

12;13;15

Экспериментальное определение напряженностей испаряющих электрических полей для наноразмерных полевых эмиттеров ионов

© О.Л. Голубев

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

Поступило в Редакцию 16 июля 2014 г.

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

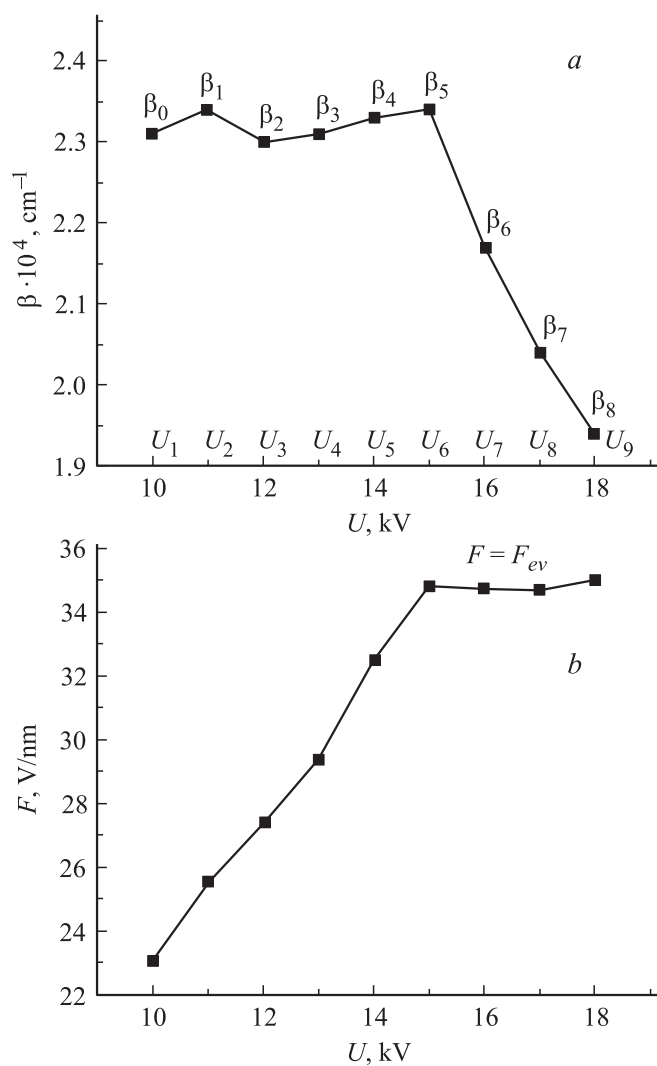
Эмиттеры заряженных частиц, использующие явление полевого испарения (полевые эмиттеры), могут представлять большой интерес как источники ионов для разнообразных электронно-лучевых приборов высокого разрешения, а также и для целей нанотехнологии. Однако для эффективного использования таких эмиттеров в приборах высокого разрешения и нанотехнологии необходимо резко повысить локализацию эмиссии. Подобное повышение локализации успешно достигается с помощью выращивания на поверхности острейшего 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 сотых долей 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 — поленое испарение атомов в виде ионов с вершин нановыступов. Основной характеристикой процесса полевого испарения является

величина напряженности испаряющего поля F_{ev} . Обычно для острийных эмиттеров принято определять величину F_{ev} при фиксированной скорости испарения $v \sim 10^{-2}$ монослоя в секунду, однако зависимость v от F_{ev} столь велика, что процесс носит практически пороговый характер и выбор величины v 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 величины F_{ev} экспериментально определены примерно только для 15 элементов из 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, сколько острийный эмиттер, на поверхности которого выступы вырастают. При этом сами выступы должны испаряться при более низких полях по сравнению с остриями, эффект понижения F_{ev} для острий особо малых r был обнаружен давно [5].

В данной 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, для нановыступов он является уникальным. Метод основан на использовании вольт-амперных эмиссионных характеристик эмиттера, несложного расчета на основе теории Фаулера–Нордгейма и простого полевого электронного микроскопа, т.е. вакуумного диода, имеющего острийный 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, на основании которой 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 полевному множителю β . Определив наклон m , можно определить и исходный полевой множитель эмиттера $\beta_0 = 1/kr$ (r — радиус острийного эмиттера, k — коэффициент, зависящий в основном от формы эмиттера), если величина φ материала эмиттера

известна. Затем к эмиттеру прикладывается напряжение U обратной полярности величиной $U_1 = 0.5F_{tr}/\beta_0$, при этом величина F_{tr} — это теоретически рассчитанная величина испаряющего поля, которую нетрудно определить по известным выражениям [5,7] практически для любого 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 , затем к острию прикладывается при смене полярности положительное напряжение $U_2 = U_1 + (0.025F_{tr}/\beta_1)$ уже большей величины и определяется таким же образом величина β_2 . 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 положительным 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 , приложение которой вызывает падение величины β . Подобный график зависимости величин $\beta_n(U_n)$ для полевого испарения нановыступов Re показана на рисунке, *a*, где $F_{ev} = \beta_5 U_6$.

Обычно графики зависимости величин $\beta(U_n)$ выглядят как прямая линия, практически параллельная оси абсцисс с довольно резким изломом, т.е. вначале величина β не меняется, а потом резко падает, тогда как зависимость величины действующего у поверхности эмиттера электрического поля от приложенного напряжения $F(U_n)$ выглядит обратным образом (также для Re, см. рисунок, *b*). Вначале, когда величина β не меняется и испарение отсутствует, величина F линейно возрастает с ростом приложенного U , поскольку $F = \beta U$, но



Изменение величины фактора поля β_n (a) и напряженности электрического поля F_n (b) под воздействием испаряющего напряжения U_n для наноразмерного выступа на грани (11 $\bar{2}$ 0) рения.

Испаряющие поля для наноразмерных выступов

Элемент	F_{ev} , V/nm		Использованная φ , (eV)
	нановыступы	острия-эмиттеры [7]	
W	47–51	57	4.5
Re	36–38	48	4.2
Ir	34–37	50	5.0
Pt	28–32	48	5.3

когда β начинает уменьшаться вследствие испарения, то величина F при росте U не меняется, на графике 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 слабо падать вследствие испарения наноразмерного выступа и увеличения его радиуса.

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 „остриями-эмиттерами“ из тех же материалов вследствие уже отмечавшегося „размерного эффекта“, поскольку выступы малого радиуса кривизны содержат на поверхности больше атомов в положениях kink, т.е. в положениях наиболее легкого испарения у изломов монокристаллических ступеней. Интервалы величин определяются не точностью определения самой величины, а тем, что выступы растут на разных кристаллографических участках острия и могут иметь разную структуру и размеры. При этом 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 эмитирующий при данном приложенном напряжении U_n . Если число таких выступов на поверхности меняется в процессе полевого испарения, то зависимость $\beta_n = f(U_n)$ становится достаточно сложной и корректно определить величину испа-

ряющего поля затруднительно. Однако фиксировать число реально эмитирующих нановыступов на экране полевого электронного микроскопа не сложно, а в этом случае и учет изменения количества выступов на поверхности эмиттера также не представляет труда. Рассматриваемый метод в принципе позволяет определить F_{ev} при любой температуре T эмиттера, однако эксперименты с нановыступами при $T \leq 77$ К требуют очень хороших вакуумных условий, не хуже $p \sim 10^{-11}$ Торр по активным адсорбирующимся газам. Малые нановыступы очень чувствительны к адсорбции остаточных газов и возникающему при этом процессу полевого травления, и попытки определить F_{ev} при $T \leq 77$ К и вакууме $p \geq 10^{-9}$ Торр приводят к ошибкам.

Следовательно, основные достоинства данного метода состоят в следующем: метод годится для любых материалов, величина F_{ev} может быть определена при любой температуре эмиттера, требуется лишь простейший вариант полевого электронного микроскопа и проведение для определения F_{ev} несложных операций, и 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, а не вполне корректно применять эту теорию для наноразмерных выступов с малыми радиусами кривизны $r = 2\text{--}20$ nm, поскольку, как показано в работе [8], при величинах $r \leq 50$ nm реальные величины F_{ev} могут быть выше определяемых на несколько процентов. Следовательно, для наноразмерных выступов либо даже острий с очень малыми радиусами кривизны данный метод можно, скорее, назвать оценочным, хотя и уникальным. Для обычных же эмиттеров — это, безусловно, метод определения величин F_{ev} , который годится для любого материала эмиттера, от W до Pb и Sn.

Работа частично поддержана РФФИ (проект № 14-08-00317-а).

Список литературы

- [1] Голубев О.Л. // ЖТФ. 2011. Т. 81. В. 6. С. 113–119.
- [2] Niels De Jonge // J. Appl. Phys. 2004. V. 95. N 2. P. 673–681.
- [3] Голубев О.Л., Блащенко Н.М., Лаврентьев Г.Я. // ЖТФ. 2007. Т. 77. В. 10. С. 11–15.
- [4] Голубев О.Л., Логинов М.В. // ЖТФ. 2006. Т. 76. В. 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. V. 70. P. 181–185.