

Сравнение методов обработки вольт-амперных характеристик многоострийного полевого катода

© А.Г. Колосько, С.В. Филиппов, Е.О. Попов

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
Санкт-Петербург, Россия

E-mail: agkolosko@mail.ru

Поступила в Редакцию 12 мая 2023 г.

В окончательной редакции 4 октября 2023 г.

Принята к публикации 30 октября 2023 г.

Проводится анализ экспериментальных вольт-амперных характеристик многоострийного нанокompозитного полевого катода на основе углеродных нанотрубок. Анализ позволяет рассчитать эффективные оценки ключевых параметров автоэлектронной эмиссии — коэффициента усиления поля и площади эмиссии. Представлено сравнение нескольких методов обработки данных, которые включают в себя способы выбора диапазона напряжения на вольт-амперной характеристике для построения линии тренда, подходы к усреднению характеристик, а также применение различных координат для аппроксимации.

Ключевые слова: полевая эмиссия, координаты FN, линия тренда, эффективные параметры.

DOI: 10.61011/FTT.2023.12.56749.5126k

Сравнение характеристик разнородных полевых катодов является ключевым элементом процесса оптимизации технологии их изготовления. Характеризация обычно заключается в регистрации вольт-амперных характеристик (ВАХ) и получения из них с помощью линии тренда эффективных параметров (ЭП): коэффициент усиления поля (γ) и площадь эмиссии (A). Определение ЭП осложнено рядом эффектов. Первый эффект — нестабильность эмиссионных свойств. Даже при условии стабильности общего уровня тока, в регистрируемом сигнале наблюдаются шумы, связанные с измерительной системой и с адсорбционными процессами на поверхности катода в вакуумной камере. Эти же шумы приводят к нестабильности формы ВАХ во времени и ее неровности [1,2]. Второй эффект — зависимость ЭП от выбора участка ВАХ. Особенно это характерно для ВАХ, форма которой существенно отклоняется от выбранного закона полевой эмиссии. Такое отклонение может быть связано как с адсорбатами [1,2], так и с тем, что катод состоит из множества эмиссионных центров разных форм и взаимного расположения [3]. Иногда искривление ВАХ и его шумового хвоста настолько сильно, что проведение линии тренда приводит к огромной погрешности в анализе [4,5]. В таком случае необходимо выделять прямолинейный участок ВАХ [6]. Третьим эффектом является зависимость результата анализа экспериментальной ВАХ от выбранных координат: применяются первичные координаты I vs U (IU), координаты Фаулера–Нордгейма $\ln(I/U^2)$ vs $1/U$ (FN), координаты Миликена–Лоритсена $\ln I$ vs $1/U$ (ML) [7,8], а также координаты Мерфи–Гуда [9].

Отметим, что в случае многоострийных полевых катодов к трудностям экспериментального определения ЭП добавляется также трудность их теоретического определения. Известно, что построение линии тренда в

классических полулогарифмических координатах даже к идеальной ВАХ одноострийного модельного эмиттера, например, в виде „полусфера на цилиндре“ не позволяет с высокой точностью восстановить теоретические параметры такие, как коэффициент усиления поля на вершине (γ_0) и условная площадь эмиссии ($A_0 = I/J_0$, где J_0 — плотность тока на вершине). Эта погрешность существенно вырастает при анализе катода, состоящего из множества таких эмиттеров. Более того для нахождения теоретических ЭП реального многоострийного катода необходимо знать точную геометрию его поверхности, что в случае нанокompозитных эмиттеров практически невозможно.

Задачей настоящей работы является решение вопроса выбора метода оценки ЭП многоострийного полевого катода. Сравнение методов было произведено на примере исследования реального катода на основе углеродных наночастиц. Критериями были близость друг к другу получаемых оценок, а также величина погрешности их измерения. Новизной работы можно считать представление и сравнение различных методов анализа ВАХ, каждый из которых является доступным и применимым на практике.

Экспериментальная установка представляет собой комплексный стенд с многоканальной регистрацией характеристик [10]. Специально разработанная программа позволяет строить ВАХ в режиме реального времени, а также записывать их в файл и воспроизводить в режиме эмуляции [11]. ВАХ измерялись в т.н. „быстром режиме“: сканирование образца полусинусоидальными импульсами напряжения длительностью 20 ms, амплитуда напряжения $U_m = 1840 \pm 2.5$ V. За один импульс регистрировалась одна ВАХ, состоящая из 1000 точек. Участок для анализа выбирался от точки с номером N_1 до точки с номером N_2 . Номер первой точки мы

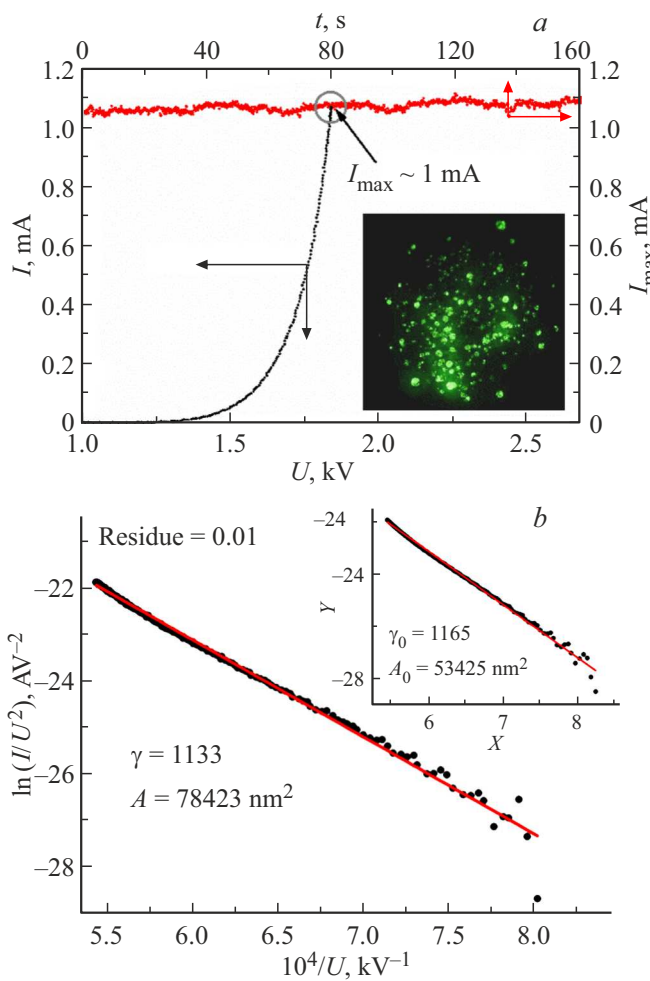


Рис. 1. Экспериментальные данные для полевого катода УНТ/ПС, классический анализ: *a*) мгновенная ВАХ (падающее напряжение) и зависимость уровня тока от времени (кружок указывает момент времени, где была зарегистрирована ВАХ), на вставке — профили импульсов напряжения и тока; *b*) ВАХ в координатах FN (выбор участка ВАХ по принципу заданного отклонения Residue = 0.01, анализ линии тренда в координатах ES), на вставке — такой же анализ для усредненной во времени ВАХ.

фиксировали так, чтобы она находилась рядом с пиком эмиссионного тока ($N_1 = 430$). Номер второй точки выбирался одним из способов, которые будут рассмотрены ниже.

Образец представлял собой наноккомпозит „многостенные углеродные нанотрубки в полимерной матрице полистирола“ (УНТ/ПС), нанесенный на металлическую подложку диаметром 1 см. Катод располагался на расстоянии $d = 370 \mu\text{m}$ от плоского металлического анода такого же диаметра в вакууме ($\approx 1 \cdot 10^{-7}$ Torr). Процесс изготовления описан в работе [20]. Согласно паспорту УНТ (марка Tuball, от производителя Ltd OcSiAl, Новосибирск) являются одностенными с длиной $\sim 10 \mu\text{m}$.

На рис. 1, *a* показаны измеренные характеристики катода: временная зависимость амплитуды импульсов

тока (верхняя точка ВАХ — I_{max}), экспериментальная ВАХ в центре временного диапазона в координатах IU и FN. Также представлена картина распределения эмиссионных центров, полученная с помощью полевого проектора с люминесцентным экраном.

На рис. 1, *b* показан результат анализа с помощью классического приближения ES с построением линии тренда по методу наименьших квадратов. Выбор участка соответствует Residue = 0.01 (среднеквадратичное отклонение ВАХ от линии тренда).

Приближение Елинсона–Шредника (ES) дает формулу для эмиссионного тока [9]:

$$I = A \cdot (a_{FN}/1.1)\varphi^{-1} \exp(1.03b_{FN}c_S^2\varphi^{-1/2})d^{-2} \times U^2 \exp(-0.95b_{FN}\varphi^{3/2}d/(\gamma U)), \quad (1)$$

где A — площадь эмиссии [m^2], a_{FN} и b_{FN} — первая и вторая константы Фаулера–Нордгейма, c_S^2 — константа Шоттки, $\varphi = 4.6 \text{ eV}$ — работа выхода эмиттера.

Построение линии тренда типа $y = a + bx$ в координатах FN ($Y = \ln I/U^2$, $X = 1/U$) позволяет найти ЭП катода по наклону b_{fit} и отсечке a_{fit} :

$$\gamma = -d \cdot B_\varphi / b_{fit}, \quad (2)$$

$$A = \exp[a_{fit}](b_{fit})^2 / (A_\varphi B_\varphi^2), \quad (3)$$

где введены

$$A_\varphi = 1.4\varphi^{-1} \exp(10.17\varphi^{-1/2}) \text{ и } B_\varphi = 6.49 \cdot 10^9 \varphi^{3/2}.$$

В результате применения формул (2) и (3) к ВАХ на рис. 1 были получены следующие значения ЭП: $\gamma = 1133$ и $A = 78423 \text{ nm}^2$. Эти параметры мы возьмем за базовые для сравнения с другими вариантами анализа экспериментальных ВАХ.

Зарегистрированные ВАХ обладают шумовой составляющей. Рассмотрим методы усреднения, направленные на уменьшение влияния шумов на оценку ЭП. Первым вариантом является усреднение ВАХ во времени (MEAN-IVC). В управляющую программу встроено модуль, который производит накопление и усреднение значений тока и напряжения, получаемых для каждой из 1000 точек оцифровки импульса. Результат анализа ВАХ в режиме усреднения представлен на вставке рис. 1, *b*. Отметим, что усреднение ВАХ делает ее более гладкой, что позволяет выбирать более длинный фрагмент ВАХ для анализа. Вторым вариантом усреднения является накопление и статистический анализ ЭП (MEAN-EFF). На рис. 2 представлены временные зависимости γ и A и их диаграммы разброса. Значения коэффициента усиления поля γ , определенные с помощью этих двух методов оказались достаточно близки друг к другу (для MEAN-IVC $\gamma_0 = 1165$ и для MEAN-EFF $\gamma_{\text{mean}} = 1169$, $\sigma_{\gamma-\text{mean}} = 40$).

Площадь эмиссии рассчитывается путем помещения величины отсечки линии тренда в степень экспоненты, поэтому она обладает повышенной чувствительностью

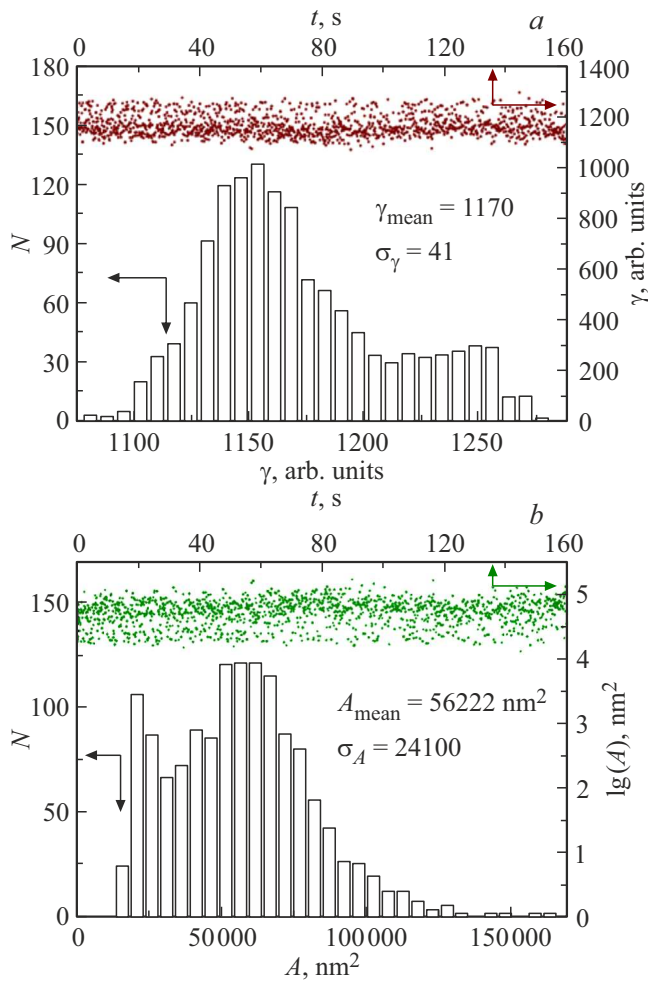


Рис. 2. Стохастические флуктуации эффективных параметров, найденных по линии тренда к ВАХ-ФН, с выборкой участка анализа по методу Residue = 0.01.

к шумам и другим отклонениям в форме ВАХ от идеальной экспоненты приближения ES. У обоих методов усреднения она отличается сильнее, чем коэффициент усиления (для MEAN-IVC $A_o = 53425 \text{ nm}^2$, а для MEAN-EFF $A_{\text{mean}} = 57432 \text{ nm}^2$), однако и среднее квадратическое отклонение ее флуктуаций достаточно велико $\sigma_{A-\text{mean}} = 24633 \text{ nm}^2$. Многочисленные исследования показывают, что такой большой разброс в оценке эффективной площади при обработке экспериментальных данных в целом характерен для полевых катодов (например, [12]).

Рассмотрим методы выбора участка ВАХ для анализа. Первый — метод фиксированного отклонения (FixRes): отсечение шумового хвоста ВАХ так, чтобы среднеквадратичное отклонение от линии тренда Residue было равно заданной величине (рис. 1, b). Второй метод — метод фиксированного напряжения (FixUmin): ограничение шумового хвоста заданным уровнем напряжения U_{min} . Третий метод — метод фиксированной длины (FixNum): фиксация числа точек ΔN в падающей ветке ВАХ, т.е.

времени начала t_1 и конца t_2 . Критерии выбора нижней точки участка ВАХ были выбраны так, чтобы для всех трех методов эти точки были близки друг к другу и находились возле границы уровня шумов сигнала эмиссионного тока: Residue = 0.01, $U_{\text{min}} = 1200 \text{ V}$ и $N_2 = 580$.

На рис. 3, a представлены профили импульсов тока и напряжения и отмечены точки, ограничивающие шумовой хвост ВАХ тремя описанными выше методами (для наглядности значения Residue, U_{min} и ΔN на рисунке выбраны так, чтобы курсоры были различимы).

Статистический анализ (по методу MEAN-EFF) позволил получить ЭП для этих трех способов. Результаты приведены в таблице.

Во всех методах γ был найден с точностью $\sim 5\%$, но наименьший разброс дал FixNum. Величина A имеет гораздо большую погрешность, чем γ , около 50%, но и для нее самым точным из методов оказался FixNum.

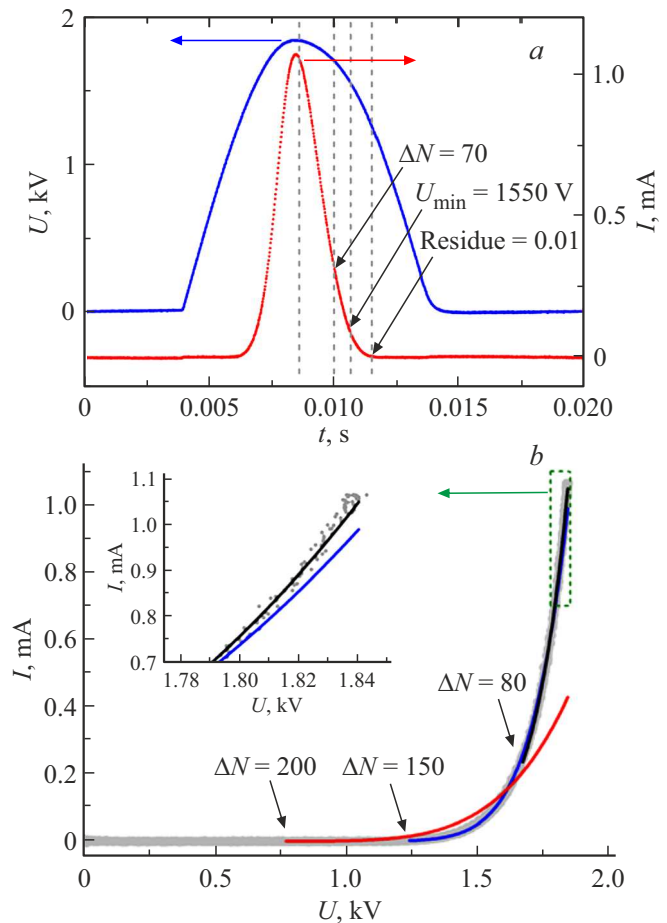


Рис. 3. Выбор участка и аппроксимация ВАХ: a) профили импульсов тока и напряжения с указанием точек, ограничивающих шумовой хвост ВАХ для произвольных значений параметров Residue, U_{min} и ΔN , b) аппроксимация ВАХ в координатах IU для выбранного отрезка $\Delta N = N_2 - N_1 = 80, 150, 200$ (концы диапазонов — точки N_2 указаны стрелками). На вставке — увеличенная вершина ВАХ; b) гистограммы флуктуаций эффективных параметров для $\Delta N = 80$ и 150.

Результаты оценки ЭП разными методами

Метод анализа участка ВАХ	Выбор участка	γ	σ_γ	A, nm^2	σ_A, nm^2
Одна ВАХ в координатах FN	FixRes Residue = 0.01	1133	–	78423	–
Усреднение ВАХ MEAN-IVC в координатах FN	FixRes Residue = 0.01	1165	–	53425	–
Усреднение ЭП MEAN-EFF в координатах FN	FixRes Residue = 0.01	1169	40	57432	24633
Усреднение ЭП MEAN-EFF в координатах FN	FixUmin $U_{\min} = 1200 \text{ V}$	1172	49	59589	38951
Усреднение ЭП MEAN-EFF в координатах FN	FixNum $N_2 = 580$	1175	34	51907	21448

Рассмотрим применение различных видов координат для построения линии тренда. Анализ мгновенной ВАХ в координатах FN был проведен нами выше (см. рис. 1, *b*). Другим вариантом является применение координат ML ($\ln I$ vs $1/U$). Аппроксимация ВАХ в этом случае производится зависимостью $y = a - 2 \ln(x) + b \cdot x$, которая соответствует приближению ES (см. (2)), а расчет γ и A по найденным a и b производится по тем же формулам (2) и (3). Третьим вариантом является применение первичных координат IU. Аппроксимация такого графика имеет экспоненциальный вид $y = x^2 \exp(a + b/x)$ и такой же расчет γ и A по формулам (2) и (3).

Для сравнения все три типа координат FN, ML и IU были применены для мгновенной ВАХ на отрезке одной и той же длины ($N_1 = 430$, $N_2 = 580$). Аппроксимирующие ВАХ совпали с большой точностью, дав практически одинаковые ЭП $\gamma = 1175.07$ и $A = 51907 \text{ nm}^2$. Таким образом, выбор координат на величину ЭП не влияет.

Особенностью применения экспоненциальной линии тренда в координатах IU является то, что она позволяет включить в анализ точки ВАХ, которые находятся в шумовом хвосте и благодаря флуктуациям иногда принимают значение тока меньше нуля. Аппроксимация в других координатах (FN или ML) из-за применения логарифма требует либо убирать такую ВАХ из анализа, либо удалять такие точки из группы.

Обычно экспериментаторы не задаются вопросом об изменении ЭП при выборе других участков ВАХ (если только при каком-то напряжении наклон ВАХ не меняется резко) и нижнюю точку диапазона N_2 выбирают как можно ближе к нулевым значениям эмиссионного тока.

Непрямолнейность экспериментальной ВАХ в координатах FN приводит к тому, что увеличение (уменьшение) диапазона выборки, т.е. сдвиг точки N_2 в сторону более низких (высоких) напряжений дает сильное изменение значений ЭП: коэффициент γ растет (уменьшается), а площадь A падает (увеличивается), при этом отклонение аппроксимации от верхней части ВАХ растет (уменьшается). Например для ВАХ, полученной

методом MEAN-EFF при задании $N_2 = 510, 580, 630$ значения ЭП в координатах IU составляют: $\gamma = 1021, 1175, 1868$ и $A = 352510, 51907, 241 \text{ nm}^2$. На рис. 3, *b* показаны соответствующие аппроксимационные кривые, где видно их сильное расхождение.

Этот эффект был показан нами на примере расчета ЭП многоострийного кремниевого эмиттера [13]. А искривление ВАХ может быть объяснено наличием двухкомпонентного распределения эмиссионных центров по коэффициенту усиления поля [14]. Двухкомпонентное распределение требует применения аппроксимации, состоящей из двух кривых с двумя наборами ЭП, однако на сегодняшний день этот подход не автоматизирован и почти не применяется экспериментаторами.

Отметим, что полученные в данной работе ЭП (см. таблицу) вполне соответствуют теоретическим представлениям о полевых катодах с УНТ. Коэффициент усиления $\gamma \sim 1000$ вполне ожидаем для единичной УНТ. А площадь эмиссии одной УНТ A_1 можно получить, разделив эффективную площадь эмиссии катода ($A \sim 50000 \text{ nm}^2$) на число эмиссионных центров. Это число можно примерно оценить по картине полевого проектора, где наблюдается ~ 500 эмиссионных центров. Тогда $A_1 = 100 \text{ nm}^2$. Из работы [15] следует, что эффективная площадь эмиссии, полученная с применением приближения Елинсона–Шредника в координатах FN для физической модели УНТ, может в два раза превышать условную площадь. С другой стороны, там же было показано, что условная площадь зависит от безразмерного поля и в нашем диапазоне полей это примерно половина от площади сечения УНТ. Таким образом эффективную площадь одной УНТ можно связать с радиусом УНТ: $A_1 = \pi \cdot r^2$. Тогда радиус УНТ $r \sim 5.6 \text{ nm}$. Это превышает допустимый радиус одностенных УНТ (1 nm), и может быть связано как с погрешностью проведенных измерений, так и с наличием на поверхности катода включений из многостенных УНТ.

Итак, на примере обработки экспериментальных данных нанокompозитного катода мы показали и сравнили различные методы проведения анализа ВАХ. Два

различных метода усреднения сигналов MEAN-EFF и MEAN-IVC дали достаточно близкие оценки. Таким образом, эти методы взаимозаменяемы. Методы выделения участка ВАХ для анализа FixRes, FixUmin и FixNum показали близкий разброс параметров, однако самым точным представился FixNum с фиксацией временного интервала. Три типа координат IU, FN и ML показали практически одинаковые результаты, и, хотя IU позволяет включать шумовую составляющую в анализ, рекомендуется ограничить выборку пороговым напряжением, ниже которого в сигнале превалирует шум и появляются отрицательные значения токов.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] F. Giubileo, A. Di Bartolomeo, A. Scarfato, L. Iemmo, F. Bobba, M. Passacantando, S. Santucci, A.M. Cucolo. *Carbon* **47**, 4, 1074 (2009).
- [2] V. Guglielmotti, E. Tamburri, S. Orlanducci, M.L. Terranova, M. Rossi, M. Notarianni, S.B. Fairchild, B. Maruyama, N. Behabtu, C.C. Young, M. Pasquali. *Carbon* **52**, 356 (2013).
- [3] H.S. Jang, H.R. Lee, D.H. Kim. *Thin Solid Films* **500**, 1–2, 124 (2006).
- [4] L. Velasquez-Garcia. 43rd AIAA/ASME/SAE/ASEE Joint Propulsion Conference & Exhibit. USA, Cincinnati (08–11 July, 2007) OH, 5255-1.
- [5] K.L. Aplin, B.J. Kent, W. Song, C. Castelli. *Acta Astronautica* **64**, 9–10, 875 (2009).
- [6] S. Park, H.C. Kim, M.H. Yum, J.H. Yang, C.Y. Park, K. Chun, B. Eom, *Nanotechnology* **19**, 44, 445304-1 (2008).
- [7] M.M. Allaham, R.G. Forbes, A. Knápek, D. Sobola, D. Burda, P. Sedlak, M.S. Mousa. *Mater. Today Commun.* **31**, 103654-1 (2022).
- [8] D.P. Bernatski, V.G. Pavlov. *Tech. Phys.* **52**, 12, 1592(2007).
- [9] E.O. Popov, A.G. Kolosko, S.V. Filippov. *Tech. Phys. Lett.* **46**, 17, 838 (2020).
- [10] E.O. Popov, A.G. Kolosko, S.V. Filippov, E.I. Terukov, R.M. Ryazanov, E.P. Kitsyuk. *J. Vac. Sci. Technol. B* **38**, 4, 043203-1 (2020).
- [11] A.G. Kolosko, V.S. Chernova, S.V. Filippov, E.O. Popov. *Adv. Mater. Technol.* **3**, 18, 18 (2020).
- [12] A. Ayari, P. Vincent, S. Perisanu, P. Poncharal, S.T. Purcell. *J. Vac. Sci. Technol. B* **41**, 2, 024001-1 (2023).
- [13] A.G. Kolosko, S.V. Filippov, M.A. Chumak, E.O. Popov, G.D. Demin, I.D. Evsikov, N.A. Djuzhev. 19th Int. Conf. on Micro and Nanotechnology for Power Generation and Energy Conversion Applications. PowerMEMs 2019, Krakow, Poland, SubID: 82063205204 (2020).
- [14] E.O. Popov, A.G. Kolosko, S.V. Filippov, T.A. de Assis. *Vacuum* **173**, 109159-1 (2020).
- [15] S.V. Filippov, A.G. Kolosko, E.O. Popov. *IEEE Int. Vac. Electr. C* **64** (2023).

Редактор К.В. Емцев