Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

На правах рукописи

Mahum

Тарадаев Евгений Петрович

Многоострийные полевые эмиттеры для высоковольтных электронных устройств

Специальность 01.04.04 – Физическая электроника

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

доктор физико-математических наук,

профессор Соминский Геннадий Гиршевич

Санкт-Петербург 2017

Оглавление

Введение 4							
1.	Обзор литературы						
	1.1	Много	острийные системы Спиндта на основе металлических острий	19			
	1.2	Эмитт	теры на основе углеродных нанотрубок (УНТ)	23			
	1.3	Полуп	проводниковые полевые эмиттеры	34			
	1.4	.4 Матричные полевые эмиттеры из стеклоуглерода					
	1.5	5 Электронные пушки с защитой от ионной бомбардировки					
	1.6	.6 Полевые эмиттеры с защитным фуллереновым покрытием .					
	1.7	Заклю	очение и постановка задачи	46			
2.	Mer	Методы исследований					
	2.1	Метод	цика экспериментальных исследований и аппаратура	49			
		2.1.1	Объекты исследования	49			
		2.1.2	Экспериментальная вакуумная установка	57			
		2.1.3	Системы, использованные для создания и контроля				
			характеристик покрытий	62			
	2.2	Испол	ьзованные методы расчёта	70			
		2.2.1	Использование программы SRIM для расчёта явлений при				
			ионной бомбардировке металл-фуллереновых покрытий	70			
		2.2.2	Использование программы COMSOL для расчёта				
			характеристик многоострийных структур	71			
3.	Результаты исследования многоострийных полевых эмиттеров						
	3.1	Расчёт характеристик многоострийных систем					
		3.1.1	Влияние морфологии поверхности на эмиссионные				
			характеристики многоострийных систем	74			
		3.1.2	Расчёт явлений при ионной бомбардировке металл-				
			фуллереновых покрытий	84			
		3.1.3	Важнейшие результаты раздела 3.1	87			

3.2	Экспериментальные исследования катодов малой площади (КМП) 88				
	3.2.1	Исследование КМП из кремния	88		
	3.2.2	Многоострийные эмиттеры из молибдена	99		
	3.2.3	Важнейшие результаты раздела 3.2	102		
3.3	Экспериментальное исследование катодов большой площади (КБП)104				
	3.3.1	Введение	104		
	3.3.2	Эмитерры с активированным фуллереновым покрытием .	105		
	3.3.3	Эмиттеры с неактивированным фуллереновым покрытием	115		
	3.3.4	Важнейшие результаты раздела 3.3	118		
Заключение					
Список сокращений и условных обозначений					
Список литературы					
Приложения					
А. С	А. Описание системы напуска азота				
Б. Г.	Б. Принципиальная электрическая схема установки				
В. Принципиальная схема модулятора					

Введение

Применение полевых эмиттеров представляется перспективным для создания систем формирования электронных потоков во многих устройствах вакуумной электроники. Преимущества полевых эмиттеров перед термокатодами очевидны, так как они не требуют накала и безинерционны. Миниатюрные, например, одноострийные с субмикронной вершиной полевые эмиттеры могут обеспечить чрезвычайно большие плотности токов эмиссии (порядка или даже более 10^7 A/cm^2), однако, как правило, не выдерживают отбора токов более 100 - 200 мкА.

До недавнего времени полевые эмиттеры использовались преимущественно в сверхвысоковакуумных, низкоточных и низковольтных устройствах. Между тем, существуют и привлекают к себе все больший интерес миниатюрные, но высоковольтные электронные приборы, где трудно использовать накаливаемые термокатоды. К таковым можно отнести, например, электронно-лучевые СВЧ устройства коротковолнового миллиметрового и субмиллиметрового диапазона длин волн, а также портативные и мобильные источники рентгеновского излучения, работающие при ускоряющих электроны напряжениях единицы десятки киловольт. В указанных приложениях требуются электронные токи порядка или более нескольких десятков миллиампер, причем при достаточно больших плотностях токов порядка или более ~ 100 – 150 мA/см².

Применению полевых эмиттеров в высоковольтных электронных приборах препятствуют не только трудности получения достаточно больших токов, но также и невысокая их долговечность. Существующие полевые эмиттеры не могут стабильно работать в условиях технического вакуума $(10^{-7} - 10^{-8}$ Topp), характерного для высоковольтных электронных приборов. Основные механизмы их разрушения связаны с интенсивной бомбардировкой катода ионами остаточных газов, типичной для таких приборов, с воздействием больших в сильных электрических полях пондеромоторных сил и/или с тепловыми эффектами при отборе больших токов эмиссии. Использование в качестве полевых эмиттеров распределенных многоострийных систем позволяет

облегчить токовую нагрузку на отдельное острие и минимизировать влияние пондеромоторных сил, а также тепловые эффекты. Однако действие ионной бомбардировки принципиально ограничивает возможности использования полевых эмиттеров в высоковольтных электронных приборах.

Κ разработаны настоящему времени технологии изготовления многоострийных структур, которые могут быть использованы для создания полевых эмиттеров. Лучшие образцы многоострийных катодов позволяют получать токи полевой эмиссии в десятки миллиампер (см., например, [1,2]). Однако до сих пор не доказана возможность стабильной работы существующих многоострийных полевых эмиттеров в высоковольтных электронных приборах при отборе с их поверхности больших токов. Надежды по созданию полевых эмиттеров, стойких к воздействию ионной бомбардировки, исследователи связывали ранее с применением для их изготовления разнообразных углеродных и содержащих углерод материалов (см., например, [2–4]). Но такие надежды не оправдались, так как все существующие материалы распыляются при бомбардировке быстрыми ионами. Предпринимались электронно-оптических попытки использования специальных систем, препятствующих попаданию на полевой эмиттер ионов из пространства формирования и транспортировки электронных потоков. Однако созданные электронно-оптические системы (см., например, [1, 5–7]), позволяли лишь уменьшить интенсивность ионной бомбардировки эмиттера, но не исключали его распыление.

Принципиально другое и весьма перспективное решение по защите полевых эмиттеров от разрушающего действия ионной бомбардировки было предложено в лаборатории Сильноточной и СВЧ электроники СПбПУ. В выполненных исследованиях одноострийных полевых эмиттеров из вольфрама [8, 9] было показано, что эффективная защита таких эмиттеров от воздействия ионной бомбардировки может быть обеспечена с помощью покрытий из молекул фуллерена С₆₀, активированных потоком медленных (~ 40 эВ) ионов калия. Однако ко времени начала работ по теме данной диссертации отсутствовали данные, позволяющие определить возможности создания и использования фуллереновых покрытий для защиты от разрушающего действия ионной бомбардировки многоострийных полевых эмиттеров, изготовленных из других

5

материалов.

Известные к настоящему времени многоострийные структуры, пригодные для создания полевых эмиттеров, изготавливаются обычно из молибдена, углеродных нанотрубок и других содержащих углерод материалов, а также из разного типа полупроводников. Технологии создания большинства существующих многоострийных структур чрезвычайно сложны. Наиболее хорошо отработана и достаточно проста технология создания многоострийных структур (МКС) из кремния [10, 11]. По этой причине кремниевые структуры наиболее привлекательны для использования при создании полевых эмиттеров. МКС могут быть пригодны для использования в качестве полевых эмиттеров в высоковольтных электронных приборах, если удастся решить две основные проблемы – обеспечить получение с их поверхности достаточных по величине токов и плотностей тока эмиссии и защитить эти структуры от разрушающего действия ионной бомбардировки. Возможность создания и использования фуллереновых покрытий для защиты МКС не очевидна и требует экспериментальной проверки. Экспериментальной проверки требует также возможность активирования фуллереновых покрытий на поверхности МКС в результате обработки этой поверхности потоком ионов калия.

Значительный интерес представляет, кроме того, рассмотрение возможностей создания многоострийных металлических структур с защитными покрытиями с использованием упрощенных технологий.

Учитывая выше сказанное представляется **актуальной** данная работа, посвященная созданию многоострийных полевых эмиттеров с защитными покрытиями для высоковольтных электронных устройств и определению закономерностей их работы при отборе больших токов в условиях технического вакуума.

Цели диссертационной работы

- Создание многоострийных кремниевых полевых эмиттеров с защитными покрытиями для высоковольтных электронных устройств и определение закономерностей их работы при отборе больших токов в условиях технического вакуума.
- Апробация возможности создания методами электроэрозионной обработки

многоострийных молибденовых полевых эмиттеров и определение закономерностей их работы с защитными покрытиями при отборе больших токов в условиях технического вакуума.

Основные задачи работы

Для достижения указанных целей необходимо решить следующие задачи:

- Разработать метод создания содержащих фуллерены защитных покрытий на поверхности многоострийных кремниевых структур (MKC).
- Разработать методы активирования защитных покрытий МКС с помощью потока ионов калия.
- Изучить закономерности работы МКС с активированными и неактивированными покрытиями и на основе полученных данных определить воздействие процесса активирования на эмиссионные характеристики катодов.
- Изучить влияние на эмиссионные характеристики МКС морфологии их поверхности и на основе полученных данных выработать рекомендации по выбору оптимальной морфологии.
- Изучить закономерности функционирования МКС с защитными покрытиями в высоковольтных электронных приборах, работающих в техническом вакууме при отборе больших токов эмиссии, и на основе полученных данных оценить возможные механизмы разрушения многоострийных катодов.
- Определить возможности использования созданных МКС с защитными покрытиями в СВЧ приборах коротковолнового миллиметрового и субмиллиметрового диапазона длин волн, а также в портативных источниках рентгеновского излучения.
- Разработать методику создания многоострийных молибденовых структур (MMC) с помощью электроэрозионной обработки и определить эмиссионные характеристики этих структур с активированными фуллереновыми покрытиями при их работе в техническом вакууме.

Научная новизна диссертационной работы

Основные результаты работы получены впервые:

- 1) Разработаны металл-фуллереновые покрытия нового типа, включающие слой молибдена толщиной 5 - 20 нм на поверхности многоострийной кремниевой структуры (МКС) и нанесенный поверх молибдена слой молекул фуллерена С₆₀ толщиной от 2 до 10 монослоёв. Созданные металл-фуллереновые покрытия обеспечивают повышенную проводимость МКС, защищают многоострийную структуру от разрушающего действия бомбардировки ионами остаточного газа и повышают ее прочность.
- 2) Разработаны методы активирования металл-фуллереновых покрытий МКС потоком медленных (40 эВ) ионов калия и определено воздействие активирования на эмиссионные характеристики процесса катодов. Активирование позволяет на 15 - 20% понизить рабочие напряжения, необходимые для получения фиксированных токов эмиссии, но приводит к уменьшению предельных токов эмиссии. Уменьшение рабочих напряжений уменьшением работы выхода поверхности связано с MKC из-за формирования в покрытии металло-фуллеренов типа эндо- и/или экзоэндралов. Уменьшение предельных токов можно объяснить уменьшением связи активированного покрытия с подложкой из-за интеркаляции части атомов калия в процессе активирования покрытия в область между фуллереновым покрытием и молибденовой подложкой.
- 3) В выполненных расчетах и экспериментальных исследованиях определено влияние на эмиссионные характеристики МКС с защитными покрытиями морфологии их поверхности. На основе полученных данных выработаны рекомендации по выбору оптимальной морфологии.
- Получены данные о закономерностях функционирования МКС с защитными металл-фуллереновыми покрытиями в высоковольтных электронных приборах, работающих в техническом вакууме (~ 10⁻⁷ Topp):
 - Продемонстрирована стабильная работа МКС с активированными покрытиями при токах эмиссии ориентировочно до 30 - 40 мА и плотностях тока эмиссии приблизительно до ~ 1 A/см².
 - Продемонстрирована стабильная работа МКС с неактивированными покрытиями при токах эмиссии ориентировочно до 100 мА и плотностях тока эмиссии приблизительно до ~ 0.4 A/см².
 - Определены предельные токовые нагрузки, которые выдерживает

одиночное острие в МКС с металл-фуллереновым покрытием. После завершения длительной тренировки одиночные острия с радиусом вершины 20 - 40 нм не разрушаются при токе до 5 - 6 мкА.

- 5) Продемонстрирована возможность использования созданных МКС с металл-фуллереновыми покрытиями в диагностических гиротронах коротковолнового миллиметрового диапазона длин волн. Совместно с сотрудниками ИПФ РАН разработана концепция создания электронноэмиттером оптической системы С полевым ДЛЯ формирования электронного пучка в гиротроне, пригодном для реализации диагностики (*ЯМР*) с методом ядерного магнитного резонанса динамической поляризацией ядер (ДПЯ) в медицине и биологии.
- 6) Разработана достаточно простая методика создания многоострийных молибденовых структур (MMC) с помощью электроэрозионной обработки молибдена. Определены эмиссионные характеристики этих структур с активированными фуллереновыми покрытиями при их работе в техническом вакууме. Продемонстрирована перспективность использования MMC в миниатюрных электронных приборах.

Научная и практическая значимость работы

разработаны двухслойные В диссертации нано-структурированные металл-фуллереновые покрытия для многоострийных кремниевых структур, обеспечивающие повышение их проводимости и прочности, а также защиту структур от разрушающего действия ионной бомбардировки. Созданные кремниевые многоострийные И исследованные структуры С такими покрытиями представляют большой практический интерес, так как могут быть использованы в качестве стабильных источников полевой эмиссии в высоковольтных электронных приборах, работающих в техническом вакууме. Полученные данные о работе многоострийных структур с металлфуллереновыми покрытиями представляют большой не только практический, но и научный интерес. Они позволяют лучше понять механизмы защиты острийных эмиттеров от воздействия ионной бомбардировки, а также влияние морфологии поверхности структур на закономерности их полевой эмиссии. Полученные данные о формировании с помощью электроэрозионной обработки

многоострийных молибденовых структур и их функционировании с защитными фуллереновыми покрытиями представляют научный и практический интерес. Они свидетельствуют о возможности обеспечения большого усиления поля у поверхности таких структур и о перспективности их использования в высоковольтных электронных устройствах.

Объекты и методы исследования

Объектами исследования были:

- Многоострийные полевые эмиттеры из кремния n- и р-типа с двухслойными металл - фуллереновыми покрытиями, включающими слой молибдена толщиной 5 - 20 нм и нанесенный поверх него слой молекул фуллеренов С₆₀ толщиной 2 - 10 монослоёв. Исследованы образцы малой (~ 0.03-0.2 мм²) и большой (~ 0.1-1 см²) площади, отличающиеся радиусом *R* острий и их количеством *N* на поверхности, высотой *h* острий и расстоянием *L* между ними.
- Многоострийные полевые эмиттеры с площадью эмитирующей поверхности ~ 1 мм², изготовленные с использованием электроэрозионной обработки молибденовых стержней, с защитным фуллереновым покрытием толщиной 2 монослоя.

Для получения информации о закономерностях функционирования полевых эмиттеров выполнены численные расчёты и эксперименты. В расчётах использовались физические пакеты COMSOL Multiphysics и SRIM, позволяющие получать информацию о распределении электрических полей использованных анализирующих структурах и о потоках электронов В и ионов, а также о механизме функционирования защитных покрытий. Экспериментальные исследования полевой эмиссии катодов выполнены в диодных и триодных анализирующих структурах. Для определения морфологии и поверхности исследуемых состава полевых эмиттеров использовались следующие экспериментальные методы:

- сканирующей электронной микроскопии (CЭМ);
- рентгеноспектрального микроанализа (РСМА);
- полевой эмиссионной микроскопии.

На защиту выносятся следующие основные положения

- Нано-структурированные двухслойные металл-фуллереновые покрытия, включающие слой молибдена толщиной 5 - 20 нм и нанесенный поверх него слой молекул фуллерена С₆₀ толщиной 2 - 10 монослоёв, на поверхности многоострийных кремниевых катодов позволяют обеспечить стабильное функционирование катодов в высоковольтных электронных приборах при их эксплуатации в техническом вакууме (~ 10⁻⁷ Topp) в условиях интенсивной ионной бомбардировки.
- 2) Стабильная работа кремниевых многоострийных катодов с двухслойными покрытиями из молибдена и молекул фуллерена в условиях интенсивной ионной бомбардировки может быть объяснена с учетом следующих обстоятельств:
 - Быстрые ионы, бомбардирующие острийный эмиттер, теряют в тонком фуллереновом покрытии (2 - 10 монослоёв) лишь малую долю своей энергии (менее 1%), и основная доля их энергии выделяется в молибденовой подложке.
 - Фуллереновое покрытие препятствует уходу с катода атомов молибдена, выбитых быстрыми ионами из молибденовой подложки и уменьшает более, чем на порядок поток атомов молибдена, покидающих катод.
- 3) Активирование металл-фуллереновых покрытий на поверхности многоострийных кремниевых катодов потоком медленных (40 эВ) ионов калия позволяет существенно (на 15 - 20%) и долговременно уменьшить рабочие напряжения, необходимые для отбора фиксированного тока полевой эмиссии.
- Многоострийные кремниевые структуры с оптимизированными двухслойными металл-фуллереновыми покрытиями позволяют обеспечить токи эмиссии до 100 мА при плотностях тока эмиссии до ~ 0.4−1.0 A/см².
- 5) Изготовленные с использованием технологически простой электроэрозионной обработки многоострийные молибденовые структуры с защитными покрытиями из молекул фуллерена C₆₀ толщиной 2 монослоя, активированными потоком медленных (40 эВ) ионов калия, позволяют

обеспечить стабильную работу высоковольтного электронного прибора в техническом вакууме (~ 10^{-7} Topp) при отборе средних по поверхности плотностей тока полевой эмиссии до ~ 30 мA/см^2 и токах с одиночного острия до 1.5 мкA.

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов определяется использованием современных экспериментальных методик и методов расчёта, воспроизводимостью результатов, согласием полученных результатов с существующими литературными данными в случаях, когда такое сопоставление возможно.

Апробация работы

Основные результаты диссертации докладывались и обсуждались на международных и всероссийских конференциях, в частности на:

- 10-ой (Санкт-Петербург, 2014) и 11-ой (Сеул, Южная Корея, 2016) международных конференциях «International Vacuum Electron Sources Conference (IVESC)»;
- 38-ой (Майнц, Германия, 2013), 39-ой (Тусон, США, 2014), 41-ой (Копенгаген, Дания, 2016) международных конференциях «International Conference on Infrared, Millimeter, and Terahertz Waves, IRMMW-THz»;
- 14-ой международной конференции «International Baltic Conference on Atomic Layer Deposition, BALD» (Санкт-Петербург, 2016);
- 4-ой международной конференции-школе «Advanced Carbon NanoStructures and Methods of Their Diagnostics» (Санкт-Петербург, 2015);
- 12-ой Международной конференции «Advanced Carbon NanoStructures» (Санкт-Петербург, 2015);
- 15-ой и 16-ой зимних школах-семинарах по СВЧ электронике и радиофизике (Саратов, 2012, 2015);
- научно-практической конференции с международным участием в рамках недели науки СПБПУ (Санкт-Петербург, 2015 г.);

12

- всероссийском форуме студентов, аспирантов и молодых ученых «Наука и инновации в технических университетах» (Санкт-Петербург, 2014);
- 3-й всероссийской молодежной конференции «Актуальные проблемы нанои микроэлектроники» (Уфа, 2015).

Результаты диссертационной работы были использованы при выполнении работ по гранту РФФИ № 11-02-00425, гранту Правительства по договору №11.G34.31.0041 с Министерством образования и науки Российской Федерации, гранту РНФ № 16-12-10010, по грантам правительства Санкт-Петербурга 2014 (№ 14502 от 05.12.2014) и 2016 (№ 15414 от 28.11.2016) года, а также по гранту УМНИК (№ 5205ГУ1/2014 от 17.02.2015).

Публикации по теме диссертации

По теме диссертации опубликовано 22 работы, в том числе: 7 статей в журналах, рекомендованных ВАК для публикации основных результатов, 14 работ - тезисы докладов на конференциях, 1 патент на полезную модель.

Личный вклад автора

Автор внес решающий вклад в разработку методики расчета и определение в численных расчетах влияния морфологии поверхности многоострийных структур на их эмиссионные характеристики, а также в расчете закономерностей взаимодействия бомбардирующих эмиттер ионов с его металл-фуллереновым покрытием, участвовал в разработке методов экспериментального исследования и является основным исполнителем всех экспериментальных исследований, активно участвовал в обсуждении всех полученных результатов.

Структура и объём диссертации

Диссертация состоит из введения, 3-х глав, заключения, списка условных обозначений, списка литературы и приложений. Общий объём диссертации 137 страниц, включая 72 рисунка и 5 таблиц. Список литературы включает 69 библ. названий.

Благодарности

Автор выражает глубокую благодарность своему научному руководителю Соминскому Геннадию Гиршевичу, а также коллективу лаборатории сильноточной и СВЧ электроники, в особенности Тумаревой Татьяне Алексеевне за неоценимую помощь и поддержку в научной работе.

Список публикаций по теме диссертации

- Γ.Γ. Разработка СПБГПУ 1. Соминский, В полевых эмиттеров ДЛЯ устройств, работающих электронных В техническом вакууме. / Г.Г. Соминский, В.Е. Сезонов, Т.А. Тумарева, Е.П. Тарадаев // Изв. Вузов, Прикладная нелинейная динамика. — 2012. — Т. 20, № 3. — С. 94–107. http://andjournal.sgu.ru/ru/node/752.
- Sominski, G.G. Cold field emitters for electron devices operating in technical vacuum / G.G. Sominski, V.E. Sezonov, E.P. Taradaev et al. // St. Petersburg State Polytechnical University Journal. Physics and Mathematics. — 2013. — Vol. 2, no. 182. — Pp. 136–141. http://ntv.spbstu.ru/physics/article/N4-2.182.2013_16.
- Соминский, Г.Г. Многоострийные полупроводниковые полевые эмиттеры с двухслойными защитными покрытиями нового типа / Г.Г. Соминский, Т.А. Тумарева, Е.П. Тарадаев и др. // Журнал технической физики. — 2015. — Т. 85, № 1. — С. 138–142. http://journals.ioffe.ru/articles/41264.
- Соминский, Г.Г. Простой в изготовлении многоострийный полевой эмиттер / Г.Г. Соминский, Е.П. Тарадаев, Т.А. Тумарева и др. // Журнал технической физики. — 2015. — Т. 85, № 7. — С. 135–137. http://journals.ioffe.ru/articles/42015.
- 5. Соминский, Г.Г. Полевые эмиттеры нового типа для высоковольтных электронных устройств / Г.Г. Соминский, В.Е. Сезонов, Е.П. Тарадаев и др. // Известия вузов. Радиофизика. — 2015. — Т. 58, № 7. — С. 568–576. http://elibrary.ru/item.asp?id=17852076.
- 6. Glyavin, M.Y. The concept of an electron-optical system with field emitter for a spectroscopic gyrotron / M.Y. Glyavin, V.N. Manuilov,

G.G. Sominskii et al. // Infrared Physics and Technology. — 2016. — Vol. 78. — Pp. 185–189. https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84983475357&partnerID=40&md5=52697d5459f5176fa2bbfbfa8f9bda12.

- Соминский, Г.Г. Полевая эмиссия многоострийных кремниевых структур с защитными покрытиями / Г.Г. Соминский, Е.П. Тарадаев, Т.А. Тумарева и др. // Журнал технической физики. — 2016. — Т. 86, № 11. — С. 108–111. http://journals.ioffe.ru/articles/43823.
- Соминский, Г.Г. Разработка в СПбГПУ полевых эмиттеров для электронных устройств, работающих в техническом вакууме / Г.Г. Соминский, В.Е. Сезонов, Светлов И.А. и др. // Материалы XV Международной зимней школы-семинара по электронике сверхвысоких частот и радиофизике. — Саратов: 2012. — февраль. — С. 13–14.
- 9. Соминский, Г.Г. Перспективные полевые эмиттеры для высоковольтных электронных устройств / Г.Г. Соминский, В.Е. Сезонов, Е.П. Тарадаев и др. // Материалы 16-й международной зимней школы по СВЧ электронике и радиофизике. — Саратов: 2015. — февраль. — С. 65.
- 10. Соминский, Г.Г. Разработка полевого эмиссионного источника для диагностического гиротрона субмиллиметрового диапазона длин волн / Г.Г. Соминский, Е.П. Тарадаев, Т.А. Тумарева // Неделя науки СПбПУ: материалы научного форума с международным участием. Институт Физики, Нанотехнологий и Телекоммуникаций / Под ред. В.Э. Гасумянца, Д.Д. Карова; СПБПУ Петра Великого. — Санкт-Петербург: Изд-во Политехн. ун-та., 2015. — 29 ноября-5 декабря. — С. 137–139. http://elibrary.ru/item.asp?id=25288096.
- 11. Соминский, Г.Г. Многоострийный полевой эмиттер большой площади. / Г.Г. Соминский, Е.П. Тарадаев, Т.А. Тумарева // Тезисы докладов III Всероссийской молодежной конференции «Актуальные проблемы нано- и микроэлектроники» / Под ред. Р.З. Бахтизина; Башкирский государственный университет. — Уфа: Изд.РицБашГУ, 2015. — 1-4 декабря. — С. 128. http://elibrary.ru/item.asp?id=25087835.

- 12. Sominski, G.G. Cold field emitters for electron devices operating in technical vacuum / G.G. Sominski, V.E. Sezonov, E.P. Taradaev et al. // Proc. of 38th International Conference on Infrared, Millimeter, and Terahertz Waves (IRMMW-THz). Mainz on the Rhine, Germany: 2013. 1-6 Septmber. Pp. 1–2.
- Sominski, G.G. Multitip field emitters for electron devices operating in technical vacuum / G.G. Sominski, E.P. Taradaev, T.A. Tumareva et al. // Proc. of Vacuum Electron Sources Conference (IVESC), 2014 Tenth International.— Saint-Petersburg: 2014.—June.—Pp. 242–243.
- 14. Соминский, Г.Г. Многоострийные полупроводниковые полевые эмиттеры с двухслойными защитными покрытиями нового типа / Г.Г. Соминский, Е.П. Тарадаев, Т.А. Тумарева // Материалы Восьмого Всероссийского форума студентов, аспирантов и молодых ученых. Наука и инновации в технических университетах. — Россия, Санкт-Петербург: Изд-во Политехн. ун-та., 2014. — 27-29 октября. — С. 135–137. http://elibrary.ru/item.asp?id=22817545.
- 15. Sominski, G.G. Multitip field emitters with fullerene protecting coatings / G.G. Sominski, E.P. Taradaev, T.A. Tumareva, M.V. Mishin // Proc. of Advanced Carbon Nanostructures 2015 / Ioffe Institute. — Saint-Petersburg, Russia: Ed. Ioffe Institute RAS, 2015. — June 29 – July 3. — P. 89.
- 16. Sominski, G.G. Optimization of multitip field emitters with fullerene protecting coatings / G.G. Sominski, E.P. Taradaev, T.A. Tumareva // Proc. of The Fourth Conference-school for young scientists Advanced Carbon Nanostructures And Methods of Their Diagnostic / Ioffe Institute. — Saint-Petersburg, Russia: Ed. Ioffe Institute RAS, 2015. — 1 jule. — P. 40.
- 17. Соминский, Г.Г. Выбор оптимальной морфологии многоострийных полевых эмиттеров из кремния / Г.Г. Соминский, Е.П. Тарадаев, Т.А. Тумарева // Сборник тезисов докладов IV Всероссийской научной молодежной конференции с международным участием «Актуальные проблемы нано- и микроэлектроники» / Под ред. Р.З. Бахтизина; Башкирский государственный университет. — Уфа: Изд.РицБашГУ, 2016. — 29 ноября-02 декабря. — С. 108. http://elibrary.ru/item.asp?id=28176428.

- Sominski, G.G. Silicon field emitters with two-layer metal-fullerene coatings for diagnostic gyrotrons / G.G. Sominski, E.P. Taradaev, T.A. Tumareva // Proc. of 41st International Conference on Infrared, Millimeter, and Terahertz waves (IRMMW-THz). — Copenhagen, Denmark: 2016. — Sept. — Pp. 1–2.
- Sominski, G.G. Multi-tip field emitters for electron devices operating in technical vacuum / G.G. Sominski, E.P. Taradaev, T.A. Tumareva et al. // Proc. of 39th International Conference on Infrared, Millimeter, and Terahertz waves (IRMMW-THz). — Tucson, USA: 2014. — September. — Pp. 1–2.
- 20. Sominski, G.G. Protective coatings for tip field emitters operating at high voltages / G.G. Sominski, T.A. Tumareva, E.P. Taradaev // Proc.of 14th Baltic Conf. on Atomic Layer. Russia, St.-Peterburg: 2016. 2-4 october. P. 62.
- Taradaev, E.P. Influence of surface morphology on the characteristics of multitip field emitters with two-layer metal – fullerene coatings / E.P. Taradaev, G.G. Sominski, T.A. Tumareva // Proc. Of 11th Int. Vacuum Electron Sources Conference. — Korea, Seoul: 2016. — 18-20 october. — Pp. 67–68.
- 22. Острийный полевой эмиттер: п. м. 151235 Российская Федерация : МПК h 01 j 1/30 / Г.Г. Соминский, Т. А. Тумарева, Е. П. Тарадаев; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВПО «Санкт-Петербургский государственный политехнический университет» (ФГБОУ ВПО «СПбГПУ»). – по 2014117341 /07; заяв. 29.04.2014; опубл. 27.03.2015, Бюл. по 9. — 2015.

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во **введении** к диссертационной работе сформулированы актуальность выбранной темы, поставлена цель диссертационной работы, оговорены задачи, решаемые в работе, отмечены научная новизна и практическая значимость полученных в работе результатов, описаны объекты исследований, приведены положения, выносимые на защиту, отмечен личный вклад автора, а также кратко изложено содержание работы.

В <u>первой главе</u> приведен обзор научной литературы по теме диссертации. Основное внимание уделено имеющимся данным о полевых эмиттерах, которые, хотя бы потенциально, могут быть перспективны для использования в миниатюрных высоковольтных электронных приборах, таких, например, как СВЧ усилители и генераторы миллиметрового и субмиллиметрового диапазона, а также в портативных источниках рентгеновского излучения.

Вторая глава диссертации посвящена описанию методик экспериментальных измерений и аппаратуры, а также методов расчёта эмиссионных характеристик многоострийных полевых эмиттеров с металлфуллереновыми покрытиями.

В <u>третьей главе</u> приведены основные результаты численных расчётов и экспериментальных исследований кремниевых полевых эмиттеров с защитными металл-фуллереновыми покрытиями, а также многоострийных эмиттеров из молибдена с защитным фуллереновым покрытием.

В <u>заключении</u> кратко сформулированы основные результаты диссертации.

В **приложениях** приведены схемы приборов и установок, используемых в данной работе.

1. Обзор литературы

В данном обзоре литературы мы ограничимся, в основном, рассмотрением многоострийных полевых эмиттеров, нашедших уже практические применения и/или перспективных для указанных во введении новых приложений.

1.1 Многоострийные системы Спиндта на основе металлических острий

Пожалуй, наиболее отработаны к настоящему времени многоострийные системы Спиндта [1, 7, 12–19], включающие большое количество ячеек типа изображенной на рис. 1.1.1 на единице площади. Разработанная технология позволяла изготавливать катоды, содержащие до $10^6 - 10^7$ диодных ячеек с остриями из молибдена на 1 см² площади эмиттера. Отдельное острие с диаметром вершины менее 1 мкм размещалось на проводящей подложке в протравленной области изолятора. Тонкий слой молибдена, нанесенный на изолятор, играл роль управляющего электрода.



Рис. 1.1.1. Схематическое изображение строения одиночной ячейки с указанием размеров [12].

При избранных размерах острий и малом расстоянии между острием и управляющим электродом интенсивная полевая эмиссия достигалась при напряжениях на управляющем электроде ~ 100 – 300 В. В распределенных эмиттерах спиндтовского типа при сборе тока полевой эмиссии с большого количества острий удается получать токи полевой эмиссии при умеренных амплитудах электрического поля у вершины острий. Поэтому они, как правило, не разрушаются под действием пондеромоторных сил, величина которых пропорциональна квадрату электрического поля у эмитирующей поверхности острия.

В работах [14, 15] были проведены измерения эмиссионных характеристик спиндтовских систем, содержащих приблизительно 5000 острий, на площадке диаметром 1 мм с расстоянием между ячейками 12.7 мкм. Плотность упаковки острий достигала $6.4 \cdot 10^5$ см⁻². С помощью таких систем удавалось получать токи в импульсном (1 кГц, 1 мкс) режиме ориентировочно до 100 мА. Средняя по поверхности эмиттера плотность тока составляла ~ 11.2 A/см².

Максимальная энергия ионов образованных в области между острийным катодом и управляющим электродом определяется поданной на этот зазор разностью потенциалов и не превышала в этих экспериментах 300 эВ. Столь медленные ионы при бомбардировке катода практически не распыляют его поверхность. Поэтому спиндтовские катодные системы, используемые для получения таких низко-энергичных электронных потоков, способны долговечно работать при повышенных давлениях остаточного газа в приборе.

Однако в высоковольтных электронных приборах при использовании спиндтовских систем в качестве источника эмиссии необходимо доускорить исходящие из системы электроны до необходимой существенно большей энергии eU. В таком случае появляются, попадающие на полевой эмиттер ионы с энергиями вплоть до eU, способные распылять поверхность катода. Долговечная эксплуатация эмиттера в таких приборах возможна, если удастся защитить эмиттер от бомбардировки быстрыми ионами.

В последние годы предпринимаются попытки применения катодов Спиндта в высоковольтных приборах [1, 7, 16–19]. В работах [1, 7] сообщается об испытаниях лампы бегущей волны с катодом Спиндта, а в работах [16, 17] сообщается о разработке источника рентгеновского излучения с такого же типа катодом. Со времени первых исследований [14, 15] технология изготовления катодов претерпела ряд усовершенствований, направленных на создание более однородной структуры. Именно такие эмиттеры были изучены в работах [1, 7, 16–19]. На рис. 1.1.2 приведено изображение катода, созданного по



усовершенствованной технологии.

Рис. 1.1.2. Изображение поперечного сечения катодов Спиндта, использованных в работах [1,7,17–19].

В исследованных ЛБВ [1,7] катоды Спиндта имели площадь ~1 мм², на которой располагалось приблизительно $5 \cdot 10^4$ ячеек с остриями. Измерения характеристик ЛБВ были выполнены в импульсном режиме (частота следования 2.9 кГц и длительность импульса 35 мкс) при напряжении на управляющем электроде ~ 80 В и токах с катода ~ 40 – 60 мА. При максимальной энергии электронов в пучке 4.2 кВ в описанной в [7] ЛБВ при работе на частоте 10 ГГц была получена мощность 10 Вт и достигнуто усиление около 13.5 дБ.

Чтобы свести к минимуму интенсивность бомбардировки полевых эмиттеров быстрыми ионами, авторами работ [1,7] использовались специальные электронно-оптические системы, препятствующие попаданию ионов из канала транспортировки электронного пучка на катод. Однако и в этом случае не удавалось исключить бомбардировку катодов ионами из самой электронной пушки.

Как показали исследования, выполненные в работах [16, 17], катоды Спинда могут быть применены не только в ЛБВ, но и в источниках рентгеновского излучения, предназначенных для медицинских приложений. Работа рентгеновских трубок, как и работа ЛБВ, была испытана в импульсном режиме (при частоте следования импульсов 10 Гц и длительности 0.1 с) и при токах в электронном пучке того же порядка (25-75 мА), но при существенно больших энергиях электронов ~ 50 кВ.

До сих пор катоды спиндтовского типа - единственные полевые эмиттеры, которые удалось использовать в электронных устройствах, которые потенциально могут найти практическое применение. Однако немногочисленные и кратковременные демонстрационные эксперименты с такими катодами выполнены либо в достаточно низковольтных ЛБВ сантиметрового диапазона, либо в чрезвычайно высоковольтных источниках рентгеновского излучения, т.е. в условиях, когда либо сравнительно мал коэффициент распыления катода бомбардирующими его ионами (при энергиях ионов меньше 4.2 кэВ), либо мало сечение ионизации частиц остаточного газа электронным ударом (при энергиях электронов ~ 50 кВ). В этих условиях должно быть сравнительно невелико разрушающее действие ионной бомбардировки. Однако и в этих условиях при исследовании ЛБВ авторы [1, 7] вынуждены были для уменьшения интенсивности бомбардировки ионной катода использовать специальные электроннооптические системы, препятствующие попаданию на катод ионов из канала транспортировки электронного пучка.

Полученных в работах [1, 7, 12-19] данных недостаточно для того, чтобы оценить в полной мере возможности применения спиндтовских катодов в высоковольтных электронных приборах, работающих при напряжениях $4 \leq U \leq 50$ кВ, в особенности, в миниатюрных электронно-пучковых устройствах, где затруднено или невозможно создание электронно-оптических систем, препятствующих попаданию быстрых ионов на катоды.

Таким образом, судя по результатам проведенных исследований, можно надеяться, что катоды Спиндта удастся использовать либо в достаточно низковольтных электронных приборах, либо в приборах, работающих при напряжениях порядка или более 50 кВ. Однако, достижимая долговечность катодов Спиндта, даже в этих условиях, пока недостаточно исследована. Технология создания электронных пушек на основе спиндтовских систем чрезвычайно сложна, что дополнительно затрудняет их использование.

22

1.2 Эмиттеры на основе углеродных нанотрубок (УНТ)

Уже в течение продолжительного времени исследуются возможности создания полевых эмиттеров на основе углеродных нанотрубок (УНТ) (см., например, [20,21]). УНТ отличаются высокой прочностью, большим аспектным отношением (отношение высоты к диаметру), обладают высокой тепло- и электропроводимостью, химической инертностью. В силу большого аспектного отношения, нанотрубки могут обеспечить большой коэффициент усиления поля [22] у эмитирующей поверхности. Однако токи, отбираемые с единичной нанотрубки, не превышают единиц – десятков микроампер. При попытках отобрать бо́льшие токи происходит ее разрушение. Для получения больши́х токов создают структуры, состоящие из большого числа нанотрубок.

При создании структур из УНТ приходится решать сложные задачи, связанные, в частности, с необходимостью обеспечения высокой однородности тока эмиссии [23], с необходимостью обеспечения прочного механического соединения, а также хорошего электрического и теплового контакта [20, 24, 25].

Для создания полевых эмиттеров из нанотрубок использовались разные технологии, в том числе нанесение суспензии из УНТ на подложку (простым намазыванием или распылением [26]) или «printing» метод [27], когда УНТ «приклеиваются» на подложку при помощи специального связующего элемента. Однако лишь некоторые из них позволяли создавать эмиттеры с характеристиками, приемлемыми (хотя бы потенциально) для высоковольтных электронных приборов. Особого внимания заслуживает хорошо отработанная к настоящему времени технология химического осаждения ИЗ паров (chemical vapor deposition или CVD). С помощью данной технологии можно выращивать как неупорядоченные, так и упорядоченные структуры из УНТ. Покрытие с хаотично расположенными УНТ создать проще [28–35], но такие покрытия обладают недостатками, которые ограничивают их применение. При использовании простейших неупорядоченных структур чаще всего не удается обеспечить большого усиления поля у поверхности эмиттера. Кроме того, такие структуры, как правило, недостаточно однородны. Рассмотрим здесь методы создания и характеристики упорядоченных и достаточно однородных структур.

При создании упорядоченных структур нанотрубки выращиваются на

участках подложки, на которые заранее нанесен катализатор. В качестве катализатора могут выступать, например, Fe, Co, Ni [20]. Сначала нанотрубные структуры пробовали создавать на полупроводниковых подложках. Однако вскоре было установлено [21], что проводники лучше подходят в качестве подложки, так как позволяют увеличить теплоотвод от контакта с УНТ.

Приведем несколько примеров катодных структур из УНТ, имеющих высокие эмиссионные характеристики.

В работе [36] описана многоострийная структура УНТ на металлической подложке. Авторами на стеклянной подложке с молибденовым покрытием методом фотолитографии создавалась гексагональная структура катализатора (рис. 1.2.1 - а) с шириной стенки соты 1 мкм. В качестве катализатора были использованы последовательно нанесенные слои алюминия (10 нм) и железа (1 нм).



Рис. 1.2.1. Вид структуры, изученной в [36]: а - вид сверху; b - изображение структуры, зарегистрированное под углом 45° к нормали поверхности; с - увеличенное изображение стенки соты; d - ПЭМ-изображение многостенных УНТ с диаметрами 5-15 нм.

На этой структуре проводился рост УНТ методом термического СVD. После роста УНТ структура имела форму, представленную на рис. 1.2.1 - b. Структура имела площадь 0.16 см². Эмиссионные характеристики созданного катода измерялись в диодной системе с малым (250 мкм) расстоянием между катодом и анодом. Проведенные измерения показали, что с такой структуры в непрерывном режиме удается получить эмиссию с плотностью тока ~ 1.5 A/cm^2

и полным током примерно 240 мА при сравнительно малом напряжении ~ 1250 В. Временные изменения полевой эмиссии контролировались в непрерывном режиме при существенно меньших значениях плотности тока эмиссии (~ 200 мA/см²) и напряжения (750 В). На рис. 1.2.2 показана измеренная зависимость плотности тока эмиссии от времени работы.



Рис. 1.2.2. Зависимости плотности тока эмиссии и давления остаточных газов от времени работы катода [36].

При измерении этой характеристики давление в вакуумной камере поддерживалось на уровне $3 \cdot 10^{-7}$ Торр в течении 70 часов, а затем давление уменьшалось до конца испытаний до $3 \cdot 10^{-9}$ Торр. В испытаниях при малом напряжении, видимо, было сведено к минимуму воздействие ионного распыления катодов, которое обычно является одним из главных факторов, ведущих к их деградации. Отмеченное падение тока при высоком давлении авторы объясняют адсорбцией кислорода, повышающей работу выхода нанотрубок.

В работах [37, 38] приводится исследование, в котором получены еще бо́льшие плотности тока и полные токи эмиссии. В работе [38] создавались структуры с применением технологии, названной авторами «сэндвич»технологией. Структуры формировались на заранее созданных на подложке из кремния островках катализатора, включающего последовательно нанесенные слои никеля (150 нм), алюминия (2 нм) и железа (2 нм). Использование такого «сэндвича», обеспечивало надежное крепление УНТ к подложке. Рост УНТ производился с использованием метода microwave chemical vapor deposition (MWCVD). В результате роста синтезированы однородные по высоте пучки УНТ квадратного сечения со стороной 3.5 мкм и расстоянием между их центрами 10 мкм (рис. 1.2.3 - a, b).

Однако большая плотность УНТ в пучках приводила к заметной взаимной экранировке нанотрубок. С целью снизить плотность нанотрубок в пучках, катод обрабатывался в течение 3-х минут в ВЧ-плазме в атмосфере кислорода. Такая обработка приводила к снижению эффекта экранирования в пучках УНТ см рис. 1.2.3 – c,d,e,f.



Рис. 1.2.3. СЭМ изображения выращенных «сэндвич» методом структур: a, b - исходная структура УНТ; c, d - вид массивов после обработки в ВЧ-разряде при разных увеличениях соответственно; e, f - ПЭМ-изображения отдельно взятых УНТ до и после ВЧ обработки соответственно.

Измерение эмиссионных характеристик созданных катодов проводилось в диоде, в котором расстояние между катодом и анодом было установлено равным 300 мкм. На рис. 1.2.4 приведены полученные в экспериментах характеристики. Катод площадью ~ 0.2 см² обеспечивал получение в импульсном режиме (100 Гц, 10 мкс) тока 710 мА с плотностью тока ~ 3.5 A/cm². В непрерывном режиме с той же структуры получен существенно меньший ток около 15 мА.

Для определения возможности стабильной работы катода в импульсном режиме измерена зависимость тока I(t) от времени. Измерения выполнены при начальном токе ~ 500 мА и напряжении около 700 В. Давление в приборе в отсутствии электронной бомбардировки анода было равно $6 \cdot 10^{-9}$ Торр. Из статьи трудно определить насколько оно увеличивалось во время измерения зависимости I(t). Ток полевой эмиссии практически не менялся в течение 20 часов. Однако если учесть скважность, которая составляет 1000, то 20 часов работы в импульсном режиме соответствуют 72 секундам работы в непрерывном режиме отбора тока, что явно недостаточно для того чтобы сделать вывод о долговечности такого катода в непрерывном режиме.



Рис. 1.2.4. Эмиссионные характеристики «сэндвич»-катодов [38]: а – вольт-амперная характеристика (на врезке соответствующая характеристика Фаулера-Нордгейма), b – зависимость тока эмиссии от времени работы катода.

В статье [39] были исследованы катоды со структурами УНТ выращенными на круглых «островках» катализатора. На рис. 1.2.5 показано полученное в электронном микроскопе изображение исследованных полевых эмиттеров. Было определено влияние на достижимые токи эмиссии диаметра островков и расстояния между ними. Измерения выполнены в триодной системе катод – сетка – анод с зазором между катодом и сеткой 300 мкм.



Рис. 1.2.5. Изображение структур, полученное в растровом электронном микроскопе: а - f вид структур с различной геометрией.

Катод имел площадь ~ 4.1 мм². Наибольший ток эмиссии 30.9 мА был получен при напряжении 2100 В на сетке для катода с островками диаметром 50 мкм, расположенными на расстоянии 150 мкм друг от друга. Такой ток соответствовал средней по поверхности плотности тока ~ 0.7 A/cm². Для выяснения возможностей стабильной работы катода при отборе тока были измерены зависимости тока от времени. Однако эти испытания выполнены при существенно меньшем токе (5 мА) и при чрезвычайно низком давлении ~ 10^{-11} Topp. Как показали измерения, ток слабо менялся в течении 3300 часов. На рис. 1.2.6 показана зависимость напряженности поля *E*, необходимого для отбора тока эмиссии 5 мА от времени работы катода.

Однако эти измерения не могут свидетельствовать о высокой устойчивости катода к действию ионной бомбардировки и о возможности долговечной эксплуатации созданных катодов в техническом вакууме, так как измерения выполнены при сравнительно небольшом напряжении и при давлении на 3-4 порядка ниже типичных для существующих на практике электронных приборов.

Подводя итоги исследования катодов из углеродных нанотрубок, обратим



Рис. 1.2.6. Зависимость электрического поля, необходимого для получения тока 5 мA, от времени катода из УНТ [39]. Измерения проводились в статическом режиме.

внимание на то, что описанные катоды с достаточно хорошими эмиссионными характеристиками испытывались практически только при низких напряжениях, не превышающих ~ 3000 В. Поэтому полученные данные не позволяют судить о возможности использования этих катодов в высоковольтных приборах, работающих при существенно больших напряжениях.

Завершая рассмотрение полевых эмиттеров из УНТ, приведем примеры их применения. Заманчивым представляется создание источников рентгеновского излучения с такими катодами [40]. Они не требуют накала и поэтому особенно привлекательны для использования в рентгеновских трубках малого размера. Другим важным достоинством полевых эмиттеров является их безинерционность. Благодаря этому качеству они обеспечивают возможность быстрой модуляции рентгеновского излучения, что бывает важно во многих приложениях, в особенности, при исследовании объектов с быстро меняющимися характеристиками.

В обзоре [40] рассмотрены достижения в создании рентгеновских трубок с полевыми эмиттерами из УНТ. Большая часть описанных трубок работает при токах эмиссии с катода менее 2 - 6 мА. Такие источники не могут обеспечить высокой чувствительности рентгеновских исследований. Немногочисленные описанные в [40] источники рентгеновского излучения, работающие при существенно больших токах эмиссии, используют, как правило, потоки электронов с энергиями больше 40 - 50 кэВ. Как уже отмечалось в разделе 1.1 при таких больших энергиях электронов мало сечение ионизации частиц остаточного газа электронным ударом и поэтому сравнительно невелик поток ионов, бомбардирующих катод. Такие высоковольтные источники рентгеновского излучения несомненно представляют большой интерес не только потому, что обеспечивают повышенную чувствительность в рентгеновских исследованиях, но также и по той причине, что создают потоки излучения, способные проникать на большую глубину в толще исследуемых объектов.

Приведем пример источника рентгеновского излучения с системой формирования электронного пучка на основе эмиттера из УНТ [41]. В работе [41] описана оригинальная конструкция многолучевого источника рентгеновского излучения. В одной вакуумной оболочке здесь формируется 25 импульсных электронных пучков с токами до 18 мА и энергиями электронов до 40 кэВ. Из трубки выводится соответственно 25 пучков рентгеновского излучения. Пучки электронов формируются трехэлектродными пушками. Система питания обеспечивает возможность менять частоту следования и длительность импульсов излучения, а также интервал времени между импульсами разных пушек.

Типичные исследованные режимы:

- при длительности импульсов 1 с частоты их следования менялась в пределах от 0.2 до 0.125 Гц;
- при длительности импульсов 10 мс частота следования импульсов была 1 Гц.

Таким образом, электронные пушки и источники рентгеновского излучения эксплуатировались при достаточно больших скважностях импульсов (5000 -10⁵).

Было установлено, что созданный источник рентгеновского излучения способен довольно стабильно работать в течение интервала времени более 10 часов и может быть, вероятно, использован в исследованиях объектов с быстро меняющимися характеристиками.

Другое возможное приложение эмиттеров на основе УНТ – СВЧ электроника. Разрабатывались электронные пушки на основе таких эмиттеров для ЛБВ [42] и гиротрона [43–45]. Схематическое изображение конструкции описанной в [42] пушки показано на рис. 1.2.7 Полученное в растровом электронном микроскопе изображение катода с упорядоченно расположенными на поверхности пучками УНТ показано на рис. 1.2.8 - а. Авторы рассчитывали сформировать необходимый для ЛБВ поток электронов, используя многопучковый эмиттер диаметром 1 мм. Пока они исследовали только эмиссионные характеристики катода, но не проверили возможность работы какой-либо ЛБВ с этим катодом. Измерения эмиссионных характеристик катода выполнены в диодной системе с круглым молибденовым анодом, расположенным на расстоянии 300 мкм от катода. На рис. 1.2.8 - а приведены вольт-амперная характеристика диода и соответствующая характеристика Фаулера-Нордгема. При максимальном для такого диода напряжении 2000 В был получен ток 36 мА. Продолжения данная работа не имела и полученных данных недостаточно для того, чтобы оценить возможность использования созданного катода в ЛБВ.



Рис. 1.2.7. Схематическое изображение конструкции электронной пушки для ЛБВ [42].

Авторами [43–45] разработан катод с покрытием из УНТ для магнетронноинжекторной пушки (МИП) гиротрона и проведены испытания созданной пушки, а также гиротрона с МИП. Сечение участка формирования электронного потока с рассчитанными траекториями электронов показаны на рис. 1.2.9. Внешний вид катода с эмититрующим пояском из УНТ и полученное в растровом электронном микроскопе увеличенное изображение участка поверхности эмитирующего пояска показаны на рис. 1.2.10. Было



Рис. 1.2.8. Характеристики катода, изученного в [42]: а - изображение катода в растровый электронный микроскоп, б - вольт-амперная характеристика катода.

использовано простейшее покрытие из нанесенных на молибденовое основание хаотически расположенных нанотрубок. Эмитирующий поясок имел ширину 5 мм и площадь $\sim 1.41 \text{ см}^2$. Магнетронно-инжекторная пушка обеспечивала получение тока 25-30 мА при напряжении на аноде 11.5 - 12 кВ. Испытание гиротрона проведено при токе 30 мА. Выходная мощность гиротрона при этом токе не превышала 0.5 Вт. В работах [43–45] не анализируются причины получения столь малой мощности. Но можно предположить, что причиной является то, что конфигурация эмиттера с аномально большой поверхностью и неоднородным покрытием плохо согласована с гиротроном, рассчитанным на работу на частоте 220 ГГц. Таким образом, и в данном случае кажущееся заманчивым приложение УНТ катода, так и не реализовано. Авторам не удалось обеспечить эффективную работу гиротрона. Кроме того, следует обратить внимание на то, что непродолжительные испытания гиротрона проведены при его работе в разовых импульсах (длительностью 100 мкс) и при чрезвычайно низком давлении в приборе 10^{-11} Торр. При таком низком давлении, видимо, пренебрежимо мала интенсивность ионной бомбардировки катода. Проведенные испытания не позволяют определить возможность эксплуатации созданного катода в типичных для гиротронов условиях технического вакуума.



Рис. 1.2.9. Схематичное изображение сечения участка формирования электронного потока с рассчитанными траекториями. [45].



Рис. 1.2.10. Внешний вид катода с эмититрующим пояском из УНТ (a) и полученное в растровом электронном микроскопе увеличенное изображение участка поверхности эмитирующего пояска (b) [43].

Завершая анализ данных, полученных создателями и исследователями полевых эмиттеров на основе УНТ, укажем важнейшие результаты:

- К настоящему времени отработаны методы создания катодов из УНТ. Лучшие образцы катодов обеспечивают токи эмиссии до нескольких сотен миллиампер при плотностях тока до нескольких ампер с квадратного сантиметра (см., например, [36, 38, 42]), но технология создания таких катодов чрезвычайно сложна и поэтому, видимо, дорога и трудно воспроизводима.
- 2) Основные испытания эмиттеров выполнены в условиях, когда минимизировано воздействие ионной бомбардировки на катод. В большинстве случаев измерения характеристик эмиттеров выполнены

при малых напряжениях и/или при пониженных токах эмиссии (см. [36, 38, 39, 42]), в импульсном режиме с большой скважностью импульсов (см. [37,38]), при чрезвычайно низком давлении (см. [39,43–45]). Поэтому существующие к настоящему времени данные не позволяют определить, возможна ли эксплуатация катодов из УНТ при отборе больших токов в условиях технического вакуума.

- 3) Созданы электронные пушки с катодами из УНТ для источников рентгеновского излучения. Большая часть существующих рентгеновских трубок работает при малых токах с катода менее 2 - 6 мА (см. [40], а также цитированную там литературу) и при ускоряющих электроны напряжениях выше 40-50 кВ, т.е. в условиях, когда сравнительно невелика интенсивность ионной бомбардировки катода. Для повышения чувствительности рентгеновских исследований необходимы источники рентгеновского излучения, работающие при существенно больших токах электронов. Но пока такие источники исследованы недостаточно, причем только при ускоряющих электроны напряжениях выше 40-50 кВ.
- 4) Делались попытки создания и использования катодов на основе УНТ для коротковолновых ЛБВ и гиротронов. Однако полученных данных мало и они не доказывают возможность использования таких источников электронов в высоковольтных СВЧ приборах, работающих в техническом вакууме.

1.3 Полупроводниковые полевые эмиттеры

Существующие на сегодняшний день методы создания качественных спиндтовских структур с металлическими остриями и упорядоченных структур из УНТ требуют использования сложных и дорогостоящих технологий. Кроме того, до сих пор не получено убедительных доказательств возможности использования такого типа структур для обеспечения стабильной работы высоковольтных электронных приборов при отборе больших токов в техническом вакууме. Рассмотрим в данном разделе имеющиеся в литературе данные о создании и исследовании распределенных многоострийных полевых эмиттеров из полупроводниковых материалов. Наиболее хорошо отработана и достаточно проста технология создания упорядоченных многоострийных кремниевых структур методом пар-жидкостькристалл (ПЖК) [10, 11, 46]. Однако эмиссионные характеристики таких структур практически не исследованы. Можно предположить, что такие структуры не могли обеспечить достаточно больших токов, например, из-за того, что имеют малую проводимость и прочность.

Делались попытки улучшения характеристик кремниевых структур с помощью созданного по специально разработанной методике алмазного покрытия [47–49]. На остриях методом CVD формировалась пленка из малых по размеру кристаллов алмаза. Кремниевые структуры с алмазным покрытием площадью ~ 0.2 см² обеспечивали токи с эмиттера до 80 мА и плотности токов эмиссии до ~ 320 мА/см². Измерения выполнены как в статическом, так и в импульсном (50 Гц, 50 мкс) режимах. Во время измерений давление в вакуумной камере поддерживалось на уровне 10^{-5} Торр. Однако они исследованы в диодных зазорах с малым расстоянием между катодом и анодом (150 мкм) и при малых напряжениях (~ 960 В). Поэтому не очевидна и вызывает сомнение возможность длительной эксплуатации эмиттеров с алмазным покрытием в высоковольтных электронных приборах в условиях интенсивной бомбардировки быстрыми ионами.

Создавались многоострийные кремниевые структуры не только методом ПЖК. Например, авторы [50, 51] применили для изготовления таких структур метод реактивного ионного травления (RIE - Reactive Ion Etching). В работах [50, 51] получены в импульсном режиме (2 мкс, 0.1 Гц) чрезвычайно большие токи эмиссии до 0.48 A и плотности токов до ~ 0.48 A/см². На рис. 1.3.1 показаны экспериментальные вольтамперные характеристики исследованных полевых эмиттеров. Но исследования эмиссионных характеристик многоострийных структур, выполнены при малых напряжениях ~ 1800 В и в сверхвысоком вакууме 10^{-9} Topp, так что возможность использования таких структур в высоковольтных электронных приборах, работающих в техническом вакууме, вызывает сомнение.

Рассматривались в литературе возможности создания полевых эмиттеров не только из кремния. Например, авторами [52]. создавались многоострийные эмиттеры из карбида кремния. Но технология создания эмиттеров из карбида



Рис. 1.3.1. Эмиссионные характеристики многоострийных полевых эмиттеров эмиттеров [51]: а – подложка с удельным сопротивлением 37 Ом·см; b – подложка с удельным сопротивлением 178 Ом·см.

кремния еще более сложна. Она включает использование сфокусированного пучка ионов (FIB) большой энергии (ионы Ga⁺ с энергией 30 кэВ, диаметр фокуса пучка 50 нм) для формировния острий. Были изготовлены и исследованы только эмиттеры малой площади 150 × 150 мкм.

Максимальные полученные с таких структур токи не превышали 0.09 - 1.3 мА. Возможность создания по разработанной в [52] технологии полевых эмиттеров из карбида кремния существенно большей площади не очевидна. Не очевидна поэтому и возможность использования катодов такого типа для получения токов эмиссии в несколько десятков миллиампер. Испытания катодов из карбида кремния выполнены в сверхвысоком вакууме ~ 10^{-9} Topp. К тому же, даже в таких условиях, авторы [52] не исследовали возможность длительной эксплуатации созданных катодов.

Подытоживая результаты исследования полупроводниковых полевых эмиттеров, можно сделать, видимо, следующие выводы:

- Из существующих к настоящему времени методов создания многоострийных структур наиболее прост и воспроизводим отработанный в [10, 11, 46] метод ПЖК. Однако такие структуры не нашли пока практического применения в высоковольтных электронных приборах.
- Делались попытки улучшения характеристик кремниевых структур с помощью алмазных покрытий [47–49], а также создания многоострийных катодов из карбида кремния [52]. Методы создания кремниевых структур с алмазными покрытиями, а также катодов из карбида кремния сложнее, чем метод ПЖК.

36
• Проведенные исследования не дают информации, необходимой для того, чтобы оценить возможности и целесообразность использования описанных в [47, 50, 52] полевых эмиттеров в высоковольтных электронных приборах, работающих в техническом вакууме.

1.4 Матричные полевые эмиттеры из стеклоуглерода

Рядом авторов [53–55] исследуется возможность применения матричных многоострийных эмиттеров из стеклоуглерода. Стеклоуглерод в отличии от полупроводников имеет хорошую проводимость, термостойкость, высокую твердость.

Авторами [54] приведено исследование работы многолучевой электронной пушки с холодным катодом из стеклоуглерода марки СУ-2000, изготовленного методом электро-искровой обработки. Пушка содержала 19 полевых эмиссионных миникатодов диаметром 370 мкм. На поверхности каждого миникатода была сформирована матрица острий высотой 12 мкм и диаметром вершины 1.6 мкм. Плотность упаковки острий достигала 1 · 10⁶ см⁻². Для создания электрических полей, необходимых для полевой эмиссии, использовалась управляющая сетка с 19 отверстиями диаметром 500 мкм. У анода имелось 19 отверстий диаметром 500 мкм, совмещенных с отверстиями управляющей сетки и миникатодами. Схематическое изображение сечения электронной пушки с полевым эмиттером из стеклоуглерода приведено на рис. 1.4.1.

Измерения эмиссионных характеристик проводились в импульсном режиме при длительности импульса 80 мкс и скважности 820. Давление в экспериментальном приборе поддерживалось ~ 10^{-7} Topp. Исследованные трехэлектродные структуры могли обеспечить токи за анодом приблизительно до 90 мА при полном токе катода 270 мА, а усредненное по площади всего катода значение плотности тока составило ~ 13.2 A/cm^2 .

Согласно расчетам, проведенным авторами, из-за наличия сильно неоднородного распределения электрического поля у поверхности мини-катодов эффективно используется всего около 20% острий на их поверхности. Как показали расчеты траекторий электронов, 70% тока перехватывались сеткой.



Рис. 1.4.1. Геометрия ячейки с групповым расположением углеродных микроострий: 1 — миникатод, 2 — матрица микроострий, 3 — управляющая сетка, 4 — анод, 5 — диафрагма с малым отверстием, 6 — коллектор измерительного зонда [54].

Плотность тока внутри данного кольца составила более $\sim 40 \text{ A/cm}^2$, а для центральной области катода не более $\sim 5 \text{ A/cm}^2$.

Создание электронной пушки с катодом из стеклоуглерода затруднено в силу того, что необходимо выдерживать малые зазоры между электродами. Эксплуатируется такая пушка В чрезвычайно напряженном режиме. Наибольшие токи эмиссии получены при разности потенциалов 6550 В в зазоре 65 мкм между катодом и сеткой. Учитывая усиление поля у эмитирующей краевой части миникатода, в таком режиме трудно избежать взрывной эмиссии хотя бы с некоторых участков его поверхности. Кроме того, если 70% тока перехватывается сеткой, то трудно избежать большого тепловыделения на сетке, а как и следствие сильного газовыделения с сетки и интенсивной ионной бомбардировки краевых участков катода, обеспечивающих наибольший вклад в эмиссию. Не очевидна возможность обеспечения высокой долговечности катодов при эксплуатации в техническом вакууме. Указанные обстоятельства препятствуют пока использованию данных структур в существующих высоковольтных приборах.

1.5 Электронные пушки с защитой от ионной бомбардировки

Общей проблемой всех описанных в предыдущих разделах многоострийных полевых эмиттеров является опасность их разрушения под действием бомбардировки быстрыми ионами остаточного газа. Как уже упоминалось при описании катодов Спиндта, делались попытки защитить полевые эмиттеры от ионной бомбардировки при помощи специальных электронно-оптических систем, препятствующих попаданию на их поверхность ионов из канала транспортировки электронного пучка (см., например, [1]). Однако при использовании такой защиты не исключалась бомбардировка катода ионами, рожденными в самой пушке.

В последние годы были разработаны оригинальные конструкции электронных пушек с лезвийными полевыми эмиттерами, в которых делается попытка уменьшить интенсивность бомбардировки катода ионами, образованными непосредственно в пушке (см., например, [5,6]).

В работах [5, 6] описаны катодные системы нового типа, состоящие из многослойных ячеек с лезвиными эмиттерами из углерода. По мнению авторов, распределение электрических полей в катодной системе исключает попадание образованных в пушке ионов на эмитирующую поверхность катода. На рис. 1.5.1 схематически показан вид самой ячейки и представлены траектории движения электронов и ионов в единичной ячейке полевого эмиттера [5].

На рис. 1.5.2 - а показан вид одиночной ячейки в растровом электронном микроскопе, а на рис. 1.5.2 - b приведена экспериментальная вольт-амперная характеристика единичного модуля.

Экспериментальное исследование полевых эмиттеров с ионной защитой обсуждается в работах [6,56]. Измерение эмиссионных характеристик проведено в триодной системе катод-управляющий электрод-коллектор. Зазор между коллектором и эмиттером был ~ 200 мкм. Давление остаточного газа в вакуумной камере поддерживалось на уровне ~ 10^{-6} Topp.

В импульсном режиме (длительность импульса 320 мкс, частота следования ~ 3 кГц) при напряжении между катодом и управляющим



Рис. 1.5.1. Изображение траекторий: а - электронного потока, формируемого одиночной ячейкой; b - ионного потока, бомбардирующего катод [5].



Рис. 1.5.2. а - Планарная наноструктура с полевой эмиссией пленки алмазоподобного углерода в двухуровневом исполнении: 1 — пленка алмазоподобного углерода; 2 — молибденовое основание; 3 — молибденовый вытягивающий электрод; масштабная метка на фотографии соответствует 200 нм; b - BAX экспериментального автоэмиссионного модуля [6].

электродом был получен ток с единичного модуля около 1 мА, что соответствует средней по поверхности катода в одиноченой ячейке плотности тока ~ 0.3 A/см².

Для лучших образцов эмиттеров испытания показали, что ток эмиссии уменьшался примерно на 10% за 3000 часов при плотности тока на уровне $\sim 0.1 - 0.3 \text{ A/cm}^2.$

На данный момент можно отметить, что в созданных трехэлектродных структурах с лезвийными полевыми эмиттерами показана возможность обеспечения защиты эмиттера от бомбардировки ионами, возникшими в самой пушке, что выгодно их отличает от ячеек спиндтовского типа. Однако продемонстрирована возможность защиты от ионной бомбардировки только при малых (ориентировочно до 200 эВ) энергиях ионов и отсутствуют данные о работе структур с лезвийными эмиттерами в устройствах с электронными потоками высокой энергии. Это затрудняет оценку их применимости в высоковольтных электронных устройствах.

Для проверки возможности применения планарно-торцевых катодов и катодов с дисковыми электродами [6, 56] в высоковольтных приборах необходимо было бы проводить испытания в условиях, когда возможно образование и бомбардировка катода быстрыми ионами. Такие данные пока не получены. Пока технология создания катодных систем с большим количеством трехэлектродных структур с лезвийными электродами не отработана. Для того, чтобы достаточно надежно оценить возможности использования структур с ионной защитой, необходимы дополнительные исследования.

Подытоживая результаты описанных в литературе исследований, можно, видимо, заключить, что до сих пор не отработаны достаточно надежные методы защиты полевых эмиттеров от разрушающего действия ионной бомбардировки с помощью каких-либо электронно-оптических систем.

1.6 Полевые эмиттеры с защитным фуллереновым покрытием

Принципиально иной метод защиты острийных полевых эмиттеров от разрушающего действия ионной бомбардировки был предложен и исследован в лаборатории Сильноточной и СВЧ электроники СПбПУ [9,57]. Для этих целей использовалось тонкое (2 – 4 монослоя) покрытие из молекул фуллерена С₆₀. Была изучена работа с защитными фуллереновыми покрытиями одиночных острий из вольфрама и вольфрамовых острий со слоем карбида вольфрама на поверхности. На вершине острий, изготовленных с помощью электрохимического травления из вольфрамовой проволоки, прогревом в вакууме формировался монокристалл вольфрама. Диаметр вершины острий варьировался в пределах приблизительно от 0.1 до 2.0 мкм. Фуллереновое покрытие напылялось на поверхность монокристалла из ячейки Кнудсена [57]. Для создания слоя карбида вольфрама на поверхности монокристалла проводился прогрев острия с нанесенным предварительно фуллереновым покрытием. При этом углерод, образовавшийся в результате разложения молекул С₆₀, вступал во взаимодействие с вольфрамом и формировалась пленка карбида вольфрама. Далее в случае необходимости на поверхность карбида вольфрама снова наносился слой молекул фуллерена.

Исследования закономерностей создания фуллереновых покрытий и эмиссионных характеристик острийных катодов с защитными фуллереновыми покрытиями проводились В высоковакуумном полевом эмиссионном микроскопе. Вакуумная камера была оснащена системой напуска азота, 10^{-9} которая позволяла быстро менять давление от минимального \sim Торр приблизительно до 10⁻⁶ Торр и обратно. Формирование покрытий производилось при давлениях, близких к минимальному $(10^{-9} - 10^{-8} \text{ Topp}).$ Для получения информации о защитных свойствах фуллереновых покрытий эмиссионные свойства катодов с покрытиями исследовались при повышенных давлениях в интервале приблизительно от 10^{-8} Торр до 10^{-6} Торр.

Микроскоп обеспечивал возможность наблюдения увеличенного примерно в 10⁶ раз изображения эмитирующей вершины острия. Измерения в микроскопе давали возможность оперативно и с высоким разрешением (~ 1.5 – 2 нм) контролировать рельеф поверхности эмиттера и пространственное распределение потока эмитированных электронов.

Для определения толщины фуллереновых покрытий использовалась разработанная авторами [57] методика на основании измерения так называемых «кривых напыления». Измерялись зависимости от времени напыления характерных напряжений $U_{0.002}$, необходимых для получения фиксированного малого значения тока эмиссии (2 нА). Измерения при столь малых токах позволяли контролировать характеристики покрытий в условиях слабого воздействия на их состояние создаваемых у поверхности полей и отбираемых

42

TOKOB.

На рис. 1.6.1 показана типичная характеристика $U_{0.002}(t_d)$, полученная при фиксированном расстоянии между ячейкой Кнудсена и острийным эмиттером. Пунктиром на ней отмечено время, соответствующее созданию фуллеренового покрытия толщиной ~ 1 монослой. Скорость испарения фуллеренов задается температурой T ячейки и расстоянием между ячейкой Кнудсена и эмиттером. Определив при заданных T и расстоянии между ячейкой и острием время, необходимое для нанесения монослойного покрытия, можно в дальнейшем по времени напыления определить толщину нанесенного покрытия.



Рис. 1.6.1. Кривая напыления $U_{0.002}(t_d)$ фуллереновых молекул на вольфрамовое острие с радиусом вершины $R \approx 0.3$ мкм. [58]

Фуллереновые покрытия обладают большой работой выхода (~5.3 эВ). Понизить работу выхода покрытия можно, нанося на его поверхность тонкие (порядка монослоя) вещества с меньшей работой выхода. Исследования [59] показали, что напыление атомов калия ведет к падению величины характерного напряжения, необходимого для отбора фиксированного тока 2 нА, до 3.5 – 4 раз. Однако после завершения процесса активирования характерные напряжения увеличиваются в течение 15 - 20 часов из-за ухода атомов калия с поверхности в сторону подложки, из-за интеркалирования атомов калия в область между покрытием и поверхностью острия. Долговременного снижения работы выхода удавалось добиться, активируя фуллереновое покрытие не атомами, а потоком медленных (40 – 100 эВ) ионов калия [58, 60]. При таком способе активирования в соответствии с выполненными ранее исследованиями [61] можно было ожидать, что в покрытии образуются металлофуллерены типа эндо- (K@C₆₀) и/или экзо-(C₆₀@K) эдралов, присутствие которых в покрытии должно уменьшать работу выхода его поверхности. Как показали проведенные эксперименты, степень активировки потоком ионов калия определяется не только дозой ионов, но и материалом подложки. При оптимальном количестве дозы ионов наилучшие результаты были получены при обработке фуллеренового покрытия на вольфрамовом острие со слоем карбида вольфрама на поверхности. Для такой острийной системы максимальное снижение характерных напряжений достигало ~ 50%.

Молекулы металлофуллеренов обладают большим дипольным моментом и в неоднородных электрических полях в присутствии даже малых неоднородностей покрытия не уходят с покрытия к подложке, а перемещаются в сторону больших электрических полей, формируя множество (десятки) нано-выступов на поверхности. Эта структура выступов дает дополнительное усиление поля у поверхности острийного эмиттера.

Исследование работы одноострийных вольфрамовых эмиттеров с активированными фуллереновыми покрытиями описано в работах [8,9]. Опыты, проделанные в техническом вакууме $(10^{-7} - 10^{-8} \text{ Topp})$, продемонстрировали своеобразный процесс саморегуляции структуры защитного фуллеренового слоя. Быстрые ионы, бомбардирующие эмиттер, практически не разрушают и не десорбируют молекулы покрытия, а большую часть своей энергии выделяют в подложке. По дороге к подложке они разрушают некоторые выступы на поверхности покрытия. Высвободившиеся из выступов поляризованные молекулы фуллеренов и металлофуллеренов перемещаются по поверхности эмиттера под действием сильно неоднородных полей и быстро захватываются соседними выступами или формируют новые. В результате токи эмиссии флюктуируют, но средние их значения меняются во времени слабо. Быстрые перемещения дипольных молекул по поверхности ведут к мерцанию эмиссионного изображения эмитирующей поверхности острия, которое

44

регистрируется на экране проектора. Измерения показали, что активированное потоком ионов калия фуллереновое покрытие обеспечивает длительную стабильную работу острийного эмиттера в техническом вакууме. На рис. 1.6.2 приведены типичные зависимости тока эмиссии от времени работы эмиттера. В течение одного дня изменения во времени токов полевой эмиссии эмиттеров с активированными фуллереновыми покрытиями контролировались в течение не более 5 — 7 часов. Однако многократные измерения характеристик I(t) в разные дни свидетельствуют, что лучшие образцы одноострийных вольфрамовых катодов с активированными фуллереновыми покрытиями способны стабильно работать в условиях технического вакуума по крайней мере в течение нескольких десятков часов при токах до 10 мкА и плотностях тока полевой эмиссии ориентировочно до $\sim 10^5 \text{ A/cm}^2$.



Рис. 1.6.2. Типичные зависимости эмиссионного тока I от времени работы t катода, измеренные при приблизительно одинаковом давлении в приборе $p \sim 3 \cdot 10^{-7}$ Торр и разных начальных токах эмиссии [9]. Зависимости измерены при разности потенциалов между анодом и катодом $\sim 6 - 7$ кВ.

Подытоживая результаты исследований, приведенных в данном разделе, можно констатировать, видимо, перспективность использования фуллереновых покрытий для защиты острийных полевых эмиттеров от разрушающего действия ионной бомбардировки. Этот метод защиты достаточно прост и воспроизводим.

Одноострийные полевые эмиттеры, даже из такого прочного и тугоплавкого материала, как вольфрам, не могут обеспечить токов полевой эмиссии свыше 100-200 мкА. Поэтому представляет большой интерес рассмотрение возможности создание распределенных многоострийных катодов с фуллереновыми покрытиями.

1.7 Заключение и постановка задачи

Полевые эмиттеры имеют ряд принципиальных преимуществ по сравнению с термокатодами. Они не требуют накала и практически безинерционны, могут быть использованы для создания миниатюрных катодов, обеспечивающих большие плотности тока эмиссии. Разработке и исследованию полевых эмиттеров посвящено большое количество работ. Однако подавляющая их часть ограничивается изучением эмиттеров, которые могут использоваться преимущественно в слаботочных и высоковакуумных электронных устройствах, например, во всевозможных сенсорах и приборах аналитического приборостроения.

В последние годы делаются попытки использования полевых эмиттеров в миниатюрных, но высоковольтных приборах - например, в СВЧ приборах коротковолнового миллиметрового или субмиллиметрового диапазона типа ламп бегущей волны и гиротронов, а также в портативных источниках рентгеновского излучения. Для таких приложений привлекательны холодные и безинерционные полевые эмиттеры. Однако в высоковольтных устройствах, работающих в техническом вакууме, полевые эмиттеры должны обеспечивать чрезвычайно большие токи (порядка или более нескольких десятков 100 — 150 мA/см². При этом миллиампер) при плотности токов свыше эмиттеры в высоковольтных устройствах подвергаются интенсивной ионной бомбардировке. В таких условиях чрезвычайно трудно обеспечить достаточно продолжительную и стабильную работу полевых эмиттеров. Важнейшей причиной выхода их из строя является разрушающее действие ионной бомбардировки, интенсивной в высоковольтных электронных устройствах, работающих в техническом вакууме.

В данной диссертационной работе основное внимание уделено созданию и исследованию полевых эмиттеров, перспективных для высоковольтных электронных устройств, функционирующих в техническом вакууме. Обзор существующих литературных данных свидетельствует:

1) Для получения больших токов полевой эмиссии наиболее отработаны и используются, как правило, распределенные многоострийные полевые эмиттеры или структуры спиндтовского типа с остриями из углеродных нанотрубок (УНТ), из металлов или полупроводников.

- В настоящее время существуют достаточно эффективные эмиттеры, обеспечивающие токи полевой эмиссии порядка или даже более 50 − 100 мА при плотностях тока ~ 0.1 − 10 A/см² (см., например, [1,2,36,38]).
- 3) Наиболее эффективные многоострийные эмиттеры (например, катоды спиндтовского типа [1] и «сэндвич-структуры» [38]) создаются с использованием чрезвычайно сложных и дорогих технологий.
- 4) Достаточно проста и хорошо отработана технология создания распределенных многоострийных структур из кремния [10, 11, 46]. Однако пока возможности использования таких структур для получения больших токов полевой эмиссии изучены недостаточно.
- 5) Проведенные исследования существующих полевых эмиттеров не доказывают возможности длительной их эксплуатации в условиях интенсивной ионной бомбардировки, поскольку эмиттеры испытывались либо при малых напряжениях [36], либо при малых токах [28, 29], либо в сверхвысоком вакууме [39], либо в импульсном режиме с большой скважностью импульсов. В некоторых случаях перечисленные недостатки испытаний сочетались.
- 6) Делались попытки защитить эмиттеры от ионной бомбардировки с помощью специальных электронно-оптических систем (см., например, [1, 5]). Однако разработанные способы не исключают ионной бомбардировки, а лишь уменьшают поток ионов, бомбардирующих поверхность эмиттера. Полученных данных недостаточно для того, чтобы убедиться в эффективности предложенных методов защиты от ионной бомбардировки.
- 7) В лаборатории сильноточной и СВЧ электроники СПбПУ ранее были разработаны оригинальные фуллереновые покрытия для острийных эмиттеров из вольфрама (см. [9]). Проведенные авторами исследования показали, что эти покрытия эффективно защищают одноострийный вольфрамовый эмиттер от разрушающего действия ионной бомбардировки. Такая защита испытана в высоковольтных режимах и представляется более перспективной по сравнению с отмеченной в предыдущем пункте, так как предохраняет эмиттер от разрушения. Представляется весьма заманчивым использовать такие покрытия для защиты многоострийных

распределенных систем из других материалов. Однако пока возможности такой защиты многоострийных систем не изучены.

Сделанные на основании проведенного обзора литературы выводы позволяют сформулировать постановку следующих задач данной диссертационной работы:

- 1) Разработать метод создания содержащих фуллерены защитных покрытий на поверхности многоострийных кремниевых структур (MKC).
- 2) Разработать методы активирования защитных покрытий МКС с помощью потока ионов калия.
- MKC 3) Изучить закономерности работы с активированными И неактивированными покрытиями и на основе полученных данных определить воздействие процесса активирования на эмиссионные характеристики катодов.
- Изучить влияние на эмиссионные характеристики МКС морфологии их поверхности и на основе полученных данных выработать рекомендации по выбору оптимальной морфологии.
- 5) Изучить закономерности функционирования МКС с защитными покрытиями в высоковольтных электронных приборах, работающих в техническом вакууме при отборе больших токов эмиссии, и на основе полученных данных оценить возможные механизмы разрушения многоострийных катодов.
- 6) Определить возможности использования созданных МКС с защитными покрытиями в СВЧ приборах коротковолнового миллиметрового и субмиллиметрового диапазона длин волн, а также в портативных источниках рентгеновского излучения.
- 7) Разработать методику создания многоострийных молибденовых структур (MMC) с помощью электроэрозионной обработки и определить эмиссионные характеристики этих структур с активированными фуллереновыми покрытиями при их работе в техническом вакууме.

2. Методы исследований

2.1 Методика экспериментальных исследований и аппаратура

2.1.1 Объекты исследования

В работе были экспериментально исследованы многоострийные полевые эмиттеры из кремния, отличающиеся площадью и морфологией поверхности. В качестве основы для создания полевых эмиттеров служили кремниевые многоострийные структуры, изготовленные Институтом кристаллографии РАН с использованием хорошо отработанной и достаточно простой технологии [11]. Существовала принципиальная возможность использования многоострийных структур с n- и p- типом проводимости. Однако структуры из кремния p-типа обладали малой проводимостью порядка ~ 0.1 Ом^{-1.}см⁻¹. Структуры же, изготовленные из сильно легированного кремния n-типа, хотя и имели гораздо более высокую проводимость ~ $10^3 - 10^4$ Ом^{-1.}см⁻¹, однако обладали большим количеством дефектов и были недостаточно прочны. К тому же, как уже отмечалось в обзоре литературы, чисто кремниевые структуры практически невозможно использовать в качестве полевых эмиттеров в высоковольтных электронных приборах, работающих в техническом вакууме, так как они разрушаются под действием ионной бомбардировки.

Для решения указанных проблем были разработаны и использовались специальные двухслойные покрытия нового типа. Для повышения проводимости и прочности кремниевых многоострийных структур на их поверхности создавался слой металлизации из молибдена толщиной 5 - 20 нм. Для защиты структур от разрушающего действия ионной бомбардировки поверх металлизации наносилось фуллереновое покрытие толщиной от 2 до 10 монослоёв. Учитывая, что фуллереновое покрытие имеет повышенную по сравнению с кремнием работу выхода (~ 5.3 эВ), для уменьшения работы выхода поверхности эмиттера с использованием разработанной ранее

методики [9, 58] проводилось его активирование потоком медленных ионов калия. Была исследована также и работа эмиттеров с неактивированными фуллереновыми покрытиями.

Для выяснения возможности функционирования кремниевых многоострийных катодов с металл - фуллереновыми покрытиями первые измерения были выполнены с использованием катодов малой площади (КМП), созданных на торцевой поверхности кремниевых стержней. Стержни имели квадратное сечение со стороной 1 мм, а высота стержней составляла 1.5 см. Использование КМП с аспектным соотношением¹ ~ 5 обеспечивало дополнительное увеличение поля у поверхности эмитирующих структур и позволяло их исследовать в полевом эмиссионном микроскопе при большом расстоянии между катодом и коллектором.

У КМП из кремния n-типа структура из острий создавалась на площадке диаметром ~ 0.2 – 0.3 мм. Количество острий на этой площади варьировалось от 30 до 50 для разных образцов. Высота острий варьировалась от 30 до 60 мкм. На рис. 2.1.1 приведено типичное изображение участка поверхности кремниевой структуры n-типа и отдельно взятого острия.

У полевых эмиттеров из кремния р-типа острия занимали участок поверхности диаметром 0.5 мм. Количество острий на этой поверхности менялось у исследованных катодов от 1 приблизительно до 300. На рис. 2.1.2 - а показано увеличенное изображение участка поверхности многоострийной структуры. Высота острий *h* менялась приблизительно от 5 до 40 мкм для разных образцов. Радиус *R* вершины кремниевых острий варьировался для разных образцов в пределах примерно от 5 до 15 нм. Изображение верхушки типичного острия приведено на рис. 2.1.2 - б. Для повышения проводимости и прочности кремниевых структур использовались молибденовые покрытия толщиной $\Delta_{Mo} \sim 5$ нм. Радиус острий с молибденовым покрытием можно было менять в широких пределах приблизительно от 10 до 40 нм.

КМП с малым количеством острий не могли обеспечить больших токов эмиссии. Для получения больших токов далее была исследована полевая эмиссия многоострийных кремниевых катодов (КБП) существенно большей

¹При определении аспектного соотношения учитывалось существование крепления кремниевого стержня и его подогревателя (см. раздел 2.1.2).



Рис. 2.1.1. Типичное изображение участка поверхности КМП из кремния n-типа, полученное с помощью растрового электронного микроскопа. Изображение зарегистрировано под углом 45° к нормали торцевой поверхности. Расстояние между остриями 30 мкм, высота острий ~ 30 мкм.





Рис. 2.1.2. Изображения КМП из кремния р-типа, полученные с помощью растрового электронного микроскопа. Изображения зарегистрировано под углом 45° к нормали торцевой поверхности. Расстояние между остриями 30 мкм, высота острий ~ 30 мкм: а - изображение участка поверхности; б - изображение типичного острия, входящего в эмиттер.

площади $(0.1 - 1 \text{ см}^2)$.

Изучалась работа КБП, изготовленных из многоострийных кремниевых структур с разной степенью упорядоченности и с разной морфологией поверхности. Типичный вид упорядоченной структуры представлен на рис. 2.1.3 - а. Расстояние между остриями L для различных образцов менялось от 30 до 60 мкм, а высота острий h варьировалась от 20 до 60 мкм. Увеличенное изображение одного из острий представлено на рис. 2.1.3 - б. Радиус вершины R кремниевых острий не превышал 15 нм.

Вид менее упорядоченной структуры представлен на рис. 2.1.4 - а. Расстояние между остриями и их высота для данного образца менялось в пределах от 15 до 20 мкм. На рис. 2.1.4 - б показано изображение верхушки типичного острия.

Для исследованных многоострийных полевых эмиттеров отношение L/h менялось в пределах приблизительно от 0.2 до 4. При значениях L/h < 2 не исключается взаимная частичная экранировка острийных полевых эмиттеров, приводящая в диодной структуре заданной конфигурации к уменьшению электрического поля у поверхности острий и к увеличению рабочих напряжений, необходимых для отбора фиксированных токов полевой эмиссии.

Наряду с исследованием кремниевых эмиттеров, была изучена также возможность создания и использования в качестве полевых эмиттеров многострийных молибденовых структур. Многоострийные молибденовые структуры изготавливались в Институте прикладной физики РАН (Нижний Новгород) с помощью электроэрозионной обработки торцевой поверхности стержней квадратного сечения 1×1 мм из молибдена марки МЧВП. Вид участка одной из созданных структур, полученный с помощью растрового электронного микроскопа, показан на рис. 2.1.5 - а. Исследованные структуры включали около 200 острий. Острия располагались на расстоянии ~ 70 мкм друг от друга. Их высота варьировалась в разных структурах приблизительно от 20 до 30 мкм. Вершина острий имела характерное сечение около 3 - 5 мкм. На рис. 2.1.5 - б показано увеличенное изображения одного из острий. Регистрация изображений напроизводилась под углом 45° к нормали торцевой поверхности катодного стержня. Полученные данные свидетельствуют, что



Рис. 2.1.3. Изображения КБП, полученное с помощью растрового электронного микроскопа. Изображение зарегистрировано под углом 45° к нормали торцевой поверхности эмиттера. Расстояние между остриями 30 мкм, высота острий ~ 30 мкм: а - изображение участка поверхности с упорядоченной структурой; б - изображение типичного острия, входящего в эмиттер.



Рис. 2.1.4. Изображения КБП, полученные с помощью растрового электронного микроскопа. Изображения зарегистрировано под углом 45° к нормали поверхности. Расстояние между остриями 15 – 20 мкм, высота острий ~ 15 – 20 мкм: а - изображение участка поверхности; б - изображение типичного острия, входящего в эмиттер.

при использовании электроэрозионной обработки на поверхности катода, включая торцевую поверхность острий, формируется неупорядоченная система выступов, характерный размер которых существенно меньше сечения вершины острий. Структура этих выступов обеспечивала дополнительное увеличение поля у вершины модибденовых острий.

Для защиты молибденовых многоострийных структур от разрушающего действия ионной бомбардировки на их поверхность с использованием той же методики, что использовалась при создании КМП и КБП кремниевых катодов наносилось, а затем активировалось потоком ионов калия фуллереновое покрытие.



Рис. 2.1.5. Изображения молибденового эмиттера, полученные с помощью растрового электронного микроскопа. Регистрация изображения под углом 45°. Расстояние между остриями ~ 70 мкм, высота острий ~ 27 мкм: а - изображение участка поверхности; б - изображение типичного острия, входящего в эмиттер.

2.1.2 Экспериментальная вакуумная установка

Исследования эмиссионных характеристик полевых эмиттеров выполнены на разборной экспериментальной вакуумной установке типа УСУ-4. На рис. 2.1.6 схематически изображено сечение отсека установки, в котором располагались катоды и коллекторные системы, с помощью которых регистрировались характеристики полевой эмиссии, а также устройства, используемые для создания и обработки покрытий на поверхности катода. Изображено сечение прибора, в котором исследовались КМП. Схематическое изображение измерительной системы с КМП показано на рис. 2.1.7.



Рис. 2.1.6. Схематичное изображение поперечного сечения вакуумной камеры с КМП: 1 – крепление КМП, 2 – ось манипулятора, обеспечивающего поворот катода к источникам напыления молибдена и молекул фуллерена, а также к источнику потока ионов калия, 3 – корпус вакуумной камеры, 4 – окна для наблюдений, 5 – источник фуллеренов, 6 – коллекторная система, 7 – источник атомов молибдена, 8 – источник ионов калия.



Рис. 2.1.7. Схематическое изображение измерительной системы КМП катодов: 1 - КМП; 2 - крепление КМП с подогревателем; 3 - сетка; 4 - экран.

Измерения эмиссионных характеристик КМП проводились в полевом эмиссионном микроскопе проекторе. Во время импульсных измерений была использована триодная структура (катод - сетка - анод). В этом случае сетка, прозрачностью 75%, заземлялась, и измерялся ток электронов, попавших на коллектор. Сетка была необходима для уменьшения ёмкости катод коллектор. При измерении токов полевой эмиссии в статическом режиме сетка соединялась с коллектором и измерялся ток электронов, попавших на сетку и на коллектор. Как уже упоминалось выше, в случае эмиттеров малого сечения благодаря дополнительному усилению поля можно было располагать коллектор на большом расстоянии от катода и, тем не менее, работать при умеренных напряжениях. Расстояние между сеткой и катодом менялось в пределах 1.2 - 1.5 см.

При исследовании КМП, кроме измерения эмиссионных характеристик катодов, наблюдались также их эмиссионные изображения на люминесцентном Для изображения использовалась экране. регистрации видеокамера, Наблюдение расположенная напротив экрана. за ЭМИССИОННЫМИ изображениями позволяло судить о поверхностной структуре эмиттера, а также о некоторых процессах, протекающих на его поверхности.

Из-за того, что площадь экрана, бомбардируемая электронами,

58

существенно (примерно в 10^4 раз) превышает площадь эмитирующей структуры, плотность потока электронов на экран много меньше плотности тока эмиссии с поверхности катода. Невелика при этом и удельная мощность, выделяемая электронным потоком на экране. В результате было уменьшено влияние вторичных эффектов (например, нагрева экрана и газовыделения с него) на работу эмиттера. Поэтому становится возможным контроль в статическом режиме временных изменений эмиссии катода при достаточно больших плотностях тока эмиссии (до ~ 1 A/cm²) с его поверхности.

Для исследования КБП катоды малой площади удалялись из вакуумной камеры и на их месте в том же отсеке камеры располагались КБП. Измерения эмиссионных характеристик КБП выполнялись в диодной системе, показанной на рис. 2.1.8. Здесь 1 – эмиттер, закрепленный на катодной системе с подогревателем 4, 2 и 3 – электроды коллекторной системы. Расстояние между катодом и коллекторной системой было равно 1.5 мм. Использование секционированного коллектора позволяло оценить вклад в эмиссию разных участков катода. Для определения полного тока I_{Σ} с эмиттера измерялись и суммировались токи коллектора I_2 и охранного электрода I_3 .



Рис. 2.1.8. Схематическое изображение измерительной системы КБП катодов: 1 - многоострийный катод, 2 - коллектор, 3 - охранный электрод, 4 - подогреватель.

При исследовании КБП плотности тока электронов, бомбардирующих коллектор, примерно равны плотностям тока эмиссии катода и при больших токах эмиссии велика удельная мощность, выделяемая на коллекторе бомбардирующим его потоком электронов. В связи с этим резко возрастает роль вторичных эффектов, обусловленных, например, разогревом коллектора и десорбцией частиц с его поверхности. По этой причине становятся практически невозможными испытания больших по площади катодов при отборе больших токов в непрерывном режиме. Чтобы свести к минимуму роль вторичных эффектов, обусловленных интенсивной электронной бомбардировкой коллектора, измерения эмиссионных характеристик в статическом режиме выполнялись при токах с катода, не превышающих 1 - 1.5 мА. Измерения при бо́льших токах проводились в импульсном $(1 - 2 \text{ мкс}, 50 - 100 \Gamma \mu)$ режиме.

На начальном этапе работы всех исследованных эмиттеров проводилась их тренировка (формовка). Первичная формовка производилась в статическом режиме. В процессе этой формовки катод последовательно выдерживался в течение 15 - 30 минут при 3 - 5 напряжениях, соответствующих фиксированным значениям начального тока эмиссии I_0 от 1 до 100 мкА. Затем выдержка производилась в течение 30 - 60 мин при 3 - 5 напряжениях, соответствующих фиксированным значениям начального тока в интервале $0.15 \leq I_0 \leq 1.5$ мА. После завершения формовки в статическом режиме она продолжается в импульсном режиме при токах выше 1 - 1.5 мА. В импульсном режиме выдержка при фиксированных значениях напряжения производилась в течение больших интервалов времени от 0.5 до 3 - 5 часов в сутки.

Экспериментальный прибор был оснащен испарителем молибдена 7, который использовался для нанесения молибденовых покрытий на полевой эмиттер, источником типа ячейки Кнудсена 5 для напыления молекул фуллерена C₆₀, а также источником ионов калия 8, который использовался для активирования фуллереновых покрытий. С помощью специальных манипуляторов можно было поворачивать эмиттеры (и КМП, и КБП) к источникам напыления молибдена и фуллереновых молекул, к аноду (коллектору) и к источнику ионов, а также перемещать их в плоскости поперечного сечения вакуумной камеры.

В вакуумной камере с помощью системы откачки, включающей

криосорбционный, форвакуумный (Edwards nXDS 10i) и магнитно-разрядный (типа HMД-0.4) насосы, обеспечивалось давление остаточного газа порядка $10^{-10} - 10^{-9}$ Topp. Камера была оснащена системой напуска азота (см. приложение A), которая позволяла оперативно менять давление от указанного минимального до 10^{-6} Topp и обратно. Проводимая перед началом измерений обработка катодов (их прогревы и нанесение на их поверхность покрытий) выполнялись при давлениях остаточного газа $\sim 10^{-9} - 10^{-8}$ Topp. Основные измерения эмиссионных характеристик катодов выполнялись в техническом вакууме при повышенных давлении азота порядка 10^{-7} Topp.

Исследуемые катодные структуры имели систему косвенного накала, которая позволяла нагревать структуры до температуры около 600 °C. В случае необходимости образцы можно было нагревать до более высоких температур (вплоть до ~1200-1500 °C) с помощью электронной бомбардировки. Методы подачи и контроля накала описаны в приложении Б.

Электрические поля, необходимые для формирования полевой эмиссии с катода, создавались при подаче на катод отрицательного относительно *U*. Использовались как стандартные, коллектора напряжения так И нестандартные источники высокого напряжения. Принципиальная схема изготовленного высоковольтного модулятора специально ИМПУЛЬСОВ напряжения приведена в приложении В. Данный источник позволял получать импульсы напряжения амплитудой до 14 кВ. Частота следования импульсов регулировалась в пределах от 50 до 200 Гц. Длительность импульсов можно было менять от 0.5 до 6 мкс. Контроль за выходным сигналом осуществлялся при помощи осциллографа Tektronix TDS2022C. Типичные осциллограммы выходного напряжения представлены на рис. 2.1.9.

Ток эмиссии измерялся в цепи коллектора. Временные изменения тока эмиссии контролировались с помощью электронного самописца типа Velleman PCS10.

Создание металл-фуллереновых покрытий катодов, а также их обработка потоком ионов калия проводились непосредственно в вакуумной камере без выноса образцов на атмосферу. Контроль характеристик морфологии поверхности многоострийных структур осуществлялся до и после измерения их эмиссионных характеристик.



Рис. 2.1.9. Типичные осциллограммы импульсов напряжения на выходе модулятора.

2.1.3 Системы, использованные для создания и контроля характеристик покрытий

Нанесение и контроль характеристик молибденового покрытия

Для напыления молибденового покрытия на кремниевые многоострийные структуры использовалась накаленная улиткообразная молибденовая спираль. Скорость испарения молибдена со спирали регулировалась изменением ее накала. Температура спирали достигала значений 2400°C. Образец располагался на расстоянии 2-3 см от спирали. При таком расстоянии обеспечивалось достаточно однородное напыление молибденового покрытия на многоострийную структуру.

При нанесении молибденового покрытия происходит изменение работы выхода острий и меняется радиус их вершины. В связи с этим появляется возможность контролировать характеристики покрытия, фиксируя изменения по шкале напряжений положения вольт-амперных характеристик, измеренных на разных этапах напыления. Работа выхода эмитирующей поверхности острия должна уменьшаться от значения 4.7 — 4.8 эВ, типичного для кремния [62], примерно до значения 4.3 эВ, характерного для молибдена, при нанесении покрытия толщиной $\Delta_{Mo} \approx 1 - 2$ монослоя. При столь малых по сравнению с радиусом острий (5 — 15 нм) толщинах покрытия нанесенный слой молибдена практически не меняет фактор усиления поля β и благодаря уменьшению работы выхода вольт-амперная характеристика должна смещаться в область меньших напряжений. Дальнейшее увеличение толщины покрытия практически не меняет работу выхода, но увеличение Δ_{Mo} до значений, соизмеримых с радиусом острий, должно сопровождаться уменьшением фактора усиления поля β и смещением по этой причине вольтамперной характеристики в сторону бо́льших напряжений.

Проведенные измерения вольт-амперных характеристик на разных этапах напыления молибденового покрытия подтверждают сказанное выше. На рис. 2.1.10 - а показано семейство вольт-амперных характеристик, измеренных в разные моменты времени в процессе нанесения молибденового покрытия. Кривая 1 здесь соответствует исходно чистому кремниевому эмиттеру из кремния p-типа, содержащего примерно 300 острий.

Фиксируя изменения положения вольт-амперных характеристик по шкале напряжений, принципиально можно оценить скорость напыления молибдена. Для этого нужно определить интервал времени, через который на поверхности формируется покрытие толщиной 1-2 монослоя. Далее, зная время напыления, можно определить толщину нанесенного слоя молибдена. Однако такой контроль толщины покрытий чрезвычайно трудоемок.

Контроль толщины молибденовых покрытий проводился в данной работе с использованием более простой методики, первоначально разработанной для одиночных острийных эмиттеров. По этой методике необходимо сначала измерить вольт-амперную характеристику катода с нанесенным слоем молибдена и на основании данных о наклоне m вольт-амперной характеристики в координатах Фаулера – Нордгейма определить фактор усиления поля β , воспользовавшись формулой (см. [63])

$$\beta = 2.97 \cdot 10^7 \frac{\varphi^{3/2}}{m} \tag{2.1}$$

где φ - работа выхода молибдена, выраженная в эВ. Далее с помощью соотношения 2.2 можно рассчитать радиус R острия с покрытием и, зная радиус исходного кремниевого острия R_{Si} , определить толщину покрытия $\Delta_{Mo} = R - R_{Si}$:

$$R = \frac{1}{k\beta} \tag{2.2}$$

где k – фактор формы, коэффициент, который определяется формой острия.

Коэффициенты формы рассчитаны только для простейших конфигураций острий, но даже для таких конфигураций существует разброс в определении этого коэффициента. Например, в книге [63] указано значение k = 5. В более поздней публикации [64,65] рекомендуется использовать существенно меньшее значение коэффициента формы k = 2.8.

Используя соотношения (2.1) и (2.2) для многоострийных структур, мы можем оценить эффективные значения фактора усиления поля и радиуса острий, не учитывающие неоднородности структуры и различия в конфигурации острий. Минимизировать погрешности в определении эффективного радиуса острий с молибденовым покрытием и толщины покрытия можно, определив экспериментально величину коэффициента формы k непосредственно для исследуемого многоострийного катода. Для этого необходимо получить в растровом электронном микроскопе изображения кремниевых острий без покрытия и с нанесенным на их поверхность выбрать молибденовым покрытием, a затем значение коэффициента формы, при котором получается наилучшее совпадение рассчитанных и экспериментально зафиксированных значений радиуса острия в структуре.

Изображения острий многоострийных структур наблюдались в растровом электронном микроскопе (SUPRA 55VP-25-87) перед постановкой эмиттера в прибор и после окончания всех испытаний. Типичные зарегистрированные изображения приведены на рис. 2.1.11. Проведенные измерения показали, что наилучшее согласование данных, полученных с помощью соотношений (2.1) и (2.2), и экспериментальных данных имеет место при выборе коэффициента формы k = 30.



Рис. 2.1.10. Вольтамперные характеристики (а) и соответствующие характеристики Фаулера-Нордгейма (б), полученные в процессе напыления молибдена на многоострийную кремниевую структуру. 1-6 - характеристики, полученные на разных этапах нанесения покрытия: 1 - до напыления молибдена, 2 - через 5 мин., 3 - через 10 мин., 3 - через 10 мин., 3 - через 10 мин., 4 - через 15 мин., 5 - через 20 мин., 6 - через 23 мин.



Рис. 2.1.11. Изображение кремниевого острия, полученное в растровом электронном микроскопе: а - до нанесения, б - после нанесения молибденового слоя.

Нанесение и контроль характеристик фуллеренового покрытия

Фуллереновое покрытие напылялось из ячейки Кнудсена. Схематическое изображение сечения ячейки показано на рис. 2.1.12. Скорость напыления молекул С₆₀ регулировалась изменением накала ячейки. Температура ячейки измерялась с помощью термопары и менялась в проведенных экспериментах в пределах 200 — 400°С. Расстояние между источником фуллеренов и КМП составляло 2 - 3 мм, а при напылении на КБП - 2 см, что обеспечивало однородность напыления.

Толщина фуллеренового покрытия θ нанесённого на эмиттер, определялась с использованием разработанного авторами [9, 57] метода, при измерении «кривых напыления» - зависимостей характерного напряжения U_I , необходимого для отбора фиксированного эмиссионного тока I, от времени напыления t. Фиксировались напряжения U_I необходимые для отбора тока величиной I = 0.002 мкА (в дальнейшем обозначаются как $U_{0.002}$). Как показали наблюдения эмиссионных изображений исследованных эмиттеров, при столь малых токах не происходит существенных изменений структуры покрытия в процессе измерений. Таким образом, минимизируется воздействие



Рис. 2.1.12. Схематичное изображение сечения источника фуллеренов: 1 - корпус источника, 2 - нагревательный элемент, 3 - кварцевая трубка, 4 - выходная диафрагма, 5 - кварцевый тигель.

электрических полей на покрытие в процессе его нанесения. По «кривым напыления» определялось время, необходимое для нанесения одного монослоя фуллеренов. Зная время напыления одного монослоя фуллеренов, можно определить время, необходимое для нанесения большего количества монослоёв.

На рис. 2.1.13 приведена типичная зависимость $U_{0.002}$, измеренная при напылении молекул фуллерена на поверхность многоострийного катода с предварительно нанесенным слоем молибдена. Пунктирной линией отмечено время, когда практически заканчивается формирование монослойного покрытия.

Нанесение покрытия толщиной 2 монослоя сопровождалось увеличением примерно на 10% напряжений, необходимых для отбора фиксированного тока эмиссии. Такое изменение связано с изменением работы выхода поверхности.

Изменения работы выхода могут быть оценены с помощью приближенной формулы (см. [63]):

$$e\varphi_2 = e\varphi_1 (\frac{U_2}{U_1})^{2/3} \tag{2.3}$$

Здесь $e\varphi_1$ - работа выхода исходного материала (молибдена), примерно равная 4.3 эВ, $e\varphi_2$ - работа выхода нанесенного слоя, U_1 - напряжение соответствующее току *I* в начальной точке кривой напыления, а U_2 - напряжение соответствующее томуже току, после формирования фуллеренового покрытия. Выполненные с помощью соотношения (2.3)



Рис. 2.1.13. Характеристика $U_{0.002}(t)$, полученная при напылении фуллеренового покрытия на многоострийный эмиттер из кремния со слоем молибдена на его поверхности при комнатной температуре катода (пунктирной линией обозначен момент образования первого монослоя покрытия).

оценки свидетельствуют, что работа выхода покрытия толщиной 2 монослоя примерно равна 5.3 эВ.

Ионная обработка металл-фуллереновых покрытий

Для активирования фуллеренового покрытия использовался поток ионов калия с энергией ~ 40 эВ, созданный с помощью фокусирующей системы типа пушки Пирса (рис. 2.1.14). Ионы калия создавались в результате поверхностной ионизации на накаленной спирали 2 атомов калия, испарённых из источника 1. Ток ионов, бомбардирующих катод, регистрировался в цепи катода и поддерживался постоянным в процессе активирования на уровне ~ 60 - 70 нА.

Облучение фуллеренового покрытия ионами калия приводило к уменьшению характерного напряжения $U_{0.002}$ для всех исследованных эмиттеров из кремния с двухслойным металл - фуллереновым покрытием.

Было исследовано несколько методов активирования, отличающихся количеством стадий ионной обработки, а также количеством молекул



Рис. 2.1.14. Схематичное изображение сечения источника ионов калия: 1 – источник калия, 2 – спираль ионизации, 3 – катод пушки Пирса, 4 - анод пушки Пирса.

фуллерена в покрытии. При простейшей одностадийной $(k_a = 1)$ методике потоком ионов калия активировалось предварительно нанесенное фуллереновое покрытие толщиной 2 монослоя. На рис. 2.1.15 приведена типичная зависимость изменения характерного напряжения $U_{0.002}$ от времени t обработки потоком ионов такого покрытия.

В результате обработки металл - фуллеренового покрытия потоком ионов калия удавалось снизить рабочие напряжения приблизительно до 20%.

Последующая выдержка проактивированного катода в остаточном газе в отсутствие электрического поля практически не меняла его активировку. Долговременное снижение работы выхода покрытий достигалось благодаря формированию в покрытии металло-фуллеренов типа эндо- (K@C₆₀) и/или экзоэдралов (C₆₀@K) [58,61].

Наряду с описанной одностадийной активировкой, была опробована многостадийная $k_a > 1$. После завершения первого этапа (стадии) обработки, включающего нанесение на поверхность эмиттера двух монослоёв фуллереновых молекул, обработку покрытия потоком ионов калия с и длительную (порядка десятков часов) выдержку созданного покрытия в отсутствии электрического поля, в случае необходимости проводились следующие стадии обработки. В процессе каждой из них на созданное перед этим покрытие снова наносилось 2 монослоя молекул фуллеренов C₆₀ и



Рис. 2.1.15. Характеристика $U_{0.002}(t)$, полученная при активировании потоком ионов калия с энергией 40 эВ фуллеренового покрытия толщиной $\theta = 2$ монослоя на многоострийном эмиттере из кремния со слоем молибдена на его поверхности.

созданное покрытие обрабатывалось потоком ионов калия.

2.2 Использованные методы расчёта

2.2.1 Использование программы SRIM для расчёта явлений при ионной бомбардировке металл-фуллереновых покрытий

Для получения информации о механизме работы металл-фуллереновых покрытий и возможностей их использования для защиты катодов от разрушающего действия ионной бомбардировки были проведены расчеты с использованием программы SRIM [66].

Были рассчитаны потери энергии быстрых ионов азота при прохождении тонкого (2 монослоя) фуллеренового покрытия. Для определения возможности ухода медленных частиц, распыленных быстрыми ионами азота, рассчитаны коэффициенты распыления Y молибдена в двух случаях. В первом случае - на поверхности МКС создано покрытие из молибдена. Второй случай - на поверхности МКС создано двухслойное металл-фуллереновое покрытие. Изменение количества выбитых частиц из слоя молибдена, при нанесении фуллеренового покрытия, свидетельствует о том, какая доля атомов молибдена может пройти сквозь фуллереновое покрытие. Толщина молибденового покрытия в каждом случае одинакова и равнялась 10 нм, что соответствует типичной толщине покрытия в проведенных экспериментах.

В расчетах двухмонослойное фуллереновое покрытие заменялось слоем той же толщины (приблизительно 1.9 нм) однородно распределенных по объему атомов углерода с плотностью 1.7 г/см³, что соответствует плотности атомов углерода в фуллерите. Такое приближение кажется приемлемым для приближенной оценки, так как взаимодействие ионов с фуллереновым покрытием определяется, в основном, парными [67] взаимодействиями ионов с атомами углерода в фуллереновых молекулах.

Расчёт выполнен для однократно заряженных атомарных и молекулярных и онов азота. Энергия ионов W_i варьировалась от 1 до 15 кВ. Расчет проведён в предположении того, что ионы падают по нормали к поверхности.

2.2.2 Использование программы COMSOL для расчёта характеристик многоострийных структур

При отработке технологии создания многоострийных структур, а также для оценки возможных перспектив их использования необходимы не только экспериментальные исследования, но и расчёт их характеристик. Кроме того, расчёт необходим для оптимизации многоострийных эмиттеров. В расчётах необходимо определить влияние морфологии поверхности многоострийных полевых эмиттеров с двухслойным металл-фуллереновым покрытием на достижимые токи эмиссии.

Были рассчитаны эмиссионные характеристики острийных катодов с металл - фуллереновыми покрытиями, в том числе, уединенного острия, а также многоострийных структур с фиксированной площадью S = 0.2 см² эмитирующей поверхности. Варьировались в широких пределах высота hострий ($10 \le h \le 60$ мкм) и радиус R их вершины ($10 \le R \le 40$ нм). В многоострийных структурах варьировались, кроме того, количество острий N $(1 \le N \le 10^6)$ на эмитирующей поверхности и расстояние *L* между ними $(0.1 \le L/h \le 10)$. Диаметр основания острий в расчетах не менялся и был равен 5 мкм. Для катодов с активированным металл-фуллереновым покрытием работа выхода острий задавалась в диапазоне от 4.0 эВ до 4.7 эВ. Для неактивированных покрытий работа выхода составляла 5.3 эВ.

Расчеты выполнены для диодной системы с бесконечно протяженными плоскими катодом и анодом, расположенными на расстоянии 1.5 мм друг от друга. Напряжение U между катодом и анодом диодной структуры менялось в пределах $1 \le U \le 20$ кВ. Форма острий задавалась в виде, показанном на рис. 2.2.1 - а. Именно такую форму имеют острия, изготавливаемые с использованием хорошо отработанных к настоящему времени технологий [10, 11] (см. рис. 2.2.1 - б). Для описания распределений электрического поля и плотностей тока электронов с поверхности острия удобно ввести криволинейную координату l. Начало l = 0 и направление отсчёта координаты l указаны на рис. 2.2.1.

В заданной геометрии, при заданном потенциале катода численно решалось 3-х мерное уравнение Лапласа с помощью метода конечных элементов с использованием пакета программ COMSOL Multiphysics [68]. На основании полученных данных о распределении потенциала определялось распределение электрического поля E у поверхности острий, а затем с помощью формулы Фаулера - Нордгейма [63] рассчитывались распределение плотности тока полевой эмиссии j(l) с их поверхности и полный ток с каждого острия.

$$j = 1.55 \cdot 10^{-6} \frac{E^2}{\varphi \cdot t^2(y)} \exp\left(-\frac{6.85 \cdot 10^7 \varphi^{3/2}}{E} \vartheta(y)\right)$$
(2.4)

Здесь t(y) и $\vartheta(y)$ специальные функции, учитывающие влияние на величину автоэмиссионного тока сил зеркального изображения. Обе функции зависят от одного параметра, который представляет собой функцию y двух переменных.

Для получения полного тока с единичного острия производилось


Рис. 2.2.1. Схематическое изображение сечения острия: а - принимаемое в расчётах, h и R - соответственно высота острия и радиус закругления его вершины; б - полученное по данным растрового электронного микроскопа.

интегрирование плотности тока по всей площади острия.

$$I_{ij} = \int_{S} j(z,r)dzdr = \int_{0}^{2\pi} d\varphi \int_{0}^{\infty} j(l)r(l)dl = 2\pi \int_{0}^{\infty} j(l)r(l)dl \qquad (2.5)$$

Для получения полного тока с катода производилось суммирование полного тока по всем остриям, с которых электроны попадают на коллектор:

$$I = \sum_{i,j} I_{ij} \tag{2.6}$$

Вольт-амперные характеристики рассчитывались до максимального анодного тока, при котором ток с одиночного острия достигает значения 10 мкА.

3. Результаты исследования многоострийных полевых эмиттеров

описаны результаты расчёта характеристик В данной главе И исследования многоострийных полевых экспериментального эмиттеров. В расчетах определено влияние морфологии поверхности эмиттера на его эмиссионные характеристики. В экспериментах отработаны методы создания двухслойных металл-фуллереновых покрытий и их активирования, измерены эмиссионные характеристики многоострийных катодов с разными покрытиями и с разной морфологией их поверхности, определены возможности стабильной работы кремниевых многоострийных катодов с двухслойными покрытиями в высоковольтных электронных приборах в условиях технического вакуума. Экспериментально исследована работа катодов малой площади (КМП) с активированными металл-фуллереновыми покрытиями. Работа катодов большой площади (КБП) изучена как с активированными, так и с неактивированными покрытиями.

3.1 Расчёт характеристик многоострийных систем

3.1.1 Влияние морфологии поверхности на эмиссионные характеристики многоострийных систем

Одним из основных параметров, определяющих эмиссионные свойства острийных катодов, является коэффициент усиления поля $\beta = E_{max}/\bar{E}$, равный соотношению максимальной напряженности электрического поля E_{max} у вершины острия к среднему значению поля в диодной структуре, определяемому отношением $\bar{E} = U/d$, где U - анодное напряжение, а d - расстояние между катодом и анодом.

На рис. 3.1.1 показаны типичные рассчитанные распределения электрического поля E(l) и плотности тока эмиссии j(l) для уединенного острия при фиксированных h = 30 мкм, R = 20 нм и напряжении U = 9 кВ. С ростом l (при удалении от вершины острия) происходит быстрое падение электрического поля и плотности тока. Так например, значение j уменьшается на несколько порядков уже на расстоянии $l \sim 1.5R$ от вершины. В приведенном примере полный ток со всего острия приблизительно равен 1 мкА при максимальной плотности тока $\sim 1.5 \cdot 10^5$ A/cm².



Рис. 3.1.1. Типичные распределения электрического поля E и плотности тока эмиссии j для уединенного острия при напряжении между катодом и анодом U = 9 кВ. Расчет проведен для h = 30 мкм, R = 20 нм, $e\varphi = 4.0$ эВ.

Максимальный коэффициент β_{max} усиления поля одиночного острия определяется в первом приближении его аспектным отношением (величиной отношения h/2R). При фиксированной высоте острий коэффициент β_{max} растет с уменьшением их радиуса, а при фиксированном радиусе увеличивается с ростом высоты острий (см. рис. 3.1.2 - а и 3.1.2 - б). Изменение β_{max} сопровождается изменением тока эмиссии, что иллюстрируют рис. 3.1.3 - а и 3.1.3 - б. С ростом β_{max} вольтамперные характеристики смещаются в область меньших напряжений.

Приведенные данные для одиночных кремниевых острий конической формы хорошо согласуются с полученными ранее результатами расчетов [22,23], выполненных для эмиттеров на основе цилиндрических углеродных нанотрубок. Это не вызывает удивления, так как, судя по приведенным выше данным, эмиссия острийных катодов определяется в основном торцевой поверхностью катода (см. рис. 2.2.1) и слабо зависит от формы его основания.

Исходные кремниевые острия, изготовленные по используемой технологии,



Рис. 3.1.2. Зависимости коэффициента усиления поля β_{max} уединенного острия: а - от радиуса R закругления его вершины при разных значениях высоты острия h; б - от высоты острия при разных значениях радиуса R закругления его вершины.



Рис. 3.1.3. а - вольтамперные характеристики уединенного острия высотой h = 30 мкм при различных значениях радиуса его вершины, б - вольтамперные характеристики уединенного острия с радиусом вершины R = 20 нм при различных значениях его высоты. $e\varphi = 4.0$ эВ

имеют радиус от 5 до 15 нм. Для увеличения проводимости острий на их поверхность наносилось молибденовое покрытие толщиной не менее 5 нм. В случае необходимости толщина молибденового покрытия могла быть увеличена для повышения прочности острий. Однако увеличение толщины покрытия ограничено сверху необходимостью увеличения рабочих напряжений. Влияет на выбор рабочих напряжений не только соотношение между высотой и радиусом острий (их аспектное отношение), но также и взаимная экранировка острий. В структуре с количеством острий N > 1 коэффициент усиления поля меняется не только с изменением аспектного отношения h/2R. Его величина уменьшается по сравнению с максимальным значением, характерным для одиночного острия, из-за эффекта взаимной экранировки острий [23]. При увеличении количества острий в структуре это происходит из-за уменьшения расстояния между ними. В расчётах были получены зависимости коэффициента усиления электрического поля у вершины острий многоострийной структуры от их высоты, расстояния между ними и радиуса вершины. На рис. 3.1.4 показаны зависимости коэффициента усиления β_{max}^c одиночного острия высотою h =30 мкм в многоострийном катоде от радиуса вершины, полученые при разных расстояниях L остриями. На рис. 3.1.5 показана зависимость коэффициента усиления β_{max}^c , отнесенного к его максимальному значению β_{max} , характерному для уединенного острия, от величины отношения расстояния L между остриями к их высоте h. На рис. 3.1.5 приведена типичная зависимость, рассчитанная для острий высотой 30 мкм с радиусом вершины 20 нм.



Рис. 3.1.4. Зависимости коэффициента усиления β_{max}^c (h = 30 мкм) структуры в многоострийном катоде от радиуса вершины, полученные при разных L.

Из расчёта следует, что при расстоянии между остриями $L \geq 2h$ экранировка острий мала и усиление поля близко по величине к значению,



Рис. 3.1.5. Типичная зависимость коэффициента усиления β_{max}^c отнесенная к коэффициенту β_{max} одиночного острия от отношения расстояния между остриями к их высоте в многоострийном катоде.

характерному для уединенного острия. При L < 2h величина β/β_{max} падает с уменьшением отношения L/h. В связи с этим для получения фиксированного тока при L < 2h требуются большие напряжения. Однако, как уже упоминалось во введении, для получения токов эмиссии, достаточных для функционирования высоковольтных электронных приборов, допустима работа катода в условиях частичной экранировки. Учитывая тот факт, что острия существующих кремниевых катодов выдерживают отбор токов I, не превышающих некоторое предельное значение I_{extrem} , при выборе оптимальной морфологии поверхности многоострийных катодов для высоковольтных приборов приходится принимать компромиссное решение, при котором, с одной стороны, на поверхности катода должно быть создано достаточно большое количество острий N, удовлетворяющих соотношению $N \ge I/I_{extrem}$, а с другой, должна быть обеспечена работа электронного прибора при повышенном рабочем напряжении.

Для принятия такого компромиссного решения необходимы данные о влиянии морфологии поверхности многоострийных катодов на отбор тока с их поверхности. На рис. 3.1.6 приведено семейство вольтамперных характеристик для многоострийных эмиттеров с неактивированным металл - фуллереновым покрытием ($e\varphi = 5.3 \text{ >B}$) с остриями высотой h = 30 мкм и с радиусом вершины R = 10 нм, полученных для разных значений расстояния L между остриями.



Рис. 3.1.6. Семейство вольтамперных характеристик эмиттеров с неактивированным металлфуллереновым покрытием (е $\varphi = 5.3$ эВ). Расчёт для эмиттеров с h = 30 мкм и R = 10 нм для структур с разными значениями расстояния L между остриями.

Из полученных данных следует, что в условиях когда практически отсутствует экранировка (при L = 2h = 60 мкм), эмиттер площадью 0.2 см² может обеспечить токи не более 50 мА. Большие токи могут быть получены с эмиттера той же площади, но с большим количеством острий на поверхности и при большем напряжении между катодом и анодом. Определяет выбор соотношения высоты острий и расстояния между ними допустимое значение напряжения U при эксплуатации катода. Проведенные расчеты свидетельствуют (см. рис. 3.1.6), что, например, при U = 17 кВ многоострийная структура острий высотой 30 мкм при L/h = 0.5 может обеспечить токи полевой эмиссии ~ 0.8 А.

Уменьшить рабочие напряжения, необходимые для получения фиксированных значений токов можно, если использовать активированные металл-фуллероновые покрытия с работой выхода меньше величины 5.3 эВ, характерной для неактивированного фуллеренового покрытия. На рис. 3.1.7 - а показано семейство вольтамперных характеристик для эмиттеров с R = 10 нм, h = 30 мкм и различными значениями L, полученные для активированного металл-фуллеренового покрытия с работой выхода 4.0 эВ. На рис. 3.1.7 - б показано семейство характеристик, полученное для активированного покрытия со значением $e\varphi = 4.7$ эВ.

Рис. 3.1.8 иллюстрирует изменения рабочих напряжений, необходимых для получения фиксированных значений тока, с изменением работы выхода. Приведены данные для катодов с одинаковой морфологией поверхности h = 30 мкм, L = 30 мкм, R = 10 нм.

При использовании активированного металл-фуллеренового покрытия $(e\varphi = 4.0 - 4.7 \text{ эB})$ удается значительно снизить напряжения для отбора фиксированного тока по сравнению с неактивированным катодом $(e\varphi = 5.3 \text{ эB})$. Например, напряжение, необходимое для получения I = 200 мA, удалось снизить в 1.3 - 1.5 раз.

Казалось бы, большие токи полевой эмиссии можно получать с эмиттеров у которых радиус вершины острий больше, так как больше площадь эмитирующей поверхности острия. Однако увеличение радиуса острия приводит при фиксированном напряжении к уменьшению величины поля у его вершины. Поэтому для получения фиксированных значений тока с катодной структуры с большим значением радиуса вершины острий требуются при одинаковых прочих параметрах структуры большие напряжения. На рис. 3.1.9 приведено семейство вольтамперных характеристик для эмиттеров с активированным металл-фуллереновым покрытием ($e\varphi$ = 4.0 эВ), рассчитанные для острий с h = 30 мкм, R = 20 нм при разных значениях расстояния L между остриями. Рис. 3.1.10 иллюстрирует изменения рабочих напряжений с изменением радиуса катода при прочих одинаковых параметрах структур.

В описанных в данном разделе расчетах не учтены возможные ограничения тока эмиссии многоострийных катодов, обусловленные, например, конечной прочностью острий и тепловыми эффектами (конечной их теплопроводностью). Для таких сложных нано-структурированных систем, какими являются острия с двухслойными металл-фуллереновыми покрытиями, практически невозможно достаточно точно определить эти характеристики. В расчётах трудно



Рис. 3.1.7. Семейство вольтамперных характеристик эмиттеров с активированным металлфуллереновым покрытием: а - $e\varphi = 4.0$ эВ, б - $e\varphi = 4.7$ эВ. Расчёт для эмиттеров с h = 30мкм и R = 10 нм для структур с разными значениями расстояния L между остриями.



Рис. 3.1.8. Вольтамперные характеристики эмиттеров, имеющие параметры h = 30 мкм, L = 30 мкм, R = 10 нм с металл-фуллереновым покрытием для структур с разными значениями $e\varphi$.



Рис. 3.1.9. Семейство вольтамперных характеристик эмиттеров с активированным металлфуллереновым покрытием (е $\varphi = 4.0$ эВ). Расчёт для эмиттеров с h = 30 мкм и R = 20 нм для структур с разными значениями расстояния L между остриями.



Рис. 3.1.10. Семейство вольтамперных характеристик эмиттеров с активированным металлфуллереновым покрытием (е $\varphi = 4.0$ эВ). Расчёт для эмиттеров с h = 30 мкм и L = 30 мкм для структур с разными значениями R острий.

также учесть тонкую структуру выступов на поверхности фуллеренового покрытия, формирование которых, как известно [57], может заметно изменить усиление поля. Получить информацию о влиянии указанных факторов можно практически только в экспериментах.

Основываясь на результатах проведенных расчетов, приведем пример выбора морфологии многоострийной структуры. При выборе будем исходить из того, что заданы геометрия диодной системы, в которой работает катод и работа выхода острий. В диодной системе, с расстоянием между катодом и анодом 1.5 мм зададим площадь эмитирующей структуры, равной 0.2 см², а работу выхода примем равной 4.0 эВ, т.е. соответствующей активированному фуллереновому покрытию. Исходя из возможностей технологии изготовления кремниевых структур с двухслойным металл-фуллереновым покрытием, примем радиус R вершины острий исходной кремниевой структуры, равным 15 нм. Создадим на вершине острий молибденовое покрытие толщиной 10 нм, позволяющее одновременно увеличить их проводимость и прочность. Выберем структуру с характерной высотой острий h = 30 мкм и расстоянием между ними L = 30 мкм, т.е. структуру, которая должна функционировать в условиях частичной взаимной экранировки острий. Расчет свидетельствует, что такая структура обеспечивает ток полевой эмиссии ~ 30 мА при напряжении ~ 14 кВ. При этом ток с одного острия имеет величину ~ 1.5 мкА.

3.1.2 Расчёт явлений при ионной бомбардировке металл-фуллереновых покрытий

Кроме описанных выше расчетов, нацеленных на определение связи эмиссионных характеристик катодов с морфологией их поверхности, были проведены расчеты, необходимые для оценки закономерностей явлений, имеющих место при ионной бомбардировке металл-фуллереновых покрытий на кремнии. Были рассчитаны потери энергии однократно заряженных атомарных и молекулярных ионов азота в фуллереновом покрытии тощиной 2 монослоя, нанесенном на слой молибдена толщиной 10 нм, а также закономерности распыления молибдена проникшими в этот слой ионами. Расчёт показал, что бомбардирующие катод ионы с энергиями 1 – 15 кэВ, теряют менее 1 % своей энергии в фуллереновом покрытии, а основную долю энергию выделяют в подложке. На рис. 3.1.11 а и б показаны зависимости средних потерь ΔW_i энергии ионами азота от их энергии W_i при прохождении тонкого фуллеренового (2 монослоя) покрытия. Приведены зависимости для электронных потерь (на передачу энергии электронам) и для ядерных потерь (на передачу энергии атомам углерода).

Ионы, проникшие сквозь фуллереновое покрытие в расположенный под ним слой металлизации, могут выбить атомы молибдена [69]. Однако фуллереновое покрытие препятствует уходу атомов молибдена с катода. На рис. 3.1.12 - а и б сравниваются зависимости коэффициента распыления Yот энергии ионов W_i , полученные для системы Si + Мо без фуллеренового покрытия и для системы Si + Мо + C₆₀ с фуллереновым покрытием. На рис. 3.1.12 - а и б приведены зависимости $Y(W_i)$, иллюстрирующие соответственно распыление молеклярными и атомарными ионами азота. Расчеты свидетельствуют, что в обоих случаях тонкое фуллереновое покрытие более, чем на порядок уменьшает поток распыленных атомов молибдена.



Рис. 3.1.11. Зависимости потерь энергии ΔW_i ионов азота при прохождении сквозь углеродное покрытие: а - для ионов N_2^+ , б - для ионов N^+ .



Рис. 3.1.12. Зависимости коэффициента распыления Y слоя молибдена (10 нм) на кремниевой подложке (Si + Mo) и для молибденового слоя покрытого фуллереновым покрытием (Si + Mo + C₆₀) от энергии бомбардирующих систему ионов азота: а - ионами N₂⁺, б - ионами N⁺.

3.1.3 Важнейшие результаты раздела 3.1

Подводя итоги выполненных в данном разделе исследований, приведем важнейшие результаты:

- Получены необходимые для оптимизации морфологии поверхности многоострийных кремниевых полевых эмиттеров с двухслойными металлфуллереновыми покрытиями данные о влиянии на их эмиссионные характеристики работы выхода острий, высоты и радиуса закругления их вершины острий, а также расстояния между остриями.
- 2) Получены данные, свидетельствующие о целесообразности эксплуатации многоострийных полевых эмиттеров в высоковольтных электронных приборах в условиях частичной взаимной экранировки. Продемонстрирована возможность получения в таких условиях с многоострийного кремниевого эмиттера площадью 0.2 см² с двухслойным металл- фуллереновым покрытием токов эмиссии до нескольких сотен миллиампер.
- Оценены возможности уменьшения ионного распыления катода при использовании тонкого (2 монослоя) защитного фуллеренового покрытия, нанесенного поверх металлизации.

3.2 Экспериментальные исследования катодов малой площади (КМП)

3.2.1 Исследование КМП из кремния

Была изучена работа КМП с активированными металл-фуллереновыми покрытиями, изготовленных на основе многоострийных структур из кремния пи р-типа разной площади S и с разным количеством N острий на поверхности. Для разных катодов количество острий в структуре менялось в пределах примерно от 50 до 300. Толщина слоя молибдена, наносимого поверх кремниевой структуры, варьировалась у разных образцов приблизительно от 5 до 20 нм. Для всех исследованных структур высота острий h и расстояние L между ними были одинаковы и равны приблизительно 30 мкм. В таблице 3.1 приведены данные о четырех из исследованных катодов M1, M2, M3 и M4 с близкими по величине значениями радиуса R вершины острий¹.

Катод	R, HM	толщина слоя Мо	S , cm^2	N	тип проводимости
M1	25	10	$3 \cdot 10^{-4}$	50	n
M2	27	15	$3 \cdot 10^{-4}$	50	n
M3	24	12	$2 \cdot 10^{-2}$	300	р
M4	28	14	$2 \cdot 10^{-2}$	300	р

Таблица З.1. Основные характеристики катодов М1, М2, М3 и М4

Проведенные измерения свидетельствуют, что прочность острийных полевых эмиттеров из кремния не всегда достаточно велика. Например, эмиттеры, изготовленные из сильно легированного кремния n-типа, даже с типичным для таких структур радиусом вершины $\sim 5 - 15$ нм, разрушаются в статическом режиме при средних по поверхности токах с одиночного острия 0.2 – 0.4 мкА. В связи с этим, например, с КМП из кремния n-типа с 50-ю остриями токи эмиссии не превышали 10-20 мкА. Нанесение металл-фуллеренового покрытия, видимо, в связи с повышением прочности острий позволяет увеличить предельные получаемые токи. В данном разделе приведены результаты исследования КМП с металл-фуллереновыми

¹Радиус в таблице указан с учетом нанесенного на кремниевую структуру слоя молибдена.

покрытиями, активированными с использованием одно-, двух-, четырех- и пятистадийной методик активирования.

На начальном этапе проводилась формовка катодов (см. главу 2), в процессе которой постепенно повышались отбираемые токи и контролировались их изменения во времени. Изменения токов на этом этапе могут быть связаны с процессами на поверхности фуллеренового покрытия, происходящими под действием пондеромоторных сил и/или из-за нагрева, например, с формированием усиливающих электрическое поле нано-структур, а также с удалением и/или перемещением по поверхности слабо связанных с катодом частиц. В конечном итоге длительная формовка приводила к стабилизации работы катода.

Наряду с измерением токов, в процессе формовки контролировались также эмиссионные изображения на люминесцентном экране проектора. На рис. 3.2.1 приведены типичные изображения бомбардируемого электронами экрана коллектора, полученные на разных этапах формовки катода М1.





Рис. 3.2.1. Автоэмиссионное изображение, создаваемое катодом M1, при токе эмиссии 30 мкА: а - в начале выдержки, б - в конце выдержки.

Степень неоднородности изображений была различной для разных многоострийных структур, но общим для всех исследованных катодов было то, что вид их эмиссионных изображений слабо менялся в процессе формовки. В связи с этим можно предположить, что распределение удаляемых и перемещаемых частиц, а также усиливающих поле наноструктур приблизительно однородно по поверхности катода и что эмиссионные неоднородности обусловлены, в основном, неоднородностями исходной многоострийной структуры.

Поток электронов с многоострийной структуры катода диаметром 0.2 мм давал увеличенное изображение с характерным поперечным сечением около 30 мм. В связи с этим в использованном для исследования КМП проекторе плотность тока электронов, бомбардирующих коллектор, была более, чем на 4 порядка меньше плотности тока эмиссии. Поэтому в использованной измерительной системе сводится к минимуму влияние вторичных эффектов, связанных с нагревом коллектора, при регистрации больших токов эмиссии с КМП.

Характеристики катодов М1 и М2 с металл-фуллереновыми покрытиями, изготовленных из кремния n-типа, показаны на рис. 3.2.2 - рис. 3.2.5. Рис. 3.2.2 и рис. 3.2.3 иллюстрируют изменения тока эмиссии этих катодов во время работы. На рис. 3.2.4 и рис. 3.2.5 приведены вольт-амперные характеристики этих катодов и соответствующие характеристики Фаулера – Нордгейма. Покрытия катодов М1 и М2 были проактивированы с использованием соответственно двухи пяти-стадийной методик. Сравнение характеристик этих катодов позволяет определить влияние на их работу метода активирования.



Рис. 3.2.2. Зависимости тока I эмиссии от времени работы t катода M1 с металлфуллереновым покрытием, активированным по двухстадийной методике, измеренные при разных начальных токах и напряжениях.



Рис. 3.2.3. Зависимости тока I эмиссии от времени работы t катода M2 с металлфуллереновым покрытием, активированным по пятистадийной методике, измеренные при разных начальных токах и напряжениях.

Толщина фуллеренового покрытия, увеличивающаяся с ростом количества k_a стадий активирования, заметно влияла на работу катодов из кремния птипа. При сравнительно малой толщине фуллеренового покрытия, созданного в результате двух - стадийного активирования ($k_a = 2$), работа катода M1 достаточно стабильна лишь при умеренных токах эмиссии до ~ 20 - 40 мкА (рис. 3.2.2). Флюктуации эмиссии при отборе таких токов имеют величину приблизительно \pm 5%. Максимально достижимый ток эмиссии этого катода не превышал величину 50 мкА. При токах, близких к предельному, средний ток с одиночного острия не превышает для этого катода ~ 1 мкА.

Приблизительно такой же катод - M2, с более толстым фуллереновым покрытием, полученным после пяти-стадийного активирования ($k_a = 5$), стабильно работал при существенно больших токах эмиссии и разрушился при токе около 300 мкА (см. рис. 3.2.5). Средняя по поверхности плотность тока эмиссии этого катода при токе, близком к предельному, достигала чрезвычайно большой величины ~ 1 A/см². В этих условиях средние по катоду токи с одного острия имели величину около 6 мкА.

Таким образом, полученные данные свидетельствуют о целесообразности при работе с эмиттерами, изготовленными из кремния n-типа, использовать



Рис. 3.2.4. Характеристики катода М1 с металл-фуллереновым покрытием, активированным по двухстадийной методике: а - вольтамперная характеристика; б - характеристика Фаулера-Нордгейма.



Рис. 3.2.5. Характеристики катода M2 с металл-фуллереновым покрытием, активированным по пятистадийной методике: а - вольтамперная характеристика; б - характеристика Фаулера-Нордгейма.

металл-фуллереновые покрытия, активированные по пяти-стадийной методике. Такой метод активирования более трудоемкий, чем при одноили двухстадийном активировании, однако, позволяет получать существенно большие токи эмиссии.

Многоострийные структуры из кремния р-типа имеют меньшее число дефектов и поэтому прочнее, чем структуры из кремния n-типа. Исследованные катоды из кремния p-типа имели диаметр эмитирующей поверхности ~ 0.5 мм, больший, чем у описанных выше катодов из кремния n- типа. На этой поверхности располагалось примерно 300 острий. После нанесения молибденового покрытия радиус острий имел величину ~ 20 - 30 нм (с учетом нанесенного покрытия). Измерения эмиссионных характеристик катодов из кремния p-типа в статическом режиме проводились, как правило, при токах, существенно меньше предельного ($I \leq 300$ мкА).

Проследить влияние методов активирования на работу катодов из кремния р-типа можно, рассматривая рисунки 3.2.6, 3.2.7 и 3.2.8, где приведены типичные характеристики I(t) катодов, активированных соответственно с использованием двух-, четырех- и одно-стадийной методик. Соответствующие вольт-амперные характеристики и характеристики Фаулера - Нордгейма этих катодов показаны на рис. 3.2.9.



Рис. 3.2.6. Зависимости тока I эмиссии от времени работы t катода M3 с металлфуллереновым покрытием, активированным по двухстадийной методике, измеренные при разных начальных токах и напряжениях.

В таблице 3.2 приведены напряжения U_I , необходимые для получения фиксированных токов эмиссии I = 1, 50, 100 мкА для катодов, подвергнутых разным стадиям активирования k_a .

Происходящие в результате увеличении количества стадий активирования k_a рост характерных напряжений U_I и уменьшение плотности тока эмиссии при



Рис. 3.2.7. Зависимости тока I эмиссии от времени работы t катода M3 с металлфуллереновым покрытием, активированным по четырехстадийной методике, измеренные при разных начальных токах и напряжениях.

Катод	U_1 , кВ	$U_{50}, \kappa B$	<i>U</i> ₁₀₀ , кВ
M4 ($k_a = 1$)	4.6	5.0	5.3
M3 $(k_a = 2)$	6.6	10.3	10.8
M3 ($k_a = 4$)	6.9	10.9	11.5

Таблица 3.2. Изменения с изменением величины k_a характерных напряжений U_I , необходимых для получения фиксированных значений тока эмиссии I с катодов, подвергнутых разному количеству стадий активирования.

фиксированном напряжении можно связать с увеличением количества молекул фуллерена C₆₀, осаждаемых на острие при больших k_a . Это может привести к уменьшению усиления поля у острий из-за увеличения радиуса их вершины и/или из-за изменения рельефа их поверхности.

Учитывая сказанное, в дальнейшем основное внимание в проведенной работе было уделено исследованию катодов из кремния р-типа, активированных по одностадийной методике.

Как уже упоминалось выше, измерения эмиссионных характеристик катодов из кремния р-типа в статическом режиме производились при токах, не превышающих 300 мкА. При этом токе наибольшие средние по поверхности плотности тока эмиссии ~ 0.15 A/см² были получены с катода, активированного по простейшей одностадийной методике.

Одним из важнейших результатов, описанных в данном разделе, является доказательство того, что многоострийные кремниевые катоды с активированными двухслойными металл-фуллереновыми покрытиями стабильно работают в статическом режиме при отборе с их поверхности больших плотностей тока полевой эмиссии в условиях технического



Рис. 3.2.8. Зависимости тока I эмиссии от времени работы t катода M4 с металлфуллереновым покрытием, активированным по одностадийной методике: а - при разных напряжениях и начальных токах, б - измерение в другой день.



Рис. 3.2.9. Характеристики катодов с металл-фуллереновым покрытием, активированным по разным методикам: а - вольтамперные характеристики: 1 - М4, активированный по одностадийной методике, 2 - М3, активированный по двухстадийной методике, 3 - М3, активированный по четырехстадийной методике; б - соответствующие характеристики Фаулера-Нордгейма.

вакуума (10⁻⁷ Торр). В таких условиях ток эмиссии слабо менялся в течение 5 часов. Флюктуации тока не превышали приблизительно \pm 2-3%. При измерении характеристик I(t) наибольший интервал времени работы эмиттеров в течение одного дня не превышал 5 - 7 часов. Однако высокую долговечность созданных острийных полевых эмиттеров при эксплуатации в техническом вакууме подтверждают многократные длительные измерения характеристик I(t) данного катода, выполненные в разные дни. Показанная на рис. - б характеристика сделана после нескольких дней после получения характеристики на рис. 3.2.8 - а.

Объяснить стойкость исследованных эмиттеров к действию ионной бомбардировки в таких условиях можно с учетом полученных ранее данных работы [9]. Авторами работы [9] была продемонстрирована возможность защиты с помощью фуллереновых покрытий одноострийных полевых эмиттеров от разрушающего действия ионной бомбардировки. Выполненные в данном разделе исследования свидетельствуют, что фуллереновые покрытия могут быть успешно использованы в качестве защитных не только для одноострийных вольфрамовых эмиттеров и вольфрамовых острий со слоем карбида вольфрама на их поверхности, но и для многоострийных кремниевых катодов со слоем молибдена на поверхности.

Стабильная работа кремниевых многоострийных катодов с металлфуллереновыми покрытиями в условиях интенсивной ионной бомбардировки может быть объяснена с учетом следующих двух обстоятельств:

- Быстрые ионы проходят сквозь тонкое (2 10 монослоёв) фуллереновое покрытие, теряя лишь малую (менее 1%)долю своей энергии в подложке, а всю энергию выделяют в подложке.
- Фуллереновое покрытие не позволяет медленным атомам молибдена, выбитым быстрыми ионами из молибденовой подложки, покинуть поверхность катода и уменьшает более чем на порядок поток атомов молибдена покидающих катод.

Типичная вольт-амперная характеристика I(U) катода M4, с металлфуллерновым покрытием, активированным по одностадийной методике, измеренная в импульсном режиме (2 мкс, 100 Гц), показана на рис. 3.2.10. Предельные токи эмиссии, при превышении которых происходило разрушение катода, достигали значений ~ 1.8 - 2.0 мА. Средняя по поверхности катода плотность тока эмиссии при токе, близком к предельному, была порядка ~ 1 A/cm^2 , т.е. близка к предельной плотности тока, полученной в статическом режиме с катода из кремния n-типа, активированного с использованием пятистадийной методики. Стабильность работы эмиттера в импульсном режиме характеризует рис. 3.2.11. Согласно полученным данным, флуктуации тока эмиссии, измеренного в импульсном режиме, не превышают значений порядка $\pm 5 \%$.



Рис. 3.2.10. Вольт-амперная характеристика катода M4 с металл-фуллереновым покрытием, активированным по одностадийной методике, полученная в импульсном режиме (2 мкс, 100 Гц).

Таким образом, для КМП катодов с металл-фуллереновыми покрытиями получены плотности тока эмиссии до ~ 1 A/см² как в статическом, так и в импульсном режимах. Измерения показали, что катоды стабильно работают при типичных технических давлениях.

3.2.2 Многоострийные эмиттеры из молибдена

В описанных в предыдущем разделе катодных системах в качестве основы использовались многоострийные кремниевые структуры. Было показано, что для обеспечения высоких эксплуатационных характеристик таких катодов



Рис. 3.2.11. Зависимости тока I эмиссии от времени работы t катода M4 с металлфуллереновым покрытием, активированным по одностадийной методике, полученные в импульсном режиме (2 мкс, 100 Гц).

требуется покрытие кремниевой структуры слоем молибдена. Нами была опробована возможность создания многоострийных катодов из молибдена с использованием достаточно простой электроэрозионной обработки (см. раздел 2.1.1). При создании таких катодов не требуется дополнительная металлизация, что упрощает технологию их изготовления.

Многоострийные структуры изготавливались С помощью электроэрозионной обработки торцевой поверхности стержней квадратного сечения 1 × 1 мм из молибдена. Полученные данные свидетельствуют, что при использовании электроэрозионной обработки на поверхности катода, включая торцевую поверхность острий, формируется неупорядоченная система выступов, характерный размер которых существенно меньше сечения вершины острий. Исследование характеристик созданных эмиттеров выполнено в статическом режиме в том же микроскопе - проекторе, где проведено изучение работы КМП из кремния. Измерение эмиссионных характеристик катодов проводилось в техническом вакууме при давлении $\sim 10^{-7}$ Topp. Измерялись эмиссионные характеристики катодов без защитного покрытия и с активированным покрытием из молекул фуллерена С₆₀ толщиной 2 монослоя.

Как показали проведенные измерения, для катодов без защитного

покрытия характерно заметное уменьшение тока эмиссии (порядка 10% в час). Нанесение на поверхность молибденового эмиттера фуллеренового покрытия вело к росту напряжений, необходимых для отбора фиксированного тока эмиссии примерно на 5%. Однако в результате активирования покрытия потоком ионов калия, по описанной в разделе 2.1.3, методике удавалось уменьшить рабочие напряжения примерно на 10%. На рис. 3.2.12 приведены типичные зависимости тока эмиссии I от времени t работы молибденового катода с активированным фуллереновым покрытием, измеренные при двух напряжениях U = 12.8 кВ и 16.5 кВ. Эмиттеры с активированным фуллереновым покрытием в техническом вакууме. В исследованных режимах были получены средние по поверхности катодов плотности тока эмиссии приблизительно до ~ 30 мA/см².



Рис. 3.2.12. Зависимости тока I эмиссии многоострийного молибденового катода с активированным фуллереновым покрытием от времени его работы t, измеренные при напряжениях U = 12.8 и 16.5 кВ.

Вольт-амперная характеристика I(U) эмиттера с активированным фуллереновым покрытием, а также соответствующая характеристика Фаулера—Нордгейма приведены на рис. 3.2.13. Из наклона характеристики Фаулера—Нордгейма следует, что средний фактор усиления поля для исследованной многоострийной структуры имеет величину порядка 10^4 . Столь большое значение этого коэффициента, обусловленное усилением поля на выступах структуры, полученной в результате электроэрозионной обработки, позволяет получать токи ~ 300 мкА с исследованных катодов при умеренных напряжениях ~ 16 кВ.

Таким образом, выполненные измерения свидетельствуют, что созданные многоострийные полевые эмиттеры из молибдена с защитным активированным фуллереновым покрытием устойчивы к ионной бомбардировке и перспективны для получения больших токов эмиссии в высоковольтных электронных приборах, работающих в техническом вакууме.

3.2.3 Важнейшие результаты раздела 3.2

Подводя итоги исследования многоострийных полевых эмиттеров малой площади, отметим результаты, представляющие наибольший интерес:

- Создание на поверхности кремниевых многоострийных полевых эмиттеров двухслойного металл-фуллеренового покрытия, включающего слой молибдена толщиной 5 - 20 нм и нанесенный поверх слой молекул фуллерена C₆₀ толщиной 2 – 10 монослоёв, позволяет обеспечить стабильную работу созданных полевых эмиттеров в условиях технического вакуума.
- 2) Кремниевые катоды малой площади $(3 \cdot 10^{-3} 2 \cdot 10^{-2} \text{ см}^2)$ с активированными металл-фуллереновыми покрытиями позволяют получать в непрерывном и в импульсном режиме средние по поверхности плотности тока полевой эмиссии приблизительно до ~ 1 A/cm².
- 3) Многоострийные молибденовые структуры, изготовленные с использованием электро-эрозионной обработки, при работе с защитными активированными фуллереновыми покрытиями могут стабильно работать в условиях интенсивной ионной бомбардировки в техническом вакууме (10⁻⁷ Topp).



Рис. 3.2.13. Характеристики многоострийного молибденового катода с активированным фуллереновым покрытием: а — вольт-амперная характеристика, б — характеристика Фаулера–Нордгейма.

3.3 Экспериментальное исследование катодов большой площади (КБП)

3.3.1 Введение

Описанные в предыдущем разделе катоды малой площади (~ $3 \cdot 10^{-3} - 2 \cdot 10^{-2} \text{ см}^2$) обеспечивают токи эмиссии, не превышающие, даже в импульсном режиме, приблизительно 2 мА. Это существенно сужает круг возможных их приложений. Использование холодных и практически безынерционных полевых эмиттеров представляется весьма привлекательным в разнообразных миниатюрных высоковольтных приборах, например, в СВЧ приборах и устройствах, а также в портативных источниках рентгеновского излучения. Однако в таких приложениях нужны, как правило, существенно большие токи полевой эмиссии. Так, например, для реализации разрабатываемой в последние годы и весьма востребованной в медицине и в биологии диагностики методом ядерного магнитного резонанса (ЯМР) с динамической поляризацией ядер (ДПЯ) необходимы диагностические гиротроны коротковолнового миллиметрового и субмиллиметрового диапазона длин волн, работающие при токах порядка или даже более 20 - 30 мА. Такого же масштаба токи требуются для работы миниатюрных и мобильных источников рентгеновского излучения.

Использованию в полевых эмиттеров указанных приложениях препятствует невысокая их долговечность. В высоковольтных электронных приборах, работающих в техническом вакууме, полевые эмиттеры разрушаются под действием ионной бомбардировки, а также под действием пондеромоторных Bce сил и/или из-за перегрева. указанные механизмы разрушения интенсифицируются при отборе с поверхности эмиттера больших плотностей тока. Очевидно поэтому, что для обеспечения больших токов в таких условиях необходимы полевые эмиттеры большой площади.

В данном разделе диссертации описаны разработанные и исследованные многоострийные полевые эмиттеры большой площади (0.1 – 1 см²).

При исследовании катодов большой площади основное внимание было уделено выяснению влияния морфологии поверхности катодов на их эмиссионные характеристики и выбору оптимальной морфологии, а также определению эксплуатационных их характеристик при отборе больших токов в условиях технического вакуума. Измерения характеристик КБП в статическом режиме выполнялись при токах эмиссии, не превышающих 1 - 1.5 мА. Измерения при больших токах выполнялись в импульсном режиме, чтобы свести к минимуму влияние на работу катода вторичных эффектов, связанных с электронной бомбардировкой и разогревом коллектора. Исследована работа КБП, созданных на основе многоострийных структур из кремния ртипа с активированными и неактивированными двухслойными металл – фуллереновыми покрытиями. Для определения влияния на функционирование эмиттеров морфологии их поверхности исследования выполнены с катодами, отличающимися высотой h острий и радиусом R их вершины, а также расстоянием L между ними. Были исследованы катоды разной площади S и с разным количеством N острий в структуре.

3.3.2 Эмитерры с активированным фуллереновым покрытием

В таблице 3.3 указаны значения h, R, L, S и N для четырех типичных исследованных катодов с активированными фуллереновыми покрытиями². Кроме того, в таблице указаны полученные в эксперименте данные о предельно достижимых токах эмиссии I_{max} , при превышении которых происходит разрушение катода, а также о средних по поверхности значениях плотности тока эмиссии j_{max} при $I \approx I_{max}$.

Катод	R, нм	h, MKM	L, MKM	S , cm^2	N	$j_{max},~{ m MA/cm^2}$	I_{max} , мА
K1	10	60	60	0.2	6000	30	6
K2	20	30	60	0.1	3000	130	13
K3	25	30	30	0.2	22000	105	21
K4	20	15-20	15-20	0.3	95000	150	45

Таблица 3.3. Основные характеристики катодов К1, К2, К3 и К4.

Для контроля эмиссионных характеристик катодов проводилось измерение вольт-амперных характеристик. На рис. 3.3.1 - 3.3.3 приведены вольтамперные характеристики катодов, измеренные после завершения длительной

²Значение радиуса R указано для острийной системы с нанесенным молибденовым покрытием. Количество острий N для катодов разной площади рассчитано в предположении, что структура острий однородна по поверхности катода.

их тренировки с отбором токов в статическом режиме при токах эмиссии до 300 мкА, а на рис. 3.3.4 показана вольт-амперная характеристика после тренировки катода К2 при токах эмиссии до 1 - 1.5 мА. Контролировались изменения с напряжением токов эмиссии на центральный коллектор площадью 0.2 см² и на охранный электрод коллекторной системы, а также суммарный ток со всей системы $I_{\Sigma} = I_2 + I_3$.

Согласно полученным данным, с катодов K3 и K4 с активированными покрытиями удается после их формовки получать при максимальных средних по поверхности плотностях тока эмиссии $j_{max} \sim 105 - 150$ мA/см² полные токи свыше 20 - 30 мA, достаточные, например, для работы коротковолновых диагностических гиротронов и миниатюрных источников рентгеновского излучения. При этом для катодов K3 и K4 со структурами острий, имеющих близкие по величине высоту h и расстояние L между ними, близки по величине также и предельные средние по поверхности плотности тока эмиссии (отличаются менее, чем в 1.5 раза). Как и следовало ожидать, для катода K1 с вдвое большим расстоянием между остриями (L = 60 мкм) и с меньшим приблизительно в 4 раза количеством острий в структуре приблизительно во столько же раз меньше предельный ток и предельная плотность тока эмиссии.

Проведенные измерения позволяют оценить максимальные токи эмиссии I_o , которые удается отбирать с одиночного острия КБП с активированным фуллереновым покрытием. Например, для эмиттеров КЗ и К4 после описанной выше тренировки значение I_o при токах, близких к предельному, не превышает примерно 0.5 - 1 мкА. Сравнение эмиссионных характеристик этих КБП с соответствующими характеристиками КМП (см. раздел 3.2) свидетельствует, что с КМП с активированным фуллереновым покрытием удается отбирать существенно большие (ориентировочно до ~ 1 A/cm²) плотности тока эмиссии при значениях предельного тока с одиночного острия до 5 - 6 мкА.

Кажутся наиболее вероятными следующие основные причины отмеченных различий в эмиссионных характеристиках КБП и КМП:

 Первая причина связана с особенностями тренировки и измерения тока эмиссии КБП. Тренировка таких катодов производится в статическом режиме в диодной системе с малым (~1.5 мм) расстоянием между катодом и коллекторной системой при больших токах с катода и при больших



Рис. 3.3.1. Характеристики катода К1, полученные в импульсном режиме (2 мкс, 100 Гц): а - вольтамперная характеристика; б - характеристика Фаулера-Нордгейма. Приведена зависимость от напряжения суммарного тока I_{Σ} со всей катодной системы.



Рис. 3.3.2. Характеристики катода КЗ, полученные в импульсном режиме (1 мкс, 50 Гц): а - вольтамперная характеристика; б - характеристика Фаулера-Нордгейма. Приведены зависимости от напряжения токов I_2 и I_3 на электроды 2 и 3 коллекторной системы, а также суммарного тока I_{Σ} со всей катодной системы.


Рис. 3.3.3. Характеристики катода К4, полученные в импульсном режиме (1 мкс, 50 Гц): а - вольтамперная характеристика; б - характеристика Фаулера-Нордгейма. Приведены зависимости от напряжения токов I_2 и I_3 на электроды 2 и 3 коллекторной системы, а также суммарного тока I_{Σ} со всей катодной системы.



Рис. 3.3.4. Характеристики катода К2, полученные в импульсном режиме (2 мкс, 100 Гц): а - вольтамперная характеристика; б - характеристика Фаулера-Нордгейма. Приведена зависимость от напряжения суммарного тока I_{Σ} со всей катодной системы.

энергиях электронов, бомбардирующих коллектор. В таких условиях трудно избежать нагрева коллектора и десорбции частиц с его поверхности. В результате из-за увеличения давления в зазоре катод – коллектор могут быть созданы условия для пробоя этого зазора. Чтобы избежать пробоя и связанного с этим выхода катода из строя, тренировка КБП проводилась, как правило, при токах, не превышающих в статическом режиме 300 мкА. Тренировка при больших токах вплоть до 1.5 мА в статическом режиме использовалась только при исследовании катодов самой малой из исследованных площадью эмитирующей поверхности $\sim 0.1~{
m cm}^2$, формирующих наименьшие токи полевой эмиссии. Такая тренировка позволяла при измерении характеристик катода продвинуться без пробоев в область больших напряжений и получить в связи с этим заметно большие токи с одиночного острия. Например, подвергнутый такой тренировке катод К2 обеспечил в предельном режиме получение токов І_о с одиночного острия приблизительно до 4 мкА. На рис. 3.3.4 показана вольт-амперная характеристика катода К2 и соответствующая характеристика Фаулера-Нордгейма.

2) Для объяснения относительно малых значений средних по поверхности предельных токов с одиночных острий КБП следует учесть также и то обстоятельство, что при создании КБП сложнее обеспечить такую же высокую однородность острийных структур, как у КМП. Именно из-за наличия неоднородностей в структуре, вклад в полный ток эмиссии дают не все острия.

Для исследованных катодов с активированными покрытиями, наряду с измерением вольт-амперных характеристик, контролировались также изменения токов во времени. Проведенные измерения свидетельствуют, что стабильность работы катодов зависит от качества проведенной тренировки и величины отбираемого тока. На рисунках, рис. 3.3.5 и рис. 3.3.6, показаны зависимости тока эмиссии катода K2 от времени, полученные в статическом режиме.

На рис. 3.3.7 - а и рис. 3.3.7 - б приведены типичные зависимости I(t), характеризующие стабильность работы катодов после достаточно продолжительной и эффективной их тренировки. Рис. 3.3.7 - б демонстрирует

111

типичные изменения во времени токов на центральный коллектор и на охранный электрод коллекторной системы, а также суммарного тока, полученные для катода K4 при токах, близких к предельному. На рис. 3.3.7- а показаны зависимости I(t), измеренные при существенно меньших токах.

Работа катодов во всем интервале токов эмиссии вплоть до токов, близких к предельному ($I < I_{max}$), достаточно стабильна. Например, при токах, близких к предельному, изменение тока эмиссии катода K4 за три часа работы не превышает ~ 5%. Флюктуации тока в этот же период имеют величину не более ~ 1%. Стабильность работы катодов при отборе меньших токов еще выше. Например, при токах $I_{\Sigma} \approx 11$ мА изменения суммарного тока с катода K4 не превышают 0.2 % (см., например, рис. 3.3.7 - а).

Изменения эмиссии, наблюдаемые при токах с КБП, близких к I_{max} , не связаны, видимо, с действием ионной бомбардировки. Действительно, исследования КМП свидетельствуют, что даже при больших плотностях тока с катода и в течение большего интервала времени, не происходит его дезактивировки. Однако нужно учесть, что при больших плотностях тока с КМП, много меньше плотность тока электронов, бомбардирующих коллектор. При исследовании же КБП плотности токов с катода и на коллектор близки по величине. Учитывая это отличие, изменения во времени тока КБП можно связать, вероятно, с влиянием на работу катода при отборе больших токов, попадания на его поверхность частиц, десорбированных с коллектора под действием электронной бомбардировки. Оседание этих частиц может привести к увеличению работы выхода катода и/или к изменению рельефа его поверхности и к падению вследствие этого тока эмиссии.



Рис. 3.3.5. Зависимость тока I эмиссии от времени работы t катода K2, измеренная в статическом режиме при U = 7.4 кВ Приведена зависимость от времени суммарного тока I_{Σ} со всей катодной системы.



Рис. 3.3.6. Зависимость тока I эмиссии от времени работы t катода K2, измеренная в статическом режиме при U = 8.4 кВ Приведена зависимость от времени суммарного тока I_{Σ} со всей катодной системы.



Рис. 3.3.7. Зависимости тока I эмиссии от времени работы t катода K4. Измерения в импульсном режиме (1 мкс, 50 Гц). Приведены зависимости от времени токов I_2 и I_3 на электроды 2 и 3 коллекторной системы, а также суммарного тока I_{Σ} со всей катодной системы: а - U = 11.2 кВ, б - U = 11.9 кВ.

3.3.3 Эмиттеры с неактивированным фуллереновым покрытием

Эмиссия КБП контролировалась на разных стадиях создания двухслойных металл-фуллереновых покрытий, а также при их активировании. На рис. 3.3.8 показано семейство вольт-амперных характеристик одного из катодов (К5), измеренных после нанесения на исходную многоострийную кремниевую структуру слоя молибдена толщиной ~ 15 нм, после напыления поверх молибдена слоя фуллеренов толщиной 2 монослоя, а также после активирования двухслойного покрытия потоком ионов калия (кривая 3). Основные параметры катода К5 приведены в таблице 3.4.



Рис. 3.3.8. Вольт-амперные характеристики катода К5, измеренные в процессе создания двухслойного металл - фуллеренового покрытия: 1 - после нанесения слоя Мо, 2 - после напыления C₆₀, 3 - после активирования потоком ионов калия. Показаны зависимости тока эмиссии от напряжения на коллектор измерительной системы.

Катод	R, HM	h, MKM	L, MKM	S, cm^2	N	$j_{max},$ м ${ m A}/{ m cm}^2$	I_{max} , мА
K5	32	30	30	1	10^{5}	127	127
K6	37	30	30	0.25	28000	400	100

Таблица 3.4. Основные характеристики катодов К5, К6.

Как и следовало ожидать, вольт-амперная характеристика неактивированного катода смещена на рис. 3.3.8 в область больших напряжений

по сравнению с вольт-амперной характеристикой активированного. Но этим не ограничивается различие указанных характеристик.

Во всем интервале изменения токов в пределах характеристик 1 и 2 неактивированного катода не происходит его разрушение. Максимальный же ток активированного катода (кривая 3) ограничен его разрушением и много меньше максимальных токов характеристик 1 и 2. Измерения характеристик других катодов подтверждают вывод о том, что катоды с неактивированными покрытиями выдерживают отбор больших токов эмиссии, чем активированные. Это превышение достигает значений более 2 раз. На рис. 3.3.9 показана полученная после длительной тренировки вольт-амперная характеристика еще одного катода K6³ с неактивированным металл-фуллереновым покрытием. Этот катод с геометрией, близкой к геометрии катода K4, позволил получить ток эмиссии ~ 100 мА, т.е. превышающий более, чем в 2 раза предельный ток эмиссии катода K4. При токах эмиссии с катода K6, близких к 100 мА, токи с единичного его острия достигали значений 4 – 5 мкА. Усредненная по всему образцу плотность тока эмиссии была ~ 0.4 A/см² при полном токе 100 мА.

Стабильность работы неактивированного катода К6 не уступала показателям стабильности лучших активированных катодов. Иллюстрирует показатели стабильности этого катода рис. 3.3.10. Для этого катода изменения тока во времени малы при малых токах (не превышают в течение часа работы при $I_{\Sigma} \approx 30$ мА приблизительно 2%) и возрастают с увеличением начального тока эмиссии, например, при токе $I_{\Sigma} \approx 100$ мА изменения составили 7%.

³Основные характеристики этого катода приведены в таблице 3.4.



Рис. 3.3.9. Вольт-амперные характеристики катода К6. Приведены зависимости от напряжения токов I_2 и I_3 на электроды 2 и 3 коллекторной системы, а также суммарного тока I_{Σ} со всей катодной системы.



Рис. 3.3.10. Зависимости тока I эмиссии от времени работы t катода К6. Измерения в импульсном режиме (1 мкс, 50 Гц). U = 11.9 кВ. Приведены зависимости от времени суммарного тока I_{Σ} со всей катодной системы.

3.3.4 Важнейшие результаты раздела 3.3

Подводя итоги исследования многоострийных полевых эмиттеров большой площади, отметим результаты, представляющие наибольший интерес:

- Созданные и исследованные многоострийные кремниевые катоды большой площади (0.1-1 см²) с металл- фуллереновыми покрытиями обеспечивают токи полевой эмиссии приблизительно от нескольких десятков миллиампер до 100 мА при средних по поверхности плотностях тока до ~ 0.4 A/см².
- 2) Активированные и неактивированные КБП могут стабильно работать в высоковольтных электронных приборах в условиях технического вакуума.
- 3) Активирование металл-фуллеренового покрытия позволяет понизить рабочие напряжения, необходимые для получения фиксированных токов полевой эмиссии, но приводит к уменьшению предельно достижимых токов. Использование катодов с активированными покрытиями позволяет обеспечить функционирование электронных приборов при напряжениях $U < U_{max}$, где U_{max} напряжение, соответствующее предельному току катода с активированным металл-фуллереновым покрытием. В электронных приборах, работающих при $U > U_{max}$, могут быть использованы неактивированные катоды.
- 4) Созданные КБП с двухслойными металл-фуллереновыми покрытиями могут быть использованы для обеспечения работы диагностических гиротронов коротковолнового миллиметрового диапазона (250-260 ГГц), а также портативных источников рентгеновского излучения. Разрабатываемый совместно с институтом прикладной физики РАН гиротрон требует создания пучка электронов с полным током эмиссии от 20-30 мА при плотности тока полевой эмиссии ~ 100 − 150 мА/см².

Заключение

Подводя итоги работы, укажем важнейшие ее результаты:

- 1) Разработаны И реализованы методики создания на поверхности многоострийных кремниевых структур (МКС) двухслойных металлпокрытий, молибдена толщиной фуллереновых включающих слой ~ 5 - 20 нм, и нанесенный поверх молибдена слой фуллереновых молекул толщиной от 2 до 10 монослоёв. Создание металл-фуллеренового покрытия позволяет увеличить проводимость и прочность кремниевых структур, а также защитить структуру от влияния интенсивной бомбардировки быстрыми ионами остаточных газов.
- 2) Отработаны методы формовки (тренировки) МКС с отбором тока эмиссии. Первичная формовка производится в статическом режиме, последующая в импульсном режиме. В процессе формовки под действием пондеромоторных сил удаляются с поверхности структуры слабо связанные с нею частицы, а также выступы малого размера, не выдерживающие тепловой нагрузки. В результате длительной формовки повышается однородность структуры и стабилизируется работа МКС.
- 3) Разработаны методы активирования металл фуллеренового покрытия на поверхности МКС потоком медленных (40 эВ) ионов калия. Опробованы одно-, двух-, четырех- и пяти-стадийные методы обработки. Одностадийная обработка приводит к падению на 15 - 20% напряжений, необходимых для отбора фиксированных токов эмиссии. Однако при этом происходит уменьшение предельных токов эмиссии. При многостадийной обработке удается увеличить предельные токи эмиссии, но при этом в связи с увеличением радиуса острий увеличиваются напряжения, необходимые для отбора фиксированных токов. Уменьшение рабочих напряжений при активировании ионами калия может быть связано с образованием в покрытии фуллереновых структур типа эндо-(K@C₆₀) и/или экзо-(C₆₀@K) эдралов.
- 4) Определено влияние морфологии поверхности МКС с двухслойными

металл-фуллереновыми покрытиями на их эмиссионные характеристики. Радиус вершины острий определяется радиусом вершины исходной кремниевой структуры и толщиной нанесенного молибденового покрытия Δ_{Mo} . По сделанным оценкам, для острий кремниевой структуры с радиусом вершины $5 \leq R \leq 15$ нм при толщине молибденового покрытия $5 \leq \Delta_{Mo} \leq 20$ нм в условиях частичной взаимной экранировки острий при расстоянии между остриями примерно равным их высоте $(L \approx h)$ оптимальна работа в высоковольтных приборах, работающих при напряжениях U до 15 - 20 кВ.

- 5) Определены основные закономерности работы МКС с защитными металлфуллереновыми покрытиями при отборе больших токов полевой эмиссии в условиях технического вакуума.
 - МКС с активированными металл-фуллереновыми покрытиями площадью 0.2 – 0.3 см² обеспечивают в условиях технического вакуума стабильную эмиссию ~ 30 - 40 мА. Катоды приблизительно той же площади с неактивированным металл – фуллереновым покрытием стабильно работают при токах эмиссии ориентировочно до 100 мА.
 - Исследованные катоды с металл-фуллереновыми покрытиями обеспечивают плотности тока эмиссии приблизительно до ~ 1 A/см².
 - После завершения длительной тренировки одиночное острие в МКС с металл-фуллереновым покрытием при радиусе вершины острий 20 – 40 нм выдерживают отбор токов до 5 – 6 мкА.
- 6) Продемонстрирована возможность использования МКС с металлфуллереновыми покрытиями в электронно-оптической системе (ЭОС) диагностического гиротрона. Совместно с коллегами из Института прикладной физики РАН разработана концепция ЭОС с полевым эмиттером для формирования электронного пучка в гиротроне с частотой выходного сигнала ~ 260 ГГц, использование которого планируется для реализации метода ядерного магнитного резонанса (ЯМР) с динамической поляризацией ядер (ДПЯ) в медицинской диагностике и в диагностике биологических объектов.
- 7) Полученные данные свидетельствуют, что созданные МКС с металл-

фуллереновыми покрытиями перспективны для использования в миниатюрных источниках рентгеновского излучения.

8) Разработана упрощенная методика создания с помощью электроэрозионной обработки многоострийных молибденовых структур. Получены данные, свидетельствующие о перспективности использования таких структур с активированным фуллереновым покрытием в высоковольтных электронных приборах, работающих в техническом вакууме.

Список сокращений и условных обозначений

MKC	Многоострийные кремниевые структуры			
ЯМР	Ядерный магнитный резонанс			
ДПЯ	Динамическая поляризация ядер			
MMC	Молибденовые многоострийные структуры			
R	Радиус вершины острия			
N	Количество острий			
h	Высота острий			
L	Расстояние между остриям			
РЭМ	Растровый электронный микроскоп			
PCMA	Рентгеноспектральный микроанализ			
ПЖК	Пар-жидкость-кристал			
УНТ	Углеродные нанотрубки			
CVD	Химическое осаждение из паровой фазы			
MWCVD	Химическое осаждение из паровой фазы с помощью			
	микроволнового излучения			
RIE	Реактивное ионное травление			
ΜИΠ	Магнетронно-инжекторная пушка			
КМП	Катод малой площади			
КБП	Катод большой площади			
ПЭМ	Просвечивающий электронный микроскоп			
Ι	Ток автоэмиссии			
e	Заряд электрона			
p	Давление			
θ	Толщина фуллеренового покрытия			
МЧВП	Молибден Чистый Вакуумной Плавки			
УСУ	Универсальная сверхвысоковакуумная установка			
I_{Σ}	Суммарный ток с эмиттера			
I_2	Ток на коллектор			
I_3	Ток на охранный электрод			

I_0	Начальный ток эмиссии					
t	Время					
E	Напряженность электрического поля у поверхности					
	эмиттера					
$e\varphi$	Работа выхода электрона из твердого тела					
j	Плотность тока полевой эмиссии					
m	Масса электрона					
Δ_{Mo}	Толщина молибденового покрытия					
W_i	Энергия ионов					
ΔW_i	Потери энергии ионов					
k	Коэффициент формы					
U_I	Характерное напряжение в системе катод-анод					
	необходимое для получения тока эмиссии I					
$U_{0.002}$	Характерное напряжение в системе катод-					
	анод, необходимое для получения тока эмиссии					
	I=0.002 мкА					
k_a	Количество стадий активирования					
β_{max}	Максимальный коэффициент усиления поля					
	одиночного острия					
β_{max}^c	Максимальный коэффициент усиления поля у					
	вершины острий в структуре					
d	Расстояние между катодом и анодом					
U	Анодное напряжение					
I_{extrem}	Предельный ток одного острия					
Y	Коэффициент ионного распыления					
I_{max}	Предельный ток катода					
I_o	Предельный ток острия КБП					
ЭОС	Электроннооптическая система					

Список литературы

- Whaley, D. R. 100 W Operation of a Cold Cathode TWT / D. R. Whaley, R. Duggal, C. M. Armstrong et al. // IEEE Transactions on Electron Devices. — 2009. — May. — Vol. 56, no. 5. — Pp. 896–905.
- [2] Соминский, Г.Г. Перспективные полевые эмиттеры из углеродных нанотрубок, графена и полупроводников: Последние разработки / Г.Г. Соминский, Т.А. Тумарева // Известия высших учебных заведений. — 2015. — Т. 23, № 2. — С. 74–93.
- [3] Шешин, Е.П. Структура поверхности и автоэмиссионные свойства углеродных материалов / Е.П. Шешин. — Изд-во МФТИ М., 2001. — С. 13– 20, 102–167.
- [4] Соминский, Г.Г. Разработка и совершенствование полевых эмиттеров на основе содержащих углерод материалов / Г.Г. Соминский, Т.А. Тумарева // Известия высших учебных заведений. — 2009. — Т. 17, № 3. — С. 17–54.
- [5] Гуляев, Ю.В. Новые решения для создания перспективных приборов на основе низковольтной полевой эмиссии углеродных наноразмерных структур / Ю.В. Гуляев, Н.П. Абаньшин, Б.И. Горфинкель и др. // Письма в ЖТФ. — 2013. — Т. 39, № 11. — С. 63–70.
- [6] Абаньшин, Н.П. Планарная наноструктура с полевой эмиссией пленки алмазоподобного углерода для построения низковольтного катода с развитой поверхностью / Н.П. Абаньшин, Ю.А. Аветисян, Г.Г Акчурин и др. // Письма в ЖТФ. — 2016. — Т. 42, № 10. — С. 25–31.
- [7] Whaley, D. High average power field emitter cathode and testbed for x/ku-band cold cathode twt / D. Whaley, R. Duggal, C. Armstrong et al. // Vacuum Electronics Conference (IVEC), 2013 IEEE 14th International. 2013. May. Pp. 1–2.
- [8] Тумарева, Т.А. Использование ионной обработки для повышения качества полевых эмиттеров с фуллереновыми покрытиями / Т.А. Тумарева,

Г.Г. Соминский, И.А. Светлов, И.С. Пантелеев // Журнал технической физики. — 2012. — Т. 82, № 1. — С. 114–119.

- [9] Тумарева, Т.А. Работа полевых эмиттеров с активированными фуллереновыми покрытиями в техническом вакууме / Т.А. Тумарева, Г.Г. Соминский // Журнал технической физики. — 2013. — Т. 83, № 7. — С. 121–124.
- [10] Гиваргизов, Е.И. Скорость роста нитеевидных кристаллов по механизму пар-жидкость-кристалл и роль поверхностной энергии / Е.И. Гиваргизов, А.А. Чернов // Кристаллография. 1973. Т. 18, № 1. С. 147–153.
- [11] Гиваргизов, Е.И. Кристаллические вискеры и наноострия /
 Е.И. Гиваргизов // Природа. 2003. № 11. С. 20–25.
- [12] Spindt, C.A. Physical properties of thin-film field emission cathodes with molybdenum cones / C.A. Spindt, I. Brodie, L. Humphrey, E.R. Westerberg // Journal of Applied Physics. — 1976. — Vol. 47, no. 12. — Pp. 5248–5263.
- [13] Brodie, I. Vacuum microelectronics / I. Brodie, C.A. Spindt // Advances in electronics and electron physics. — 1992. — Vol. 83. — Pp. 1–106.
- [14] Spindt, C.A. Field-emitter arrays to vacuum fluorescent display / C.A. Spindt,
 C.E. Holland, I. Brodie et al. // Electron Devices, IEEE Transactions on. –
 1989. jan. Vol. 36, no. 1. Pp. 225 –228.
- [15] Spindt, C.A. Field-emitter arrays for vacuum microelectronics / C.A. Spindt,
 C.E. Holland, A. Rosengreen, I. Brodie // Electron Devices, IEEE Transactions
 on. 1991. oct. Vol. 38, no. 10. Pp. 2355 -2363.
- Schwoebel, Paul R. Stationary x-ray source for tomographic medical imaging / Paul R. Schwoebel, John M. Boone. – Vol. 6142. – 2006. – Pp. 61423N– 61423N–3. http://dx.doi.org/10.1117/12.660172.
- [17] Schwoebel, P. R. 3.3: The development of a stationary x-ray source for medical imaging / P. R. Schwoebel, C. E. Holland, C. A. Spindt // International Vacuum Nanoelectronics Conference. — 2010. — July. — Pp. 14–15.

- [18] Spindt, C. 11.1: A reliable improved spindt cathode design for high currents / C. Spindt, C. E. Holland, P. R. Schwoebel // Vacuum Electronics Conference (IVEC), 2010 IEEE International. 2010. May. Pp. 201–202.
- [19] Spindt, C. A brief history Vacuum Nanoelectronics, the IVNC, and the present status of the Spindt cathode / C. Spindt // 25th International Vacuum Nanoelectronics Conference. — 2012. — July. — Pp. 1–2.
- [20] Елецкий, А.В. Углеродные нанотрубки и их эмиссионные свойства /
 А.В. Елецкий // Успехи физических наук. 2002. Т. 172, № 4. С. 401–
 438.
- [21] Елецкий, А.В. Холодные полевые эмиттеры на основе углеродных нанотрубок / А.В. Елецкий // Успехи физических наук. 2010. Т. 180, № 9. С. 897–930.
- [22] Елецкий, А.В. Усиление электрического поля в холодных полевых катодах на основе углеродных нанотрубок / А.В. Елецкий, М.Д. Бельский, Г.С. Бочаров, Т.J. Sommerer // Журнал технической физики. — 2010. — Т. 80, № 2. — С. 111–116.
- [23] Бочаров, Г.С. Оптимизация параметров холодного катода на основе углеродных нанотрубок / Г.С. Бочаров, А.В. Елецкий, Т.J. Sommerer // Журнал технической физики. 2011. Т. 81, № 4. С. 130–137.
- [24] Бочаров, Г.С. Тепловая неустойчивость холодной полевой эмиссии углеродных нанотрубок / Г.С. Бочаров, А.В. Елецкий // Журнал технической физики. — 2007. — Т. 77, № 4. — С. 107–112.
- [25] Елецкий, А.В. Механические свойства углеродных наноструктур и материалов на их основе / А.В. Елецкий // Усп. физ. наук. — 2007. — Vol. 177, no. 3. — Pp. 233–274. http://ufn.ru/ru/articles/2007/3/a/.
- [26] Cheng, Yuan. Electron field emission from carbon nanotubes / Yuan Cheng, Otto Zhou // Comptes Rendus Physique. - 2003. - Vol. 4, no. 9. - Pp. 1021
 - 1033. http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1631070503001038.

- [27] Zhou, Yangxin. A method of printing carbon nanotube thin films / Yangxin Zhou, Liangbing Hu, George Grüner // Applied Physics Letters. — 2006. — Vol. 88, no. 12. — P. 123109. http://dx.doi.org/10.1063/1.2187945.
- [28] Lahiri, Indranil. Enhanced field emission from multi-walled carbon nanotubes grown on pure copper substrate / Indranil Lahiri, Raghunandan Seelaboyina, Jun Y. Hwang et al. // Carbon. — 2010. — Vol. 48, no. 5. — Pp. 1531 – 1538. http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S000862230900863X.
- Ultra-high current density carbon nanotube |29|Lahiri, Indranil. field three-dimensional micro-channeled emitter structure on copper / Indranil Lahiri, Joyce Wong, Zilu Zhou, Wonbong Choi 2012. – Vol. 101, no. 6. – Applied Physics Letters. — P. 063110. http://scitation.aip.org/content/aip/journal/apl/101/6/10.1063/1.4745010.
- [30] Leberl, Daniela. Characterization of carbon nanotube field emitters in pulsed operation mode / Daniela Leberl, Raghunandan Ummethala, Albrecht Leonhardt et al. // Journal of Vacuum Science & 2013. -Vol. 31,1. -Р. Technology B. – no. 012204.http://scitation.aip.org/content/avs/journal/jvstb/31/1/10.1116/1.4773058.
- [31] Ummethala, Raghunandan. Effect of substrate material on the growth and field emission characteristics of large-area carbon nanotube forests / Raghunandan Ummethala, Daniela Wenger, Sandro F. Tedde et al. // Journal of Applied Physics. — 2016. — Vol. 119, no. 4. — P. 044302. http://scitation.aip.org/content/aip/journal/jap/119/4/10.1063/1.4940418.
- [32] Lei, Wei. High-current field-emission of carbon nanotubes and its application as a fast-imaging x-ray source / Wei Lei, Zhuoya Zhu, Chunyi Liu et al. // Carbon. — 2015. — Vol. 94. — Pp. 687 – 693. http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008622315300683.
- [33] Jeong, Jin-Woo. A vacuum-sealed compact x-ray tube based on focused carbon nanotube field-emission electrons / Jin-Woo Jeong, Jae-Woo Kim, Jun-Tae Kang et al. // Nanotechnology. 2013. Vol. 24, no. 8. P. 085201. http://stacks.iop.org/0957-4484/24/i=8/a=085201.

- [34] Ryu, Je Hwang. Carbon nanotube electron emitter for x-ray imaging / Je Hwang Ryu, Jung Su Kang, Kyu Chang Park // Materials. — 2012. — Vol. 5, no. 11. — Pp. 2353–2359. http://www.mdpi.com/1996-1944/5/11/2353.
- [35] Li, Zhenjun. High current field emission from individual non-linear resistor ballasted carbon nanotube cluster array / Zhenjun Li, Xiaoxia Yang, Feng He et al. // Carbon. — 2015. — Vol. 89. — Pp. 1 – 7. http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008622315002146.
- [36] Li, Chi. High emission current density, vertically aligned carbon nanotube mesh, field emitter array / Chi Li, Yan Zhang, Mark Mann et al. // Applied Physics Letters. 2010. Vol. 97, no. 11. P. 113107. http://scitation.aip.org/content/aip/journal/apl/97/11/10.1063/1.3490651.
- [37] Chen, Z. Large current carbon nanotube emitter growth using nickel as a buffer layer / Z. Chen, G. Cao, Q. Zhang et al. // Nanotechnology. – 2007. – Vol. 18. – P. 095604.
- [38] Chen, Z. Ultrahigh-current field emission from sandwich-grown well-aligned uniform multi-walled carbon nanotube arrays with high adherence strength / Z. Chen, Q. Zhang, P. Lan et al. // Nanotechnology. — 2007. — Vol. 18. — P. 265702.
- [39] Chouhan, V. Field emission from optimized structure of carbon nanotube field emitter array / V. Chouhan, T. Noguchi, S. Kato // Journal of Applied Physics. 2016. Vol. 119, no. 13. P. 134303. http://scitation.aip.org/content/aip/journal/jap/119/13/10.1063/1.4945581.
- [40] Parmee, Richard J. X-ray generation using carbon nanotubes / Richard J. Parmee, Clare M. Collins, William I. Milne, Matthew T. Cole // Nano Convergence. 2015. Vol. 2, no. 1. Pp. 1–27. http://dx.doi.org/10.1186/s40580-014-0034-2.
- [41] Qian, Xin. Design and characterization of a spatially distributed multibeam field emission x-ray source for stationary digital breast tomosynthesis / Xin Qian, Ramya Rajaram, Xiomara Calderon-Colon

et al. // Medical Physics. — 2009. — Vol. 36, no. 10. — Pp. 4389–4399. http://dx.doi.org/10.1118/1.3213520.

- [42] Wei, W. Carbon nanotube field emission electron gun for traveling-wave tube / W. Wei, Yixiong Zheng, Xinyu Yuan et al. // Vacuum Electronics Conference (IVEC), 2015 IEEE International. — 2015. — April. — Pp. 1–2.
- [43] Yuan, X. Research on a magnetron injection electron gun based on carbon nanotube cold cathode / X. Yuan, X. Li, Ying Huang et al. // 2014 27th International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC). — 2014. — July. — Pp. 55–56.
- [44] Yuan, Xuesong. Carbon nanotube magnetron injection electron gun for a 0.22thz gyrotron / Xuesong Yuan, Yu Zhang, Yang Yan et al. // Vacuum Electronics Conference (IVEC), 2015 IEEE International. — 2015. — April. — Pp. 1–2.
- [45] Yuan, Xuesong. A fully-sealed carbon-nanotube cold-cathode terahertz gyrotron / Xuesong Yuan, Weiwei Zhu, Yu Zhang et al. // Scientific Reports. — 2016. — Vol. 6. — Pp. 1–9.
- [46] Givargizov, E. I. Ultrasharp tips for field emission applications prepared by the vapor-liquid-solid growth technique / E. I. Givargizov // Journal of Vacuum Science & Technology B. – 1993. – Vol. 11, no. 2. – Pp. 449–453. http://scitation.aip.org/content/avs/journal/jvstb/11/2/10.1116/1.586882.
- [47] Zhirnov, V. V. Emission stability and high current performance of diamond-coated si emitters / V. V. Zhirnov, A. B. Voronin, E. I. Givargizov, A. L. Meshcheryakova // Journal of Vacuum Science & Technology B. – 1996. – Vol. 14, no. 3. – Pp. 2034–2036. http://scitation.aip.org/content/avs/journal/jvstb/14/3/10.1116/1.588980.
- [48] Zhirnov, V. V. Emission characterization of diamond-coated si field emission arrays / V. V. Zhirnov, E. I. Givargizov, A. V. Kandidov et al. // Journal of Vacuum Science & Technology B. – 1997. – Vol. 15, no. 2. – Pp. 446–449. http://scitation.aip.org/content/avs/journal/jvstb/15/2/10.1116/1.589595.

- [49] Givargizov, E. I. Silicon tips with diamond particles on them: New field emitters? / E. I. Givargizov // Journal of Vacuum Science & Technology B. – 1995. – Vol. 13, no. 2. – Pp. 414–417. http://scitation.aip.org/content/avs/journal/jvstb/13/2/10.1116/1.587959.
- [50] Velasquez-Garcia, L. F. Uniform high-current cathodes using massive arrays of si field emitters individually controlled by vertical si ungated fets;part 1: Device design and simulation / L. F. Velasquez-Garcia, S. A. Guerrera, Y. Niu, A. I. Akinwande // IEEE Transactions on Electron Devices. 2011. June. Vol. 58, no. 6. Pp. 1775–1782.
- [51] Velasquez-Garcia, L.F. Uniform high-current cathodes using massive arrays of si field emitters individually controlled by vertical si ungated fets part 2: Device fabrication and characterization / L.F. Velasquez-Garcia, S.A. Guerrera, Y. Niu, A.I. Akinwande // Electron Devices, IEEE Transactions on. 2011. Vol. 58, no. 6. Pp. 1783-1791.
- [52] Kang, Myung-Gyu. Stable field emission from nanoporous silicon carbide / Myung-Gyu Kang, Henri J Lezec, Fred Sharifi // Nanotechnology. — 2013. — Vol. 24, no. 6. — P. 065201. http://stacks.iop.org/0957-4484/24/i=6/a=065201.
- [53] Shesterkin, V. I. The multiple beam electron gun with cold field-emission cathode made from glassy carbon / V. I. Shesterkin, Y. A. Grigoriev // Vacuum Electron Sources Conference (IVESC), 2014 Tenth International. — 2014. — June. — Pp. 1–2.
- [54] Бушуев, Н.А. Исследование эмиссионных характеристик многолучевой электронной пушки с автоэмиссионным катодом из стеклоуглерода / Н.А. Бушуев, О.Е. Глухова, Ю.А. Григорьев и др. // Журнал технической физики. — 2016. — Т. 86, № 2. — С. 134–139.
- [55] Бушуев, Н.А. Матричные автоэмиссионные катоды из стеклоуглерода: современное состояние и перспективы использования в СВЧ-приборах / Н.А. Бушуев, В.И. Шестеркин, А.А. Бурцев и др. // Электронная техника. — 2013. — Т. 519, № 4. — С. 177–184.

- [56] Yakunin, Alexander N. On the problems of stability and durability of fieldemission current sources for electrovacuum devices / Alexander N. Yakunin, Nikolay P. Aban'shin, Garif G. Akchurin et al. // Ultrafast Phenomena and Nanophotonics XX (March 14, 2016). – Vol. 9746. – 2016. – Pp. 974620– 974620–8. http://dx.doi.org/10.1117/12.2213218.
- [57] Тумарева, Т.А. Острийные полевые эмиттеры с фуллереновым покрытием / Т.А. Тумарева, Г.Г. Соминский, А.А. Ефремов, А.С. Поляков // Журнал технической физики. — 2002. — Т. 72, № 2. — С. 105–110.
- [58] Тумарева, Т.А. Активированные потоком ионов калия полевые эмиттеры с фуллереновыми покрытиями в сильных электрических полях / Т.А. Тумарева, Г.Г. Соминский, И.А. Светлов, А.Н. Морозов // Журнал технической физики. — 2008. — Т. 78, № 11. — С. 119.
- [59] Тумарева, Т.А. Активировка калием полевых эмиттеров с фуллереновыми покрытиями / Т.А. Тумарева, Г.Г. Соминский, А.А. Веселов // Журнал технической физики. — 2004. — Т. 74, № 7. — С. 110–113.
- [60] Тумарева, Т.А. Активирование фуллереновых покрытий полевых эмиттеров потоками атомов и ионов калия / Т.А. Тумарева, Г.Г. Соминский, А.К. Бондаренко и др. // Журнал технической физики. — 2006. — Т. 76, № 7. — С. 81–84.
- [61] Campbell, E.E.B. Production and ldms characterisation of endohedral alkalifullerene films / E.E.B. Campbell, R. Tellgmann, N. Krawez, I.V. Hertel // Journal of Physics and Chemistry of Solids. — 1997. — Vol. 58, no. 11. — Pp. 1763 – 1769. http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022369797000632.
- [62] Фоменко, В.С. Эмиссионные свойства материалов: справочник / В.С. Фоменко. — четвертое изд. — Наук. думка, 1981. — С. 339. http://books.google.ru/books?id=RBdaPgAACAAJ.
- [63] Елинсон, М.И. Автоэлектронная эмиссия / М.И. Елинсон, Г.Ф. Васильев; Под ред. Д.В.Зернова. — Москва: Государственное издательство физикоматематический литературы, 1958. — С. 274.

- [64] Castilho, Caio M.C. De. Calculations of field ionization in the field ion microscope / Caio M.C. De Castilho, David R. Kingham // Surface Science. 1986. Vol. 173, no. 1. Pp. 75 – 96. http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0039602886901081.
- [65] Голубев, О.Л. Единичный наноразмерный эмитирующий выступ на поверхности полевого эмиттера из карбида вольфрама / О.Л. Голубев // Письма в журнал технической физики. — 2009. — Т. 35, № 12. — С. 18–24.
- [66] Ziegler, James F. Srim-2003 / James F. Ziegler // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. — 2004. — Vol. 219–220. — Pp. 1027 – 1036. — Proceedings of the Sixteenth International Conference on Ion Beam Analysis. http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0168583X04002587.
- [67] Машкова, Е. С. Рассеяние ионов средних энергий поверхностями твердых тел / Е. С. Машкова, В. А. Молчанов. Атомиздат Москва, 1980. С. 192.
- [68] COMSOL Multiphysics. Платформа для моделирования физических процессов [Электронный ресурс]. https://www.comsol.ru/comsol-multiphysics.
- [69] Бериш, Р. Распыление твердых тел ионной бомбардировкой: Физическое распыление одноэлементных твердых тел / Р. Бериш, В.А. Молчанов; Под ред. Р. Бериша. Проблемы прикладной физики. — Мир, 1984. — С. 336.

Приложения

А. Описание системы напуска азота

Система напуска азота (рис. 1) включала баллон 1 с редуктором 2, систему вакуумных емкостей 3, 4, 5 разного объема (объемы указаны в подписи к рис. 1), а также вакуумные вентили B1, B2, B3, B4, B5. Перед тем, как напускать азот в вакуумную камеру 6 экспериментальной установки, система напуска откачивалась при помощи форвакуумного и криосорбционного насоса до давления ~ $6 \cdot 10^{-3}$ Торр. При перекрытых вентилях B1, B2, B3, B4, B5 с помощью редуктора устанавливалось давление ~ 3 атм. в камере 3. Затем открывался вентиль B1, и напускался газ в объём 4, после чего он закрывался и открывался B2, напускался газ в объём 5, откуда через вентиль B4 напускался газ в вакуумную камеру экспериментального прибора.



Рис. 1. Схематичное изображение системы напуска азота: 1 – газовый балон, 2 – редуктор, 3 – объём № 1 (~ 2 · 10⁻² л), 4 – объём № 2 (~ 3 л), 5 – объём № 3 (~ 30 л), 6 – вакуумная камера экспериментального прибора, 7 – вывод к форвакуумному насосу, 8 – вывод к криосорбционному насосу.

Б. Принципиальная электрическая схема установки

Электрические цепи подключаемых к элементам вакуумной камеры источников питания и измерительных устройств приведена на рис. 2. Регулировка тока подогревателей осуществлялась при помощи автотрансформаторов, подключенных через накальные трансформаторы (Tp.1, Tp.3, Tp.4, Tp.5) к источникам накала. На рис. 2 показаны накальные цепи для источников молибдена, спирали ионизации ионов калия, источника атомов калия, а также накальная цепь подогревателя катода. Высокое напряжение, подававшееся на катод, было отделено от сетевой цепи при помощи разделительного трансформатора Tp.2. Накал источника фуллеренов осуществлялся при помощи стандартного прибора TEC41.



Рис. 2. Принципиальная электрическая схема подключения источников питания и измерительная система, использованных для формирования покрытий и измерения эмиссионных характеристик. Тр.1, Тр.3, Тр.4, Тр.5 - накальные трансформаторы, Тр.2 - разделительный трансформатор.

В. Принципиальная схема модулятора

Принципиальная схема модулятора импульсов, использованного в данной работе, представлена на рис. 3. Длительность и частота следования импульсов задавалась при помощи стандартного прибора типа МГИ-1 который использовался в качестве подмодулятора. Контроль амплитуды выходного сигнала осуществлялся при помощи делителя напряжения 1:1000.



Рис. 3. Принципиальная схема высоковольтного модулятора импульсов.