

Универсальная методика экспериментального определения напряженностей испаряющих электрических полей для полевых эмиттеров ионов

© О.Л. Голубев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: O.Golubev@mail.ioffe.ru

(Поступило в Редакцию 4 июня 2015 г.)

Описывается оригинальная методика экспериментального определения величин напряженностей испаряющих полей F_{ev} для полевых эмиттеров. Методика является универсальной и пригодна для любых полевых эмиттеров, в том числе и для наноразмерных выступов, выращенных *in situ* на поверхности таких эмиттеров для усиления локализации эмиссии. Приведены примеры определения величин F_{ev} для эмиттеров из некоторых металлов, а также и проанализированы ограничения методики.

Введение

Эмиттеры заряженных частиц, использующие явление полевого испарения (полевые эмиттеры), могут представлять большой интерес как источники ионов для разнообразных электронно-лучевых приборов высокого разрешения, а также и для целей нанотехнологии. Однако для эффективного использования таких эмиттеров в приборах высокого разрешения и нанотехнологии необходимо резко повысить локализацию эмиссии. Подобное повышение локализации успешно достигается с помощью выращивания на поверхности острейного полевого эмиттера с радиусом кривизны острия обычно $r \sim 1 \mu\text{m}$ наноразмерных выступов, имеющих $r \sim 1-10 \text{ nm}$, позволяющих резко усилить *in situ* локальную величину напряженности электрического поля F и уменьшить величину углов эмиссии от $1-2 \text{ sr}$ до $n \cdot 10^3 \text{ sr}$ [1]. Как точечные источники электронов они вполне конкурентоспособны по сравнению с эмиттерами на основе единичных углеродных нанотрубок [2], как точечные источники ионов различных элементов нановыступы вообще не имеют конкурентов [3,4]. Главный принцип работы подобных ионных источников — полево испарение атомов в виде ионов с вершин нановыступов. Основной характеристикой процесса полевого испарения является величина напряженности испаряющего поля F_{ev} . Обычно для острейных эмиттеров принято определять величину F_{ev} при фиксированной скорости испарения $\nu \sim 10^{-2}$ моноатомного слоя в секунду, однако зависимость ν от F_{ev} столь велика, что процесс носит практически пороговый характер и выбор величины ν непринципиален. В настоящее время существуют два, ставших уже классическими, метода определения F_{ev} — метод Мюллера и Янга и метод Мюллера и Сакураи [5]. Не вдаваясь в подробности обоих методов, отметим следующее. Данные методы пригодны только для тугоплавких металлов и объектов, оказываются малоэффективными для нетугоплавких и неприменимы к легкоплавким объектам, поэтому ве-

личины F_{ev} экспериментально определены только для 15 элементов из примерно 50, представляющих интерес для полевых методов исследования и полевых источников заряженных частиц. В особенности эти методы непригодны для наноразмерных выступов, поскольку требуют значительного испарения выступа, а в этом случае величины F_{ev} будут характеризовать уже не столько сам выступ, а острейный эмиттер, на поверхности которого выступы вырастают. При этом сами выступы должны испаряться при более низких полях по сравнению с остриями, подобный эффект понижения F_{ev} для острий особо малых радиусов кривизны был обнаружен давно [5].

Экспериментальные результаты

В настоящей работе предлагается новый оригинальный метод определения величины F_{ev} . Метод является в принципе универсальным, он годится для любых материалов как тугоплавких, так и легкоплавких, а также и для эмиттеров любых радиусов, в случае же нановыступов метод вообще является уникальным. При этом необходимо отметить, что именно наноразмерные выступы наиболее интересны в качестве полевых эмиттеров заряженных частиц, поскольку вследствие сильной локализации эмиссии в малых телесных углах они могут служить эффективными точечными источниками заряженных частиц как электронов, так и ионов. Подобные нановыступы легко получаются посредством так называемой термополевой обработки острейного полевого эмиттера — одновременного воздействия на эмиттер сильных электрических обрабатывающих полей F_{tr} и высоких температур T , при этом количество вырастающих на поверхности эмиттера нановыступов можно регулировать, подвергая эмиттер воздействию различных комбинаций F_{tr} и T . Пример эмиссионных изображений подобных выступов показан на рис. 1. Показано изображение исходного сглаженного вольфрамового эмиттера

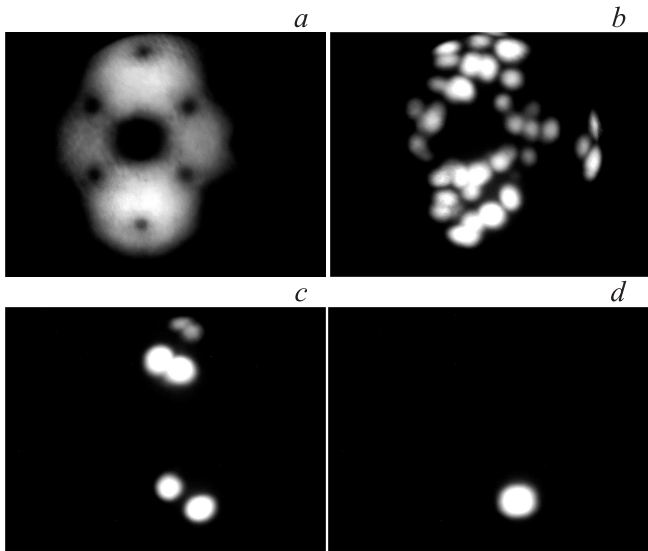


Рис. 1. Полевые электронные изображения изменений поверхности вольфрамового эмиттера в процессе термополевого воздействия. *a* — исходный эмиттер формы отжига; *b* — после воздействия при $F_{tr} = 4.45$ V/nm и $T = 1700$ К, на поверхности много нановыступов; *c* — после снижения F_{tr} до 4.13 V/nm при $T = 1700$ К осталось четыре яркоэмиттирующих нановыступа; *d* — после снижения F_{tr} до 3.80 V/nm при $T = 1700$ К остался единственный нановыступ.

с радиусом кривизны $r \sim 1 \mu\text{m}$ и углом эмиссии $\omega \sim 2$ sr. Рис. 1, *b* показывает большое количество нановыступов после воздействия F_{tr} и T . Рис. 1, *c* и *d* показывают ситуацию, когда после контролируемого снижения величины обрабатываемого электрического поля F_{tr} при определенной T на поверхности осталось 4 выступа и единственный выступ соответственно, величины радиусов кривизны для выступов $r \sim 3\text{--}5$ nm и углы эмиссии здесь $\omega \sim 0.05$ sr.

Предлагаемый метод определения величин испаряющих полей F_{ev} основан на использовании вольт-амперных эмиссионных характеристик эмиттера, простого расчета на основе теории Фаулера–Нордгейма и простого полевого электронного микроскопа, т.е. вакуумного диода, имеющего острый эмиттер-катод и анод в виде люминесцентного экрана. Заключается данный метод в следующем. Вначале для исследуемого эмиттера в автоэлектронном режиме (минус на эмиттере) снимается классическая вольт-амперная характеристика, строится характеристика Фаулера–Нордгейма в координатах $\lg(i/U^2) = f(1/U)$ [6], где i — эмиссионный ток, а U — напряжение. Наклон такой характеристики $m = 2.82 \cdot 10^7 \varphi^{3/2} / \beta$ (φ измеряется в eV, а β в 1/cm) соответствует, следовательно, отношению работы выхода φ к полювому множителю β . Определив наклон m , можно определить и полевого множителя $\beta = 1/kr$ (r — радиус острейшего эмиттера, k — коэффициент, зависящий в основном от формы эмиттера), если величина φ материала эмиттера известна. Затем

к эмиттеру прикладывается напряжение U обратной полярности величиной $U_1 = 0.5F_{tr}/\beta$, при этом величина F_{tr} — это теоретически рассчитанная величина испаряющего поля, которую нетрудно определить по известным выражениям [5,7] для любого практически материала. Величина U_1 должна быть достаточно малой, чтобы наверняка исключить полевое испарение эмиттера. После такого воздействия вновь меняется полярность приложенного напряжения на отрицательную и определяется по вышеописанной процедуре следующая величина полевого множителя β_1 и затем к острию прикладывается при смене полярности положительное напряжение $U_2 = U_1 + (0.025F_{tr}/\beta_1)$ уже большей величины. Значения коэффициентов 0.5 и 0.025, конечно, не являются критическими, просто начинать процесс нужно с величины приложенного электрического поля, когда полевое испарение гарантированно отсутствует, а увеличивать приложенное поле нужно малыми шагами; чем меньше такой шаг, тем точнее будет определена величина испаряющего поля. На первых стадиях такой обработки эмиттера величина β меняться не будет, поскольку отсутствует полевое испарение, и эмиттер форму и радиус не меняет. Такие операции по воздействию на исследуемый эмиттер последовательно возрастающим полевым напряжением $U_n = U_{n-1} + (0.025F_{tr}/\beta_{n-1})$ и определению соответствующих величин β периодически повторяются до тех пор, пока величина не начнет понижаться вследствие процесса полевого испарения, при этом понижение величины β должно быть больше погрешности ее определения. Так как понижение β может в данных условиях происходить только вследствие полевого испарения, то величина испаряющего поля будет $F_{ev} = \beta_{n-1}U_n$, где величина β_{n-1} есть последняя измеренная величина β перед ее падением, а величина U_n — первая величина U после падения величины β . Подобный экспериментальный график зависимости величин $\beta(U_n)$ для полевого испарения нановыступов,

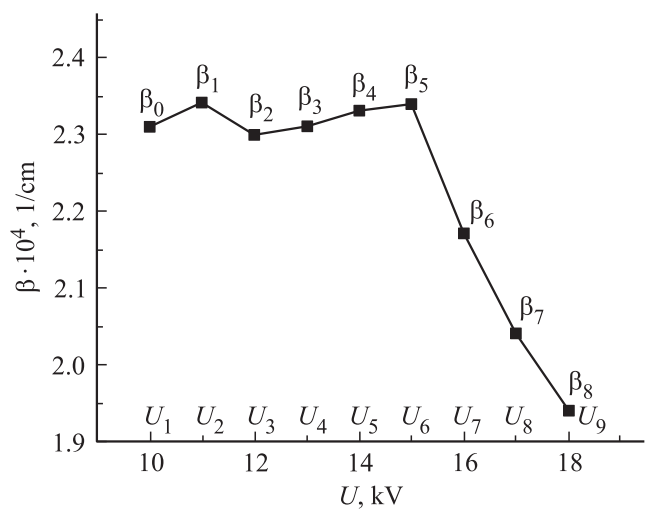


Рис. 2. Изменение величины фактора поля β_n под воздействием испаряющего напряжения U_n для нановыступа на грани (1120) рения.

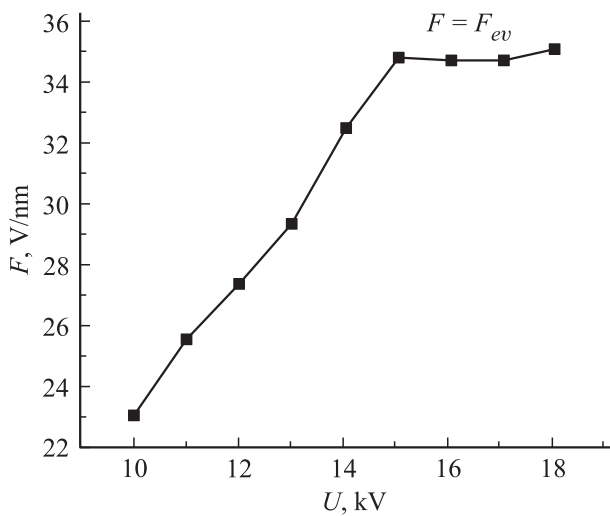


Рис. 3. Изменение величины напряженности электрического поля F_n под воздействием испаряющего напряжения U_n для наноразмерного выступа на грани (1120) рения.

выращенных на поверхности острейного эмиттера из Re, показан на рис. 2, и в этом случае величина испаряющего поля $F_{ev} = \beta_6 U_7$.

Обычно графики зависимости величин $\beta(U_n)$ выглядят как прямая линия, практически параллельная оси абсцисс с довольно резким изломом, поскольку вначале величина β в пределах погрешности практически не меняется, а потом при испарении резко падает, тогда как зависимости величин действующего у поверхности эмиттера электрического поля от приложенного напряжения $F(U_n)$ выглядят обратным образом (рис. 3 также для Re). Вначале, когда величина β не меняется и испарение отсутствует, величина F линейно возрастает с ростом приложенного U , поскольку $F = \beta U$, но когда β начинает уменьшаться вследствие испарения, то величина F при росте U не меняется, на графике рис. 3 наблюдается излом и участок роста F переходит в прямую, параллельную оси абсцисс, где $F = F_{ev}$. Понижение β здесь компенсируется ростом напряжения U , но иногда величина может и слабо падать вследствие постепенного испарения наноразмерного выступа и увеличения его радиуса.

Обсуждение результатов

Таблица демонстрирует экспериментальные данные по определению величин испаряющих полей F_{ev} для наноразмерных выступов, выращенных на некоторых металлических эмиттерах. Очевидно, что величины испаряющих полей F_{ev} для наноразмерных выступов гораздо ниже по сравнению с „большими острями-эмиттерами“ из тех же материалов вследствие уже отмечавшегося „размерного эффекта“, поскольку нановыступы особо малого радиуса кривизны содержат на поверхности больше атомов в положениях kink, т.е. в положениях

Испаряющие поля для наноразмерных выступов — полевых эмиттеров из различных металлов

Элемент	F_{ev} , V/nm, нановыступы	F_{ev} , V/nm, острья-эмиттеры	Использованная ϕ , eV
W	47–51	57	4.5
Re	36–38	48	4.2
Ir	34–37	50	5.0
Pt	28–32	48	5.3

наиболее легкого испарения у изломов монокристаллических ступеней. Показанные в таблице значительные интервалы изменения величин F_{ev} определяются не точностью определения самой величины F_{ev} , а тем, что выступы растут на разных кристаллографических участках острья и могут иметь разную структуру и размеры. При этом в процессе определения F_{ev} необходимо повышать прикладываемое напряжение малыми шагами в каждом цикле определения β . Величина повышения напряжения в каждом цикле $\delta U_n = 0.025 F_{ev} / \beta$, конечно, приближенная и может уточняться для каждого конкретного условия. Чем меньше δU_n , тем с большей точностью можно определить F_{ev} , однако слишком малые величины δU_n ведут к слишком большим временам эксперимента.

Данное рассмотрение корректно, если мы имеем на поверхности только один нановыступ, реально эмиттирующий при данном приложенном напряжении U_n , такая ситуация показана на рис. 1, *d*, или даже несколько нановыступов, если их число не меняется в процессе определения величины F_{ev} . Если же число таких выступов на поверхности меняется в процессе полевого испарения, то зависимость $\beta_n = f(U_n)$ становится достаточно сложной, однако фиксировать число реально эмиттирующих нановыступов на экране полевого электронного микроскопа не сложно, а в этом случае и

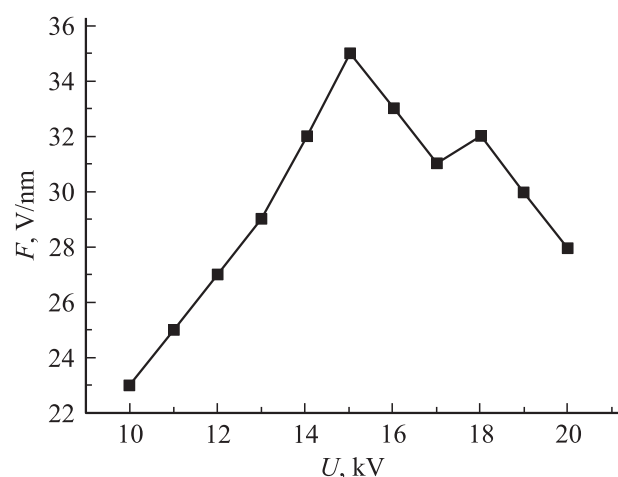


Рис. 4. Изменение величины фактора поля β_n под воздействием испаряющего напряжения U_n для наноразмерного выступа на грани (1120) рения при температуре эмиттера $T = 80$ К и $p \sim 10^{-8}$ Па.

учет изменения количества выступов на поверхности эмиттера также не представляет труда. Рассматриваемый метод в принципе позволяет определить F_{ev} при любой температуре эмиттера, однако эксперименты с нановыступами, проведенные особенно при низких $T \leq 77$ К, требуют очень хороших вакуумных условий, не хуже $p \sim 10^{-11}$ Па по активным адсорбирующимся газам. Малые нановыступы очень чувствительны к адсорбции остаточных газов и возникающему при подаче сильного электрического поля процессу полевого травления — облегченного полевого испарения атомов эмиттера под воздействием сильного поля и активных адсорбированных газов [5], поэтому попытки определить, например, величину F_{ev} при $T \leq 77$ К и вакууме $p \geq 10^{-7}$ Па (H_2 , N_2), как правило, не приводят к успеху. Рис. 4 показывает подобный график зависимости величин $\beta(U_n)$ для эмиттера с нановыступами на поверхности в случае низкого вакуума $p \sim 10^{-6}$ Па. Очевидно, что в этом случае корректно определить величину F_{ev} не представляется возможным.

Заключение

Таким образом, основные достоинства данного метода состоят в следующем: метод в принципе годится для любых проводящих материалов, величина F_{ev} может быть определена при любой температуре эмиттера, требуется лишь простейший вариант полевого электронного микроскопа и проведение для определения F_{ev} простейших операций, а также метод пригоден как для „больших острий-эмиттеров“, так и для наноразмерных выступов, для которых он является уникальным. Недостаток же метода таков: точность определения F_{ev} определяется здесь точностью описания процесса с помощью теории Фаулера–Нордгейма, не вполне корректно применять эту теорию для наноразмерных выступов с малыми радиусами кривизны $r = 2–20$ нм, поскольку, как показано в работе [8], при малых величинах $r \leq 50$ нм реальные величины F_{ev} могут быть выше экспериментально определяемых на несколько процентов. Следовательно, для наноразмерных выступов, либо даже для острий с очень малыми радиусами кривизны данный метод можно скорее назвать оценочным, хотя и уникальным. Для обычных же эмиттеров это безусловно вполне корректный метод определения величин F_{ev} , который годится для любого проводящего материала эмиттера, от W до Pb и Sn.

Работа частично поддержана грантом РФФИ (проект № 14-08-00317-а) в части модернизации системы обработки данных.

Список литературы

- [1] Голубев О.Л. // ЖТФ. 2011. Т. 81. Вып. 6. С. 113–119.
- [2] Niels De Jonge // J. Appl. Phys. 2004. Vol. 95. N 2. P. 673–681.

- [3] Голубев О.Л., Блаженков Н.М., Лаврентьев Г.Я. // ЖТФ. 2007. Т. 77. Вып. 10. С. 11–15.
- [4] Голубев О.Л., Логинов М.В. // ЖТФ. 2006. Т. 76. Вып. 9. С. 107–114.
- [5] Мюллер Э.В., Цонг Т.Т. // Полевая ионная микроскопия, полевая ионизация, полевое испарение. М.: Наука, 1980. 217 с.
- [6] Шредник В.Н. // Ненакаливаемые катоды. М.: Сов. радио. 1974. С. 165–321.
- [7] Мюллер Э., Цонг Т. // Автоионная микроскопия. М.: Металлургия, 1972. 360 с.
- [8] Rabinovich A.A. // Surf. Sci. 1978. Vol. 70. P. 181–185.