

УДК 537.9

ВЛИЯНИЕ ТЕРМООБРАБОТКИ УГЛЕРОДНЫХ ПЛЕНОК НА ХАРАКТЕРИСТИКИ АВТОЭМИССИОННЫХ КАТОДОВ

Д. т. н. А. Ф. Беянин¹, В. В. Борисов², д. ф.-м. н. М. И. Самойлович¹¹ Центральный научно-исследовательский технологический институт «Техномаш»;² Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д. В. Скобельцына

Московского государственного университета им. М. В. Ломоносова

Россия, г. Москва

belyanin@technomash.ru

Рассмотрены условия формирования углеродных пленок методом тлеющего разряда. Изучены состав и строение углеродных пленок методами электронной микроскопии, спектроскопии комбинационного рассеяния света и рентгеновской дифрактометрии. Показано влияние термообработки на строение углеродных пленок и вольт-амперные характеристики автоэмиссионных катодов на их основе.

Ключевые слова: углеродные пленки, автоэмиссионные катоды.

Кристаллические (графит, алмаз и другие) и некристаллические упорядоченные (графен, фуллерен и другие) фазы углерода, имеющие уникальные физико-химические свойства, представляют практический интерес. Среди различных областей применения весьма перспективно использование углеродных материалов в виде пленок в автоэмиссионных катодах [1, 2]. Целью работы является изучение взаимосвязи строения углеродных пленок и эмиссионных свойств слоистых автоэмиссионных катодов на их основе.

Углеродные пленки получали из газовой фазы методом тлеющего разряда [3, 4]. Пленки формировались на Si-подложках при следующих параметрах: рабочий газ – (1,5–4) об. % $\text{CH}_4 + \text{H}_2$; давление газа – $>10^4$ Па; мощность разряда – 2000–5000 Вт; температура подложки 530–1030°C.

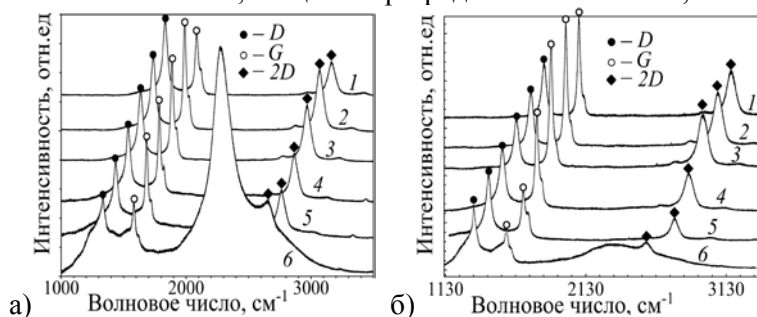


Рис. 1. Спектры КР исходных углеродных пленок (1), и пленок, последовательно отожженных при различных температурах:

а) 450°C, 6 ч (2); 500°C, 3 ч (3); 600°C, 4,5 ч (4); 615°C, 4 ч (5); 625°C, 4,5 ч (6); б) 250°C, 7 ч (2); 525°C, 3,5 ч (3); 615°C, 3 ч (4); 615°C, 4 ч (5); 625°C, 4,5 ч (6)

Варьируя условия синтеза, можно менять фазовый состав и строение фаз углеродных пленок. Состав и строение пленок изучены методами рентгеновской дифрактометрии (прибор Rigaku D/MAX-2500/PC), растровой электронной микроскопии (Carl Zeiss Supra 40-30-87), спектроскопии комбинационного рассеяния (КР) света (LabRam HR800). Синтезированные пленки представляют собой смесь рентгеноаморфных и кристаллических фаз углерода: графит, алмаз, чаоит и карбин. Концентрация графитовой фазы в многофазных углеродных пленках – до 95%, остальных фаз – примерно по 1–5%. Полученные пленки представляют пористую структуру изогнутых пластин графита (уплощенные по {0001} кристаллиты графита), состоящих из нескольких слоев графеновой фазы, число которых уменьшается к краям пластин. Толщина пластин (размер кристаллитов, L), рассчитанная по уширению дифракционных максимумов на рентгеновских дифрактограммах, составляла 9,0–9,5 нм. Был проведен отжиг образцов на воздухе при температурах до 625°C. Спектры КР показали наличие интенсивных D-, G- и 2D-полос, расположенных на частотах 1333 см^{-1} (уширение $\Delta\nu_{1/2}=44 \text{ см}^{-1}$); 1584 см^{-1} ($\Delta\nu_{1/2}=41 \text{ см}^{-1}$) и 2664 см^{-1} ($\Delta\nu_{1/2}=63 \text{ см}^{-1}$) (рис. 1). Имеются также слабые полосы при 871 ; 1156 и 2917 см^{-1} . Наличие и соотношения интенсивно-

стей полос зависело от условий отжига. При температурах $>600^{\circ}\text{C}$ появлялась широкая полоса на частотах $2273\text{--}2286\text{ см}^{-1}$ ($\Delta\nu_{1/2}=120\text{--}160\text{ см}^{-1}$). Размер кристаллитов, рассчитанный по соотношению интенсивностей D - и G -полос (I_D/I_G) на спектрах КР в соответствии с формулой $L=C(I_D/I_G)^{-1}$, где C – коэффициент, зависящий от длины волны (λ) возбуждающего света, составил от 2,2 до 13,8 нм для образцов с соотношением I_D/I_G от 2,03 до 0,32 (для He-Ne лазера спектрометра КР $\lambda=632,8\text{ нм}$, $C=4,4$).

Измерение автоэмиссионных характеристик планарных катодов проводилось в диодной ячейке при давлении $10^{-3}\text{--}10^{-5}$ Па. В импульсном режиме скважность равнялась 200, длительность – 100 мкс. Зазор (Δ) между автоэмиссионным катодом и анодом – цилиндром из нержавеющей стали (диаметр 3,2 мм или 1 мм) составлял 130 мкм.

Для образцов в начале испытаний и после каждого отжига строились вольт-амперные характеристики (ВАХ) в координатах ($E=U/\Delta$, J), а также диаграммы Фаулера-Нордгейма (ФН) в координатах (E^{-1} , $\text{Ln}(I/E^2)$), где E – напряженность электрического поля в зазоре катод-анод, I – ток, U – напряжение. Типичные ВАХ и ФН для образцов с различным соотношением I_D/I_G представлены на рис. 2.

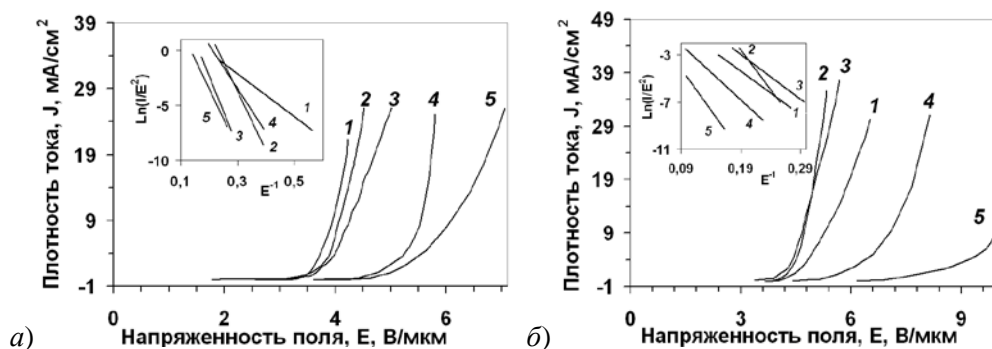


Рис. 2. Вольт-амперные характеристики катодов на основе неотожженных углеродных пленок (1) и пленок, последовательно отожженных при различных температурах:

а) 200°C , 6 ч (2); 475°C , 3 ч (3); 550°C , 3 ч (4); 590°C , 4,5 ч (5); б) 425°C , 3 ч (2); 550°C , 3 ч (3); 590°C , 5 ч (4); 600°C , 3 ч (5)

Показана взаимосвязь условий формирования (синтез и отжиг) с характеристиками автоэмиссионных катодов на основе углеродных материалов. Использование спектроскопии КР позволяет проводить неразрушающий контроль углеродных пленок и проводить диагностику деградации эксплуатационных характеристик эмитирующих углеродных слоев автоэмиссионных катодов.

ИСПОЛЬЗОВАННЫЕ ИСТОЧНИКИ

1. Tzeng Y., Chen C.-L., Chen Y.-Y., Liu C.-Y. Carbon nanowalls on graphite for cold cathode applications // *Diamond and Related Materials*.— 2010.— Vol. 19 (2–3).— P. 201–204.
2. Белянин А. Ф., Самойлович М. И., Борисов В. В. Исследование строения алмазоподобных углеродных пленок при ресурсных испытаниях автоэмиссионных катодов // *Системы и средства связи, телевидения и радиовещания*.— 2013.— № 1–2.— С. 108–111.
3. Белянин А. Ф., Самойлович М. И. Поликластерные пленки алмаза и алмазоподобные углеродные пленки // *Наука и технологии в промышленности*.— 2009.— № 1.— С. 71–86.
4. Белянин А. Ф., Самойлович М. И., Пашенко П. В. и др. Получение и строение поликластерных пленок алмаза и алмазоподобных углеродных пленок // *Наноинженерия*.— 2013.— № 7.— С. 16–26.

A. F. Belyanin, V. V. Borisov, M. I. Samoylovich

Effect of heat treatment on the characteristics of carbon films of field emission cathodes.

The conditions for the formation of carbon films by glow discharge are considered. Composition and structure of carbon films are studied with electron microscopy, Raman spectroscopy and X-ray diffraction. The paper shows the effect of heat treatment on the structure of carbon films and current-voltage characteristics of field emission cathodes based on such films.

Keywords: *carbon film, field emission cathode.*