

13

Формирование многоострийного рельефа на поверхности наноструктурного никеля и полевая электронная эмиссия с него

© К.С. Назаров¹, Р.Х. Хисамов¹, Ю.М. Юмагузин^{1,2},
Р.Р. Мулюков^{1,2}

¹ Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа

² Башкирский государственный университет, Уфа

E-mail: ksnazarov@rambler.ru

Поступило в Редакцию 23 декабря 2014 г.

Представлены результаты исследования рельефа, формирующегося на поверхности наноструктурного никеля с неравновесными границами зерен в результате ионно-лучевого распыления. Показано, что полученный на поверхности наноструктурного никеля рельеф существенно отличается от рельефа, образующегося на поверхности крупнокристаллического никеля с равновесными границами зерен. А именно, на поверхности наноструктурного никеля при определенных условиях ионно-лучевого распыления формируется многоострийный рельеф с субмикронной размерностью острий. Такой рельеф является благоприятным для полевой электронной эмиссии. Для образца с многоострийным рельефом снята ВАХ полевой электронной эмиссии.

Наноструктурирование металлов и сплавов с помощью интенсивной пластической деформации приводит к существенным изменениям их механических и физических свойств [1–3]. В частности, обнаружено, что формирование наноструктуры в образцах металлов и сплавов приводит к изменению их эмиссионных свойств, а именно к снижению работы выхода электрона [4,5] и увеличению ионно-электронной эмиссии [5,6]. Изменение эмиссионных свойств связывают с появлением в металле большой объемной доли границ зерен и с тем, что границы зерен находятся в неравновесном состоянии. Малый размер зерен и неравновесное состояние их границ также оказывают влияние на процесс ионно-лучевого распыления, а именно на формирование рельефа на поверхности распыляемого металла. В данной работе представлены результаты ионно-лучевого распыления наноструктурного (НС) никеля.

Показано, что на поверхности НС-никеля при определенных условиях распыления формируется многоострийный рельеф. Также показано, что поверхность с таким рельефом способна обеспечить необходимое топографическое усиление поля для полевой электронной эмиссии.

В качестве модельного металла для исследований использовали никель марки НП-2 (99.5%). Выбор никеля обусловлен тем, что это относительно легко деформируемый металл и его структура и свойства в НС-состоянии ранее достаточно хорошо изучены [4,5,7]. Наноструктуру в образцах никеля получали с помощью деформационного наноструктурирования методом кручения под квазигидростатическим давлением на наковальнях Бриджмена [1]. Полученные образцы имели форму диска диаметром 10 mm и толщиной около 0.25 mm. В результате деформационного наноструктурирования кручением, как показано в [4,5,7], в никеле была сформирована структура с размером зерен около 100–150 nm и границами зерен в неравновесном состоянии. Сравнение полученных в работе результатов исследования НС-никеля с неравновесными границами зерен проводили с результатами исследования крупнокристаллического (КК) никеля с равновесными границами зерен. Образцы с КК-структурой со средним размером зерен 4 μm были получены отжигом образцов с наноструктурой при температуре 973 K [4]. Образцы, подвергнутые такому отжигу, принимаются как крупнокристаллические, поскольку дальнейший рост зерен при отжиге не приводит к существенным изменениям их свойств [1–3]. Все образцы перед экспериментом подвергали механической шлифовке и полировке с помощью финишной суспензии для получения одинаково гладкой поверхности.

Ионно-лучевое распыление полученных образцов проводили на сконструированной и изготовленной авторами установке (рис. 1). Ионный источник был изготовлен по схеме типа дуоплазматрона с термокатодом. Дуоплазматрон в сравнении с другими газовыми ионными источниками имеет высокую газовую экономичность при большой интенсивности ионного пучка. Для получения коллимированного пучка ионов использовали трехэлектродную систему электростатических линз. Изготовленный ионный источник позволяет получать пучок ионов диаметром около 3 mm, с максимальным током около 1 mA и энергией до 7 keV. В качестве рабочего газа использовали аргон. Исследуемый образец крепили на предметном столике, позволяющем менять угол падения пучка ионов на поверхность образца. Конструкция предметного

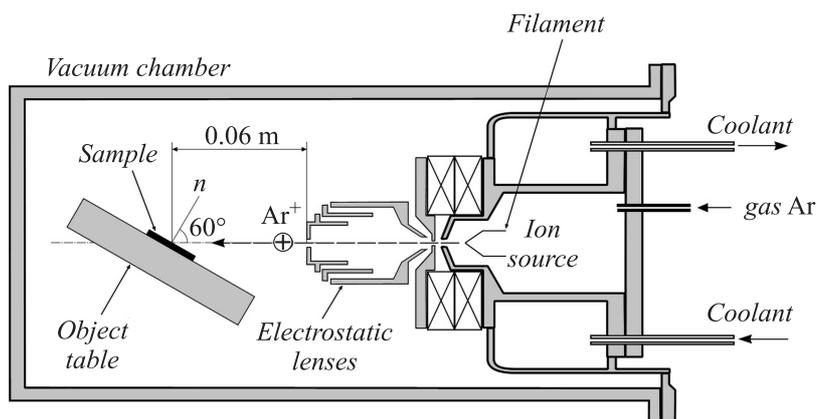


Рис. 1. Схематическое изображение установки ионно-лучевого распыления.

столика обеспечивает вращение образца на оси, перпендикулярной плоскости образца. Ионный источник и предметный столик с образцом размещали в вакуумной камере так, что расстояние между ионным источником и поверхностью образца составляло около 0.06 м. Вакуум в камере поддерживали средствами безмасляной откачки на основе триодного магниторазрядного насоса НМТО-0.1-1 на уровне не хуже, чем 10^{-3} Па. В процессе распыления исследуемые образцы не нагревались выше 393 К.

Исследование поверхности НС- и КК-образцов никеля после ионно-лучевого распыления проводили с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) Tescan Mira 3LMN. На изображениях РЭМ (рис. 2) представлены рельефы, полученные при следующих параметрах ионно-лучевого распыления: энергия пучка ионов — 3 keV, ток ионов около 0.3 mA, угол падения ионов аргона 60° относительно нормали к поверхности образца. НС-образец распыляли в течение ≈ 3 h, КК-образец в связи с относительной затрудненностью формирования рельефа — более длительно, в течение ≈ 6 h. Затрудненность связана с большими размерами геометрических структур рельефа, формирующегося на поверхности КК-никеля, по сравнению с НС-никелем.

На поверхности НС-образца (рис. 2, а) сформировался рельеф с множеством равномерно распределенных по поверхности остроконечных

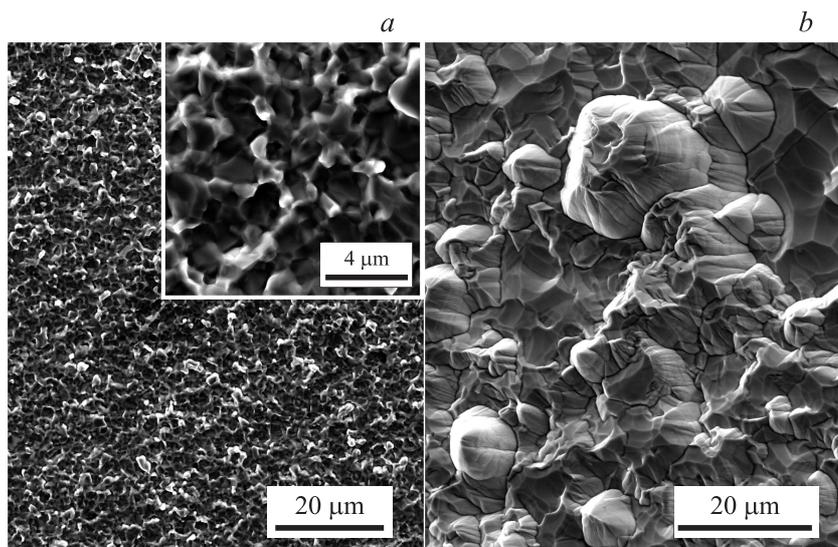


Рис. 2. РЭМ-изображение поверхности после ионно-лучевого распыления: *a* — наноструктурного никеля, *b* — крупнокристаллического никеля.

бугорков и выступов (светлые участки). Их можно охарактеризовать как острия субмикронной размерности с основанием не более $1\ \mu\text{m}$ и малым радиусом закругления вершин. Вершины острий преимущественно расположены в одной плоскости. В отличие от НС-образцов на поверхности образцов с КК-структурой (рис. 2, *b*) в результате ионно-лучевого распыления сформировались выступы в виде конусов с ямками травления вокруг основания конуса. Размеры конусов от нескольких микрон до десятков микрон. Конусы по поверхности распределены неравномерно, вершины конусов находятся на разных высотах. Также видно, что в результате ионно-лучевого распыления протравились границы зерен. Формирование такого рельефа было ранее показано в работе [8].

Из сравнения изображений РЭМ можно заключить, что рельеф на НС-образце никеля качественно отличается от рельефа на КК-образце. Первым очевидным отличием является масштаб формирующихся структур, плотность острий на поверхности НС-образца значительно пре-

вышает плотность конусов на поверхности КК-образца. Качественный анализ показал, что большинство острий расположены друг от друга на расстоянии, превышающем их высоту. Второе отличие заключается в геометрической форме рельефов, которое не объясняется простым масштабным фактором, связанным с размером зерен в образцах. У НС-образца острия не имеют форму конуса и явно не прослеживаются протравленные границы зерен. По мнению авторов, существенное влияние на формирование рельефа на НС-образцах оказывает неравновесное состояние границ зерен и большое количество дефектов.

Таким образом, из анализа изображений можно сделать вывод, что на поверхности НС-образцов формируется многоострийный рельеф. При этом отдельное острие может служить в качестве эмиссионного центра ввиду малого радиуса закругления вершины. Малый радиус закругления вершины обеспечивает необходимое геометрическое усиление электрического поля [9,10]. А поверхность с рельефом из таких острий дает топографическое усиление поля. Кроме того, превышающее высоту острий расстояние между ними снижает эффект экранировки. Следовательно, можно ожидать, что металл с такой поверхностью применим в качестве многоострийного полевого эмиссионного катода [10,11].

С образцов никеля с нано- и крупнокристаллической структурой, подвергнутых ионно-лучевому распылению, были сняты ВАХ полевой электронной эмиссии. Измерения проводили при вакууме не хуже 10^{-3} Па. Расстояние катод–анод составляло 0.2 мм. Катод, в роли которого выступал исследуемый образец, заземляли через измеритель тока. Площадь образца, с которой измеряли эмиссионный ток, составляла $\approx 28 \text{ mm}^2$. ВАХ снимали спустя некоторое время, необходимое для стабилизации эмиссионного тока после подачи потенциала на анод. Снятая таким образом ВАХ для НС-образца с многоострийным рельефом показана на рис. 3.

На представленной ВАХ видно, что максимально полученный ток с НС-образца составил $110 \mu\text{A}$ при потенциале на аноде 1.5 kV. Дальнейшее увеличение потенциала приводило к нестабильности эмиссионного тока и в конечном итоге к электрическому пробое. Повторное снятие ВАХ после наступления пробоя показывало снижение эмиссионного тока с образца, что может свидетельствовать о гибели некоторого количества эмиссионных центров.

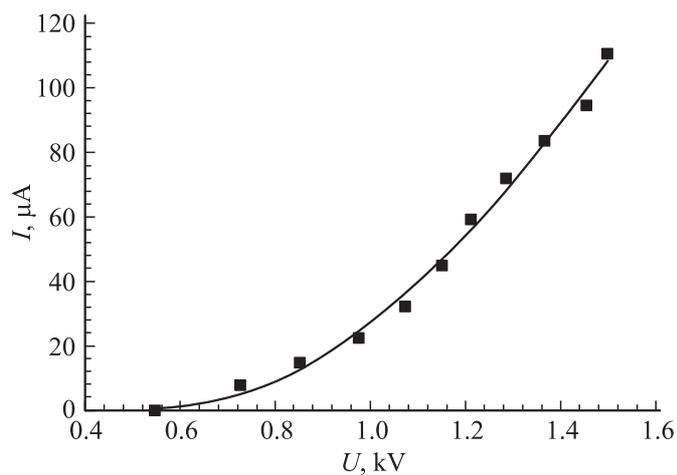


Рис. 3. ВАХ НС-никеля с многоострийным рельефом.

Измерения тока с КК-образца показали, что при тех же напряжениях между образцом и анодом эмиссионный ток не наблюдался и равнялся приборному нулю. При потенциале анода около 2,5 кВ эмиссионный ток с КК-образца не превышал $1 \mu\text{A}$ (из-за малого значения тока ВАХ не показана), наблюдалась нестабильность по току. Выше указанного потенциала происходил электрический пробой, и в дальнейшем ток эмиссии с образца не регистрировался.

Следует отметить, что эмиссионный ток с НС-образца можно увеличить усовершенствованием получаемого многоострийного рельефа поверхности путем оптимизации режимов ионно-лучевого распыления.

Таким образом, в работе показано, что на поверхности наноструктурного никеля с неравновесными границами зерен при ионно-лучевом распылении формируется многоострийный рельеф. Острия имеют субмикронную размерность (менее $1 \mu\text{m}$ в основании) и малый радиус закругления вершин. Они равномерно расположены по поверхности наноструктурного никеля с большой плотностью, но при этом расстояние между остриями превышает их высоту. Такой рельеф не формируется на КК-никеле с равновесными границами зерен. Наноструктурный образец никеля с многоострийным рельефом был испытан в качестве

полевого эмиссионного катода. Максимально полученный ток эмиссии электронов составил $110\ \mu\text{A}$ при потенциале катод–анод $1.5\ \text{kV}$. При использовании КК-никеля, с полученным при распылении рельефом, в качестве катода ток эмиссии вплоть до $1.5\ \text{kV}$ не наблюдался. Результаты проведенных исследований позволяют полагать, что из наноструктурного металла может быть получен относительно дешевый и эффективный полевой эмиссионный катод.

Список литературы

- [1] Мулюков Р.Р. // Российские нанотехнологии. 2007. № 7–8. С. 38–53.
- [2] Nazarov A.A., Mulyukov R.R. Nanostructured Materials // Handbook of Nanoscience, Engineering, and Technology / Ed. Goddard W., Brenner D., Lyshevski S., Iafraite G. CRC Press, 2002.
- [3] Носкова Н.И., Мулюков Р.Р. Субмикроструктурные и нанокристаллические металлы и сплавы. Екатеринбург: УрО РАН, 2003. 279 с.
- [4] Хисамов Р.Х., Сафаров И.М., Мулюков Р.Р., Юмагузин Ю.М. // ФТТ. 2013. Т. 55. В. 1. С. 3–6.
- [5] Хисамов Р.Х., Сафаров И.М., Мулюков Р.Р., Юмагузин Ю.М., Зубаиров Л.Р., Назаров К.С. // ЖТФ. 2011. Т. 81. В. 11. С. 122–124.
- [6] Хисамов Р.Х., Юмагузин Ю.М., Мулюков Р.Р., Назаров К.С., Салимов И.М., Сафаров И.М., Зубаиров Л.Р. // Письма в ЖТФ. 2013. Т. 39. В. 5. С. 76–81.
- [7] Самигуллина А.А., Хисамов Р.Х., Мулюков Р.Р. // Письма о материалах. 2012. Т. 2. В. 3. С. 134–138.
- [8] Распыление твердых тел ионной бомбардировкой / Под ред. Р. Бериша. М.: Мир, 1986. В. 2. 484 с.
- [9] Фурсей Г.Н. // Соросовский образовательный журнал. 2000. Т. 6. № 11. С. 96–103.
- [10] Ненакаливаемые катоды / Под ред. М.И. Елинсона. М.: Сов. радио, 1974. 336 с.
- [11] Соминский Г.Г., Тумарева Т.А., Тарадаев Е.П., Мишин М.В., Степанова А.Н. // ЖТФ. 2015. Т. 85. В. 1. С. 138–141.