13.2

Стабильные формы и стационарная эмиссия ионов танталового полевого эмиттера в процессе воздействия внешним электрическим полем при высоких температурах

© О.Л. Голубев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия E-mail: O.Golubev@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 26 апреля 2022 г. В окончательной редакции 26 апреля 2022 г. Принято к публикации 25 июля 2022 г.

С помощью методов полевой электронной микроскопии изучалось изменение формы полевого эмиттера из Та при воздействии на него высоких температур (T) и сильных электрических полей (F). Целью исследования было получить стабильную форму поверхности эмиттера, которая давала бы стационарный ионный ток при полевом испарении. Подобная стабильная форма была обнаружена при определенной комбинации T и F, она могла обеспечивать стабильный постоянный ионный ток, но относительно небольшой величины.

Ключевые слова: тантал, полевое испарение, полевая эмиссия, ионы.

DOI: 10.21883/PJTF.2022.18.53389.19235

Полевые эмиттеры как электронов, так и ионов в настоящее время находят широкое применение в различных областях [1]. Особый интерес представляют химически инертные эмиттеры, такие как Re, Ir, Ta, не подверженные воздействию остаточных газов [2-4]. В нашей работе [4] были изучены полевое испарение Та и процесс образования различных ионов. Было показано, что при комнатной температуре образуются ионы Ta³⁺, а с повышением температуры (T) заряд ионов снижался до Ta^{2+} , и при самых высоких T наблюдались в небольшом количестве однозарядные ионы Та⁺. Если в случае низких температур (от комнатной и ниже) ионный ток і быстро уменьшался при том же приложенном поле вследствие быстрого затупления эмиттера, то испарение ионов при высоких Т обеспечивало непрерывный процесс испарения за счет постоянного диффузионного притока атомов на вершину острийного эмиттера. Однако ионный ток і при этом состоял из отдельных всплесков разной амплитуды, которые следовали друг за другом через определенные интервалы от нескольких секунд до нескольких десятков секунд. Такой характер і объяснялся тем, что в процессе одновременного воздействия высоких температур и сильных электрических полей (F) на поверхности эмиттера вследствие полевого кристаллического роста происходит образование больших наростов — макронаростов размером в десятки нанометров, на углах и ребрах которых вырастают острые наноразмерные выступы с радиусом кривизны $r \sim 1-2$ nm. Именно с вершин нановыступов, где величина локального электрического поля F максимальна, и испаряются атомы в виде ионов. Однако, если равновесие между притоком атомов на вершину выступа и их испарением в виде ионов с вершины выступа нарушается, макронаросты с нановыступами начинают

периодически испаряться и вырастать вновь [4], это и вызывает подобный характер ионного тока *i*, который хотя и непрерывный, но с меняющейся "скважностью" и амплитудой всплесков.

Цель настоящей работы состоит в том, чтобы попытаться получить Та-эмиттер, который давал бы постоянный или по крайней мере стационарный ионный ток i вместо импульсного, а такое возможно, если существует стационарное, не меняющееся во времени состояние эмитирующей поверхности. Для поиска такого состояния нужно подробно изучить изменения под воздействием высоких T и F формы эмиттера из Та и установить области F и T для существования таких форм эмиттера.

Основные эксперименты проводились на установке, сочетающей все режимы полевой эмиссионной микроскопии: электронный, ионный и десорбционный. Танталовые монокристаллические острия с радиусом кривизны r в доли микрометра были получены с помощью обычных методов электролитического травления проволок Та малого диаметра в смеси кислот (серной, уксусной, плавиковой и ортофосфорной) с использованием режима постоянного тока. Температура определялась с помощью обычного оптического пирометрирования, а величины воздействующих внешних электрических полей F определялись с помощью классического метода характеристик Фаулера—Нордгейма [5].

На рисунке показаны некоторые полевые электронные микроскопические изображения поверхности Та, отражающие основные стадии изменения формы эмиттера при одновременном воздействии на него различных температур T и обрабатывающих электрических полей F. На рисунке, a представлено хорошо известное изображение исходной формы отжига Та, которая получается



Полевые электронные изображения поверхности Та-эмиттера после воздействия при различных T и F. a — исходная поверхность Та-эмиттера, b — воздействие при T = 1130 K и F = 5.5 V/nm, c — при T = 1130 K и F = 6.8 V/nm, d — при T = 1500 K и F = 4.4 V/nm с последующим прогревом при T = 1000 K в течение 15 s, e — при T = 1700 K и F = 6.3 V/nm, f — после прогрева состояния, показанного на части e, при T = 1000 K в течение 15 s.

после длительного прогрева острия в высоком вакууме при T = 2700 К и характеризуется аномально большой центральной областью грани {110} и отсутствием граней {112}. Первое заметное изменение огранки происходит при $F = 4.5 \,\text{V/nm}$ и относительно невысоких температурах ($T = 1130 \,\mathrm{K}$). Заключается оно в образовании на поверхности граней {112}, наиболее рельефно они видны на рисунке, b в поле F = 5.5 V/nm. Повышение F до 6.8 V/nm при той же температуре приводит к образованию значительного количества наноразмерных выступов только в областях граней {111}. Эти выступы острые, и величина фактора поля эмиттера $\beta = 1/kr$ (r — радиус кривизны эмиттера, k — коэффициент, зависящий от формы острия) возрастает примерно в 2 раза от $\beta = 4421 \, \text{cm}^{-1}$ для исходного эмиттера до $\beta = 8273 \, {\rm cm}^{-1}$, поэтому только они и эмитируют и видны на эмиссионной картине (рисунок, с). Рост температуры всегда снижает величину F, при более высокой $T = 1320 \,\mathrm{K}$ и $F = 3.4 \,\mathrm{V/nm}$ происходит полная перестройка острия, когда оно ограняется только самыми плотноупакованными гранями {110} и {100}, при этом происходит значительное "заострение" эмиттера, поскольку фактор поля возрастает в этом случае до $\beta = 15\,870\,{\rm cm^{-1}}$, данные углы являются стационарными и приток атомов на вершину компенсируется их полевым испарением с поверхности. Этот факт подтверждается тем, что при слабом снижении поля до $F = 3.1 \,\text{V/nm}$ фактор поля возрастает еще до $\beta = 17\,340\,\mathrm{cm}^{-1}$ вследствие уменьшения потока испаряющихся атомов. Подобные углы могут использоваться как эффективные источники электронов при комнатной температуре, однако ионный ток здесь ничтожно мал и с трудом фиксируется. Рост поля до F = 4.4 V/nmи температуры до *T* = 1500 К приводит к появлению большого количества нановыступов, после термического сглаживания которых наблюдаются большие макронаросты на всех гранях $\{110\}$ и $\{100\}$ (рисунок, d), при этом наросты на гранях {100} являются более термически устойчивыми по сравнению с наростами на гранях {110}. Повышение температуры обработки не изменяет характера процесса, только величина F снижается, и при более низких T и F вырастают отдельные "крупные" макронаросты, а при более высоких $T = 1700 \,\mathrm{K}$ и $F = 6.3 \,\text{V/nm}$ пересыщение двумерного атомного газа на поверхности становится выше и возможно наблюдение по всей поверхности эмиттера нановыступов (рисунок, е). После термического сглаживания нановыступов кратким прогревом при $T \sim 1000 \,\mathrm{K}$ видно появление небольших наростов на плотноупакованных гранях Та (рисунок, f). Заметное уменьшение величин F при росте Т объясняется тем, что увеличение Т вызывает экспоненциальный рост скорости полевого испарения и быстрое увеличение радиуса эмиттера, и чтобы окончательно не "погубить" острийный эмиттер, необходимо снижать величину F при заметном росте T. Наноразмерные выступы могут, как уже отмечалось, служить точечными источниками электронов с пространственными углами эмиссии в несколько десятых долей стерадиана, при этом поле, необходимое для получения той же величины тока, будет в разы меньше по сравнению с полем для исходного эмиттера [6]. Однако более интересным фактом, на наш взгляд, является возможность того, что нановыступы будут служить источниками ионов разных зарядов (двух- и трехзарядных при относительно низких T и даже однозарядных при самых высоких $T \sim 2000$ K). При этом масса всех ионов будет одинаковой, поскольку тантал является материалом одноизотопным.

Ионный ток і наблюдается уже в состоянии, представленном на рисунке, с, когда температура составляет еще только $T \sim 1130 \,\mathrm{K}$, но он ничтожно мал и с трудом фиксируется. Состояние же, показанное на рисунке, *е*, которое можно получить при $T \sim 1700 - 1800 \,\mathrm{K}$ и $F \sim 6.3 \,\text{V/nm}$, является весьма интересным. Если, получив состояние типа показанного на рисунке, е, при той же температуре снизить затем F до величин $F \sim 3.0 \,\mathrm{V/nm}$, то можно получить *i* уже не в виде отдельных всплесков, а в виде стационарного потока ионов, который практически не меняется во времени. Подобный режим мог наблюдаться в течение довольно долгого времени, во всяком случае около часа. При более высоких Т и F начинался режим роста и испарения макронаростов, и ток становился "импульсным". Необходимо отметить, что величины постоянных токов, получаемых в таком режиме с одного эмиттера, здесь совсем небольшие: $i \sim 10^{-13} - 10^{-14} \,\mathrm{A}$ со стабильностью примерно 10%, однако таких величин может быть вполне достаточно для многих целей нанотехнологии. В режиме же ионных всплесков при более высоких Т и F величины токов могут быть больше и доходить до $i \sim 10^{-12}$ А. Таким образом, осуществить режим стационарного полевого испарения и стационарного тока для тантала оказалось возможным.

Интересным и, видимо, полезным было определить, при каких энергетических затратах вырастают макронаросты с наноразмерными выступами, т.е. определить энергии активации Q для их роста. Делалось это согласно классической методике с помощью графиков Аррениуса $\lg t = f(1/T)$, где t — время (в секундах) для роста нароста до определенной стадии, а Т — температура эмиттера (в градусах Кельвина). Эти графики представляли собой прямые линии (здесь мы их не приводим), наклон которых дает величины Q при фиксированных полях воздействия F и различных температурах *Т*. Величины эти оказались равными $Q = 1.8 \,\mathrm{eV}$ при F = 3.2 V/nm, Q = 1.9 eV при F = 3.8 V/nm, Q = 1.4 eVпри $F = 4.2 \,\text{V/nm}$ и $Q = 1.3 \,\text{eV}$ при $F = 4.6 \,\text{V/nm}$. Видно, что величины Q относительно небольшие и какойлибо зависимости изменения Q от F не наблюдается. Объясняется это, скорее всего, небольшими величинами F при выращивании макронаростов, но использование более высоких F при росте макронаростов в данном случае невозможно, поскольку при этом происходит уже заметное испарение ионов, унос материала и увеличение радиуса острия, что делает применение графиков Аррениуса некорректным. Очень полезно также было бы определить величины энергий активации Q и для роста нановыступов, однако в этом случае при изменении Т изменяется, как правило, кристаллографическая локализация их роста (и в определенной степени характер процесса), что также делает невозможным использование метода Аррениуса.

Таким образом, в работе показано, что получить в процессе полевого испарения эмиттера из Та стабильное состояние эмитирующей поверхности возможно. Следовательно, также возможно и получение стационарного постоянного ионного тока, хотя и относительно небольшой величины.

Конфликт интересов

Автор заявляет, что у него нет конфликта интересов.

Список литературы

- L. Chen, H. Yu, J. Zhong, L. Song, J. Wu, S. Su, Mater. Sci. Eng. B, 220, 44 (2017). DOI: 10.1016/j.mseb. 2017.03.007
- Д.П. Бернацкий, В.Г. Павлов, Письма в ЖТФ, 46 (13), 35 (2020). DOI: 10.21883/PJTF.2020.13.49589.18321 [D.P. Bernatskii, V.G. Pavlov, Tech. Phys. Lett., 46 (7), 657 (2020). DOI: 10.1134/S1063785020070044].
- Д.П. Бернацкий, В.Г. Павлов, Письма в ЖТФ, 45 (13), 22 (2019). DOI: 10.21883/PJTF.2019.13.47952.17832
 [D.P. Bernatskii, V.G. Pavlov, Tech. Phys. Lett., 45 (7), 657 (2019). DOI: 10.1134/S1063785019070034].
- [4] Н.М. Блашенков, О.Л. Голубев, Г.Я. Лаврентьев, Письма в ЖТФ, **32** (20), 45 (2006). [N.М. Blashenkov, O.L. Golubev, G.Ya. Lavrent'ev, Tech. Phys. Lett., **32** (10), 889 (2006). DOI: 10.1134/S1063785006100221].
- [5] R.H. Fowler, L. Nordheim, Proc. Roy. Soc. Lond. A, 119 (781), 173 (1928). http://www.jstor.org/stable/95023
- [6] О.Л. Голубев, ЖТФ, 81 (6), 113 (2011). [О.L. Golubev, Tech. Phys., 56 (6), 859 (2011).
 DOI: 10.1134/S1063784211060065].