

Abscheidung von kohlenstoffhaltigen Nanostrukturen auf Feldemittern

Hecht, Fabian; Sellmair, Josef; Buchner, Philipp; Hausladen, Matthias; Schreiner, Rupert

Ostbayerische Technische Hochschule, Regensburg

Kurzfassung

Im hier vorliegenden Beitrag wird auf die Verbesserung von Feldemissionskathoden durch Aufwachsen von kohlenstoffhaltigen Nanostrukturen aus der Gasphase während des Betriebes der Emitter eingegangen. Dabei werden sowohl die verschiedenen Voraussetzungen für die Abscheidung als auch die Parameter für eine möglichst große Leistungssteigerung durch die Kohlenstoffstrukturen betrachtet. Bei den Experimenten wurden Emitter aus Silizium und Wolfram verwendet und die Unterschiede untersucht.

1. Einleitung

Quellen für freie Elektronen finden in vielen verschiedenen Technologiebereichen Anwendung, wie zum Beispiel in miniaturisierten Röntgenröhren, Ionisations-Vakuummetern oder auch Ionenmobilitätsspektrometern [1]. Feldemission ist dabei ein sehr effizienter Weg freie Elektronen zu erzeugen [2]. Der Effekt beruht auf erheblichen Potentialunterschieden zwischen einer Kathode und einer Gegenelektrode (die resultierenden Felder zwischen den Elektroden liegen im Bereich von 10^8 V/m) [3]. Gerade aufgrund des Einflusses des elektrischen Feldes auf die Feldemission lässt sich durch Miniaturisierung die Effizienz der Feldemitter durch Verkleinerung der Abstände bei gleichbleibenden Spannungen erhöhen. Ein weiterer Skalierungseffekt besteht darin, die Feldemitter auf der Kathode möglichst spitz zu gestalten, da es direkt an der Spitze zu einer besonders hohen Feldstärke des elektrischen Feldes (Feldüberhöhung) kommt und dieser zusätzlich die Emission der Elektronenquellen erhöht [4-6]. In der hier vorgestellten Arbeit haben wir versucht, möglichst spitze Emitter durch Aufwachsen von Nanostrukturen aus Kohlenstoff direkt entlang des elektrischen Feldes zu erreichen.

2. Emitterherstellung und Messaufbau

In den hier beschriebenen Versuchen sollten aus der Literatur bekannte Abscheidungen auf Metallemittern, wie zum Beispiel auf Wolfram (vgl. [7, 8]), erst reproduziert und

anschließend auf Siliziumemitter übertragen werden. Ziel war es, mit Kohlenstoffnanospitzen durch Verbesserung der Emittereigenschaften und -schärfe den Emissionsstrom bei gleichbleibenden Randbedingungen deutlich zu erhöhen.

Wolframemitter bestehen aus Wolframdrähten, die in NaOH-Lösung durch elektrochemisches Ätzen angespitzt werden, bis an der Emissionsfläche ein Durchmesser von 200 nm erreicht wird. Siliziumemitter werden durch Laserstrukturierung aus Phosphordotiertem n-Silizium hergestellt, wie in [9] beschrieben. Der hochenergetische Laserablationsprozess führt jedoch an der Siliziumoberfläche zu einer Oxidbildung, sodass bei der weiteren Probenvorbereitung das Oxid durch Ätzen in Flusssäure entfernt werden muss, ehe den Proben durch Ätzen in Tetramethylammoniumhydroxid (TMAH) die finale Form gegeben und die Emitter auf Spitzendurchmesser von 200-350 nm gebracht werden (vgl. [10]). Aufgrund der baulichen Miniaturisierung der standardisierten Siliziumemitter war der Anodenabstand mit 0,2 mm deutlich geringer als bei den vergleichbar großen Wolframemittern mit 5 mm Anodenabstand.

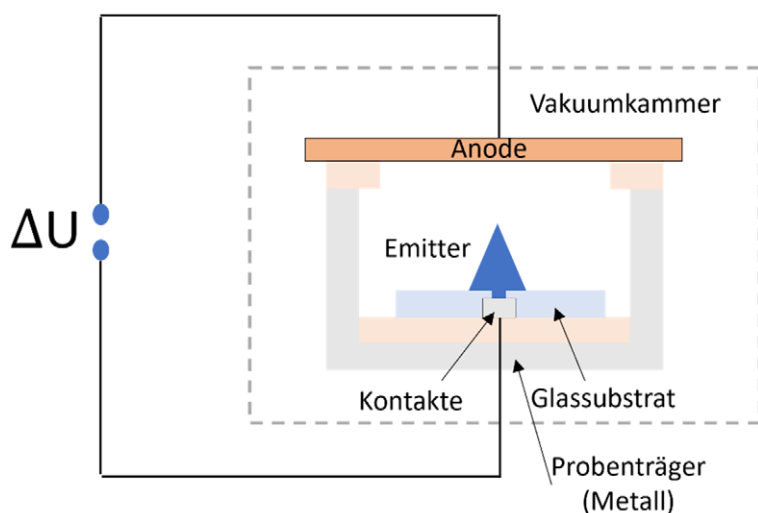


Abb. 1: Messaufbau und Messstromkreis

Der elektrische Übergang vom Emitter auf die makroskopische Verkabelung sowie die Verknüpfung mit den Messgeräten ist in Abb.1 gezeigt. Das Messsetup ist in einer Vakuummkammer verbaut, die an den Hauptflanschen einen Vakuumsensor und ein Nadelventil für die geregelte Einleitung von Methan enthält. Für Wolfram- und Siliziumemitter wird der Messaufbau leicht angepasst. Der Messaufbau kann mit einem hohen positiven Potential an der Anode oder einem hohen negativen Potential am Emitter betrieben werden. Das Strommessgerät liegt dabei immer auf Groundpotential.

3. Versuchsdurchführung und Auswertung

Für die Messungen an den Emittlern wurde die Vakuumkammer zuerst auf einen Ausgangsdruck p_0 ist ca. 10^{-7} mbar gebracht. Jede Messung besteht dabei aus drei Phasen. In der ersten Phase wird der neu hergestellte Emitter bei Ausgangsdruck zur Emission gebracht und somit ein Referenzwert des Emissionsstroms erstellt. In der zweiten Phase wird in die Kammer Methan eingeleitet und die vorher beim Referenzwert angelegte Emissionsspannung beibehalten. In dieser Phase soll nun die Kohlenstoffnanospitze auf dem Emitter aufwachsen. Im dritten und letzten Versuchsteil wird die Messkammer erneut auf Ausgangsdruck gebracht und bei der schon zuvor gewählten Emissionsspannung der Vergleichswert des Emissionsverhaltens mit Kohlenstoffstruktur erstellt. Die untersuchten Parameter waren Emissionsspannung, Methanpartialdruck bei der Abscheidung und die Dauer der Abscheidung im Methan. Dabei waren die Parameter für die Wolfram- und die Siliziumspitzen deutlich unterschiedlich. Für die Wolframemitter wurden Emissionsspannungen zwischen 1,7 kV bis 2,3 kV, Methanpartialdrücke zwischen $5 \cdot 10^{-5}$ mbar bis $10 \cdot 10^{-5}$ mbar und Abscheidedauern im Bereich von 7 min bis 20 min untersucht. Siliziumemitter wurden bei konstanten Abscheidedauern von 7 min und Emissionsspannungen von 0,9 kV bis 2,5 kV und Methanpartialdrücken von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar bis $2 \cdot 10^{-2}$ mbar vermessen.

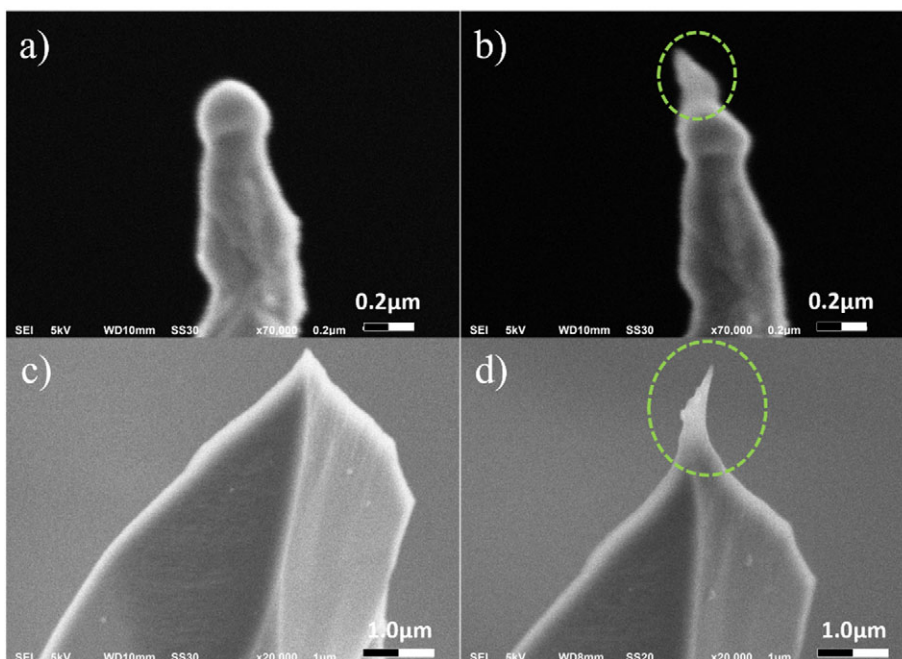


Abb. 2: Wolframemitter: a) Emitterspitze vor dem Versuch; b) Emitterspitze mit Deposition (grüne Markierung) nach dem Versuch; Siliziumemitter: c) Emitterspitze vor dem Versuch; d) Emitterspitze mit Abscheidung (grün) nach dem Versuch

Die Spitzenabscheidung wurde auf den Emitter im Rasterelektronenmikroskop untersucht und mit den REM-Aufnahmen des Emitters vor dem Versuch verglichen, wie in

Abb.2) zu sehen. Aufschluss über Resultate eines Abscheidungsversuches gab zum einen die Längenmessung der im REM sichtbaren Kohlenstoffspitzen, zum anderen die veränderten Emissionsströme der einzelnen Emitterspitzen.

Bei der Nutzung der Wolfram-Nadeln konnten im Versuch 0,81 μm hohe Kohlenstoffabscheidungen erzielt werden. Die höchsten erzielten Emissionsströme lagen beim Wolfram-Substrat bei 919 nA bei 2,3 kV.

Bei den Siliziumemittern konnte eine bis zu 5 μm hohe Kohlenstoffabscheidungen erzielt werden. Maximal wurden hierbei 800 nA erzielt (die anbei tabellierten Durchschnittswerte lagen deutlich tiefer). Die deutlichste Steigerung zeigte sich an einem parallel mit vier Spitzen betriebem Emitter, an dem eine der vier Spitzen den Emissionsstrom von 6 nA ohne Kohlenstoffspitze auf 76 nA mit Kohlenstoffspitze steigerte. Beide zuvor genannten Ergebnisse für Siliziumemitter wurden bei 1,1 kV erzielt. Tabelle 1 zeigt weitere Ergebnisse sowohl an Wolfram- als auch an Siliziumemittern. Die Experimente zeigten, dass die Länge der abgeschiedenen Spitzen nicht in jedem Falle mit den höchsten Emissionsströmen übereinstimmte. Dies deutet darauf hin, dass nicht von einem linearen Spitzenwachstum in eine Richtung ausgegangen werden kann, sondern, dass noch weitere Faktoren Einfluss auf die Richtung des Wachstums und somit letztendlich auf die Schärfe der Spitze haben.

<i>Emittermaterial</i>	<i>Emissionsspannung (kV)</i>	<i>Methan-Druck (mbar)</i>	<i>Reaktionszeit (min)</i>	<i>Ø Emissionsstrom ohne Aufwachsung (nA)</i>	<i>Ø Emissionsstrom mit Aufwachsung (nA)</i>
<i>Wolfram</i>	<i>2,3</i>	<i>$5 \cdot 10^{-5}$</i>	<i>8</i>	<i>313</i>	<i>651</i>
<i>Wolfram</i>	<i>2,3</i>	<i>$5 \cdot 10^{-5}$</i>	<i>20</i>	<i>313</i>	<i>919</i>
<i>Silizium</i>	<i>1,5</i>	<i>$1 \cdot 10^{-4}$</i>	<i>7</i>	<i>11</i>	<i>35</i>
<i>Silizium (Parallel 4-Spitzen)</i>	<i>1,1</i>	<i>$1 \cdot 10^{-2}$</i>	<i>10</i>	<i>6</i>	<i>76</i>

Tab. 1: Vergleich der Wirkung unterschiedlicher Wachstumsparameter auf die resultierenden Emissionsströme (der letzte Versuch wurde mit vier parallel betriebenen Siliziumemitterspitzen durchgeführt)

4. Zusammenfassung

Die Experimente zeigten, dass sowohl das Spitzenwachstum auf den Wolframnadeln, aus Yeong et al. [7] reproduziert werden, als auch der Vorgang auf Silizium übertragen werden konnte. Allerdings wurde bei den Experimenten auf Silizium deutlich, dass die Deposition der Kohlenstoffspitzen in diesem Falle ein wesentlich weniger stabiles Ver-

halten zeigte und der erzielte Emissionsstrom deutlicheren Schwankungen unterworfen war. Der Gesamtstrom war zudem weitaus geringer als an den Wolframemittern mit Nanospitzen.

5. Ausblick

Grundsätzlich konnte mit den Versuchen nachgewiesen werden, dass eine selektive Abscheidung von Kohlenstoffnanospitzen auch auf Siliziumemittern möglich ist. Um Reproduzierbarkeit und stabileres Emissionsverhalten zu gewährleisten, werden allerdings noch viele Versuche zur Anpassung der Abscheidungsparameter nötig sein. Im Zentrum zukünftiger Forschung soll vor allem stehen, bestmögliche Deposition im Hinblick auf konstant hohes und stabiles Emissionsverhalten zu finden.

Literatur

- [1] Langer C. u. a.: Silicon chip field emission electron source fabricated by laser micromachining. *J. Vac. Sci. Technol. B*, Bd. 38, Nr. 1, Jan. 2020, S. 013202. <https://doi.org/10.1116/1.5134872>
- [2] Forbes, R. G.: Comments on the relationship between voltage loss, reduction in field enhancement factor, and saturation effects in Fowler-Nordheim plots. 2017. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.20609.97120>
- [3] Fowler, R. H.; Nordheim, L.: Electron emission in intense electric fields. *Proc. R. Soc. Lond. Ser. Contain. Pap. Math. Phys. Character*, Bd. 119, Nr. 781, Mai 1928, S. 173-181. <https://doi.org/10.1098/rspa.1928.0091>
- [4] Marcus, R. B.; Chin, K. K.; Yuan, Y.; Wang, H.; Carr, W. N.: Simulation and design of field emitters. *IEEE Trans. Electron Devices*, Bd. 37, Nr. 6, Juni 1990, S. 1545-1550. <https://doi.org/10.1109/16.106255>
- [5] Utsumi, T.: Vacuum microelectronics: what's new and exciting. *IEEE Trans. Electron Devices*, Bd. 38, Nr. 10, Okt. 1991, S. 2276-2283. <https://doi.org/10.1109/16.88510>
- [6] Buchner, P. u. a.: An Integrated Silicon Nanowire Field Emission Electron Source on a Chip with High Electron Transmission. In: 2023 IEEE 36th International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC), Cambridge, MA, USA: IEEE, Juli 2023, S. 6-8. <https://doi.org/10.1109/IVNC57695.2023.10188878>
- [7] Yeong, K. S.; Boothroyd, C. B.; Thong, J. T. L.: The growth mechanism and field-emission properties of single carbon nanotips. *Nanotechnology*, Bd. 17, Nr. 15, Aug. 2006, S. 3655-3661. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/17/15/006>
- [8] Nakahara, H.; Ito, S.; Ichikawa, S.; Saito, Y.: Fabrication of Self-Aligned Nano-Structured Electron Emitters for Field Emission Scanning Electron Microscopy. *E-J. Surf. Sci. Nanotechnol.*, Bd. 12, Nr. 0, 2014, S. 192-196. <https://doi.org/10.1380/ejsnt.2014.192>
- [9] Buchner, P.; Fuchshuber, L.; Hausladen, M.; Bachmann, M.; Schreiner, R.: Enhancement of Field Emission from Si Nanowires on Pillar Structures. In: 2022

35th International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC), Seoul, Republic of Korea, Apr. 2022.

- [10] Buchner, P.; Hausladen, M.; Bartl, M.; Bachmann, M.; Schreiner, R.: High current field emission from Si nanowires on pillar structures. J. Vac. Sci. Technol. B, Bd. 42, Nr. 2, März 2024, S. 022208. <https://doi.org/10.1116/6.0003384>

Kontakt

Fabian Hecht, M.Eng
Ostbayerische Technische Hochschule Regensburg
Seybothstraße 2
93053 Regensburg
E-Mail: fabian.hecht@oth-regensburg.de