## 11 Высокополевое формирование многоигольчатых полевых эмиттеров

© Т.И. Мазилова, С.А. Котречко, А.А. Мазилов, Н.И. Маслов, Е.В. Саданов, И.М. Михайловский

Национальный научный центр "Харьковский физико-технический институт" НАНУ, Харьков, Украина Институт металлофизики НАНУ, Киев-142, Украина E-mail: mikhailovskij@kipt.kharkov.ua

## Поступило в Редакцию 22 ноября 2011 г.

С помощью методов полевой ионной и электронной микроскопии продемонстрирована возможность повышения эффективности формирования полевых источников с развитой эмитирующей поверхностью путем использования явления испарения в сильных электрических полях, стимулированного активными газами. Процесс формирования является самосогласованным и завершается по достижению равенства локальных факторов поля над вершинами эмиттеров, независимо от первоначального распределения их по радиусам кривизны и локальным факторам взаимной экранировки.

В последние годы широкое применение вакуумных наноэлектронных устройств повысило интерес к разработке высокоэффективных полевых эмиттеров, связанный с возможностью их применения в качестве активных элементов различного типа ионно- и электронно-оптических устройств [1-5]. Общей тенденцией является создание технологий изготовления все более низковольтных эмиттеров, что обеспечивается в основном за счет уменьшения радиусов эмитирующих острий вплоть до нанометрового диапазона. Для получения значительных ионных и электронных токов применяются полевые источники с развитой поверхностью, в частности многоигольчатые наноэмиттеры. Основные трудности при практическом использовании таких источников связаны с неоднородностью эмиссии [6]. Из-за локального взаимного экранирования средний ток с одного эмиттера уменьшается с увеличением их количества и суммарный эмиссионный ток не пропорционален числу эмиттеров в пакете. Существующие высокополевые методы понижения дисперсии локальных факторов поля в многоигольчатых структурах основаны на самосогласованном изменении радиусов кривизны у вершины

81

эмиттеров в соответствии с условиями их взаимного экранирования [5]. Эффективность использования этих методов существенно ограничена возможностью механического разрушения эмиттеров и инициирования электрического пробоя в процессе полевого испарения [7]. В данной работе продемонстрирована возможность повышения эффективности высокополевого формирования поверхности эмиттеров путем использования явления полевого испарения, стимулированного активными газами [8].

Эксперименты проводились в двухкамерном полевом эмиссионном микроскопе, позволяющем визуализировать поверхность эмиттеров в ионном и электронном режимах [9]. Изображения регистрировались микроканальным детектором, связанным с люминесцентным экраном. Давление остаточных газов в камере составляло 10<sup>-6</sup> Ра. С целью разделения эмиссионых изображений отдельных острийных эмиттеров производилось сжатие электронных пучков путем помещения многоигольчатого источника в однородное магнитное поле 0.8-1.5 Т. Эмиттеры изготовливались электрохимическим травлением в 1N водном растворе едкого натра. Полевой эмиссионый источник выполнялся в виде линейной сборки игольчатых эмиттеров, приравненных точечной сваркой к танталовой пластине с шагом 2 mm. Средний разброс по высоте эмиттеров составлял ±1 mm. Исходные радиусы кривизны у вершины эмиттеров лежали в интервале 7-15 nm. Средний разброс значений локальных коэффициентов усиления электрического поля превышал 50%.

Для снижения дисперсии факторов усиления поля и формирования атомно-гладкой поверхности эмиттеров применялась методика низкотемпературного полевого испарения [5]. Методика основана на экспоненциальной зависимости скорости испарения вершин эмиттеров от напряженности электрического поля. Выравнивание локальных факторов поля многоигольчатых эмиттеров осуществлялось путем повышения напряжения до значения, обеспечивающего достижение напряженности испаряющего поля на поверхности эмиттеров с наибольшими радиусами кривизны. При этом преимущестенно испарялись наиболее выступающие и/или наиболее острые эмиттеры в сборке. Этот процесс является самосогласованным и завершается по достижению равенства локальных факторов поля над вершинами эмиттеров, независимо от первоначального распределения их по радиусам кривизны и локальным факторам взаимной экранировки. Этот метод предполагает создание

на вершинах острий сверхсильных полей напряженностью, превышающей  $5.7 \cdot 10^{10}$  V/m, генерирующих механические напряжения, близкие к теоретическому пределу прочности материала [8]. В результате происходит разрушение части эмиттеров и возникает дополнительная неоднородность эмиссии по поверхности сборки. В данной работе для подавления этого эффекта использовано явление снижения напряженности электрического поля испарения в присутствии химически активных газов [10,11].

Вольфрамовый многоострийный эмиттер помещали в вакуумную камеру и после откачки до 10<sup>-6</sup> Ра напускали азот до давления в интервале 10<sup>-4</sup>-10<sup>-2</sup> Ра, стимулирующий полевое испарение. После этого осуществлялся подъем напряжения в интервале 0-25 kV со скоростью 10-100 V/s. При этом напряженность электрического поля увеличивалась до значения, соответствующего порогу стимулированного полевого испарения для острий с минимальным значением фактора усиления поля. Механические напряжения, возникающие на вершинах обрабатываемых полевым испарением острий, уменьшались вследствие снижения напряженности поля за счет газового стимулирования процесса полевого испарения. В процессе такой обработки происходило увеличение радиусов кривизн и соответственно снижение локальных коэффициентов усиления поля наиболее острых и наименее экранированных эмиттеров. Процесс обработки полевым испарением, стимулированным активным газом, прекращается по достижении напряжения, соответствующего порогу испарения для острий с минимальным значением фактора усиления поля. В результате обработки выравнивались факторы усиления поля всех эмиттеров в пакете, что обеспечивало съем одинаковой плотности полевого эмиссионного тока с каждого эмиттера и повышение за счет этого коэффициента использования поверхности полевого источника.

Процесс стимулированного полевого испарения вольфрамовых эмиттеров осуществляется в широком интервале напряженностей электрического поля (14–57 V/nm). Как следует из рис. 1, зависимость скорости стимулированного полевого испарения вольфрамовых эмиттеров от давления азота носит пороговый характер: наблюдается резкое возрастание скорости испарения при парциальном давлении азота ~ 10<sup>-3</sup> Ра. При напряженности поля 44 V/nm и давлении 10<sup>-2</sup> Ра скорость стимулированного полевого испарения достигает 10 атомных слоев в секунду. На рис. 2, *а* и *b* приведены полевые ионные изображения вольфрамового эмиттера с радиусом кривизны 17 nm после



Рис. 1. Зависимость скорости стимулированного полевого испарения вольфрамовых эмиттеров при напряженности поля 44 V/nm от давления азота.

испарения в высоком вакууме при напряженности поля 57 V/nm и после стимулированного испарения в парах азота при давлении  $8\cdot 10^{-3}\,\text{Pa}$  и напряженности поля 32 V/nm. Как следует из сопоставления этих изображений, в результате стимулированного полевого испарения происходит частичное нарушение регулярности расположения поверхностных атомов. Электронные изображения поверхности после формирования эмиттеров в высоком вакууме и в парах азота практически неотличимы (рис. 2, с и d). Таким образом, регистрируемая ионно-микроскопически при стимулированном испарении полевая эрозия поверхности (рис. 2, а и b) не оказывает влияния на полевую электронную эмиссию. Это может быть связано с тем, что масштаб нарушения атомной топографии поверхности существенно меньше ширины барьера Шоттки. На поверхности острий, сформированных стимулированным полевым испарением, отсутствуют микровыступы, которые могли бы служить концентраторами механических напряжений при нагружении их электрическими полями или при контактном взаимодействии с поверхностью [8]. Последнее получило подтверждение в экспериментах с использованием изготовленных таким образом атомно-гладких острий в качестве контактных



**Рис. 2.** Полевые эмиссионные изображения вольфрамового эмиттера, сформированного полевым испарением: ионные изображения исходного эмиттера после испарения в высоком вакууме (*a*), после стимулированного испарения в парах азота при давлении  $8 \cdot 10^{-3}$  Pa (*b*) и соответствующие им электронные изображения (*c*) и (*d*).

игл в микростриповых детектора [12]. Зондирующая игла помещалась по центру контактного окна размерами около  $40 \times 50 \,\mu$ m. Проколов окисный слой, острие иглы осуществляет омический контакт со слоем металла толщиной порядка нескольких микрометров, нанесенного на поверхность полупроводникового изделия. Применение атомно-гладких острий позволило обеспечить устойчивый контакт и его механическую стабильность.

Полевые электронные изображения квазилинейной сборки восьми игольчатых эмиттеров в магнитном поле 1.2 T приведены на рис. 3, a-c. В результате полевого испарения в высоком вакууме ( $10^{-6}$  Pa) при



**Рис. 3.** Механическая устойчивость эмиттеров: a — полевое электронное изображение сборки после полевого испарения при 12.0 kV; b — после испарения при 14.0 kV; c — стимулированное полевое испарение; d — доля не разрушившихся эмиттеров при полевом испарении: I — в высоком вакууме, 2 — при давлении азота  $2 \cdot 10^{-3}$  Ра и 3 — при  $8 \cdot 10^{-3}$  Ра.

подъеме напряжения от 0 до 12.0 kV вклад в полевую эмиссию дают 6 из 8 эмиттеров (рис. 3, *a*). В процессе подъема напряжения до 14.0 kV произошло разрушение двух эмиттеров (рис. 3, *b*), отмеченных стрелкой на рис. 3, *a*. Высокополевая обработка испарением в парах азота при давлении  $8 \cdot 10^{-3}$  Ра не приводила к разрушению аналогичных сборок вольфрамовых эмиттеров. В результате стимулированного полевого испарения, как следует из эмиссионного изображения на рис. 3, *c*, эмитируют все восемь острий, т. е коэффициент использования источника равен единице.

На рис. 3, *d* приведены результаты механических испытания вольфрамовых игольчатых эмиттеров в условиях испарения в сильных электрических полях в высоком вакууме (1) и в парах азота при давлении  $2 \cdot 10^{-3}$  Pa (2) и  $8 \cdot 10^{-3}$  Pa (3). Кумулятивная доля не разрушившихся игольчатых эмиттеров существенно зависит от их радиуса кривизны. Наблюдается порог разрушения при радиусе кривизны эмиттеров ~ 20 nm. Прочность игольчатых нанокристаллов поперечником до 40 nm превышает уровень механических напряжений, генерируемых электрическим полем. Наличие порога разрушения, повидимому, связано с бездефектностью нанокристаллов, вызванной выходом на поверхность дислокаций под действием сил изображения и механических напряжений. При больших радиусах кривизны при испарении эмиттеров в высоком вакууме значительная часть эмиттеров разрушается (рис. 3, *d*, кривая 1). При высокополевой формировке в режиме стимулированногои испарения при давлении азота 2 · 10<sup>-3</sup> PA сущестенно уменьшалась вероятность разрушения эмиттеров (рис. 3, d, кривая 2), что связано со снижением напряженности испаряющего поля с 57 до 44 V/nm. Повышение давления паров азота до  $8 \cdot 10^{-3}$  Pa и соответствующее снижение напряженности поля испарения до 3 2 V/nm уменьшают вероятность разрушения эмиттеров практически до нуля (рис. 3, d, крива 3). Таким образом, предложенный метод самосогласованного формирования полевых источников с развитой эмиссионной поверхностью позволяет достичь 100%-й результативности использования острийных эмиттеров. Достижение такой эффективности формирования полевых источников известными методами является технологически весьма затруднительным либо вообще практически невозможным.

Авторы благодарны А.С. Бакаю, Р.З. Бахтизину и В.А. Ивченко за обсуждение результатов и полезные советы.

Работа выполнена при поддержке программ "Фундаментальные проблемы наноструктурных систем, наноматериалов, нанотехнологий" НАН Украины, проект № 15/11-Н и "Нанотехнологии и наноматериалы", проект № 1.1.1.48.

## Список литературы

- Chang C.C., Kuo H.S., Hwang I.S., Tsong T.T. // Nanotechnology. 2009. V. 20. P. 115401 (6 p).
- [2] Голубев О.Л. // Письма в ЖТФ. 2009. Т. 35. В. 12. С. 18–24.
- [3] Соминский Г.Г., Сезонов В.Е., Саксеев Д.А., Тумарева Т.А. // ЖТФ. 2011. Т. 81. В. 6. С. 104–108.
- [4] Бернацкий Д.П., Павлов В.Г. // Письма в ЖТФ. 2011. Т. 37. В. 24. С. 35-41.
- [5] Великодная О.А., Гурин В.А., Гурин И.В., Колосенко В.В., Ксенофонтов В.А., Михайловский И.М., Саданов Е.В., Буколов А.Н., Мазилов А.А. // Письма в ЖТФ. 2007. Т. 33. В. 13. Р. 90–94.
- [6] Schwoebel P.R., Spindt C.A., Holland C.E., Panitz J.A. // J. Vac. Sci. Technol. B. 2001. V. 19. N 2. P. 582–584.
- [7] Mikhailovskij I.M., Wanderka N., Storizhko V.E., Ksenofontov V.A., Mazilova T.I. // Ultramicroscopy. 2009. V. 109. P. 480–485.
- [8] Miller M.K., Cerezo A., Hetherington M.G., Smith G.D.W. Atom-probe field ion microscopy. Oxford: Oxford University, 1996. 509 p.
- [9] Mikhailovskiy I.M., Sadanov E.V., Mazilova T.I., Ksenofontov V.A., Velicodnaja O.A. // Phys. Rev. B. 2009. V. 80. P. 165404 (7 p).
- [10] Форбс Р.Г., Луговская Е.И., Мазилов А.В., Мазилова Т.И., Михайловский И.М. Патент Украины № 66188. Зарегистрирован 15.08.06.
- [11] Rezeq M., Pitters J., Wolkow R. Patent US № 7431856 B2. 07.10.08.
- [12] Маслов N., Kulibaba V., Potin S., Starodubtsev A., Kuijer P., de Haas A.P., Perevertailo V. // Nuclea Physics B (Proc. Suppl). 1999. V. 78. P. 689–694.