

Характеристики матричного катода из карбида кремния в предпробойных и пробойных условиях

© В.А. Морозов,¹ Н.В. Егоров,¹ В.В. Трофимов,¹ К.А. Никифоров,¹ И.И. Закиров,² В.М. Кац,¹ В.А. Ильин,³ А.С. Иванов³

¹ Санкт-Петербургский государственный университет,
199034 Санкт-Петербург, Россия

² Санкт-Петербургский государственный университет телекоммуникаций им. проф. М.А. Бонч-Бруевича,
193232 Санкт-Петербург, Россия

³ Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет „ЛЭТИ“ им. В.И. Ульянова (Ленина),
197022 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: v.morozov@spbu.ru

Поступило в Редакцию 29 ноября 2022 г.

В окончательной редакции 1 февраля 2023 г.

Принято к публикации 1 февраля 2023 г.

Исследован перспективный источник полевой электронной эмиссии на основе микроразмерных монокристаллических матричных катодов. Матричные многоострийные эмиттеры изготовлены на монокристаллических пластинах карбида кремния (0001С) 6H-SiC *n*-типа проводимости с использованием технологии двухступенчатого реактивного ионного травления в атмосфере SF₆/O₂/Ar. Для реализации предпробойных и пробойных условий работы катода использовалась экспериментальная установка на базе генератора коротких высоковольтных импульсов ГКВИ-300. Генерировалась серия наносекундных импульсов напряжения с амплитудами от 120 до 250 кВ. Для изучения характеристик матричного катода в предпробойном и пробойном состоянии пучок эмитированных автоэлектронов отделялся от ионного факела или катодной плазмы, образующейся на следующих фазах пробоя, путем постановки в межэлектродный промежуток титановой фольги толщиной 50 мкм под нулевым потенциалом. Построенные по пиковым значениям напряжения и тока, прошедшего через фольгу, вольт-амперные характеристики в координатах Фаулера–Нордгейма близки к прямолинейным. Вольт-амперные характеристики, построенные для каждого из импульсов по фронту и спаду, демонстрируют расхождение. После проведенных экспериментов катод из карбида кремния был исследован в растровом электронном микроскопе.

Ключевые слова: полевая электронная эмиссия, микроразмерный матричный катод, карбид кремния, предпробой, пробой, короткие высоковольтные импульсы.

DOI: 10.21883/JTF.2023.04.55046.257-22

Введение

В современной международной конкурентной среде, ориентированной на решение задач в области создания электронной компонентной базы (ЭКБ) не вызывает сомнений формирование в России карбидокремниевой индустрии как одного из приоритетных направлений при решении задач импортозамещения ЭКБ и обеспечения паритета в технологиях, определяющих научно-технологическую конкурентоспособность и безопасность государства [1]. В этой связи в Санкт-Петербургском государственном электротехническом университете „ЛЭТИ“ были разработаны карбидокремниевые автоэмиссионные структуры, сформированные различными технологическими приемами [2].

Важнейшим элементом всякого электровакуумного прибора является источник электронов (катод). Эффективные катоды с полевой эмиссией до настоящего времени являются предметом интенсивных исследований [2–5]. Карбид кремния может быть отнесен к перспективным материалам автоэмиссионной электроники и, в первую очередь, благодаря высоким значениям

теплопроводности и механической прочности. Дополнительным достоинством SiC следует считать его устойчивость к химическим и радиационным воздействиям. Перечисленные обстоятельства позволяют прогнозировать создание на основе карбида кремния микрокатодов с полевой эмиссией, сочетающих высокую плотность тока эмиссии, стабильность эмиссионных характеристик и приемлемые невысокие значения напряженности электрического поля начала эмиссии, что важно с практической точки зрения.

Совокупность преимуществ автоэлектронных катодов, в том числе и рассматриваемых, обуславливает перспективность их использования в различных электронных приборах, для эффективной работы которых проводятся эмиссионные исследования катодов [6–10].

В настоящей работе исследуется перспективный источник полевой электронной эмиссии на основе микроразмерных монокристаллических матричных катодов [2]. Как было сказано выше, карбид кремния имеет множество преимуществ для применения в качестве материала эмиссионных источников: высокие значения модуля упругости

(и, как следствие, жесткость конструкции) и стабильность рельефа поверхности; высокие значения теплопроводности, позволяющие значительно расширять диапазон рабочих температур; критическая напряженность электрического поля порядка 2 MV/cm , как важный аспект во избежание перехода к взрывной эмиссии. Монолитная структура карбидокремниевых матричных катодов способствует стабильности полевой эмиссии, так как отсутствуют слабые места в виде интерфейсов между наноструктурами и подложкой, негативно влияющих на способность выдерживать воздействие вибрационных нагрузок, пондеромоторных сил, тепловое воздействие и т.п. Актуальным является исследование экстремальных режимов работы данного катода, таких как режим взрывной эмиссии (предпробойные и пробойные условия).

1. Экспериментальная установка и методика эксперимента

Для изучения предпробойных и пробойных явлений использовалась экспериментальная установка на базе генератора коротких высоковольтных импульсов ГКВИ-300 (рис. 1) со следующими параметрами: энергия $W = 9\text{--}125 \text{ J}$, амплитуда напряжения $U = 120\text{--}250 \text{ kV}$, длительность импульса напряжения $\tau = 30\text{--}100 \text{ ns}$. Используемый в экспериментах матричный катод выполнен в виде прямоугольной пластины с размерами $5 \times 5 \times 1 \text{ mm}$, прикрепленной к цилиндрическому стержню. Матричные многоострийные эмиттеры изготовлены в „ЛЭТИ“ на монокристаллических пластинах карбида кремния (0001C) $6H\text{-SiC}$ n -типа проводимости с использованием технологии двухступенчатого реактивного ионного травления в атмосфере $\text{SF}_6\text{O}_2/\text{Ar}$ [2]. Двухстадийные по технологии изготовления микроразмерные матричные структуры имеют двухмасштабную детализацию рабочей поверхности: верхние грани постаментов в форме параллелепипедов с основанием $10 \times 10 \mu\text{m}$ с шагом $10 \mu\text{m}$ представляют детали первого масштабного

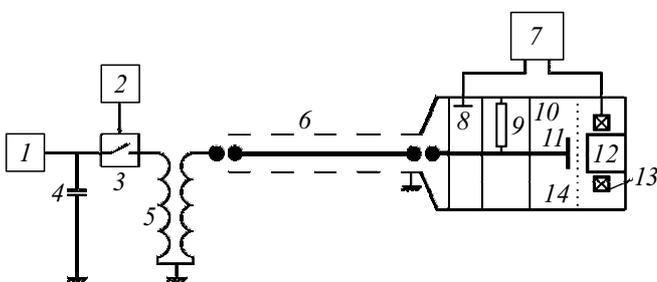


Рис. 1. Схема экспериментальной установки: 1 — зарядное устройство, 2 — схема управления разрядником, 3 — разрядник, 4 — конденсатор, 5 — импульсный трансформатор, 6 — формирующая линия, 7 — осциллограф, 8 — емкостной делитель, 9 — нагрузочное сопротивление, 10 — вакуумная камера, 11 — катод, 12 — коллектор электронов, 13 — пояс Роговского, 14 — титановая фольга.

уровня, на которых отдельные эмиссионные центры создаются за счет мелких острий — деталей второго масштабного уровня.

В экспериментах с помощью емкостного делителя напряжений измерялся импульс напряжения, прикладываемого между электродами, а с помощью пояса Роговского измерялся ток.

В работе [11] были рассмотрены четыре фазы формирования тока при вакуумном пробое: первая фаза — предпробойная, которая состоит в нагреве эмиттера автоэмиссионным током, вторая фаза — взрывное разрушение эмиттера и резкое возрастание тока, третья фаза — сравнительно медленное возрастание тока, обусловленное эмиссией электронов из катодной плазмы, четвертая фаза — рост тока после перемыкания плазмой вакуумного зазора. В работе [12] показано, что время запаздывания пробоя, определяемое первой и второй фазами, составляет единицы наносекунд (что соответствует [9]), а основное время запаздывания определяется третьей фазой — это время пролета катодной плазмы при пробое промежутка катод–анод (ее скорость составляет $(0.22\text{--}1.43) \cdot 10^5 \text{ m/s}$ [12]). Время задержки разряда пробоя — это и есть в основном время прохождения плазмы до анода, причем широкий диапазон изменения скорости плазмы определяется интенсивностью электрического поля между катодом и анодом, а также состоянием поверхности электродов [12].

В ходе эксперимента, проведенного на большом межэлектродном промежутке порядка 13 mm в импульсном режиме, были зарегистрированы все фазы развития пробоя. Приведенный на рис. 2 импульс — это первая и вторая фазы пробоя вместе. Поскольку основной интерес в настоящей работе представляют характеристики исследуемого матричного катода в предпробойном и пробойном состоянии, то было необходимо отделить пучок эмитированных автоэлектронов первой и второй фаз от ионного факела или катодной плазмы, образующейся на следующих фазах пробоя. Для этого в межэлектродный промежуток помещалась титановая фольга (рис. 1) толщиной $50 \mu\text{m}$ под нулевым потенциалом, через которую коэффициент прохождения автоэлектронов составляет ~ 10 , а катодная плазма практически не проходит.

2. Результаты экспериментов и их обсуждение

2.1. ВАХ многоострийного плоского катода из карбида кремния

В результате проведения экспериментов в диапазоне изменения амплитуд напряжений от 120 до 250 kV было зарегистрировано 6 осциллограмм импульсов напряжений и токов. Одна из характерных осциллограмм представлена на рис. 2.

По амплитудам импульсов построены вольт-амперные характеристики (ВАХ) в общепринятых координатах (рис. 3) и координатах Фаулера–Нордгейма (рис. 4).

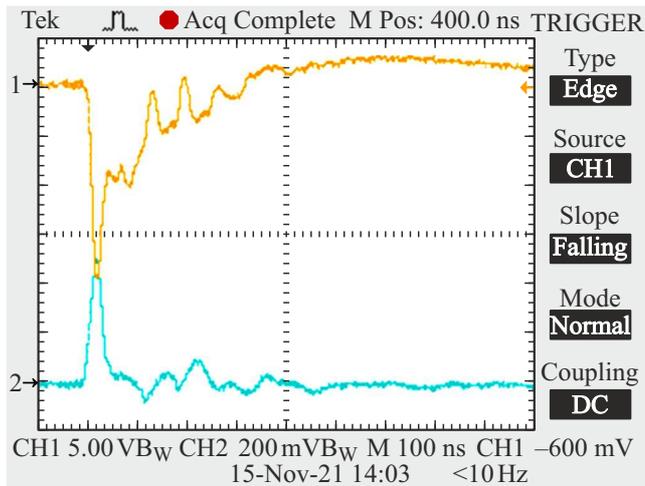


Рис. 2. Характерные осциллограммы импульсов напряжения 1 и тока 2.

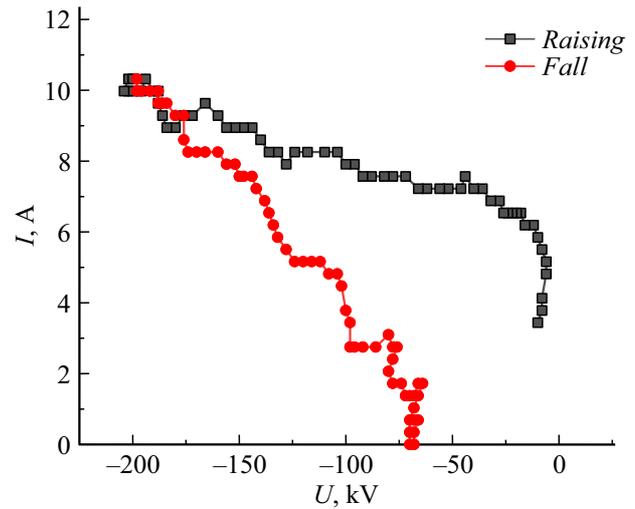


Рис. 5. Типичная ВАХ одного импульса.

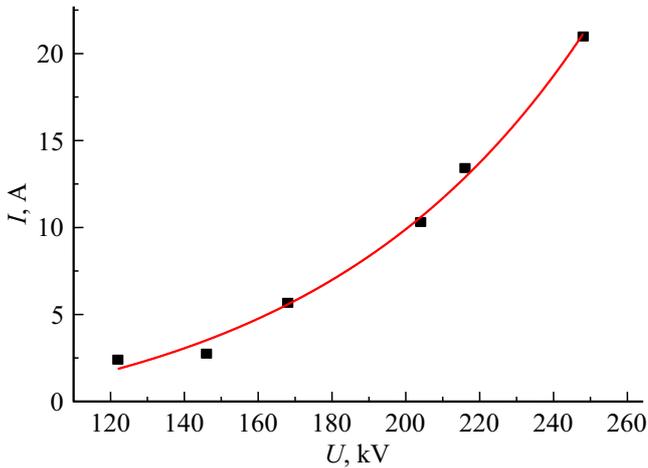


Рис. 3. ВАХ.

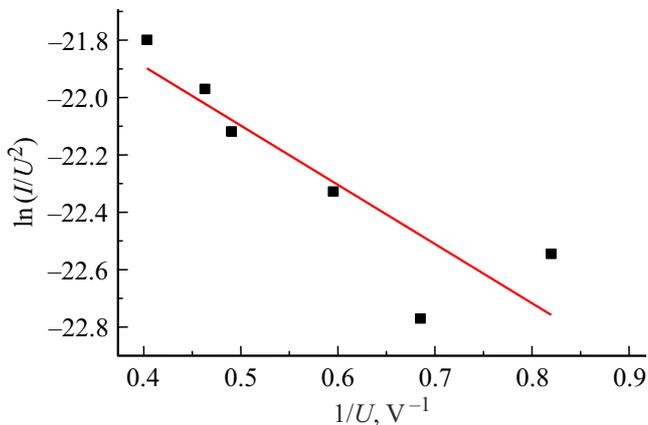


Рис. 4. ВАХ в координатах Фаулера–Нордгейма.

Отметим, что ВАХ, построенная в координатах Фаулера–Нордгейма, имеет вид, близкий к прямолинейному.

Был проведен анализ и построены ВАХ для каждого из шести измеренных импульсов напряжения и тока по фронту и спаду импульсов. На рис. 5 приведены данные характеристики для одной пары импульсов напряжения и тока.

Анализ характеристик показывает их расхождение между возрастающей и ниспадающей ветвями. Можно предположить, что, если бы во время возрастания напряжения на фронте импульса никаких изменений в морфологии матрицы не произошло, ВАХ для фронта и спада импульсов совпали. Однако по факту они не совпадают, что дает основание говорить об обратном, т.е. свидетельствовать об изменении условий на рабочей поверхности катода на фронте импульса, включая морфологию. Этот факт отражен в работе [13].

2.2. Исследование матрицы карбида кремния в растровом электронном микроскопе (РЭМ)

После проведенных экспериментов катод из карбида кремния был исследован с помощью РЭМ (Zeiss Merlin с электронной колонной GEMINI-II на основе автоэмиссионного катода и полностью безмасляной вакуумной системой, причем в измерениях были задействованы два детектора вторичных электронов: детектор Эверхарта–Торнли SE2 и внутрилинзовый детектор In-Lens). На рис. 6,а приведен общий вид матрицы после эксперимента, видны следы взрывов и изменение морфологии поверхности. На рис. 6,б наблюдаются следы изменения структуры матрицы, которые затрагивают не только поверхность пьедесталов с микроостриями, но и проникают вглубь основной подложки. На рис. 6,с приведен кратер, который мог возникнуть в результате взрывной электронной эмиссии. Взрывная эмиссия в некоторых областях может

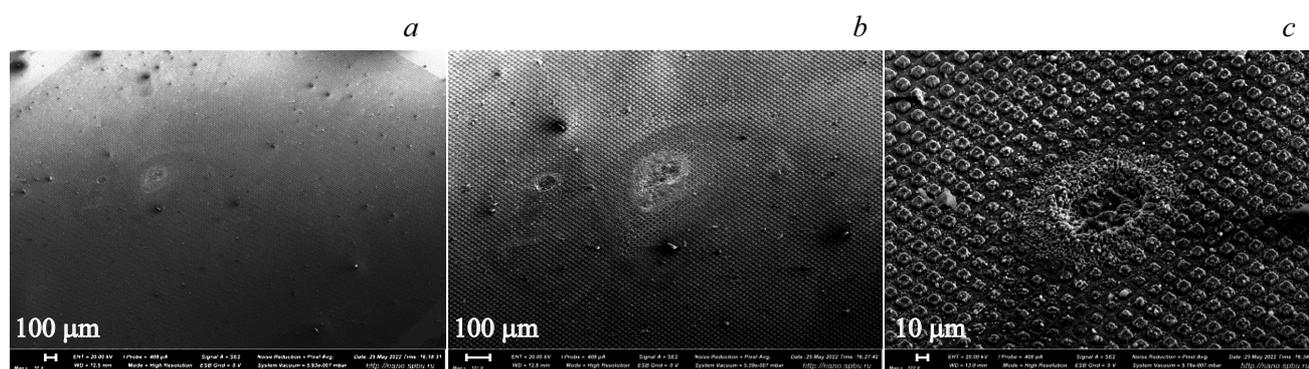


Рис. 6. РЭМ изображение матрицы карбида кремния после эксперимента: *a* — общий вид матрицы; *b* — следы изменения морфологии поверхности на матрице; *c* — увеличенное изображение кратера. Параметры режима измерений: ускоряющее напряжение 20 kV, ток пучка 408 pA, детектор вторичных электронов Эверхарта–Торли SE2 (здесь и далее, если не указано другое).

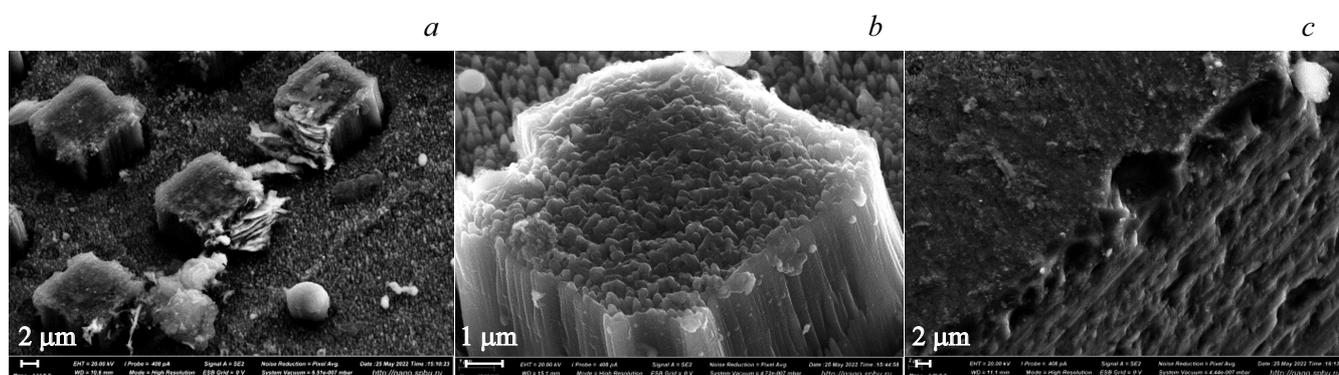


Рис. 7. РЭМ изображение элементов матрицы карбида кремния после эксперимента: *a* — пример расслоения пьедестала с микроостриями; *b* — пример сохранения структуры рабочей поверхности на пьедестале; *c* — кромка матрицы.

свидетельствовать о том, что в этих областях присутствовали либо сильные отклонения от средних значений величин микроострий, либо имело место локальное изменение свойств матрицы в результате воздействия распыленных частиц. Эти частицы распылялись катодной плазмой из титановой фольги, служившей для ее отсечения, или из устройства для крепления фольги. Подтверждением последнему служили обнаруженные на поверхности матрицы следы титана и нержавеющей стали.

На рис. 7, *a* приведен пример, где видно расслоение эмитирующих пьедесталов с микроострийными структурами. Рис. 7, *b* иллюстрирует пример сохранения рабочей структуры. При этом достаточно высокий процент пьедесталов сохраняет исходную морфологию, но видно „затупление“ микроострий на пьедесталах. На рис. 7, *c* приведен снимок края матрицы. На нем также видно закругление первоначально острых кромок, скорее всего вызванных разложением материала катода в ходе эмиссии электронов (карбид кремния любой политипной модификации не имеет фазы плавления; температура разложения 2830°C).

Рассмотрев РЭМ изображения матрицы из карбида кремния, можно сделать вывод о том, что во время эксперимента работала и кромка матрицы, и ее поверхность. При макроскопическом межэлектродном расстоянии на краю матричного катода происходит усиление напряженности электрического поля (результаты моделирования диодной конфигурации представлены, например, в работе [10]), которое сказывается на всех более мелких масштабных уровнях. Поэтому повышенное значение плотности эмиссионного тока ожидается в области краевых, и особенно, угловых постаментов (деталей первого масштабного уровня) на рабочей поверхности матрицы. Подтверждение этому обнаружилось на РЭМ изображении угловой области катода (рис. 8). Во-первых, угловой постамент и соседний слева с ним имеют различие по высоте в 1–2 μm, поэтому вследствие экранировки поля более высокими соседями на верхней грани более низкого постамента сохранились эмиссионные острия второго масштабного уровня (почти в неизменном состоянии, как и на подложке; причем в детекторе In-Lens, данная грань выглядит более светлой, т. е. контраст изображения подчеркивает

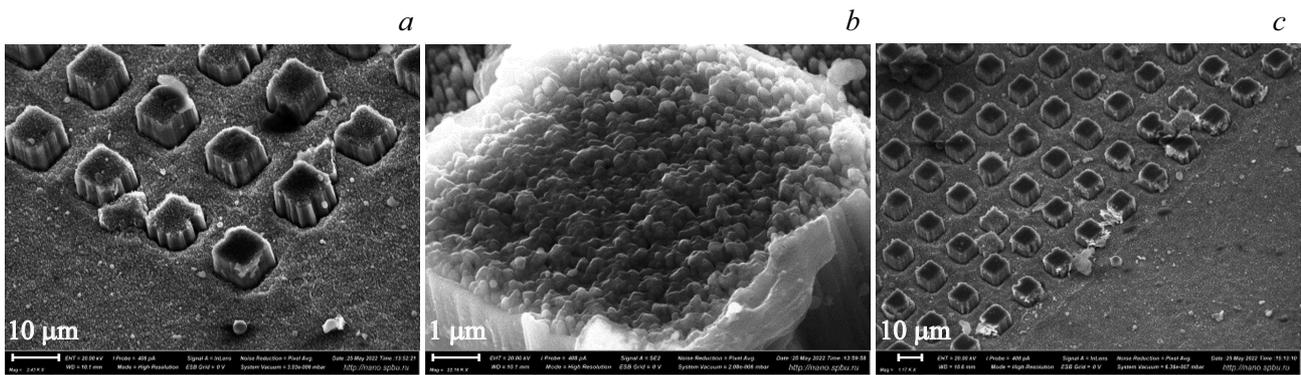


Рис. 8. РЭМ изображение угловой области матрицы: *a* — сглаженная верхняя грань углового элемента первого масштабного уровня выглядит более темной, чем поверхность подложки и соседнего слева низкого элемента, при использовании внутрилинзового детектора вторичных электронов In-Lens; *b* — остатки эмиссионных острий второго масштабного уровня на верхней грани углового элемента; *c* — сглаженные верхние грани выглядят более темными (детектор In-Lens).

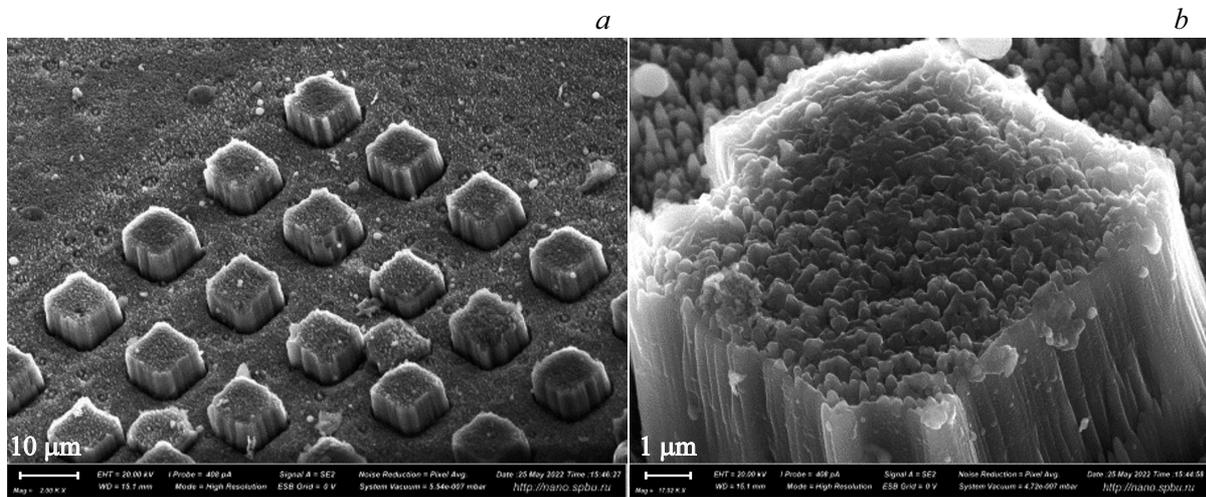


Рис. 9. РЭМ изображение противоположного угла матрицы: *a* — общий вид окрестности углового элемента первого масштабного уровня, *b* — сглаживание острий второго масштабного уровня на верхней грани углового элемента.

разницу в морфологии, так как данный детектор изображает более темным цветом более гладкую поверхность, рис. 8, *a*).

Во-вторых, на подложке вблизи углового эмиттера видна частица шарообразной формы, а более детальное изображение (рис. 8, *b*) верхней грани углового эмиттера демонстрирует наличие шариков и на сглаженных вершинах „острий“. Кроме того, подобные частицы замечены и в других частях матрицы (рис. 8, *c*). Химический состав обнаруженных шарообразных частиц был изучен по методу рентгеноспектрального микроанализа (результаты см. ниже).

РЭМ изображение противоположного (по диагонали) угла матрицы (рис. 9, *a*) показывает схожую картину: наблюдается сохранение эмиссионных острий второго масштабного уровня на верхних гранях более низких постаментов, в то время как на более высоких поста-

ментах, в том числе на угловом, произошло скругление острий (рис. 8, *b* 9, *b* для сравнения).

2.3. Рентгеноспектральный микроанализ (РСМА)

С помощью детектора системы энергодисперсионного рентгеновского элементного микроанализа (EDX, Oxford Instruments INCA x-act) в том же микроскопе Zeiss Merlin проводился экспресс-анализ элементного состава образца.

Рассмотрим результаты РСМА, проведенного в окрестности углового элемента, показанного на рис. 8. Спектры 1–8 снимались в узлокальной области (не совсем в точке, так как проникновение зондирующего электронного пучка при ускоряющем напряжении SEM 20 kV происходит на глубину 1–7 μm внутрь мате-

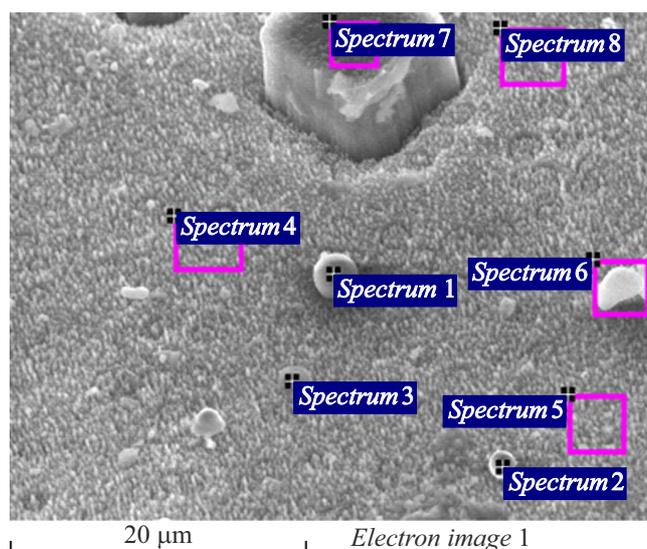


Рис. 10. Расположение областей измерения PCMA спектров вблизи углового эмиссионного элемента, показанного на рис. 8.

риала), а также в более широкой области, как показано на рис. 10.

По частице на подложке спектр 1 показывает большое количество кислорода (O — 68.41 at.%) и наличие алюминия (Al — 27.05 at.%), т.е. шарообразная частица, возможно, состоит из окисленного алюминия, а некоторое количество Si и C детектируется с подложки из-за проникновения электронного пучка вглубь материала (при точечном измерении нельзя не учитывать данное проникновение по этой и другим мелким частицам). Имеется также молибден 0.35 at.% (либо сера, так как в PCMA данные элементы схожи, но появление серы маловероятно в вакуумной технике).

По другой частице на подложке спектр 2 показывает наличие титана (Ti — 3.15 at.%), большое количество железа (Fe — 25.36 at.%) и меди (Cu — 1.32%). Титан расплылся частицами (и даже тонкой пленкой, как видно по спектру 4) — возможно, из титановой фольги, используемой для отсечения плазменного факела, а Fe 0.02 at.%, вероятно, появился из нержавеющей стали от элементов вакуумной камеры.

Спектр 3 показывает также наличие молибдена 0.18 at.% (или серы).

Спектр 4 снят по окрестности чистой подложки (без видимых осажденных частиц): обнаружено пониженное содержание кремния по сравнению с углеродом (Si — 19.30 at.% и C — 68.18 at.%, хотя в объеме карбида кремния этих атомов должно быть поровну, но, вероятно, при повышенной температуре на поверхности происходит частичная графитизация, так как кремний покидает кристаллическую решетку при испарении), и есть также Ti, расплывший тонкой пленкой (без видимых частиц) и Fe (предположение о происхождении этих элементов изложено выше).

Спектр 6 по частице неправильной формы показывает, как и у шариков, наличие алюминия и кислорода. Кроме того, имеется Na, K, Ca, что могло возникнуть от какого-то внешнего загрязнения (отсутствие углерода, характерного для большинства загрязнений, является следствием, скорее всего, ошибки измерений или алгоритмов обработки данных).

Спектр 7 снят на верхней грани углового эмиттера по области сглаженных острий: выделяется малое содержание кислорода (O — всего 5.76 at.%, т.е. минимум по сравнению с другими спектрами), а кремний и углерод присутствуют примерно в том же количестве, что и в других спектрах (в том числе, как и на подложке).

Спектр 8 снят на подложке под тем же углом, что и спектр 7, чтобы проверить, что малое количество детектируемого кислорода в спектре 7 не связано с большим углом обзора исследуемой поверхности (вблизи края поля зрения детектора рентгеновского излучения). На подложке кислород детектируется в два раза больше, чем на сглаженных остриях, следовательно, при сглаживании произошло удаление окисленной поверхности с высоким содержанием кислорода и выходом на поверхность неокисленного карбида кремния (из объема острий).

Заключение

1. Исследовано функционирование матричного катода на основе карбида кремния в условиях предпробоя и пробоя в режиме коротких высоковольтных импульсов в диапазоне амплитуд напряжения 120–250 kV.

2. Построены ВАХ матричного катода.

3. Анализ ВАХ, построенных по фронту и спаду импульсов напряжения и тока, выявил их расхождение, что может косвенно свидетельствовать об изменении рабочей поверхности катода, включая ее морфологию, на фронте импульса напряжения.

4. Изменения структуры матрицы затронули не только поверхность пьедесталов, но и проникли вглубь основной подложки. Исследуемый катод работал в режиме взрывной эмиссии и переход к ней происходил на наиболее высоких остриях или по углам пластины.

5. Во время эксперимента работала и кромка матрицы и ее поверхность, что видно на изображении угловой области катода. Также наблюдается достаточно высокий процент сохранения эмиссионных острий второго масштабного уровня на верхних гранях более низких постаментов, в то время как на более высоких постаментах, в том числе на угловом, произошло скругление острий, скорее всего вызванное разложением материала в ходе эмиссии электронов.

6. На поверхности подложки карбида кремния обнаружено наличие титана, который расплылся из титановой фольги, используемой для отсечения плазменного факела.

7. На подложке кислород детектируется в два раза большем количестве, чем на сглаженных остриях, следовательно, при сглаживании произошло удаление окисленной поверхности с высоким содержанием кислорода и выход на поверхность не окисленного карбида кремния из объема острий.

Благодарности

Исследование проведено с использованием оборудования междисциплинарного ресурсного центра Научного парка СПбГУ „Нанотехнологии“ (<http://nano.spbu.ru/>) (проект № 20-07-01086).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] В.В. Лучинин. Наноиндустрия, **4** (65), 78 (2016). DOI: 10.22184/1993-8578.2016.66.4.40.50 [V. Luchinin. Nanoindustry, **4** (65), 78 (2016). DOI: 10.22184/1993-8578.2016.66.4.40.50]
- [2] A.V. Afanasyev, B.V. Ivanov, V.A. Plyin, A.F. Kardo-Sysoev, M.A. Kuznetsova, V.V. Luchinin. Mater. Sci. Forum, **740–742**, 1010 (2013). DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.740-742.1010
- [3] M.-G. Kang, H.J. Lezec, F. Sharifi. Nanotechnology, **24**, 065201 (2013). DOI: 10.1088/0957-4484/24/6/065201
- [4] J.H. Choi, L. Latu-Romain, E. Bano, F. Dhalluin, T. Chevolleau, T. Baron. J. Phys. D: Appl. Phys., **45**, 235204 (2012). DOI: 10.1088/0022-3727/45/23/235204
- [5] L. Latu-Romain, M. Ollivier, V. Thiney, O. Chaix-Pluchery, M. Martin. J. Phys. D: Appl. Phys., **46**, 092001 (2013). DOI: 10.1088/0022-3727/46/9/092001
- [6] R. Wu, K. Zhou, J. Wei, Y. Huang, F. Su, J. Chen, L. Wang. J. Phys. Chem. C, **116** (23), 12940 (2012). DOI: 10.1021/jp3028935
- [7] H.C. Lo, D. Das, J.S. Hwang, K.H. Chen. Appl. Phys. Lett., **83**, 1420 (2003). DOI: 10.1063/1.1599967
- [8] И.Д. Евсиков, С.В. Митько, П.Ю. Глаголев, Н.А. Дюжев, Г.Д. Демин. ЖТФ, **90** (11), 1931 (2020). DOI: 10.21883/JTF.2020.11.49986.136-20 [I.D. Evsikov, S.V. Mit'ko, P.Yu. Glagolev, N.A. Djuzhev, G.D. Demin. Tech. Phys. **65** (11), 1846 (2020). DOI:10.1134/S1063784220110067]
- [9] Н.В. Егоров, Е.П. Шешин. Автоэлектронная эмиссия. Принципы и приборы (Издат. дом Интеллект, Долгопрудный, 2011), 704 с. [N. Egorov, E. Sheshin. Field emission electronics. Springer Series in Advanced Microelectronics (2017), v. 60. DOI: 10.1007/978-3-319-56561-3]
- [10] К.А. Никифоров, Н.В. Егоров, М.Ф. Сайфуллин. ЖТФ, **85** (11), 55 (2015). [Nikiforov, K.A., Egorov, N.V. Saifullin, M.F. Tech. Phys. **60** (11), 1626 (2015). DOI: 10.1134/S1063784215110225]
- [11] Г.К. Карцев, Г.А. Месяц, Д.И. Проскуровский, В.П. Ротштейн, Г.Н. Фурсей. ДАН СССР, **192** (2), 309 (1970). [G.K. Kartsev, G.A. Mesyats, D.I. Proskurovskii, V.P. Rotshtein, G.N. Fursei. Soviet Phys. Dokl., **15**, 475 (1970).]
- [12] V.A. Morozov, A.A. Lukin, G.G. Savenkov, I.A. Oskin. 2015 International Conference „Stability and Control Processes“ in Memory of V.I. Zubov (SCP) (2015), p. 177–179. DOI: 10.1109/SCP.2015.7342084
- [13] N. Egorov, E. Sheshin, Carbon-Based Field Emitters: Properties and Applications, in Vacuum Electron Sources, ch. 10, G. Gärtner, W. Knapp, R.G. Forbes, Eds. (Springer, 2020)