

ВЛИЯНИЕ ИОННОЙ БОМБАРДИРОВКИ НА АВТОЭЛЕКТРОННУЮ ЭМИССИЮ И КОМБИНАЦИОННОЕ РАССЕЯНИЕ СВЕТА УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Н.Н. Андрианова, А.М. Борисов, В.В. Борисов, О.Г. Дубасов, Е.С. Машкова,
В.С. Севостьянова, М.А. Тимофеев, О.С. Тимофеев

*Научно-исследовательский институт ядерной физики имени
Д.В. Скобельцына МГУ имени М.В. Ломоносова, г. Москва*
E-mail: anatoly_borisov@mail.ru

Углеродные материалы широко применяются в электронике и материаловедении для изготовления элементов зондовых приборов, источников света, рентгеновских трубок, производстве плоских дисплеев или автоэмиссионных катодов [1]. Для пирографитов полевую эмиссию легко получить с торцов пластинок, в то время как с базисной плоскости автоэлектронная эмиссия практически отсутствует и одним из методов ее получения является модифицирование поверхности ионной бомбардировкой.

В то же время одним из основных методов исследования материалов на основе углерода – аламазоподобных пленок [2], пленок линейно-цепочечного углерода [3], модифицированной поверхности углеродных материалов при ионном и других видах облучения (см., например, [4]) является спектроскопия комбинационного рассеяния света (КР). Это обусловлено возможностью рамановской спектроскопии практически однозначно идентифицировать sp^1 , sp^2 , и sp^3 типы атомных связей, определяющих свойства углеродных материалов. В связи с этим целью настоящей работы является исследование влияния ионной бомбардировки на автоэлектронную эмиссию и комбинационное рассеяние света поверхностями высокоориентированного пиролитического графита (ВОПГ) и стеклоуглерода.

Облучение мишеней проводили ионами Ag^+ энергии 30 кэВ по нормали и под углом 70° к поверхности на масс-монохроматоре НИИЯФ МГУ [5]. Флюенс ионного облучения составлял 10^{18} ион/см². В качестве мишеней использовали пластинки ВОПГ производства НИИграфит марки УПВ-1Т и стеклоуглерода СУ-2000. Условия облучения пирографита УПВ-1Т и стеклоуглерода выбирали по результатам мониторинга структурно-морфологических изменений материала с помощью измерения температурной зависимости коэффициента ионно-электронной эмиссии в процессе его облучения при нормальном падении и нагреве от комнатной температуры до $T \approx 400$ °С [6, 7]. Облучение проводили при температурах 90, 150, 250 и 400 °С. Нагрев производили с помощью плоского танталового нагревателя. Температуру поверхности контролировали хромель-алюмелевой термопарой, закрепляемого на лицевой стороне образца вне зоны облучения. Квазимонокристалл УПВ-1Т является наиболее близким к монокристаллу графита. Его мозаичная структура характеризуется осевой текстурой в направлении [001], нормальном к поверхности пластинок,

разориентировка базисных плоскостей в образцах не превышает 50'. Поверхность образцов перед облучением была близкой к зеркальной. Для образцов УПВ-1Т такая поверхность получается при съеме верхнего слоя липкой лентой. Для образцов СУ-2000 проводили механическую полировку до оптического класса чистоты. Анализ морфологии поверхности производили с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ). Автоэмиссионные свойства изучали с помощью широкоапертурного диодного тестера автоэлектронной эмиссии [8] аналогично исследованиям, проводимым в [6]. При измерении вольтамперных характеристик анод диаметром 2 мм располагался на расстоянии до катода ≈ 100 мкм. Визуализацию картин полевой эмиссии проводили при использовании в качестве анода стекла с металлизированной плёнкой, на которую нанесён люминофор. Прикладываемое импульсное напряжение частотой 50 Гц и длительностью 50 мкс достигало 3 кВ. Спектроскопию комбинационного рассеяния света (КР) проводили на установке NT-MDT NTEGRA-Spectra с излучением He-Ne лазера ($\lambda=632.8$ нм). Дифракционный предел пространственного разрешения < 200 нм по осям x и y ; < 500 нм по оси z (глубине образца).

После ионного облучения структура и морфология поверхности УПВ-1Т сильно изменяется [6]. Исходная зеркальная поверхность УПВ-1Т остается при ионном облучении относительно гладкой лишь при температурах, близких к комнатной. После облучения при $T \approx 150$ °С поверхность усеяна субмикронными конусами с плотностью $\sim 10^8$ см $^{-2}$, рис.1а. При $T \approx 250$ °С как нормальное так и наклонное ионное облучение приводит к развитой морфологии поверхности в виде квазипериодической системы сросшихся хребтов с игольчатыми вершинами, рис.1б.

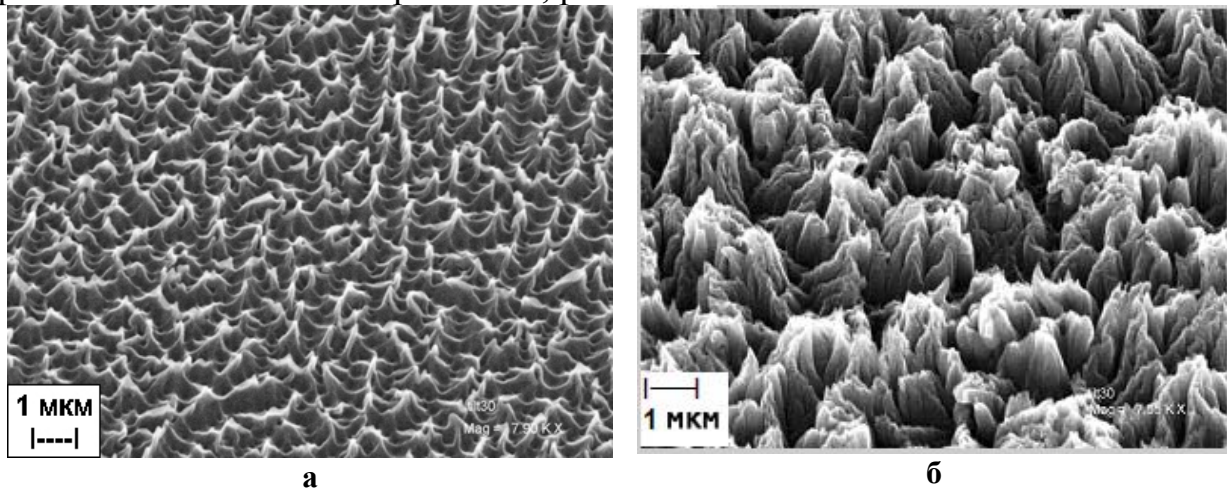


Рис.1. РЭМ-микрофотографии (с наклоном образца 30°) поверхности УПВ-1Т, облученной ионами Ar^+ 30 кэВ при температурах $T \approx 150$ (а) и 250 °С (б) для нормального падения ионов.

Облучение при $T \approx 400$ °С приводит к мозаичной структуре из кратеров с уплощенным дном с диаметром 1.5-3 мкм, окруженных стенками сросшихся конусов.

Исследования автоэлектронной эмиссии показали, что ионное облучение при $T \approx 150^\circ\text{C}$ не изменяет низкую эмиссионную способность базисной плоскости УПВ-1Т, несмотря на сильно развитый рельеф на поверхности в виде конических микровыступов [6]. Низковольтная автоэлектронная эмиссия появляется после ионного облучения при температурах 250 и 400 °С с пороговыми значениями напряженности поля от 3 до 17 В/мкм в зависимости температуры и геометрии облучения. Наименьший порог полевой эмиссии наблюдали после облучения при $T \approx 250^\circ\text{C}$ и нормальном падении ионов, рис.2. Влияние ионного облучения на полевую эмиссию стеклоуглерода СУ-2000 проводили при температуре $T \approx 250^\circ\text{C}$ и наклонном падении ($\theta = 70^\circ$) ионов Ar^+ энергии 30 кэВ. Найдено, что как и для пирографита УПВ-1Т, ионное облучение стеклоуглерода приводит к появлению низковольтной полевой эмиссии с пороговой напряженностью поля около 4 В/мкм.

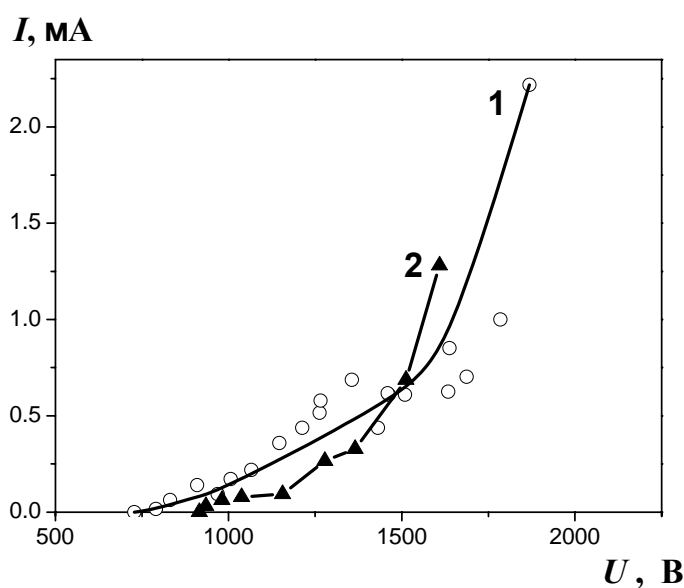


Рис. 2. Вольт-амперная характеристика для пирографита УПВ-1Т после облучения ионами Ar^+ энергии 30 кэВ при $T \approx 250^\circ\text{C}$ по нормали к поверхности (1) и $\theta = 70^\circ$ (2).

Исследования с помощью комбинационного рассеяния образцов пирографита УПВ-1Т до и после ионного модифицирования, показывают сильное влияние на спектры температуры и геометрии, при которой производилось облучение, примеры КР-спектров приведены на рис. 3.

Характерными особенностями в КР-спектрах для поверхности, дающей низковольтную полевую эмиссию, являются смещения на частотах ~ 1050 и $\sim 1400\text{ см}^{-1}$. Предварительный анализ и сопоставление с литературными данными позволяет связывать первое смещение с образованием включений углерода с sp^3 гибридизацией, второе – с sp^2 гибридизацией углерода в графите, разупорядоченном ионным облучением.

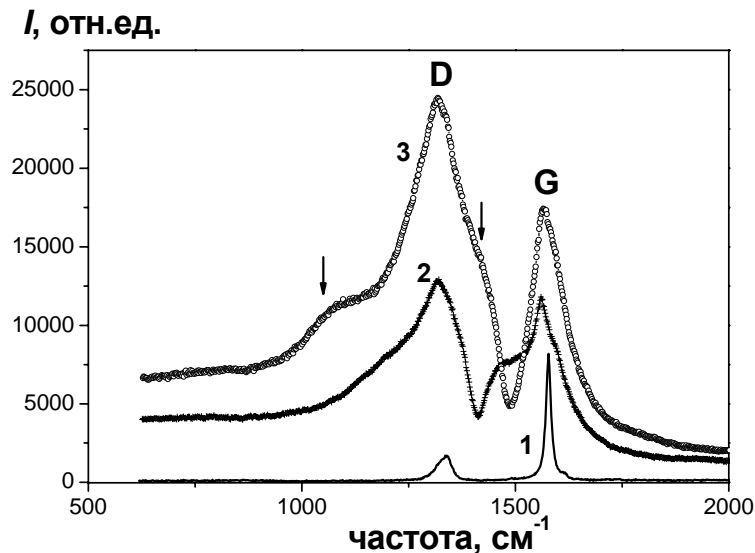


Рис. 3. КР-спектры для пирографита УПВ-1Т до (1) и после облучения ионами Ar^+ энергии 30 кэВ при различных температурах $T \approx 150 \text{ }^\circ\text{C}$ (2) и $400 \text{ }^\circ\text{C}$ (3). Стрелками отмечены особенности в спектрах при ~ 1050 и $\sim 1400 \text{ см}^{-1}$.

Выводы

Исследование влияния ионной бомбардировки на автоэлектронную эмиссию поверхностями высокоориентированного пиролитического графита УПВ-1Т (ВОПГ) и стеклоуглерода СУ-2000 показало, что необходимым условием для появления низковольтной АЭЭ поверхности УПВ-1Т является облучение при повышенной температуре. Наименьший порог полевой эмиссии УПВ-1Т наблюдается после облучения при $T \approx 250 \text{ }^\circ\text{C}$ и нормальном падении ионов. Спектры комбинационного рассеяния света, полученные для высокоориентированного пирографита УПВ-1Т до и после ионной бомбардировки, также показывают сильное влияние на них температуры и геометрии облучения, и проявляют особенности, коррелирующие с появлением низковольтной полевой эмиссии.

1. Шешин Е.П. Структура поверхности и автоэмиссионные свойства углеродных материалов. М.: Изд-во МФТИ; Физматкнига, 2001. 287 с.
2. Robertson J. // Material Science and Engineering. 2002, R 37, 129.
3. Хвостов В.В., Бабаев В.Г., Гусева М.Б. и др. // Нанотехнологии: разработка, применение, 2010, Т.2, №1, С. 80.
4. Baba Y., Nagata K., Takahashi S, et al. // Surface Science, 2005, V.599, p.248.
5. Машкова Е. С., Молчанов В. А. Рассеяние ионов средних энергий поверхностями твердых тел. М.: Атомиздат, 1980. 255 с.
6. Авилкина В.С., Андрианова Н.Н., Борисов А.М. и др. // Прикладная физика. 2010. № 3. С.42.
7. Andrianova N.N., Borisov A.M., Mashkova E.S., et al. // Nucl. Instrum. Methods in Phys. Res. 2007. V. B 256. P.515.
8. Rakhimov A.T., Seleznev B.V, Suetin N.V., Timofeev M.A. // Proc. Applied Diamond Conf. 11. Suppl. (Gaithersburg: NIST5692, 1995).