

ZDZISŁAW STĘPIEŃ
WOJCIECH LENKOW
JACEK KUKUŁKA

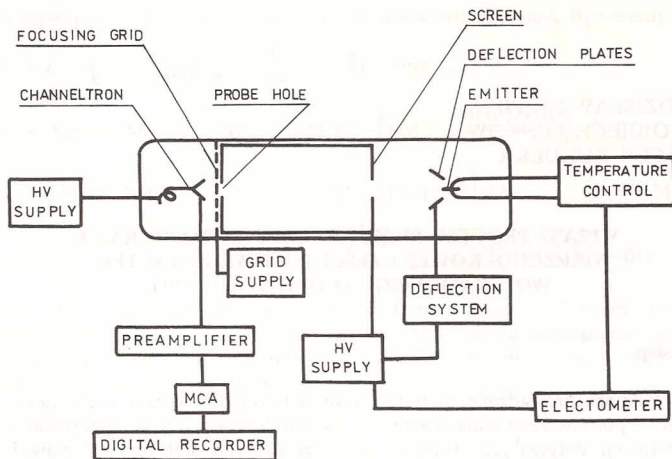
WPLYW PROCESU PRZEŻARZANIA NA TOPOGRAFIE WIERZCHOŁKOWEJ CZĘŚCI POŁOWEGO EMITERA WOLFRAMOWEGO O ORIENTACJI (011)

Wstęp

Pomiary prowadzone metodą emisji polowej dostarczają wielu ciekawych z poznawczego punktu widzenia i ważnych ze względu na zastosowanie informacji dotyczących struktury powierzchni ciała stałego oraz zjawisk związanych z jej stanem. Do procesów fizyko-chemicznych badanych tą metodą należą między innymi adsorpcja, desorpcja, migracja powierzchniowa i kataliza [1–4]. Warunkiem poprawnego opisu wymienionych procesów jest dokładna znajomość powierzchni podłoża, na którym procesy te zachodzą. Użycie metody emisji polowej pozwala na precyzyjne pomiary własności emisyjnych pojedynczej ściany krystalograficznej o bardzo dużym stopniu czystości. W niniejszej pracy przedstawiono wstępne wyniki badań wpływu procesu termicznego oczyszczania powierzchni na topografię szczytowej części czystego polowego emitera wolframowego o orientacji (011).

Aparatura

Do badań użyto całkowicie szklanej, odtapialnej lampy pomiarowej, której schemat wraz z układem rejestrującym przedstawiono na Rys. 1. Elektrony emitowane pod wpływem silnego pola elektrycznego padały na ekran tworząc obraz emisyjny czystej powierzchni mikromonokryształu wolframu. W centralnej części ekranu znajdował się niewielki otwór, na który, za pomocą układu odchyłającego, kierowano wiązkę elektronów pochodzącą z wybranego obszaru emitera. Wiązka ta, poruszając się w przestrzeni bezpolowej, docierała do właściwego otworu sondującego o średnicy 1 mm usytuowanego w odległości 345 mm od emitera. Taka konfiguracja emitera i otworu sondującego pozwalała analizować ekstremalnie mały obszar powierzchni emitera. Dla użytego emitera o średnim promieniu krzywizny 1200 Å średnica tego obszaru określona na podstawie relacji geometrycz-



Rys. 1. Schemat lampy pomiarowej i układu rejestrującego. MCA – wielokanałowy analizator amplitudy NTA 1024.

Fig. 1. Block scheme of the apparatus and the measuring system. MCA – multichannel analyser NTA 1024.

nych wynosiła około 3 \AA . Za otworem sondującym umieszczony był układ rejestrujący lokalną wartość prądu emisyjnego złożony z siatki hamującej oraz kanałowego powielacza elektronowego KPE 7 wyprodukowanego przez Instytut Fizyki Politechniki Gdańskiej. Wzmocnienie powielacza wynosiło 2×10^7 . Prąd lokalny rejestrowano metodą impulsową wykorzystując przedwzmacniacz własnej konstrukcji przystosowany do pracy w temperaturze ciekłego azotu oraz wielokanałowy analizator amplitudy NTA 1024.

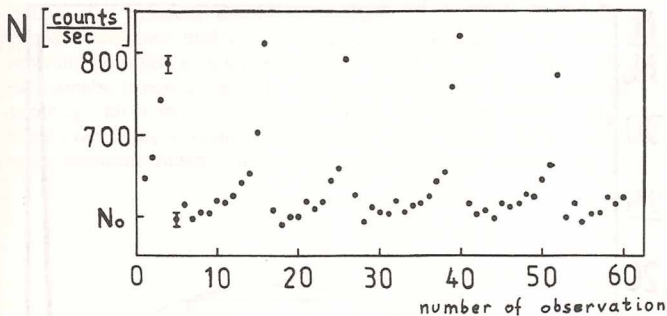
Emiter wykonany był z drutu wolframowego o orientacji (011), metodą polerowania elektrolitycznego [5].

Zastosowanie elektrostatycznego układu odchylającego wiązkę elektronową pozwalało na wygodne i precyzyjne ustawienie centrum obrazu badanej płaszczyzny na otworze analizującym.

Aby uzyskać dogodne warunki próżniowe, cała lampa została zanurzona w ciekłym azocie. Ciśnienie gazów resztkowych podczas pomiarów nie przekraczało $1 \times 10^{-10} \text{ hPa}$.

Metoda pomiaru i wyniki doświadczalne

Przeprowadzony eksperyment polegał na pomiarze lokalnego prądu emisyjnego przy stałym napięciu wymuszającym emisję połową, po kolejnych



Rys. 2. Typowe wartości prądu lokalnego z płaszczyzny (011)W zmierzone po kolejnych przeżarzeniach emitera.

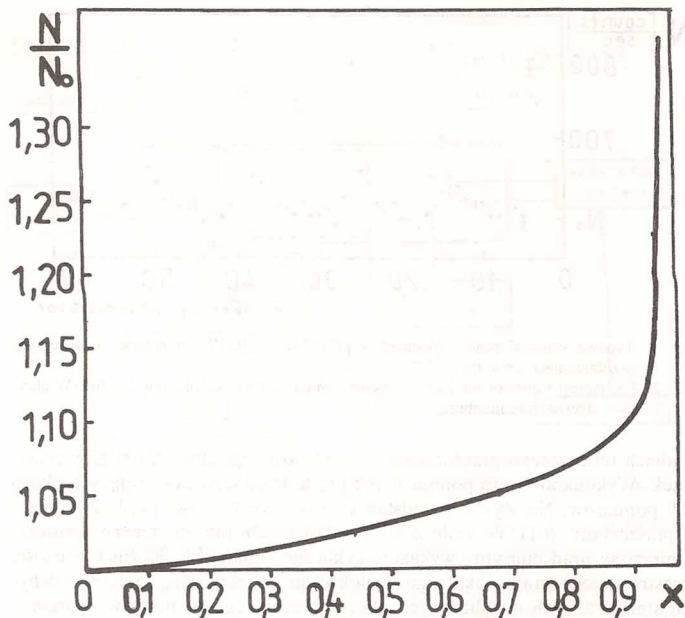
Fig. 2. The typical values of the local field emission current measured from the (011)W plane upon overheating number.

stadiach termicznego przeżarzania emitera do temperatury 2100 K w czasie 3 sek. Wykonano 7 serii pomiarowych prądu lokalnego zawierających około 700 pomiarów. Na Rys. 2 przedstawiono typowe wartości prądu lokalnego z płaszczyzny (011)W zmierzone po kolejnych przeżarzeniach emitera. Zmierzony prąd emisyjny wykazuje cykliczne zmiany [6]. Różnice wartości rejestrowanego prądu lokalnego wielokrotnie przekraczają wielkość odchyłek standartowych σ obliczonych dla indywidualnego pomiaru w oparciu o rozkład Poissona [7]. Na podstawie zarejestrowanych w pomiarach cykli zmian wartości prądu lokalnego sporządzono wykres cyklu standaryzowanego będącego uśrednieniem wszystkich zarejestrowanych cykli. Wykres ten przedstawiony jest na Rys. 3.

W celu kontroli czystości powierzchni emitera oraz pomiaru jego średniego promienia krzywizny po każdej serii pomiarowej mierzono charakterystyki Fowlera-Nordheima dla całkowitego prądu emisyjnego. Pomiaru te wykazały duży stopień czystości powierzchni emitującej oraz stałość średniego promienia krzywizny, który wyniósł 1200 Å.

Dyskusja

Geometryczny model szczytowej części emitera o orientacji (011) można przedstawić jako koncentrycznie nałożone na siebie dyski, których grubość równa jest odległości międzypłaszczyznowej (Rys. 4). Dla czystego emitera wolframowego o średnim promieniu krzywizny 1200 Å promień pierwszego dysku obliczony z relacji krystalograficznych wynosi 70 Å, a następnego – 110 Å.



Rys. 3. Cykl standaryzowany otrzymany z uśrednienia wszystkich zarejestrowanych cykli.
 $T=x$ – średni czas trwania cyklu.

Fig. 3. Standardized field emission current vs stage of the cycle. $T=x$ – the mean cycle time.

W trakcie przeżarzania emitera atomy wolframu dyfundują po powierzchni dysku ku podstawie emitera. Średnia droga dyfuzji pojedynczego atomu wolframu po płaszczyźnie (011) W może być wg Ehrlicha określona wzorem [8]:

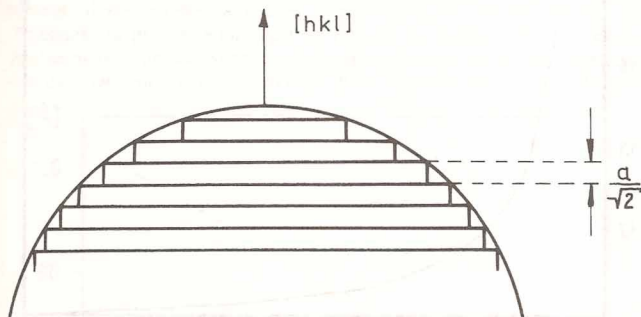
$$\langle d^2 \rangle = 2 D t \quad (1)$$

gdzie: D – stała dyfuzji;

t – czas dyfuzji.

Ehrlich i Hudda w pracy [9] podają zależność stałej dyfuzji D od temperatury dla pojedynczych atomów wolframu dyfundujących po płaszczyźnie (011) W. Korzystając z tej zależności oraz ze wzoru (1) obliczono średnią drogę dyfuzji pojedynczego atomu wolframu po płaszczyźnie (011) W w temperaturze 2100 K w czasie 3 sek. Droga ta jest rzędu 10^6 \AA , co

praktycznie wyklucza możliwość występowania pojedynczych atomów na płaskich częściach dysku po przeżarzeniu. Tak więc przeżarzenie emitera powinno powodować zmniejszanie się średnicy dysków wskutek oddzielania się atomów brzegowych i ich szybkiej dyfuzji ku podstawie emitera. Taki przebieg zmian struktury geometrycznej, szczytowej części emitera polewego oraz znany wcześniej efekt „patch – field”, może tłumaczyć obserwowane cykliczne zmiany natężenia prądu lokalnego z płaszczyzny (011)W.



Rys. 4. Geometryczny model szczytowej części emitera. a – stała sieci.

Fig. 4. The geometrical model of apex part of emitter tip.

Efekt „patch – field” zaproponowany przez Yonga i Clarka [10] przewiduje uwzględnienie wzrostu natężenia pola elektrycznego wywołanego skończonymi rozmiarami szczytowego dysku emitera. Zastosowanie równania Laplace’a do modelowego układu złożonego z dysku o promieniu R umieszczonego na płaszczyźnie, przy różnicy potencjałów między nimi równej V_0 (wynikającej z różnic wartości pracy wejścia), pozwala wyznaczyć występowanie pola elektrycznego, którego natężenie na osi dysku jest równe [10]:

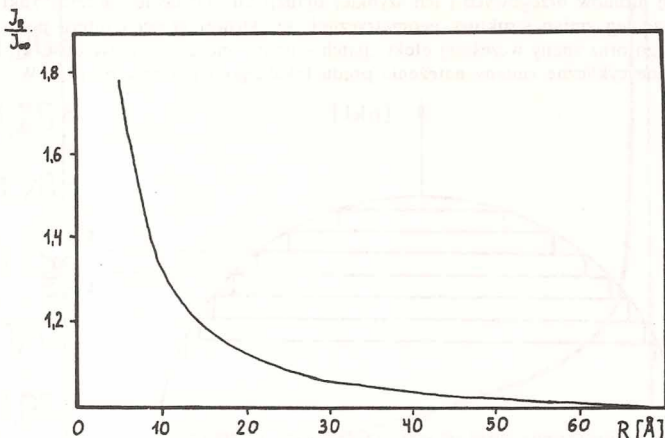
$$F_0 = \frac{V_0 R^2}{(R^2 + z^2)^{3/2}} \quad (2)$$

gdzie z jest odległością od powierzchni dysku. Wartość tego pola na powierzchni dysku wynosi $F_0 = \frac{V_0}{R}$. Całkowite natężenie pola elektrycznego panującego na dysku wynosi więc:

$$F = F_0 + \beta V \quad (3)$$

gdzie: V – potencjał przyłożony do emitera;
 β – czynnik geometryczny.

Dla przyjętej w pracy Younga i Clarka wartości V_0 efekt „patch – field” staje się istotny gdy promień dysku płaszczyzny (011) W jest mniejszy od około 120 Å. Przykładowo dla dysku o promieniu 25 Å natężenie dodat-



Rys. 5. Teoretyczna zależność względnej zmiany prądu lokalnego od promienia szczytowego dysku dla emitera wolframowego o orientacji (011) W spowodowana efektem „patch – field” opisanym wzorem (3). I_∞ – prąd dla dysku o dużej średnicy, I_R – prąd dla dysku o promieniu R.

Fig. 5. Theoretical changes of field emission current from (011) W plane with the top disk radius calculated on the base of equation (3). I_∞ – current for large disk; I_R – current for disk of radius R.

kowe pola jest równe $6 \frac{\text{MV}}{\text{cm}}$ i stanowi znaczną poprawkę do przeciętnych wartości pól wymuszających emisję, wynoszących zazwyczaj 10–30 $\frac{\text{MV}}{\text{cm}}$.

W pracy [11] Polizzotti i Ehrlich stwierdzają, że taki model efektu „patch – field” jest znacznie przeszacowany. Z naszych rozwiązań wynika, że natężenie dodatkowego pola elektrycznego można określić wzorem:

$$F_0 = \frac{\Delta\varphi}{e \cdot n \cdot R} \quad (4)$$

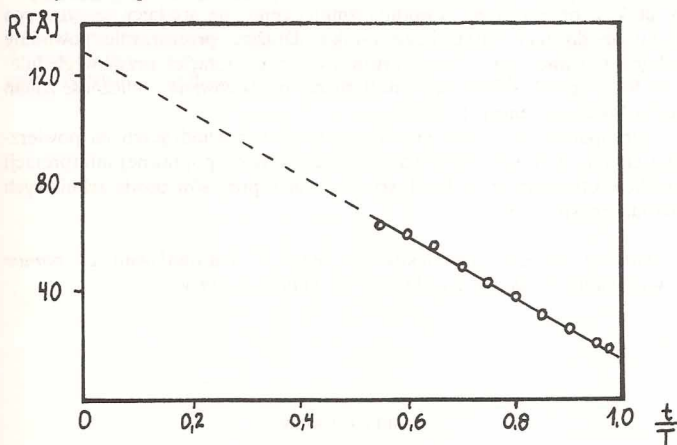
gdzie: $\Delta\varphi$ – różnica prac wyjścia z płaszczyzny (011) W i najbliższej dobrze rozwiniętej płaszczyzny na powierzchni emitera;

n – ilość tarasów pomiędzy rozważanymi płaszczyznami;

e – ładunek elektronu;

R – promień dysku.

Przyjmując, że wymagane warunki spełnia płaszczyzna (201) oraz korzystając z modelu przedstawionego na Rys. 4 oszacowano $\frac{\Delta\varphi}{e \cdot n}$ na 0,048 V. Korzystając z tych danych oraz równania Fowlera – Nordheima obliczono zależność względnej zmiany prądu lokalnego od promienia dysku, przedstawioną na Rys. 5. Opierając się na powyższej zależności oraz zmierzonych zmianach prądu lokalnego (Rys. 3) wyznaczono zależność promienia szczytowego dysku emitera od czasu przeżarzenia w ramach jednego cyklu. Zależność ta przedstawiona jest na Rys. 6. Analizując jej przebieg można zaobserwować liniowy spadek promienia dysku w funkcji czasu przeżarzenia dla dysków o promieniu w zakresie 20–65 Å. Nie udało się zaobserwować



Rys. 6. Zależność promienia szczytowego dysku emitera od czasu przeżarzenia w ramach jednego cyklu.

Fig. 6. Changes of the top disk radius vs stage of the cycle.

dysków o mniejszych promieniach pomimo tego, że średnica analizowanego obszaru obliczona na podstawie konstrukcyjnych parametrów lampy wynosiła około 3 Å. Przyczyną może być fakt, że do otworu sondującego docierały elektrony z większego obszaru determinowanego zdolnością rozdzielczą metody FEM ocenianą przez różnych autorów na 15–30 Å [2, 12]. Zgadza się to dobrze z wartością 15 Å otrzymaną z ekstrapolacji przebiegu wykresu na Rys. 6. do końca cyklu. Ze względu na to, że efekt „patch – field” praktycznie nie wpływa na wartość prądu emisyjnego dla dysków o promieniu większym niż 70 Å (patrz Rys. 5), nie można było

wyznaczyć przebiegu zmian promienia szczytowego dysku w początkowych stadiach cyklu. Jednakże otrzymana z liniowej ekstrapolacji wartość początkowa promienia dysku, równa 130 Å, pozostaje w dobrej zgodności z szacowanymi rozmiarami drugiego dysku.

Wnioski

Proces termicznego przeżarzania emitera można przedstawić jako oddzielanie się atomów brzegowych z dysków tworzących płaszczyznę (011) i ich szybką dyfuzję ku podstawie emitera. W temperaturze 2100 K ruchliwość pojedynczych atomów wolframu jest tak duża, że praktycznie wyklucza możliwość pozostania pojedynczego atomu na płaskich częściach dysków. W efekcie przeżarzanie powoduje zmniejszenie się średnicy szczytowego dysku aż do jego całkowitego zaniku. Dłuższe przeżarzanie powoduje kolejne znikanie dysków ze szczytowej części emitera, co przy uwzględnieniu efektu „patch – field” w pełni tłumaczy obserwowaną cykliczność zmian prądu lokalnego emisji polowej.

Zaproponowany model przebiegu procesów zachodzących na powierzchni emitera w trakcie przeżarzania może służyć do poprawnej interpretacji wyników otrzymanych w lokalnych badaniach procesów powierzchniowych metodą emisji polowej.

Autorzy wyrażają podziękowanie mgr. J. Krasowskiemu za pomoc w wykonaniu rysunków i wykresów do niniejszej pracy.

BIBLIOGRAFIA

- [1] A.G.J. Ostrom „Validity of the Fowler – Nordheim Model for Field Electron Emission”, Amsterdam (1965)
- [2] R. Gomer „Field Emission and Field Ionization”, Harvard Univ. Press (1961)
- [3] L.W. Swanson, A.E. Bell Adv. Electron. Electron. Phys. 32, 193 (1973)
- [4] J.W. Gadzuk, E.W. Plummer Rev. Mod. Phys. 45, 487 (1973)
- [5] W. Lenkow, R. Parnicka, W. Michnowski Proc. 6th Czech. Conf. on Vac. Phys., Bratislava (1976)
- [6] Z.M. Stepień, W. Lenkow, J. Kukulka Proc. 7th Czech. Conf. on Vac. Phys., Bratislava (1985)
- [7] Z.M. Stepień, W. Lenkow, J. Kukulka Proc. 9th Int. Sem. Surf. Phys., Wrocław (1985)
- [8] G. Ehrlich J. Chem. Phys. 44, 1050 (1966)
- [9] G. Ehrlich, F.G. Hudda J. Chem. Phys. 44, 1039 (1966)
- [10] R.D. Young, H.E. Clark Phys. Rev. Lett. 17, 351 (1966)
- [11] R.S. Polizzotti, G. Ehrlich Surf. Sci. 91, 24 (1980)
- [12] E.W. Müller Naturwiss, Bd XXVII, 290 (1953)

ZDZISŁAW STĘPIEŃ
WOJCIECH LENKOW
JACEK KUKUŁKA

INFLUENCE OF GLOWING PROCESS ON THE TOPOGRAPHY OF TOP PART OF TUNGSTEN FIELD EMITTER WITH ORIENTATION (011)

SUMMARY

The removal and self-diffusion process of edge atoms of the top [011] oriented tungsten field emitter has been investigated on the basis of cyclic field emission current changes observed after the successive, short duration annealing of emitter. The consideration both the surface migration process towards the base of emitter and so called „patch-field” effect permits to determine the dynamics of changes of the emitter's top disk radius during the cycle.