

02;11;12

Механизм ионизации в жидкометаллическом ионном источнике. Источник для тугоплавких металлов

© Г.Г. Сихарулидзе

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
142432 Черноголовка, Московская область, Россия

(Поступило в Редакцию 23 февраля 1996 г. В окончательной редакции 16 июня 1997 г.)

Проведены исследования механизма ионизации в жидкометаллическом ионном источнике (ЖМИИ). На поверхности жидкометаллического эмиттера, замороженного в поле высокого напряжения в момент генерации ионного тока, обнаружены микроострия, вытянутые из жидкого металла электрическим полем. В ионном пучке, вытягиваемом из отверстия в экстракторе, с помощью масс-спектрометра с двойной фокусировкой выделены две составляющие. Одна часть ионов образуется у вершины эмиттера и имеет энергетический разброс, не превышающий несколько десятков электрон-вольт. Другая часть ионов образуется в катодной плазме на экстракторе. На основе проведенных исследований предлагается механизм ионообразования в ЖМИИ. На базе предложенного механизма изменена конструкция ЖМИИ. Источник позволяет получать ионные пучки из тугоплавких металлов и неметаллов. Получены пучки ионов Ta, W, Mo, C, Fe.

Жидкометаллические ионные источники (ЖМИИ) быстро завоевали популярность в науке и технике благодаря простоте конструкции, долговременному стабильному ионному току, генерируемому ионным источником, высокой яркости, малой ширине энергетического распределения ионов в пучке. Ионные пучки легко фокусируются простыми линзовыми системами и уже достигнут диаметр пятна на мишени около 100 \AA [1]. Ионные пучки используются в технологии микроэлектроники, во вторично-ионной масс-спектрометрии, в ускорителях заряженных частиц, в качестве космических ионных двигателей. Уже получены пучки ионов Ga, In, Sn, Bi, Pb, Si, Au, Ag, Cu, Al, Li, K, Na, Cs, Sb, Hg. Получение пучков ионов более тугоплавких металлов традиционными способами связано с дополнительными трудностями, поэтому естественный интерес вызывает механизм ионообразования в этих источниках. Раскрытие этого механизма более ясно позволит определить перспективы ЖМИИ.

В настоящее время считается общепринятым, что ионы в ЖМИИ образуются по полювому механизму и подавляющее большинство исследователей относят ЖМИИ к источникам с полевой ионизацией. Впервые теоретическая модель процессов протекающих в ЖМИИ, была представлена Гомером [2]. Согласно Гомеру, в поле высокого напряжения из поверхности жидкого металла вытягивается острие с конусом Тейлора в основании. Напряженность поля на вершине острия должна быть достаточна для полевой ионизации. Поскольку поля, необходимые для полевой ионизации, составляют несколько В/\AA , то требуемый диаметр острий должен достигать $10\text{--}20 \text{ \AA}$.

Острия таких размеров на поверхности эмиттеров до сих пор не обнаружены. Наименьшее из обнаруженных острий имели радиус вершины $200\text{--}1000 \text{ \AA}$ [3,4], напряженность поля на вершине которых не превышает $5\text{--}6 \cdot 10^7 \text{ В/см}$ — величины, совершенно недостаточной

для полевой ионизации. Да и трудно поверить в договоренное существование столь тонких острий даже исходя из статистических соображений.

Теория Гомера вступает в противоречие со многими явлениями, сопровождающими процесс ионной эмиссии в ЖМИИ. Например, в процессе генерации ионного тока вблизи вершины эмиттера всегда возникает плазменное свечение, интенсивность и размеры которого пропорциональны величине генерируемого ионного тока. Однако, согласно Гомеру, плазма у вершины эмиттера не имеет отношения к ионообразованию.

Теория Гомера неоднократно подвергалась критике из-за неспособности объяснить довольно широкий по сравнению с полевыми источниками энергетический разброс ионов, дефицит их энергии. Габович [5] критикует ее за слишком маленький предсказываемый диаметр эмиссионной зоны и слишком высокую плотность эмиттируемого ионного тока ($10^7\text{--}10^8 \text{ А/см}^2$). Простой расчет показывает, что если атомы ионизируются вблизи вершины острия, то плотность электронного тока на вершину должна составлять не менее 10^8 А/см^2 . При этом разность потенциалов между вершиной и областью ионизации, которая определяет энергетический разброс ионов, составляет около 10 В . Плотность потока энергии на острие при этом должна составлять до 10^9 В/см^2 . При таких плотностях энергии любое острие взрывается за наносекунды, т. е. ионный ток не может быть стабильным, он должен иметь импульсный характер.

В попытке усовершенствовать теорию Гомера, приблизить ее к описанию реальных процессов ионообразования, предлагались различные варианты ее улучшения [6–10], которые также не отрицают механизм полевой эмиссии и ничего не меняют практически.

Трудно согласиться с требованием механизма полевой ионизации, что эмиттируемый материал подходит к зоне ионизации через вершину острия диаметром в несколько десятков ангстрем. Расчеты показывают, что при ионных

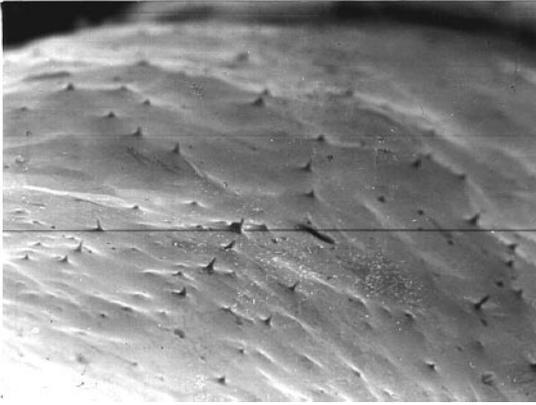


Рис. 1. Острия на поверхности эмиттера, покрытого In.

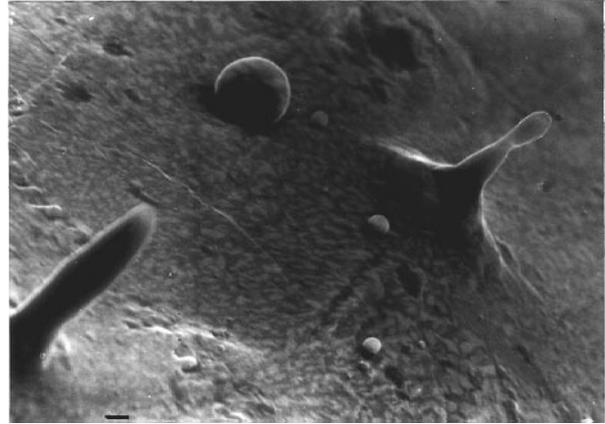


Рис. 2. Острия In.

токах порядка 100 мкА скорость течения металла через вершину острия диаметром в 20 \AA в несколько раз превышает скорость звука. Очевидно, такие скорости нереальны. Уменьшение скорости течения жидкого металла до разумных значений приводит к увеличению диаметра вершины острия, уменьшению напряженности поля у ее вершины и к отрицанию полевой ионизации.

Эмиссия ионов из ЖМИИ всегда сопровождается эмиссией большого количества микронных и субмикронных капель жидкого металла [11,12]. Заряженные капли жидкого металла отрываются полем от вершины эмиттера и двигаются узким пучком. Теория полевой эмиссии вопрос генерации капель обходит молчанием, так как этот вопрос никакого отношения к полемому механизму ионообразования иметь не может.

Труднообъяснимо с точки зрения полевой ионизации и резкое, на несколько порядков, возрастание ионного тока при пороговом напряжении и структура масс-спектров ЖМИИ.

Для выявления действительного механизма ионообразования в ЖМИИ, не противоречающего экспериментальным данным, в настоящей работе были проведены дополнительные исследования.

Структура поверхности "замороженного" эмиттера изучалась с помощью сканирующего электронного микроскопа JSM 35C. Эмиттер на отдельной вакуумной установке предварительно покрывался In или Sn. Затем эмиттер устанавливался в манипулятор ионного источника и после достижения необходимого вакуума включался его прогрев. Затем к эмиттеру прикладывалось высокое напряжение выше порогового значения. Ионный ток измерялся коллектором, расположенным за экстрактором. Через 10–30 мин прогрев эмиттера выключался и эмиттер "замерзал" в поле высокого напряжения в момент генерации ионного тока. Охлажденный эмиттер исследовался в растровом электронном микроскопе.

На рис. 1 показана поверхность эмиттера, покрытого In при увеличении 200. Видны острия, вытянутые из поверхности жидкого металла электрическим полем. В основании всех острий находится конус Тейлора.

На рис. 2 приведен участок эмиттера при увеличении 4000. Диаметр вытянутых острий составляет 1–3 мкм, высота острий почти на порядок больше диаметра.

Более 90% всех острий, вытянутых из поверхности эмиттера, имеют диаметр вершины около 1 мкм. Острия диаметром менее 0.1 мкм наблюдаются лишь в исключительных случаях. Очевидно, напряженность электрического поля вблизи микронных острий явно недостаточна для осуществления полевой ионизации материала эмиттера.

Кроме острий на поверхности эмиттера при увеличении 1500 видно большое число шарообразных частиц (рис. 3). Эти частицы слабо связаны с поверхностью эмиттера и, очевидно, являются продуктом конденсации паров металла, которые образуются на эмиттере в процессе генерации ионного тока. Об этом свидетельствует и большое количество кратеров, которые находятся на поверхности эмиттера. Боковые стенки кратеров обычно также покрыты шарообразными частицами конденсата эмиттируемого материала.

Наличие большого количества кратеров и конденсата паров металла свидетельствует об интенсивных процессах испарения, о локальном нагреве отдельных участков эмиттера сфокусированными пучками вплоть до

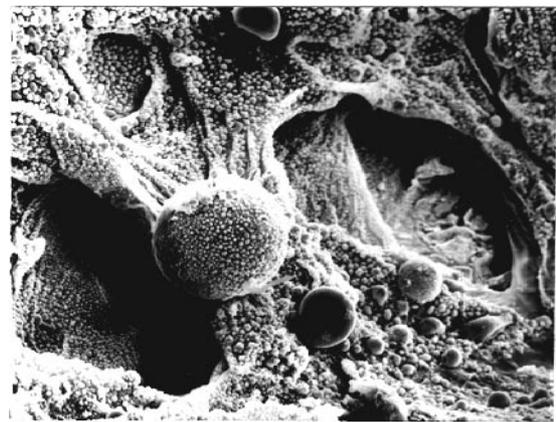


Рис. 3. Кратеры и конденсат металла на поверхности In.

образования отдельных глубоких кратеров (кинжальное проплавление).

Структура ионного тока, генерируемого ЖМИИ, исследовалась на масс-спектрометре с двойной фокусирующей системы Маттауха-Герцога JMS-01В. Фотографическая система регистрации масс-спектрометра позволяла одновременно зарегистрировать все составляющие масс-спектра, включая и многозарядные ионы с высокой чувствительностью [13].

В ионном пучке, вытягиваемом из отверстия в экстракторе, были обнаружены две составляющие.

1. Ионы с начальной энергией, равной напряжению между эмиттером и экстрактором. Очевидно, они образуются непосредственно на эмиттере или вблизи него и получают энергию, равную приложенному напряжению. Ионы имеют малую угловую расходимость. Ширина энергораспределения ионов не превышает несколько десятков электрон-вольт. На рис. 4 (кривая 1) показано распределение этих ионов по зарядам. Интенсивность линий многозарядных ионов быстро падает с увеличением заряда. В масс-спектре совершенно отсутствуют линии с отношением массы к заряду менее 23, например линии кислорода, азота, углерода — элементов с высокими потенциалами ионизации.

2. Ионы, вытягиваемые из отверстия в экстракторе с начальной энергией, близкой к нулю. Эти ионы образуются на экстракторе или вблизи него и не получают ускорения в промежутке эмиттер–экстрактор. Ионы имеют большую угловую расходимость, ширина их энергораспределения составляет несколько сот электрон-вольт. Распределение этих ионов по зарядам показано кривой 2 на рис. 4. В масс-спектре наблюдается большое количество многозарядных ионов, а также ионов углерода, азота и кислорода. Масс-спектр характерен для ионов, образованных в катодной плазме. Очевидно, эти ионы образуются непосредственно на экстракторе, который имеет отрицательный потенциал относительно эмиттера. Ионы образуются из материала, который переносится с поверхности эмиттера на экстрактор.

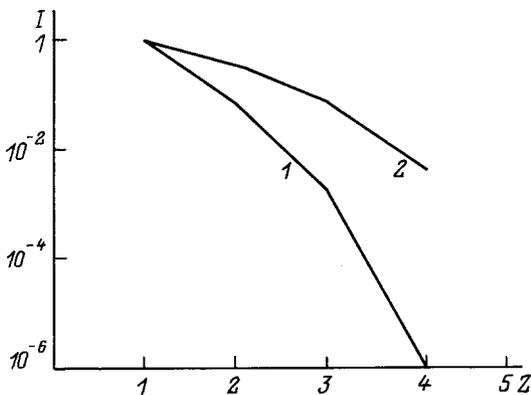


Рис. 4. Распределение ионов по зарядам. 1 — ионы, образованные у вершины эмиттера; 2 — ионы, образованные на экстракторе.

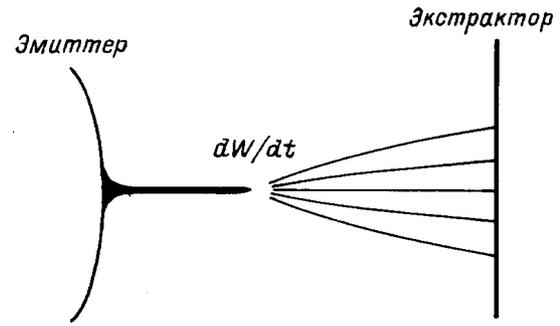


Рис. 5. Самофокусировка электронов, эмиттируемых экстрактором на вершину эмиттера.

Проведенные эксперименты и полученные результаты, естественно, отрицают теорию Гомера и позволяют представить механизм ионообразования в ЖМИИ следующим образом.

После приложения высокого напряжения к промежутку эмиттер–экстрактор из жидкой фазы на эмиттере вытягиваются микроострия диаметром около 1 мкм. В поле высокого напряжения в вакуумном диоде возникает темновой автоэлектронный ток [14]. Этот ток генерируется различными микро неоднородностями на экстракторе. Электронный ток фокусируется на том участке эмиттера, на котором напряженность электрического поля максимальна. Электронный пучок имеет нормальное распределение

$$q(r) = q_0 e^{-kr^2},$$

где q — максимальная плотность потока, k — коэффициент сосредоточенности, показывающий степень "остроты" пространственного распределения источника теплоты и определяется качеством фокусировки пучка, r — радиальная координата.

Острия вытягиваются в областях максимальной напряженности поля на эмиттере, кроме того, вытянутое острие усиливает локальную напряженность поля на поверхности. В результате поток электронов бомбардирует вершину острия. Микроострие, вытянутое из расплава, можно рассматривать как стержень постоянного сечения и длины (рис. 5). Максимум энерговыделения электронного луча происходит на глубине δ

$$\delta = 2.35 \cdot 10^{-12} U \gamma^{-1},$$

где U — энергия электронов, γ — плотность материала острия.

При обычно используемом в ЖМИИ напряжении эмиттер–экстрактор до 10 кВ максимум энерговыделения находится на глубине не более 0.1 мкм.

Обычно при математическом описании процесса испарения твердых тел и расплавов используется уравнение теплопроводности в системе координат, связанной с подвижной границей испарения. В ЖМИИ на поверхности острия границу испарения можно считать неподвижной благодаря непрерывному потоку металла, который

компенсирует испарившийся, причем в стационарном состоянии форма острия не меняется, т.е. благодаря отрицательной обратной связи эти потоки равны друг другу. Поэтому для описания процесса нагрева острия можно записать линейное уравнение теплопроводности

$$\frac{dW}{dt} = kS \frac{T_2 - T_1}{l},$$

где dW/dt — поток энергии на вершину микроострия, l — длина микроострия, S — площадь поперечного сечения вершины микроострия, $T_2 - T_1$ — разность температур между вершиной острия и его основанием.

При $S = 10^{-8} \text{ см}^2$, $l = 10^{-3} \text{ см}$ поток мощности 10^6 Вт/см^2 (электронный ток на острие 1 мкА при напряжении эмиттер–экстрактор 10 кВ) обеспечивает разность температур 2000 К для Ga микроострия.

Разность температур определяется соотношением геометрических размеров острия и поступающей к вершине энергией электронного пучка. С ростом напряжения на промежутке растет длина острия и подводимая к его вершине мощность. Часть мощности, подводимой к вершине острия, уходит в материал эмиттера за счет теплопроводности. Другая часть может теряться за счет излучения, однако при температурах до 2000 К эти потери достаточно малы и ими можно пренебречь. С ростом температуры вершины увеличивается скорость испарения материала острия и вблизи вершины образуется паровое облако. Острия, вытягиваемые из жидкого металла, обеспечивают наиболее оптимальный энергетический режим образования парового облака у вершины эмиттера. Электроны, бомбардирующие острие, не могут сколько-нибудь эффективно производить ионизацию испарившегося материала, так как при энергии электронов около 10 кэВ сечение ионизации не превышает 10^{-17} см^2 . Когда давление паров металла вблизи вершины острия достигает некоторого критического значения, в парах металла возникает газовый разряд. Образуется анодная плазма, из которой поле высокого напряжения вытягивает ионы. Ионный и электронный токи возрастают на несколько порядков. Ионы бомбардируют экстрактор, выбивая вторичные электроны. Пар металла, испаряемого из острия, распространяется от эмиттера, достигает экстрактора, где из него образуется катодная плазма, которая также является источником электронов. Однако при резком возрастании электронного и ионного тока в промежутке возрастает и падение напряжения на балластном сопротивлении в цепи питания эмиттера. Напряжение на промежутке падает. В конце концов благодаря балластному сопротивлению, которое является элементом отрицательной обратной связи, в цепи эмиттер–экстрактор возникает стабильный ионный ток. Ионы образуются в анодной плазме, которая возбуждается вблизи вершины эмиттера в парах материала острия.

При увеличении напряжения на промежутке возрастает скорость течения жидкого металла по острию, увеличивается мощность, которая выделяется на вершине острия, соответственно увеличивается скорость испаре-

ния металла и размеры парового облака вблизи вершины эмиттера, в котором возбуждается газовый разряд. При слишком высокой мощности происходит перегрев вершины острия и его испарение в виде заряженных капель жидкого металла.

Плотность ионного тока, вытягиваемого из плазмы [15]

$$j_+ = 0.4en_+ \sqrt{\frac{2kT_e}{M}} = 8 \cdot 10^{-16} n_+ \sqrt{\frac{TK}{M}} \text{ А/сλ},$$

где n — концентрация ионов в плазме, T — температура электронного газа, M — масса атома.

При $n = 10^{16} \text{ см}^{-3}$, $T = 0.6 \text{ эВ}$ [16] плотность тока достигает 800 А/см^2 .

Разумеется, эта плотность относится к плазме у вершины эмиттера, размеры которой на два порядка больше диаметра вершины микроострия. Такая плотность на 5–6 порядков меньше, чем та, которая обычно приписывается ЖМИИ исходя из механизма полевой ионизации.

Кратеры, наблюдаемые на поверхности эмиттера, образуются на месте некоторых острий. При нарушении баланса между потоком подводимого к острию металла и скоростью его испарения острия при бомбардировке электронными пучками проплавляются до основания и испаряются (кинжальное проплавление). Пар конденсируется на поверхности эмиттера в виде сферических капель металла.

Предлагаемый механизм ионообразования легко объясняет все явления, которые сопровождают процесс ионной генерации в ЖМИИ.

Во-первых, становится совершенно ясным физический смысл порогового напряжения, а именно это — такая величина напряжения, при котором давление паров эмиттируемого материала становится достаточным, чтобы в его парах возник газовый разряд. Условия возникновения газового разряда зависят от большого числа факторов, в том числе и конструктивных, которые трудно воспроизвести, поэтому характеристики ЖМИИ, изготовленные в различных лабораториях, так отличаются друг от друга.

Во-вторых, ясно, что возникновение анодной плазмы — необходимое и достаточное условие генерации ионов в ЖМИИ. Ширина энергораспределения ионов, их зарядовое распределение, вероятность ионизации различных элементов определяются именно параметрами анодной плазмы, которые достаточно стабильны.

В-третьих, дефицит энергии ионов [17], генерируемых ЖМИИ, объясняется тем, что ионы образуются не непосредственно на эмиттере, а на некотором расстоянии от его вершины, в анодной плазме, и не проходят полной разности потенциалов, приложенной к промежутку эмиттер–экстрактор.

В-четвертых, получают объяснение эксперименты, проведенные в [18], которые показали аномально большое время задержки между началом импульса напряжения, подаваемого на эмиттер, и началом импульса ионного тока. Время задержки определяется временем формирования парового облака и анодной плазмы в парах эмиттируемого материала у вершины эмиттера.

В-пятых, явление гистерезиса, которое не могло найти объяснения с точки зрения полевой ионизации, является обычным в газоразрядных приборах, к которым, естественно, относится и ЖМИИ.

На базе предлагаемого механизма ионообразования в ЖМИИ можно расширить его возможности, в частности использовать этот источник для получения ионов не только легкоплавких металлов, но и тугоплавких.

Обычно в ЖМИИ эмиттируемым материалом покрывают иглу из тугоплавкого материала. При этом возникает часто трудноразрешимая проблема смачивания материала иглы эмиттируемым материалом. Кроме того, для того чтобы расширить число используемых металлов, обычно изготавливают различные эвтектические сплавы. Поэтому для получения чистых ионных пучков получаемый в ЖМИИ ионный луч пропускают через масс-сепараторы. Этим трудностям можно избежать, если традиционную конструкцию ЖМИИ изменить следующим образом (рис. 6). Эмиттер в виде стержня из эмиттируемого материала диаметром 0.3–0.5 мм и длиной 30–50 мм закрепляется в держателе. Другой конец стержня располагается напротив отверстия в экстракторе на расстоянии 5–10 мм от него. За экстрактором расположен катод, представляющий собой 1–2 витка вольфрамовой проволоки диаметром 0.2–0.3 мм. Катод электрически соединен с экстрактором.

На эмиттер подается положительное напряжение 20–25 кВ через балластное сопротивление до 1 МОм. После включения катода электроны, вытягиваемые из отверстия в экстракторе, бомбардируют вершину эмиттера. Вершина плавится и образуется капля эмиттируемого материала. Из жидкой фазы поле высокого напряжения вытягивает острие, которое испаряется и непрерывно возобновляется. Возникает струя паров материала эмиттера. Когда плотность паров достигает критического значения, в парах эмиттируемого материала зажигается анодная плазма и начинается генерация ионного тока. На электронно-микроскопическом снимке (рис. 7) при увеличении 1500 показана вершина Та эмиттера, замороженного в поле высокого напряжения в момент генерации ионного тока. Диаметр острия, вытянутого из Та капли на вершине эмиттера, составляет около 1 мкм. Ионный

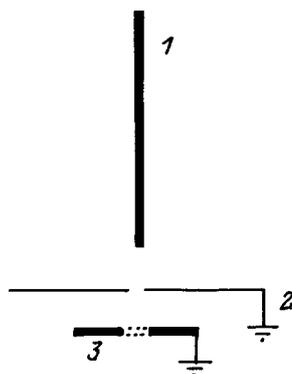


Рис. 6. Схема ЖМИИ для тугоплавких металлов. 1 — эмиттер +20–25 кВ, 2 — экстрактор, 3 — катод.



Рис. 7. Микроострие, вытянутое из Та полем высокого напряжения.

ток стабилен, как и в обычных ЖМИИ. Амплитуда ионного тока около 100 мкА и зависит от величины высокого напряжения. В такой конструкции ЖМИИ были получены ионные токи различных металлов: Fe, Mo, Nb, W и др. Масс-спектральные исследования показали, что распределение ионов по зарядам в этих источниках такое же, как и в обычных ЖМИИ (рис. 4, кривая 1).

Предложенная конструкция ионного источника была использована и для получения ионного тока из неметаллических материалов, например из графита. Так как графит не плавится, то ожидать вытягивания острий из графитового эмиттера не приходится. Но в этом и нет необходимости. Если в качестве эмиттера использовать графитовый стержень диаметром 0.5 мм и длиной 30–50 мм, то можно с помощью электронной бомбардировки нагреть вершину графитового стержня до температуры, при которой давление паров углерода у вершины станет достаточным для зажигания в его парах анодной плазмы. И начинается генерация ионов углерода. Естественно, образование острий на эмиттере энергетически более выгодно для получения парового облака вблизи вершины эмиттера, но необязательно. Поскольку такой ионный источник может генерировать ионы без вытягивания острий из расплава, то в принципе он может работать и при низких напряжениях на эмиттере.

Таким образом, можно считать установленным, что ионы в ЖМИИ образуются в анодной плазме, которая возбуждается в парах эмиттируемого материала у вершины эмиттера.

В заключение автор выражает свою благодарность фонду INTAS за финансовую поддержку этой работы.

Список литературы

- [1] Slingerland H.N., Barth J.E., Koets E. et al. // Microcircuit. Eng. Int. conf. Berlin, 1984. P. 25.
- [2] Gomer R. // Appl. Phys. 1970. Vol. 4. N 4. P. 365.
- [3] Asai T., Ito S., Eto T. et al. // Jap. Appl. Phys. 1980. Vol. 50. N 8. P. 818.

- [4] *Benassayag G., Sudraud P., Jouffrey B.* // *Ultramicroscopy*. 1985. N 16. P. 1.
- [5] *Габович М.Д.* // *УФН*. Т. 140. № 5. С. 137.
- [6] *Kingham D.R., Swanson L.W.* // *Vacuum*. 1984. Vol. 34. N 10/11. P. 941.
- [7] *Bell A.E., Swanson L.W.* // *Nucl. Instrum. and Meth.* 1985. B. 10–11. Pt. 2. P. 783.
- [8] *Kingham D.R., Swanson L.W.* // *Appl. Phys.* 1984. A. 34. P. 123.
- [9] *Kingham D.R., Swanson L.W.* // *Appl. Phys.* 1986. A. 41. P. 157.
- [10] *Bell A.E., Swanson L.W.* // *Appl. Phys.* 1986. A. 41. P. 335.
- [11] *Rudenauer F.G., Steiger W., Wieser E., Grotzschel R.* // *Vacuum*. 1985. Vol. 35. N 8. P. 315.
- [12] *Cruz C., Pouerrarei K., Wagner A.* // *J. Appl. Phys.* 1985. Vol. 58. N 7. P. 2724.
- [13] *Sikharulidze G.G.* // *Int. J. Mass Spectrom. and Ion Proc.* 1990. Vol. 96. P. 199.
- [14] *Latham R.V.* *High voltage vacuum isolation*. London: Academic Press, 1981. 192 p.
- [15] *Габович М.Д.* *Физика и техника плазменных источников ионов*. М.: Атомиздат, 1972. 404 с.
- [16] *Бурмий Ж.П., Сухарулидзе Г.Г.* // *Высококачественные вещества*. 1984. № 2. 180 с.
- [17] *Sudraud P., Colliex C., Van de Walle J.* // *J. de Phys. Lett.* 1979. Vol. 40. N 5. P. 207.
- [18] *Thompson S.P., Prewett P.D.* // *J. Phys. D*. 1984. Vol. 17. N 11. P. 2305.