

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение

высшего образования

«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г.

ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра физики твердого тела

**Тема: Разработка метода характеризации и исследование вторичной
электронной эмиссии наноуглеродных пленочных структур для
применения в СВЧ вакуумной электронике**

АВТОРЕФЕРАТ БАКАЛАВРСКОЙ РАБОТЫ

студента 4 курса 411 группы

направления 11.03.04 «Электроника и наноэлектроника»

код и наименование направления

факультета нано- и биомедицинских технологий

наименование факультета

Шабунина Никиты Олеговича

фамилия, имя, отчество

Научный руководитель

д.т.н., профессор

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

Р. К. Яфаров

инициалы, фамилия

Зав. кафедрой

д.ф.-м.н., профессор

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

А. В. Скрипаль

инициалы, фамилия

Саратов 2020

СОДЕРЖАНИЕ

Обозначения и сокращения.....	3
Введение.....	4
1. Теоретические основы вторичной электронной эмиссии.....	6
2. Процесс осаждения нанокуглеродных пленочных структур.....	6
3. Методика и результаты исследования вторичной электронной эмиссии в нанокуглеродных пленочных структурах и их обсуждение.....	8
Заключение.....	18
Список использованных источников.....	19

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

СВЧ – Сверхвысокая частота

ЭВП – Электровакуумные приборы

ВЭЭ – Вторичная электронная эмиссия

ЭЦР – Электронно-циклотронный резонанс

РАН – Российская академия наук

СЭМ – Сканирующий электронный микроскоп

СГУ – Саратовский Государственный университет

АРМ – Автоматизированное рабочее место

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время наноуглеродные пленочные покрытия, поликристаллические пленки алмаза и другие алмазоподобные материалы применяются, в основном, в качестве износостойкого покрытия в различных областях техники. Однако, наибольшие перспективы их применения, как ожидается, связаны с микроэлектроникой, вакуумной и твердотельной электроникой. Использование наноуглеродных пленочных покрытий и алмазоподобных пленок позволит в перспективе создать радиационно-стойкие полупроводниковые приборы, высокотемпературную электронику и другие приборы.

Одним из достоинств наноуглеродных пленочных покрытий является возможность получения на их основе приборных структур с широким диапазоном эмиссионных свойств. Из-за небольших энергий, необходимых для получения электронов с поверхности пленки, пленочная структура меньше деградирует и время работы, у нее гораздо больше, по сравнению с традиционными материалами (металл или кремний). Использование наноуглеродных пленочных структур в качестве автоэмиссионных катодов, полевых источников электронов, по сравнению с термокатадами, в производстве СВЧ ЭВП позволяет получить следующие преимущества:

1. Повышенная надежность за счет исключения отказов цепи накала, которая обладает первостепенным значением в работе приборов с термокатадами.
2. Повышенная долговечность и надежность за счет более низких рабочих температур катода.
3. Возможность мгновенного включения.
4. Уменьшенная масса прибора, полученная за счет исключения накальной цепи прибора, накального трансформатора, накальных реле, переключателей и облегчения источника питания. Уменьшение потребления электроэнергии в ходе эксплуатации прибора.

С другой стороны, определенные структурно-фазовые составы нанокремниевых покрытий могут обладать различной поглощающей способностью при их облучении электронными пучками. Данное свойство широко используется в производстве ЭВП и характеризуется коэффициентом ВЭЭ. Диапазон изменения ВЭЭ в нанокремниевых покрытиях находится между минимальным значением, равным $\sigma = 0,1$, и достигает значений, вплоть до $\sigma = 15$ и более [1]. Минимальные значения коэффициента вторичной электронной эмиссии необходимы в приборах, в которых ВЭЭ является «паразитным» эффектом, к таким приборам относятся триоды. В результате соударений первичных электронов с управляющей сеткой триода возможен выход вторичных электронов с ее поверхности, что приведет к нарушению первичного потока. Максимальные значения ВЭЭ являются необходимыми, например, в производстве магнетронов [2].

Целью дипломной работы является исследование вторично эмиссионных свойств нанокремниевых пленочных покрытий, осажденных при различных условиях, применительно к созданию приборов СВЧ и субтерагерцового диапазонов.

Теоретические основы вторичной электронной эмиссии

Вторичной электронной эмиссией называется процесс выхода электронов из твердых или жидких тел под действием бомбардировки их поверхности первичными электронами.

Эмиссия вторичных электронов с поверхности металла, бомбардируемой потоком электронов, была обнаружена Аустином и Штарке еще в 1902 году.

Основным критерием вторичной эмиссии является коэффициент вторичной электронной эмиссии σ и находится он, как отношение вторичных электронов n_2 к первичным n_1 , которые смогли вызвать эмиссию или отношение вторичных токов I_2 к первичным I_1 .

$$\sigma = \frac{n_2}{n_1} = \frac{I_2}{I_1} \quad (1)$$

Величина σ также зависит от угла падения первичных электронов:

$$\ln \sigma = \ln B - \gamma \cos \alpha,$$

где B и γ постоянные для материала катода при определенной энергии первичных электронов; α – угол падения первичных электронов [3]. Эта зависимость обусловлена рассеянием, ионизацией и дифракцией электронов в монокристалле зависящей от направления движения [4].

Процесс осаждения нанокуглеродных пленочных структур

Осаждение нанокуглеродных пленочных структур, на ситалловые подложки, производилось совместно со специалистами Саратовского филиала Института радиотехники и электроники имени В.А.Котельникова РАН.

Нанокуглеродные пленочные структуры были получены на плазмохимической установке УПТ.П – 2, которая предназначена для выполнения процессов плазмохимического травления и осаждения тонких плёнок с микронными и субмикронными размерами элементов в изделиях микроэлектроники с применением плазмы СВЧ разряда. В основе ее работы лежит принцип химического взаимодействия активных частиц (ионов, возбуждённых атомов и молекул), возникающих в плазме СВЧ разряда, с тонкими плёнками, нанесёнными на

подложку [5]. Процесс осаждения наноуглеродных пленочных структур состоял из нескольких этапов.

Первым этапом, в процессе нанесения наноуглеродных пленочных структур, является размещение подложки и ее фиксация с помощью специальных «лапок» (фиксаторов) на предметном столе.

Вторым этапом является снижение давления в вакуумной камере до рабочего. Рабочее давление достигается в результате использования двух насосов. Форвакуумный насос 2НВР-5Д позволяет добиться давления **10 Па**. После установления давления **10 Па** в вакуумной камере подключается высоковакуумный насос ТМН-500 служащий для создания в объеме реакционной камеры предельного давления $1,33 * 10^{-4} - 6,65 * 10^{-4}$ Па. Далее в вакуумную камеру напускается рабочий газ. Для наноуглеродных пленочных покрытий рабочее давление составляет $5 * 10^{-2}$ Па, которое является достаточным для процесса осаждения.

Третьим этапом является доставка рабочего вещества в вакуумную камеру. Доставка осуществляется открытием вентиля дополнительной камеры, куда предварительно было внесено рабочее вещество. В процессе создания наноуглеродных пленочных покрытий рабочим веществом является этанол. При попадании этанола в вакуум он испаряется и занимает все пространство вакуумной камеры. В ходе ионизационных процессов, в некотором объеме реакционной камеры, образуется сгусток плазмы, заряды из которой оттягиваются на подложку, на которую подан положительный или отрицательный потенциал, равный 300 В. Плазму, в течение всего процесса осаждения, необходимо поддерживать постоянной. Это необходимо для равномерного осаждения молекул на подложку и бесперебойного существования сгустка плазмы. Процесс осаждения наноуглеродных пленочных покрытий осуществляется в течение 20 минут в реакционной камере.

Четвертым этапом является процесс извлечения образцов из вакуумной камеры. Для извлечения образца из камеры, необходимо осуществить все изложенные выше этапы в обратном порядке.

Методика и результаты исследования вторичной электронной эмиссии в наноуглеродных пленочных структурах и их обсуждение

Исследование ВЭЭ наноуглеродных пленочных структур было проведено совместно со специалистами лаборатории диагностики наноматериалов и структур Саратовского Государственного университета, с использованием сканирующего электронного микроскопа [6] MiraTESCAN.

Измерение ВЭЭ наноуглеродных пленочных структур было осуществлено при различных энергиях первичного пучка (10 кэВ, 5 кэВ, 1 кэВ, 0,65 кэВ) и различных напряжениях на сетке (300, 150, 75, 0 В).

На рисунках 1 - 4 показаны СЭМ изображения поверхностей четырех пленочных структур при напряжениях на сетке коллектора 300 В, 150 В, 75 В, 0 В и энергии первичного пучка 10 кэВ.

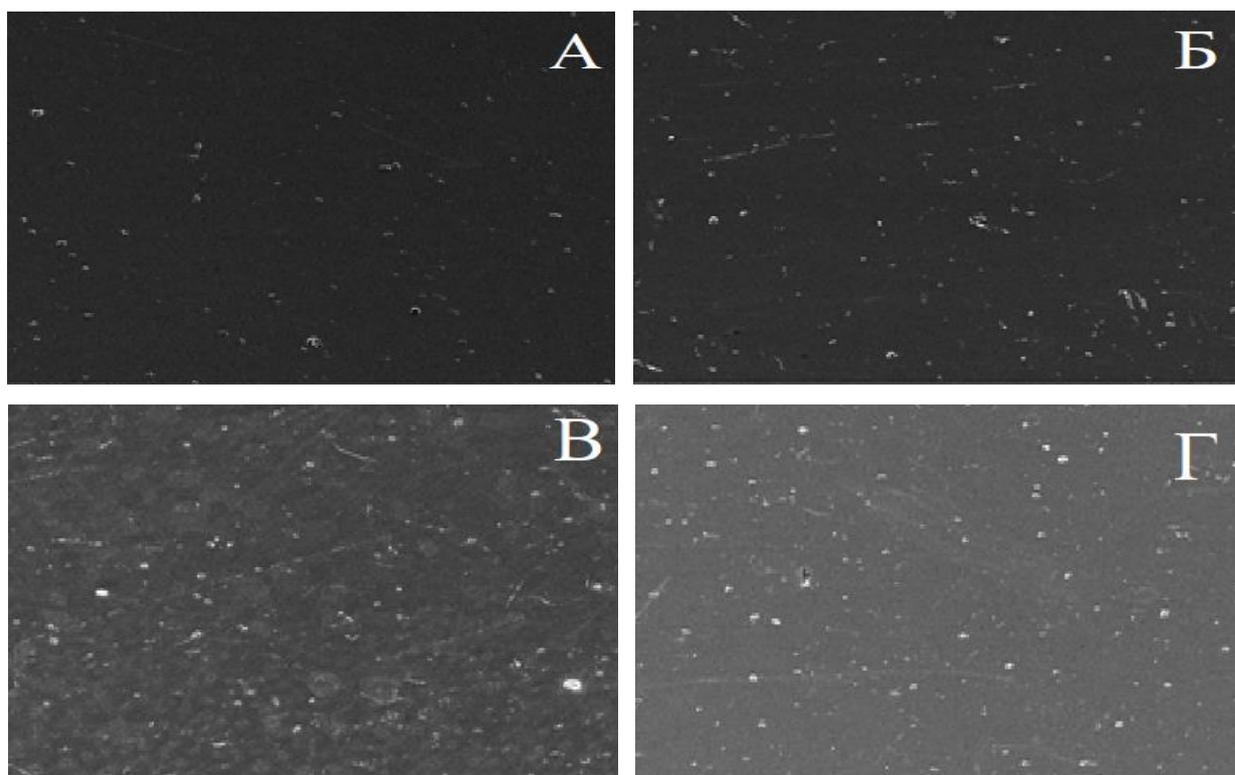


Рисунок 1 – Снимки СЭМ, полученные при напряжении на коллекторе +300 В и энергии первичного пучка 10 кэВ, для пленочных структур с сопротивлениями: А) 38 кОм (-300 В) Б) 27 кОм (-300 В) В) 100 кОм (+300 В) Г) 640 кОм (+300 В)

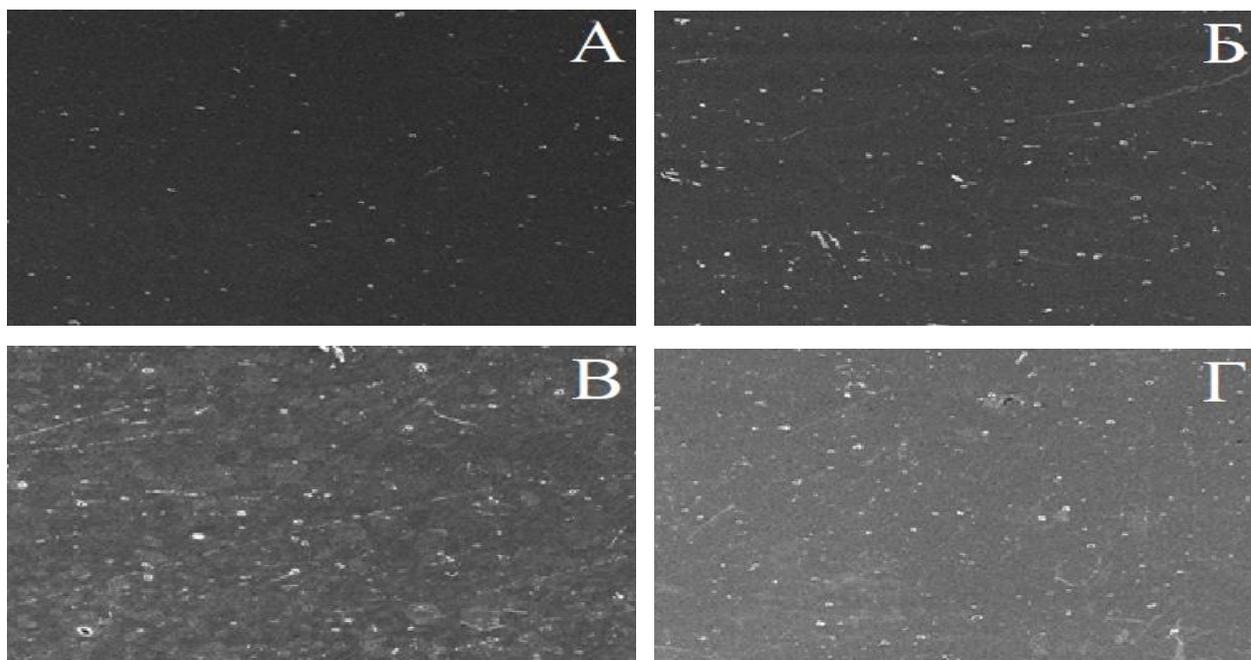


Рисунок 2 – Снимки СЭМ, полученные при напряжении на коллекторе +150 В и энергии первичного пучка 10 кэВ, для пленочных структур с сопротивлениями: А) 38 кОм (-300 В) Б) 27 кОм (-300 В) В) 100 кОм (+300 В) Г) 640 кОм (+300 В)

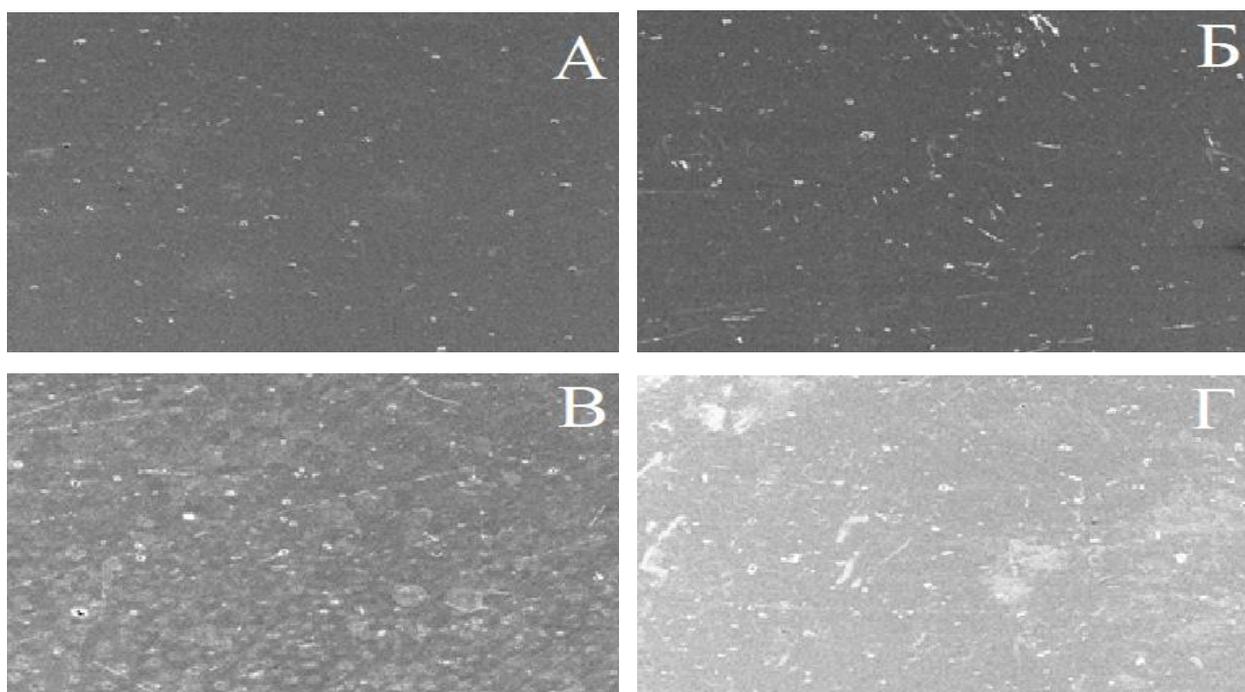


Рисунок 3 - Снимки СЭМ, полученные при напряжении на коллекторе 75 В и энергии первичного пучка 10 кэВ, для пленочных структур с сопротивлениями: а) 38 кОм (-300 В) б) 27 кОм (-300 В) в) 100 кОм (+300 В) г) 640 кОм (+300 В)

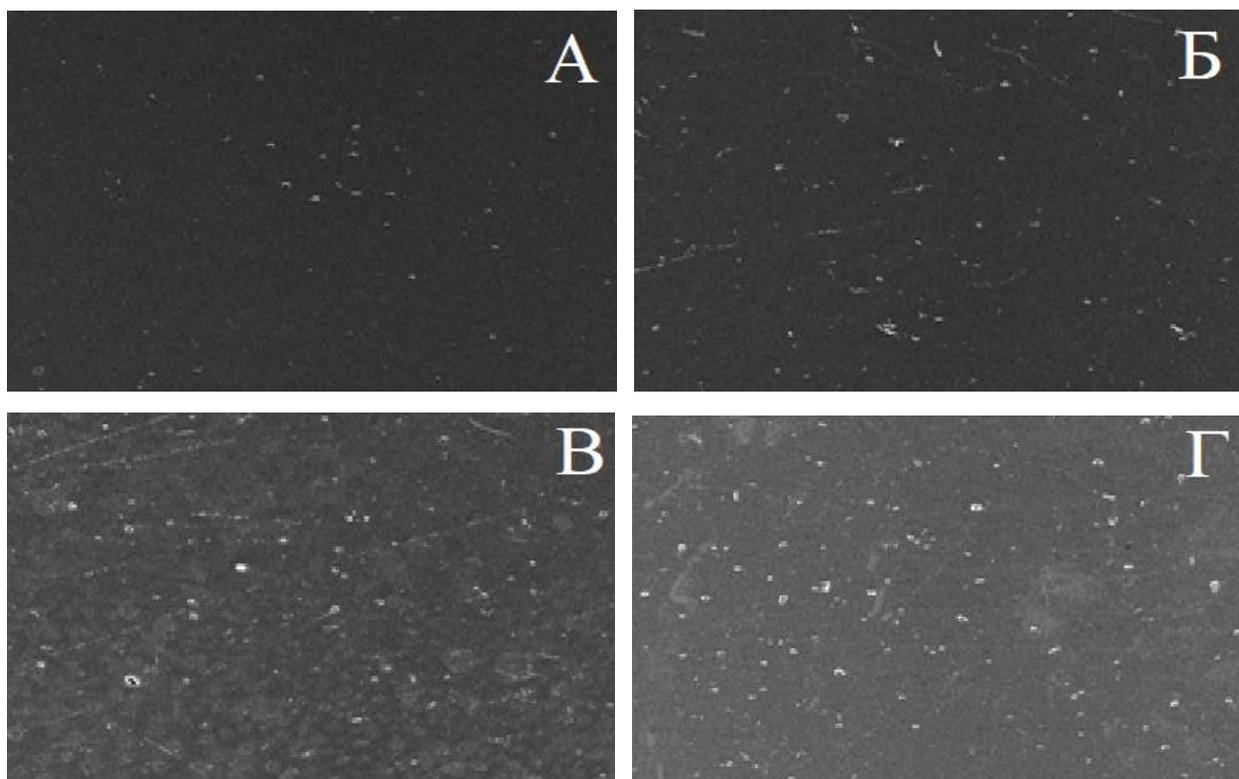


Рисунок 4 - Снимки СЭМ, полученные при напряжении на коллекторе 0 В и энергии первичного пучка 10 кэВ, для пленочных структур с сопротивлениями:
а) 38 кОм (-300 В) б) 27 кОм (-300 В) в) 100 кОм (-300 В) г) 640 кОм (-300 В)

Каждое изображение обладает различной яркостью, что показывает возможность получения различных значений ВЭЭ nanoуглеродных пленочных структур. Темное изображение – маленький коэффициент ВЭЭ, светлое изображение – высокий коэффициент ВЭЭ. Как следствие, визуального анализа изображения недостаточно для полного изучения различной ВЭЭ nanoуглеродных пленочных структур.

Для подробного изучения ВЭЭ nanoуглеродных пленочных структур нам необходимо интерпретировать полученные снимки в численные значения яркости [7]. Интерпретация яркости изображения в численные значения была осуществлена с помощью программ Mathcad 15, AdobePhotoshop СС, ColorMania.

В первую очередь, снимки СЭМ, необходимо размыть в графическом редакторе AdobePhotoshop СС.

Процесс размытия изображения был осуществлен для того, чтобы усреднить яркость снимка в месте анализа наноуглеродной пленочной структуры.

Следующим этапом, анализа снимка СЭМ, является получение численных значений яркости. Утилита ColorMania позволяет, с очень высокой точностью, определить значения яркости. Такая точность обусловлена пиксельным анализом исходного изображения.

Проведя графическую процедуру «размытия» изображения и проанализировав все полученные снимки СЭМ можно составить таблицы значения яркости образцов.

Таблица 1. Численные значения яркости изображения СЭМ образца, полученного при ускоряющем потенциале в процессе синтеза $U = -300$ В. Сопротивление пленочной структуры составило 38 кОм.

Образец №1				
Напряжение на сетке (В)	Энергия первичного пучка (кэВ)			
	10	5	1	0,65
Яркость изображений СЭМ				
300	40	47	81	64
150	55	48	67	125
75	116	67	63	89
0	54	53	87	106

Таблица 2. Численные значения яркости изображения СЭМ образца, полученного при ускоряющем потенциале в процессе синтеза $U = -300$ В. Сопротивление пленочной структуры составило 27 кОм.

Образец №2				
Напряжение на сетке (В)	Энергия первичного пучка (кэВ)			
	10	5	1	0,65
Яркость изображений СЭМ				

300	49	49	42	25
150	76	35	30	57
75	110	51	42	60
0	60	48	73	86

Таблица 3. Численные значения яркости изображения СЭМ образца, полученного при ускоряющем потенциале в процессе синтеза $U = +300$ В. Сопротивление пленочной структуры составило 100 кОм.

Образец №3				
Напряжение на сетке (В)	Энергия первичного пучка (кэВ)			
	10	5	1	0,65
	Яркость изображений СЭМ			
300	81	125	128	51
150	89	125	97	120
75	139	139	93	126
0	78	112	115	85

Таблица 4. Численные значения яркости изображения СЭМ образца, полученного при ускоряющем потенциале в процессе синтеза $U = +300$ В. Сопротивление пленочной структуры составило 640 кОм.

Образец №4				
Напряжение на сетке (В)	Энергия первичного пучка (кэВ)			
	10	5	1	0,65
	Яркость изображений СЭМ			
300	110	145	90	—
150	118	139	152	—
75	181	159	142	—
0	102	129	139	—

По полученным значениям яркости были построены зависимости яркости изображения относительно напряжения на коллекторе СЭМ.

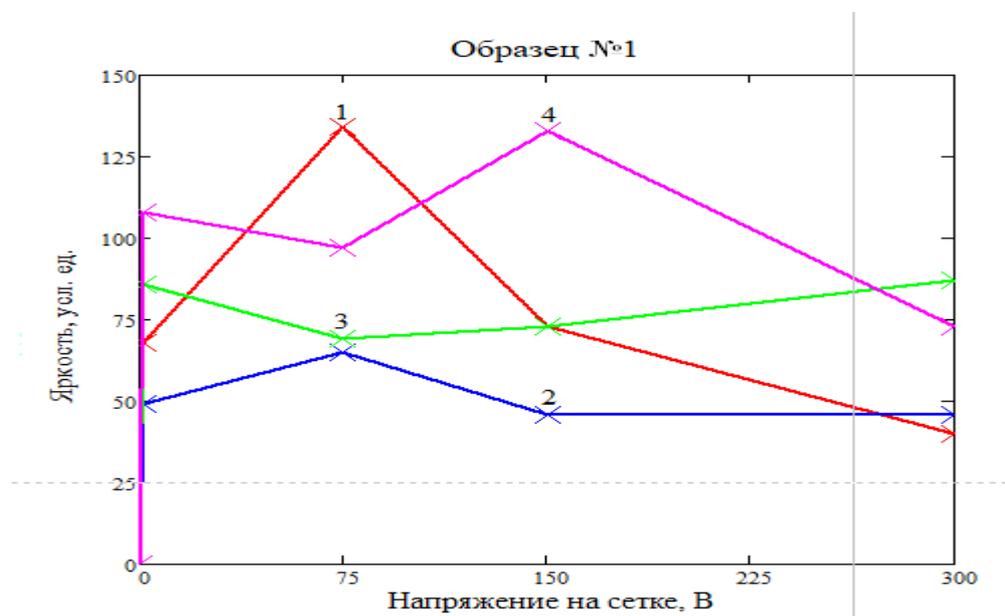


Рисунок 5 – Зависимость яркости изображения от напряжения на сетке СЭМ для образца, полученного при ускоряющем потенциале в процессе синтеза –300 В. Сопротивление пленочной структуры составило 38 кОм. Энергия первичного электронного пучка: 1 – 10 кэВ, 2 – 5 кэВ, 3 – 1 кэВ, 4 - 0,65 кэВ

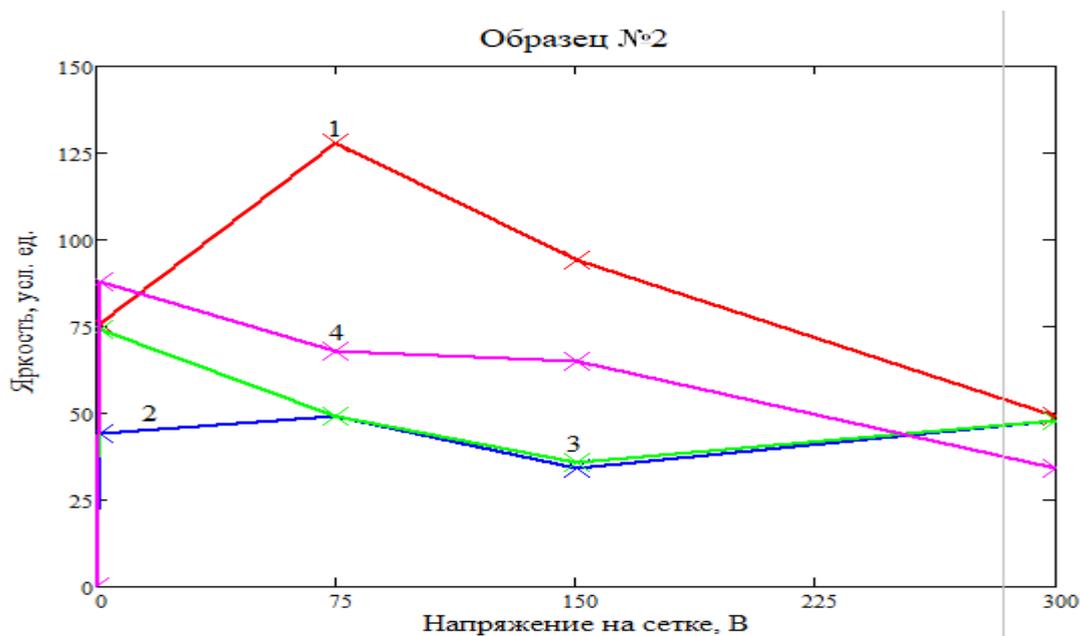


Рисунок 6 - Зависимость яркости изображения от напряжения на сетке СЭМ для образца, полученного при ускоряющем потенциале в процессе синтеза

–300 В. Сопротивление пленочной структуры составило 27 кОм. Энергия первичного электронного пучка: 1 – 10 кэВ, 2 – 5 кэВ, 3 – 1 кэВ, 4 - 0,65 кэВ

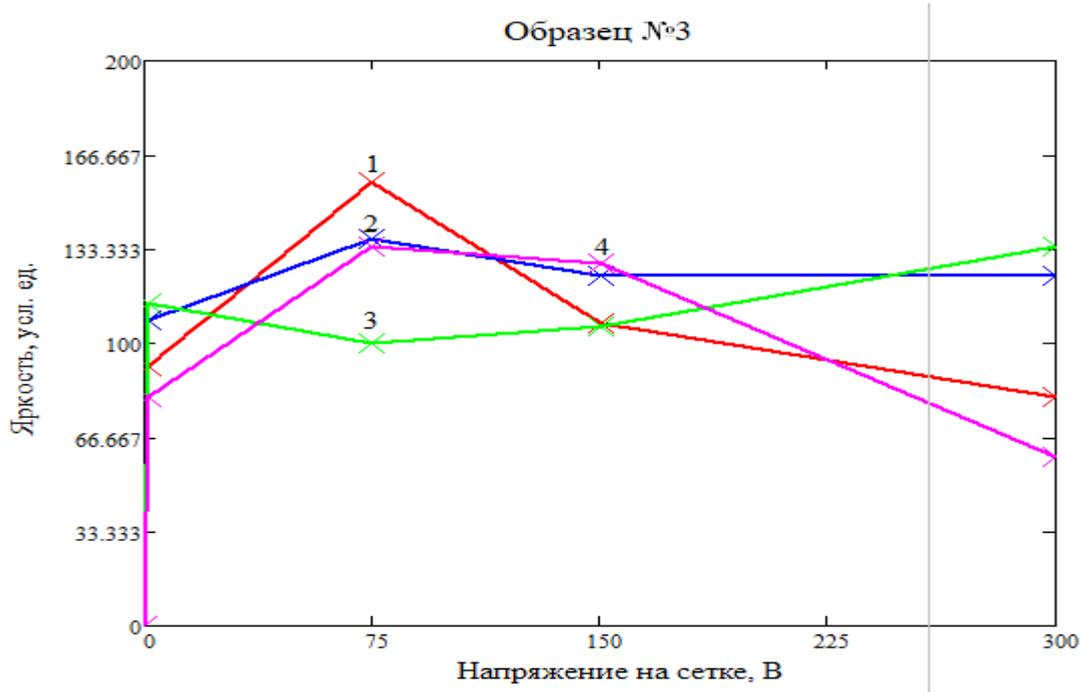


Рисунок 7 - Зависимость яркости изображения от напряжения на сетке СЭМ для образца, полученного при ускоряющем потенциале в процессе синтеза +300 В. Сопротивление пленочной структуры составило 100 кОм. Энергия первичного электронного пучка: 1 – 10 кэВ, 2 – 5 кэВ, 3 – 1 кэВ, 4 - 0,65 кэВ

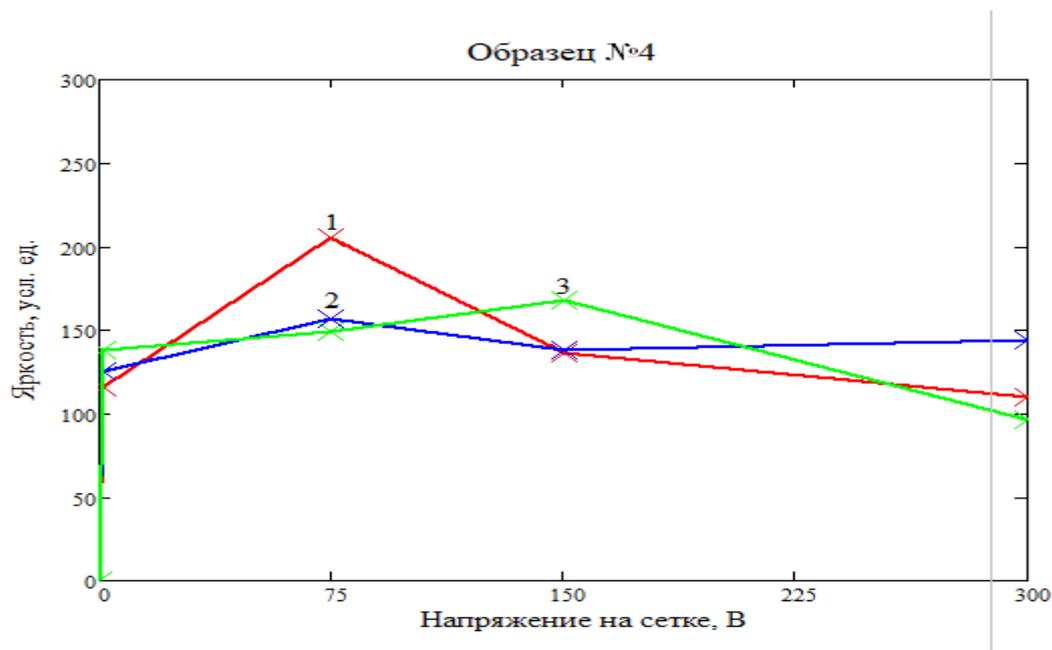


Рисунок 8 - Зависимость яркости изображения от напряжения на сетке СЭМ для образца, полученного при ускоряющем потенциале в процессе синтеза

+300 В. Сопротивление пленочной структуры составило 640 кОм. Энергия первичного электронного пучка: 1 – 10 кэВ, 2 – 5 кэВ, 3 – 1 кэВ, 4 - 0,65 кэВ

Из рис. 5-8 можно видеть, что характер изменения яркостей СЭМ – изображений от напряжения на сетке коллектора микроскопа зависит от энергии первичных электронов, электропроводности и режимов получения наноуглеродных пленочных структур

Среди полученных в ходе эксперимента снимков СЭМ, наибольший практический интерес имеют значения яркости, полученные при положительном потенциале на коллекторе СЭМ равном 75 В. Данное напряжение на коллекторе СЭМ является наиболее близким к энергиям истинно вторичных электронов (0 – 50 эВ). При использовании этого напряжения количество не упруго отраженных электронов будет минимально.

Рассмотрим влияние сопротивления наноуглеродной пленочной структуры на яркость снимков СЭМ. Для образца с углеродным покрытием, сопротивление которого составило 38 кОм, согласно графику, зависимости яркости снимков СЭМ относительно напряжения на сетке (рис. 5) и рисунку 1(А), можно сделать вывод о минимальном значении ВЭЭ. Минимум ВЭЭ обусловлен низким сопротивлением пленочной структуры. Электроны первичного пучка, из-за низкой концентрации рассеивающих центров, проникают на большую глубину в образец, где в результате неупругих столкновений и передают свою энергию электронам пленочной структуры [8]. Из-за того, что передача энергии происходит на большой глубине, которая может быть близка или больше длины свободного пробега вторичных электронов в углеродной пленке, вероятность их выхода снижается.

На графике зависимости яркости изображения относительно напряжения на сетке СЭМ, для образца с осажденным углеродным покрытием, сопротивление которого составило 38 кОм, существует два явных пика ВЭЭ (рис. 5) при энергиях первичного пучка 10 кэВ и 0,65 кэВ. Пик при энергии первичного пучка 10 кэВ находится при напряжении на сетке равном 75 В.

Данный пик обусловлен наиболее подходящими напряжению к спектру истинно вторичных электронов. Второй пик, при энергии 0,65 кэВ находится при напряжении на сетке равном 150 В и обусловлен первичными электронами, которые в связи с низкой собственной энергией испытали, как повышенное упругое, так и не упругое отражение от поверхности наноуглеродной пленочной структуры.

Максимальная яркость снимка СЭМ наблюдается при энергии первичного пучка 10 кэВ. Из-за высокой энергии первичного пучка возбуждается большое количество электронов пленочной структуры. При уменьшении энергии первичного пучка увеличивается коэффициент отражения электронов от поверхности образца, число вторичных электронов спадает, так как при этом возбуждается все меньше.

При увеличении положительного потенциала на коллекторе СЭМ наблюдается уменьшение яркости снимков, так как такой высокой (300 В и 150 В) энергией обладает только небольшое количество неупругоотраженных электронов.

Образец с осажденным углеродным покрытием, полученный при ускоряющем потенциале в процессе синтеза – 300 В, показатель сопротивления которого составил 27 кОм (рис. 6), имеет похожие значения ВЭЭ на пленочную структуру с сопротивлением 38 кОм. В пленочной структуре с меньшим сопротивлением будет более глубокое проникновение первичных электронов в пленочную структуру, а следствием будет являться снижение вероятности выхода вторичных электронов на поверхность пленочной структуры.

Наноуглеродные пленочные структуры, осажденные при ускоряющем потенциале в процессе синтеза +300 В, имели сопротивления 100 кОм, для третьей пленочной структуры, и 640 кОм для четвертой пленочной структуры. Сравнивая снимки СЭМ, полученные для пленочных структур с сопротивлениями 38 кОм и 27 кОм (рис. 1 А, Б) с пленочными структурами с сопротивлениями 100 кОм и 640 кОм (рис. 1 В, Г) можно сделать вывод о наибольшем значении ВЭЭ для пленочных структур. Большие значения ВЭЭ

обусловлены, в этом случае, более высоким сопротивлением наноуглеродной пленочной структуры и высокой концентрацией отрицательно заряженных рассеивающих центров на дефектах кристаллической решетки, полученных в процессе осаждения при интенсивной электронной бомбардировке подложки и пленки с положительным потенциалом. Вследствие этого уровень ВЭЭ для всех энергий первичного пучка из-за действия кулоновских сил отталкивания [9], большего рассеивания и меньшей глубины проникновения первичных электронов становится более высоким, чем при отрицательном потенциале подложки в процессе осаждения наноуглеродной пленки, когда электроны плазмы в меньшей степени бомбардируют подложку с осаждаемой пленкой.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В дипломной работе было проведено исследование вторично эмиссионных свойств углеродных пленочных структур осажденных при ускоряющих потенциалах в процессе синтеза $U = -300$ В и $U = +300$ В, сопротивление которых составило, соответственно, 27 кОм, 38 кОм и 100 кОм, 640 кОм. Данные ускоряющие потенциалы были рассмотрены из-за крайних значений работы выхода электронов в исследованных пленочных структурах.

Исследование ВЭЭ было основано на анализе яркости изображений поверхностей, полученных в СЭМ при изменении напряжения на сетке детектора электронов и энергии первичного пучка. Разработана экспресс методика анализа эмиссионных способностей пленочных структур, которая обеспечивала численные значения яркости снимка и заключалась в пиксельном анализе изображений с помощью программ Adobe Photoshop, ColorMania и Mathcad 15.

Показано, что углеродные пленки, полученные при синтезе с ускоряющим потенциалом $+300$ В, имеют наибольшие значения ВЭЭ. Они могут быть рекомендованы для создания источников электромагнитного излучения в качестве вторично эмиссионных катодов.

Пленочные структуры с низким сопротивлением, 27 кОм и 38 кОм, полученные при синтезе с ускоряющим потенциалом -300 В и имеющие более высокую работу выхода электронов, могут найти широкое применение в сеточных узлах электровакуумных ламп и приборах, где ВЭЭ является паразитным явлением, которое вносит помехи в передаваемые сигналы.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Alberti, M., [others]. Secondary electron emission yield (SEY) in amorphous and graphitic carbon films prepared by PLD / M. Alberti, [others] // *Physica Status Solidi (C)*. – 2012. – Т. 9. – Rel. 6. – P. 1501-1503.
2. Зыбин, М. Безнакальные магнетроны – вчера, сегодня, завтра / М. Зыбин // *Электроника НТБ*. – 2011. – Вып. 3. – С. 90-91.
3. Добрецов, Л. Н., Гомоюнова, М. В. Эмиссионная электроника / Л. Н. Добрецов, М. В. Гомоюнова. – М. : Наука, 1966. – 566 с.
4. Бронштейн, И. М., Стожаров В. М. Новые данные об угловом и энергетическом распределении вторичных электронов: в 53 т. / И. М. Бронштейн, В. М. Стожаров. – М. : Советская энциклопедия, 1979. – Т. 43. – 500 с.
5. Панфилов Ю. В. Нанесение тонких пленок в вакууме / Ю. В. Панфилов // *Технологии в электронной промышленности*. – 2007. – Вып. 3. – С. 76-80.
6. Вудраф Д., Делчар Т. Современные методы исследования поверхности / Д. Вудраф, Т. Делчар. – М. : Мир, 1989. – 564 с.
7. Яфаров Р. К., Шабунин Н. О., Шаныгин В. Я и др. Нанокремниевые композиты для безнакальных магнетронов СВЧ и субтерагерцового диапазонов // *Изв. Сарат. ун-та. Нов. сер. Сер. Физика*. 2020. Т. 20, вып. 2. С. 134–143.
8. Евстифеев, В. В. Эмиссионные явления на поверхности твердого тела: учеб. пособие / В. В. Евстифеев. – Пенза : Изд-во Пенз. гос. ун-та, 2008. – 240 с.
9. Шалимова К. В. Физика полупроводников / К. В. Шалимова. – М. : Энергоатомиздат, 1985. — 392 с.