-57.
- [8] *Галль Н.Р., Рутьков Е.В., Тонтегоде А.Я.* // ЖТФ. 1990. Т. 60. В. 4. С. 125-130.
- [9] *Павлов В.Г., Рабинович А.А., Шредник В.Н.* // ФТТ. 1975. Т. 17. N 7. С. 2045-2048.
- [10] *Ненакаливаемые катоды.* / Под ред. М.И. Елинсона, М.: Сов. радио, 1974, 1974, гл. 6.
- [11] *Фоменко В.О., Подчерняева Н.А.* Эмиссионные и адсорбционные свойства веществ и материалов (справочник). М.: Атомиздат, 1975. 320 с.

Физико-технический институт  
им. А.Ф. Иоффе РАН,  
С.-Петербург

Поступило в Редакцию  
20 июня 1996 г.