



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 66188

(13) C2

(51) МПК (2006)

H01J 37/26

H01J 1/30

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ ВІСТРЯНОГО АВТОЕМІТЕРА З ЛОКАЛІЗОВАНОЮ ЕМІСІЄЮ

1

(21) 2003087610

(22) 12.08.2003

(24) 15.08.2006

(46) 15.08.2006, Бюл. № 8, 2006 р.

(72) Луговська Олена Ігорівна, Мазілов Олександр
Валентинович, Мазілова Тетяна Іванівна,
Михайловський Ігор Михайлович, Форбс Ричард Г.,
GB(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ НАУКОВИЙ ЦЕНТР
"ХАРКІВСЬКИЙ ФІЗИКО-ТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ"(56) UA 39823 A, 15.02.2001SU 1217935 A,
15.03.1986SU 1069029 A, 23.01.1984US 3374386,
19.03.1968US 6448700, 10.09.2002JP 60180048,
13.09.1985(57) Спосіб виготовлення вістряного автоемітера з
локалізованою емісією, що включає

2

електрохімічне травлення вістря з металевої заготовки, формування атомно-гладкої поверхні вершини вістря, створення у газовому середовищі на вершині вістря мікрровиступу шляхом подання на вістря електричного потенціалу і випарування мікрровиступу, який **відрізняється** тим, що використовують заготовку з вольфраму, мікрровиступ створюють в атмосфері пари азоту при тиску $3 \cdot 10^{-3}$ Па і при потенціалі, який забезпечує напруженість електричного поля над вершиною вістря 24...57В/нм, після чого проводять формування атомного комплексу на вершині вістря польовим випаруванням мікрровиступу при температурі 110...140К і тиску менше 10^{-3} Па.

Винахід має відношення до мікроелектроніки та приладобудування, особливо до способів виготовлення емітерів електронів та іонів. Виготовлювані вістряні автоемітери можуть бути використані як джерела електронів та іонів, а також як зонди для сканувальної тунельної мікроскопії, електронної мікроскопії на просвіт, у польових емісійних мікроскопах, в електронно-оптичних системах для літографії.

Відомий спосіб виготовлення вістряного автоемітера з локалізованою емісією шляхом нанесення на монокристалічне вістря з атомно-гладкою поверхнею, попередньо сформованого високотемпературною обробкою, тонкої плівки речовини з підвищеною емісійною здатністю та наступної термообробки вістря [патент США № 3374386, НКИ 313-346, 1968] [1]. Обмеженість площини емісії досягається в результаті локалізації речовини на деяких гранях вістря.

Однак продуктивність цього способу є низькою. Час виготовлення вістряного автоемітера складає декілька годин. Цей недолік пов'язаний з необхідністю забезпечення надвисокого вакууму (тиску менше 10^{-8} Па) у процесі термообробки. Під час проведення термopольової обробки у технічному вакуумі (тиску більше 10^{-5} Па) хімічні

реакції залишкових газів з емісійно-активною речовиною перешкоджають формуванню ділянок з локалізованою емісією.

Найбільш близьким до пропонованого винаходу технічним рішенням є спосіб виготовлення вістряного автоемітера з локалізованою емісією [патент України № 39823, H01J 37/285, 2003] [2]. Спосіб включає електрохімічне травлення вістря з металевої заготовки, формування атомно-гладкої поверхні вершини вістря, створення в атмосфері пари неону на вершині вістря мікрровиступу. Мікрровиступ створюють шляхом подання на вістря електричного потенціалу, який забезпечує щільність струму $2 \cdot 10^{10} \dots 5 \cdot 10^{11} \text{ А/м}^2$ та випарування мікрровиступу в електричному полі до отримання на вершині вістря емітуючого комплексу. Час обробки визначається величиною флюєнсу бомбардуєчи іонів неону і знаходиться у межах 0,2...0,3 години, що значно менше часу виготовлення автоемітера за способом [1]. Електронна емісія локалізується на ділянці діаметром близько 10нм.

Проте для використання вістряних автоемітерів в нанотехнології необхідна розробка

(13) C2

(11) 66188

(19) UA

більш продуктивних методів виготовлення вістряних автоемітерів з більш високою локалізацією емісії. Недоліком способу [2] є також невисока механічна міцність автоемітерів, яка обумовлена виникненням у поверхневому шарі радіаційних пошкоджень. Внаслідок цього 30...40% вістряних автоемітерів в процесі виготовлення руйнуються під дією пондеромоторних сил електричного поля. Відповідно знижується вихід придатної продукції.

В основу винаходу поставлено завдання створити такий спосіб виготовлення вістряного автоемітера з локалізованою емісією, який би був більш продуктивним і давав би можливість отримувати вістряні автоемітери з більш високим виходом придатної продукції.

Поставлене завдання вирішується у способі виготовлення вістряного автоемітера з локалізованою емісією, який складається з електрохімічного травлення вістря з металевої вершини вістря, створення в у газовому середовищі на вершині вістря мікроступу шляхом подання на вістря електричного потенціалу і випарування мікроступу. Згідно з винаходом використовують металеву заготовку з вольфраму, мікроступ створюють в атмосфері пари азоту при тиску $3 \cdot 10^{-3}$ Па і при потенціалі, який забезпечує напруженість електричного поля над вершиною вістря (24...57) В/нм. Після цього проводять формування атомного комплексу на вершині вістря польовим випаруванням мікроступу при температурі (110...140) К і тиску менше 10^{-3} Па.

При використанні пропонованого способу одночасно досягаються два технічних ефекти: по-перше, формується бездефектний, а отже, і міцний мікроступ, що виключає можливість його руйнування у процесі польового випарування; по-друге, час, необхідний для формування мікроступу, зменшується до (5...15) с. Середній час обробки вістря до сформування напівсферичного мікроступу зменшується приблизно у 15 разів. З урахуванням підготовчих операцій, які включають електрохімічне травлення та шлюзування зразків у високовакуумну камеру, сумарний час виготовлення автоемітера за пропонованим способом зменшується у 4-7 разів. Це дозволяє значно підвищити продуктивність у порівнянні із способом [2].

Спостереження у польовому емісійному мікроскопі показали, що при виготовленні вістряного автоемітера за пропонованим способом, загострення вістря супроводжується зміною конфігурації його вершини. Напівсферична частина вістряної заготовки у процесі її витримки у середовищі азоту при потенціалі, який забезпечує напруженість електричного поля в інтервалі (24...57) В/нм, піддається польовому випаруванню, що стимулюється азотом, і трансформується у параболоїд, сполучений з напівсферою радіусом 5-15 нм. Швидкість виготовлення мікроступу на 2 порядки вище, ніж за способом, обраним як прототип. При використанні для формування мікроступу стимульованого польового

випарування не утворюються радіаційні пошкодження. Це забезпечує високу локальну міцність мікроступу і, як наслідок, 100% стійкість до дії пондеромоторних сил електричного поля.

Застосування операції польового випарування при температурі (110...140) К приводило до формування атомних комплексів, які забезпечували локалізацію електронної емісії на ділянці діаметром 2,5-3 нм, що сприяло підвищенню виходу придатної продукції.

Обробка вістряної заготовки при напруженості електричного поля поза інтервалу (24...57) В/нм не приводила до формування мікроступів, відповідальних за локалізацію емісії. При менших напруженостях поля процес стимульованого випарування не приводив до відтвореного утворення мікроступів. При більших напруженостях поля мікроступ також не утворювався через інтенсивне польове випарування вістряної заготовки.

На Фіг.1 наведено польове електронно-мікроскопічне зображення вольфрамового автоемітера, виготовленого за способом, обраним як прототип; на Фіг.2 наведено польове електронно-мікроскопічне зображення вершини вістряного вольфрамового автоемітера, сформованого за пропонованим способом.

Приклад. Вістряні автоемітери виготовляли електрохімічним травленням проволоки з вольфраму з осьовою текстурою [110] в однонормальному розчині їдкого натру. В результаті травлення були отримані вістряні заготовки з первинними радіусами кривини 20...70 нм. Формування атомно-гладкої поверхні вершини вістря, створення в атмосфері пари азоту на вершині вістря мікроступу та випарування мікроступу в електричному полі проводили за допомогою польового емісійного мікроскопу. Як зображуючий газ використовували гелій при тиску 10^{-2} ... 10^{-3} Па. При роботі в автоелектронному режимі гелій відкачували до тиску 10^{-6} ... 10^{-7} Па і в робочу камеру напускали азот до тиску $5 \cdot 10^{-3}$ Па. Потім подавали на вістряний зразок потенціал, який забезпечував напруженість електричного поля на вершині вістря величиною 44 В/нм. Іони азоту, які виникають при цьому, бомбардували вершину вістря зразка і сприяли формуванню мікроступу. Далі формували атомний комплекс на вершині вістряного зразка польовим випаруванням мікроступу при температурі 110 К і тиску $9 \cdot 10^{-4}$ Па. Сформований атомний комплекс забезпечує локалізацію електронної емісії на ділянці діаметром 2 нм, що обумовлює високий вихід придатної продукції.

Були проведені порівняльні іспити пропонованого способу та способу, обраного як прототип. Для цього використовували робочу вакуумну камеру польового іонного мікроскопу, що дозволяло вести контроль стану поверхні автоемітера. Частина отриманих результатів наведена у таблиці. В ній наведені такі позначення: Р - тиск пари азоту; F - напруженість електричного поля над вершиною голчастої заготовки на початку процесу стимульованого випарування; R - первинний радіус вершини

голчатої заготовки; r - середній радіус мікровиступу, сформованого у процесі польового випарування, стимульованого паром азоту при

тиску P на протязі часу t ; T - температура, при якій проводять польове випарування; D - діаметр атомного комплексу.

Таблиця

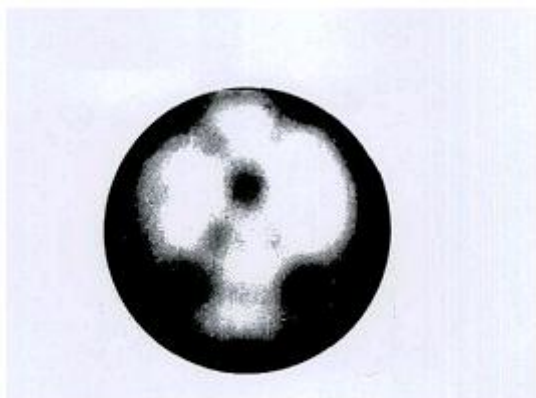
№ з/п	P , Па	F , В/н	R , нм	r , нм	t , с	T , К	$P \cdot 10^{-4}$ Па	D , нм	Примітка
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	0.0025	44	38	-	15	110	9	-	Мікровиступ та комплекс не сформовані
2	0.005	44	38	8.5	12	110	9	2	
3	0.007	20	40	-	15	110	9	-	Мікровиступ та комплекс не сформовані
4	0.005	57	45	8	10	110	9	2.5	
5	0.005	59	42	-	15	110	9	-	Мікровиступ та комплекс не сформовані
6	0.005	44	40	9	10	105	9		Комплекс не сформований
7	0.005	44	36	9	11	140	9	2.5	
8	0.007	44	45	7	8	145	9	-	Комплекс не сформований
9	0.007	44	45	7	8	135	20		Комплекс не сформований

Як виходить з таблиці, при напруженості електричного поля, яке має значення поза інтервалу (24...57) В/нм, мікровиступ не утворювався.

Польове електронне зображення вістряного автоемітера, яке наведено на Фіг.1, показує, що за способом, обраним як прототип, формується мікровиступ на вершині вістря, який має декілька кристалографічних полюсів (кругові темні області). Радіус емітуючої ділянки поверхні складає 14нм, що обумовлює низький вихід придатної продукції.

Польове електронне зображення вістряного автоемітера після польового випарування,

стимульованого азотом та додаткового польового випарування при температурі 115К (Фіг.2), ілюструють можливість локалізації електронної емісії за пропонованим способом на ділянці діаметром 3нм. Середній час формування напівсферичного мікровиступу на поверхні автоемітера запропонованим способом складає 10с, що приблизно у 15 разів менше часу формування емітуючого мікровиступу шляхом іонного бомбардування за способом, обраним як прототип. Вихід придатної продукції, виготовленої за пропонованим способом на 45% вище, ніж за способом, обраним як прототип.



Фіг. 1



Фіг. 2