

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«КАБАРДИНО-БАЛКАРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
УНИВЕРСИТЕТ ИМ. Х.М. БЕРБЕКОВА»

На правах рукописи

Хамдохов Эльдар Залимович

**ФОРМИРОВАНИЕ ГРАФИТОПОДОБНЫХ НАНОСТРУКТУР В
УГЛЕРОДНЫХ ПЛЕНКАХ, ПОЛУЧЕННЫХ ЭЛЕКТРОДУГОВЫМ
МЕТОДОМ**

01.04.15 – Физика и технология наноструктур,
атомная и молекулярная физика

ДИССЕРТАЦИЯ
на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель
д.т.н., профессор
Тешев Руслан Шахбанович

Нальчик – 2018

СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	3
Глава 1. Углеродные наноструктуры, методы получения и применение.....	9
1.1 Аллотропные модификации углерода.....	9
1.2. Методы получения углеродных наноструктур.....	13
1.3. Применение углеродных наноструктур.....	18
Глава 2. Экспериментальные установки и методы проведения измерений....	26
2.1. Установка для получения углеродных пленок электродуговым методом.....	26
2.2. Установки для измерения автоэмиссионных токов углеродных пленок.....	32
2.3. Установка для диагностики тонких пленок методом обратного рассеяния ионов.....	37
2.4. Установка для исследований поверхностных слоев методом РФЭС.....	40
Глава 3. Углеродные наноструктуры и результаты их исследований.....	43
3.1. Структурно-фазовый состав углеродных пленок, полученных электродуговым методом.....	43
3.2. Новый способ формирования графеновых пленок.....	47
3.3. Синтез графитоподобных частиц в аморфных углеродных пленках, полученных электродуговым методом.....	57
3.4. Способ изготовления катода на основе МКП.....	64
3.5. Фазовые превращения в нихромовой пленке после воздействия пучка ионов углерода.....	69
Заключение.....	83
Список литературы.....	85
Приложение 1.....	96
Приложение 2.....	97

Введение

Актуальность темы исследования. Результаты системных исследований автоэмиссионных свойств различных проводников показывают перспективность их использования в СВЧ приборах, рентгеновских трубках и источниках света в качестве катодов. Автоэлектронная эмиссия описывается формулой Фаулера - Нордгейма, устанавливающей связь между плотностью автоэмиссионного тока J , напряженностью электрического поля E , приложенного к поверхности проводника, и работой выхода электрона ϕ :

$$J = C_1 E^2 \exp\left\{-\frac{C_2}{E}\right\}, \quad (1)$$

где $C_1 = \frac{e^3}{\pi h^2 t(y) \phi}$, $C_2 = \left(\frac{8\pi\sqrt{2m}}{3he}\right) \cdot \phi^{3/2} \theta(y)$, $y = e(eE)^{1/2} \phi$, функции $t(y)$, $\theta(y)$ можно представить в виде $t \sim 1$, $\theta \sim (1-y^2)$.

Однако для гладких поверхностей проводников с работой выхода приблизительно от 2 до 5 эВ электрическое поле, при котором появляется незначительная эмиссия, чрезвычайно высоко (около 10^7 В/см), что создает определенные ограничения на методы формирования катодов.

В связи с этим особо актуальным является создание катодов с низкими (< 1 кВ) рабочими напряжениями.

Степень разработанности темы исследования. Спиндт и соавторы продемонстрировали возможность создания матрицы полевых эмиттеров, в которых используется эффект топографического усиления электрического поля на микроостриях. Несмотря на большое количество работ, этот способ не позволил создать автоэмиссионные катоды, удовлетворяющие требованиям разработчиков систем. Причины этого кроются в том, что катоды недостаточно долговечны из-за разогрева эмиттеров Джоулевым теплом и имеют невысокую однородность эмиссии из-за проблемы воспроизведения микроострий только одинаковой формы и размеров [1].

Графитоподобные наноструктуры (графен, углеродные нанотрубки, нанографиты, наноалмазы) являются наиболее перспективными материалами для создания катодов благодаря низкой работе выхода электрона (<1 эВ) [2]. Так, в работе [3] обнаружено, что на нанокластерах углерода возбуждение эмиссии имеет место при очень низких полях (10^4 - 10^5 В/см), что существенно ниже, чем для микроострийных катодов. Большой интерес вызывает технология получения эмиссионных центров на основе нанокластерных структур в углеродных пленках, полученных методом пиролиза гептана [4]. Для синтеза углеродных нанокластерных структур также применяется хорошо изученный электродуговой метод. Однако в отечественной и зарубежной печати нет достаточных данных о способах получения автоэмиссионных углеродных сред большой площади с однородными эмиссионными свойствами рабочей поверхности.

Цель работы: развитие технологии формирования графитоподобных наноструктур (эмиссионных центров) в углеродных пленках, полученных электродуговым распылением графита в магнитном поле, для создания автоэмиссионных катодов.

Для достижения вышеназванной цели поставлены следующие задачи:

- модернизация испарителя установки электродугового напыления и отработка технологии получения углеродных пленок с гладкой поверхностью;
- определение оптимальных условий формирования графитоподобных наночастиц в аморфных углеродных пленках;
- исследование структуры и свойств получаемых автоэмиссионных сред на основе углеродных пленок.

Научная новизна:

- впервые предложен способ получения углеродной пленки путем электродугового распыления графита в магнитном поле;
- установлено, что использование никелевой дуги для непосредственного нагрева структуры Si/TiN/C/Ni в вакууме исключает

необходимость последующего термического отжига структуры Ni/C для формирования в углеродной пленке графитоподобных наночастиц с размерами ~ 3 нм;

- показано, что нагрев структуры Si/SiO₂/Si₃N₄/C/Ni или Si/SiO₂/Si₃N₄/Ni/C в вакууме при температуре 1100° С вызывает преобразование аморфной углеродной пленки наноразмерной толщины в стопку из графеновых слоев;

- установлено, что трансформация аморфной углеродной пленки в графеновые слои зависит от температуры отжига и толщины пленки катализатора (Ni);

- впервые изготовлен автокатод на основе микроканальной пластины (МКП) с каналами, внутри которых электродуговым способом сформированы регулярно расположенные эмиттеры;

- показана перспективность использования каталитической пленки из нихрома для синтеза графитоподобных нанокластеров в аморфной углеродной пленке.

Теоретическая и практическая значимость работы. Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- доказана зависимость трансформации аморфной углеродной пленки в графеновые слои от температуры отжига и соотношения толщин пленок катализатора и углерода;

- применительно к проблематике диссертации результативно использована методика расчета линейного размера наноструктур;

- изложены доказательства того, что прогрев углеродной пленки дугой позволяет исключить необходимость последующего термического отжига;

- раскрыта новая проблема, заключающаяся в развитии методики изготовления автоэмиссионных катодов на основе МКП;

- изучены условия, при которых в аморфных углеродных пленках образуются наноструктуры.

Практическая значимость работы подтверждена следующим:

- разработанный технологический процесс формирования наноструктур в аморфных углеродных пленках может использоваться для изготовления автоэмиссионных СВЧ приборов. Исследования, проведенные в ФГУП «Научно-исследовательский институт физических проблем имени Ф.В. Лукина» и Национальном исследовательском университете «МИЭТ», подтвердили эффективность использования упомянутых пленок в функции автоэмиссионных сред;

-получены акты, подтверждающие использование результатов диссертационной работы при выполнении научно-исследовательских работ: «Исследование перспективных типов сверхвысокочастотных приборов и структур, разработка технологических принципов их изготовления (сильноточные автоэмиссионные СВЧ в диапазоне частот 30 ГГц и более)» (ГК №14.427.11.0003); «Разработка и исследование технологии формирования графеновых структур для приборных применений» (ГК № 14.749.11.0060).

-результаты диссертационной работы легли в основу проектов, поддержанных фондом содействия развития малых форм предприятий в научно-технической сфере в рамках конкурсов У.М.Н.И.К. (договор № 39 от 30 января 2012 г.) и «Сарт-15-1» (договор № 961 ГС1/17699 от 16.12.2015 г.).

Методология и методы исследования. Объектом исследования являлись субмикронные пленки углерода, полученные электродуговым методом. Предметом исследования являлись условия формирования графитоподобных наноструктур в аморфных углеродных пленках. Для решения поставленных задач были использованы следующие методы: растровая электронная микроскопия (РЭМ), атомно-силовая микроскопия (АСМ), резерфордское обратное рассеяние (РОР), рентгеноструктурный анализ, метод рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) и метод комбинационного рассеяния света (КРС).

Положения, выносимые на защиту:

- применение конструкции электродугового испарителя с составным Ti-C катодом и магнитным сепаратором плазменного потока позволяет получить практически гладкие углеродные пленки субмикронной толщины;
- использование никелевой дуги для непосредственного нагрева структуры Si/TiN/C/Ni в вакууме исключает необходимость последующего термического отжига для формирования в углеродной пленке графитоподобных наночастиц;
- нагрев структуры Si/SiO₂/Si₃N₄/C/Ni или Si/SiO₂/Si₃N₄/Ni/C в вакууме при температуре 1100° C дает возможность преобразования аморфной углеродной пленки наноразмерной толщины в стопку из графеновых слоев;
- трансформация аморфной углеродной пленки в графеновые слои зависит от температуры отжига и соотношения толщин пленок катализатора (Ni) и углерода.
- использование опорной структуры в виде МКП в сочетании с электродуговым методом позволяет получить массив регулярно расположенных автоэмиссионных эмиттеров на основе графитоподобных наночастиц;
- применение нихрома в качестве катализатора позволяет получать в аморфной углеродной пленке графитоподобные нанокластеры.

Достоверность и обоснованность выводов диссертации подтверждена использованием современных методов исследования: растровая электронная микроскопия, атомно-силовая микроскопия, резерфордское обратное рассеяние, рентгеноструктурный анализ, рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия, метод комбинационного рассеяния света. Интерпретация полученных результатов базируется на современных представлениях о структуре и физико-химических свойствах углеродных материалов.

Степень достоверности и апробации результатов. Представленные в диссертации основные экспериментальные результаты получены автором

самостоятельно, либо при его непосредственном участии. Цель и задачи были сформулированы совместно с научным руководителем.

По теме диссертации имеется 21 статья, в том числе 4 статьи в изданиях, рекомендованных ВАК, и 2 патента РФ.

Основные результаты работы докладывались на 12 конференциях: Международная научно-практическая конференция «Микро-и нанотехнологии в электронике» (Нальчик, 2009, 2010, 2011, 2014 гг.); Международная конференция по физике взаимодействия заряженных частиц с кристаллами (Москва, 2011, 2012, 2015 гг.); Республиканская конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Перспективные инновационные проекты молодых ученых КБР » (Нальчик, 2011, 2014, 2015 гг.); Международный симпозиум «Устойчивое развитие: проблемы, концепции, модели» (Нальчик, 2013г.); Международная научно-практическая конференция «Интеллектуальные системы и микросистемная техника» (КБР, пос. Эльбрус, 6-8 февраля 2018 г.).

Структура и объем диссертации.

Работа состоит из введения, трех глав и выводов, списка цитируемой литературы из 112 наименований. Диссертация изложена на 97 страницах, включая 59 рисунков, 6 таблиц.

Глава 1. Углеродные наноструктуры, методы получения и применение

1.1. Аллотропные модификации углерода

Одним из перспективных материалов микроэлектроники является углерод [1-28]. Применение углерода позволит создать быстродействующие активные приборы с высокой рабочей температурой, создать высокую степень интеграции элементов в микросхемах. Особенность атомов углерода образовывать химические связи между собой привела к возникновению следующих устойчивых модификаций углерода (рисунок 1) трехмерные структуры 3D (графит, алмаз), двумерная структура 2D (графен), одномерная структура 1D (углеродная нанотрубка), нульмерная структура 0D (фуллерен)

Получение наноструктур различных аллотропных модификаций углерода является перспективным направлением нанозлектроники. Это связано с тем, что углеродные наноструктуры демонстрируют уникальные механические, химические и электронные свойства. В зависимости от их структуры они проявляют металлические или полупроводниковые свойства.

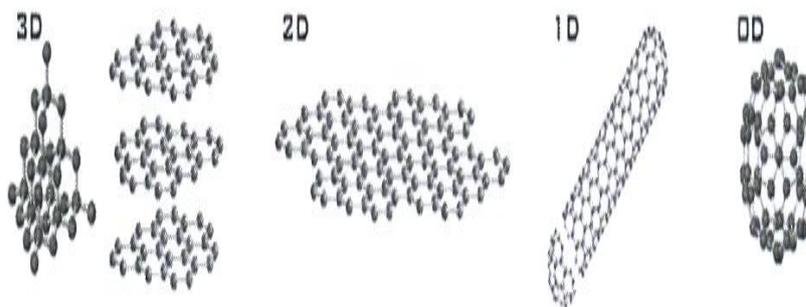


Рисунок 1 – Кристаллические решетки алмаза, графита, графена, углеродной нанотрубки, фуллерена

Известно, что углеродные наноструктуры могут испускать электроны при приложении к их поверхности относительно низкого напряжения (менее 1000 В). Физико-химические свойства углеродных наноструктур исследованы в работах [1-30,44,74].

Графит (Graphit, от греч. grapho-пишу)- это аллотропная модификация углерода, наиболее устойчивая при обычных условиях [5]. Для данной модификации углерода атом находится в состоянии sp^2 -гибридизации. Кристаллическая решетка графита (рисунок 2) состоит из параллельных плоскостей, образованных правильными шестиугольниками из атомов углерода.

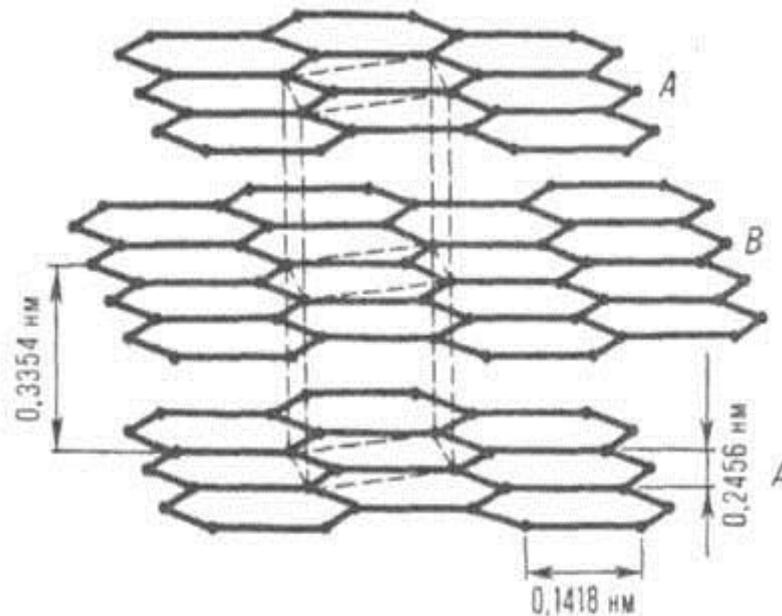


Рисунок 2–Кристаллическая решетка графита

Графит – это вещество черного или серо-черного цвета с металлическим блеском. Свойства графита зависят от происхождения или способа получения. Наиболее совершенные кристаллы графита добывают в цейлонских месторождениях. Графит в промышленности получают нагреванием смеси кокса или каменного угля с пеком (так называемый

ачесоновский графит) или пиролизом газообразных углеводородов (пирографит).

На рисунке 3 показана диаграмма состояния углерода. Графит реагирует с растворами щелочей, жидкими окислителями и рядом хлор- и фторорганических соединений.

Наиболее химически и термически стоек пирографит. Он практически непроницаем для газов и жидкостей, при 600°C его стойкость к окислению во много раз выше, чем у других графитов. В инертной среде пирографит работоспособен при 2000°C в течение длительного времени.

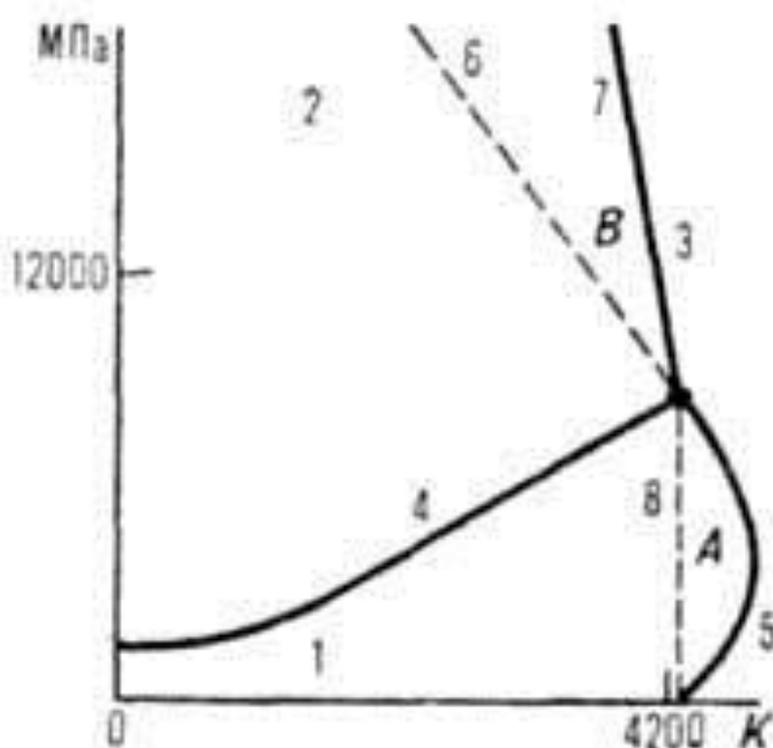


Рисунок 3 – Диаграмма состояния углерода: 1 и 2- области устойчивости соответственно графита и алмаза; 3 -область существования расплава углерода; 4 - линия равновесия графит-алмаз; 5, 6, 7, 8 - линии плавления графита, метастабильного графита, алмаза и метастабильного алмаза в поле графита; А и В-области существования термодинамически неустойчивых алмаза и графита соответственно

Алмаз (от греческого - несокрушимый) – кубическая аллотропная форма углерода. Атомы углерода в алмазе находятся в состоянии sp^2 -гибридизации. В структуре алмаза атомы углерода расположены в центре и в вершинах тетраэдра. Межатомное расстояние равно 0.154 нм. Благодаря прочным ковалентным связям между атомами углерода алмаз является самым твердым минералом в природе, имеет наиболее высокую теплопроводность среди твердых тел 900 – 2300 Вт/(м×К). Температура плавления алмаза равна 3700 - 4000⁰ С при давлении 11 ГПа. Алмаз переходит в графит при нагреве при 2000⁰ С без воздуха. Алмаз является широкозонным полупроводником с шириной запрещенной зоны 5,5 эВ.

Углеродные нанотрубки (УНТ) – это графитовые листы, свернутые в цилиндры диаметром от 1 до 150 нм и длиной до сотен микрометров. Нанотрубки в зависимости от диаметра и хиральности (направления закрутки) могут иметь металлические или полупроводниковые свойства. Если несколько одностенных нанотрубок с разными диаметрами вложить внутрь нанотрубки с большим диаметром, то можно получить многостенную нанотрубку. Интерес к нанотрубкам вызван их уникальными свойствами, включая прочность, химическую стойкость, теплопроводность и электропроводность

Фуллерены – это молекулы аллотропной модификации углерода с числом атомов углерода от нескольких десятков и выше. Наибольший интерес для микроэлектроники представляет фуллерен C_{60} в виду его наивысшей стабильности и высокой симметрии. Шарообразная молекула C_{60} представляет собой полый многогранник, имеющий 12 пятиугольных и 20 шестиугольных граней, образующих форму, аналогичную форме футбольного мяча. Диаметр молекулы фуллерена равен 0,7024 нм.

По своим электронным свойствам фуллерены являются органическими полупроводниками.

Графён – это аллотропная модификация углерода, образованная слоем графита толщиной в один атом. Впервые графён был получен в 2004 г. А.К.

Геймом и К.С. Новосёловым [11,12]. Уникальные свойства графена делают его перспективным материалом для изготовления приборов микроэлектроники. Графеновые пленки имеют высокую подвижность при комнатной температуре ($200000 \text{ см}^2/\text{В}\cdot\text{с}$), инертность к агрессивным средам, механическая прочность ($\sim 1 \text{ ТПа}$), теплопроводность ($\sim 5 \times 10^3 \text{ Вт}\cdot\text{м}^{-1}\text{К}^{-1}$), радиационную ($\sim 10^8 \text{ рад}$) и термическую (до 500°С) стойкость.

1.2. Методы получения углеродных наноструктур

Существуют следующие способы получения графена: механический метод, метод термического разложения подложки карбида кремния, метод плазмохимического осаждения из газовой фазы.

В механическом методе графен получают с помощью отшелушивания слоёв графита [11,12] от пиролитического графита (ВОПГ). С помощью клейкой ленты отслаивается слой графита, который переносится на подложку. Затем измеряют количества слоев при помощи спектроскопии комбинационного рассеяния света. Этим методом можно получить однослойный графен с целью изучения его физико-механических свойств. Он позволяет получать качественный графен с высокой подвижностью носителей. Однако использовать этот метод в промышленной технологии для получения приборов с повторяемыми характеристиками не представляется возможным, поскольку это ручная процедура.

Перспективным методом для промышленного производства графена является химическое осаждение из газовой фазы (CVD) с использованием катализаторов [31-35].

Также следует упомянуть метод получения графена для микроэлектронного производства транзисторов. В этом методе графен был получен с помощью нагрева до температуры 1100°С и быстрого охлаждения структуры $\text{Si}/\text{SiO}_2(300\text{нм})/\text{аморфный SiC}(50\text{нм})/\text{Ni}(500\text{нм})$. Образование графена происходит на границе раздела Ni/SiO_2 [28,29].

Другой метод получения графена основан на отщеплении слоев графита от ВОПГ с помощью сильного электрического поля. Если кристалл ВОПГ и подложку поместить в электрическое поле, то чешуйки графита атомарной толщины могут отрываться от поверхности и «перелетать» на кремниевую подложку [36].

В работах [27,29] показано, что свойства слоя на границе раздела SiC/C являются эквивалентными свойствам графена.

В работе [30] предложен метод получения графена, основанный на низкотемпературном синтезе и последующем разрушении соединений внедрения графита и аммиакаатов натрия. Метод получения графена через окисление и терморасширение графита также обеспечивает высокую чистоту и структурное совершенство продукта.

В работах Усачева и др. [36-39] описана технология синтеза графена на поверхности слоев Ni (111) и Co (0001) методом крекинга. Показано, что образование графена на никелевой подложке происходит через образование промежуточной фазы NiC. Однако графен, полученный этим способом, имеет одномерные дефекты, размер которых зависит от параметров синтеза. При температуре выше 650°C происходит трансформация графена в карбид никеля.

В работах [40-42] исследованы различные углеродные фазы, а также фазовые переходы при синтезе и разрушение графена на поверхностях Ni. С помощью сканирующей туннельной микроскопии и дифракции медленных электронов показано, что синтез графена приводит к фасетированию поверхности никелевой подложки. При этом методом многоцентровых потенциалов показано, что из-за взаимодействия C с Ni графеновый слой в масштабах нескольких ангстрем существенно изогнут.

Углеродные нанотрубки можно получить электродуговым синтезом, лазерным испарением и пиролизом углеводородов (CVD).

Электродуговой метод состоит в распылении с помощью дугового разряда графитовых электродов в атмосфере инертных газов [43-46].

На рисунке 4 показана установка электродугового синтеза Кретчмера [43]. Синтез нанотрубок был проведен в атмосфере гелия с использованием графитовых электродов. Расстояние между электродами равно 1-2 мм. Через электроды пропускается ток 100 – 200 А с частотой 60 Гц при напряжении 10-20 В. Температура электронной плазмы приблизительно равна 3700°C . Камера заполняется гелием. Давление гелия при синтезе равно $\sim 100\text{ Тор}$. Часть графита при распылении испаряется на катод. Катодный осадок содержит не более 10 % нанотрубок и до 10 % фуллеренов. Кроме того, на катоде образуется твёрдый осадок в виде из углеродных нитей, которые образуют беспорядочную сеть.

Для получения нанотрубок применяется также метод лазерной абляции, который заключается облучение графитовой мишени, помещенной в вакуумную камеру, импульсным лазером [47-49].

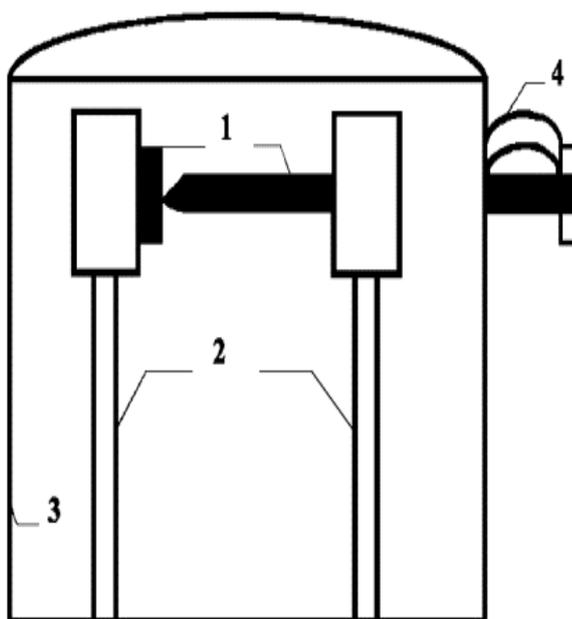


Рисунок 4 – Установка Кретчмера для получения нанотрубок электродуговым методом: 1 – стержни из графита; 2 - медные штанги; 3 колпак; 4 - пружины

Схема установки для получения УНТ показана на рисунке 5 [48]. Графитовая мишень помещается в кварцевую трубу, которая расположена внутри печи, нагретой до $\sim 1200^{\circ}\text{C}$. В трубе создавали вакуум, затем подавали гелий (давление $\sim 500\text{ Torr}$, линейная скорость газа $0,2\text{-}2,0\text{ м/с}$). Мишень облучали излучением неодимового лазера с длительностью импульса 10 нс , частотой импульсов 10 Гц , мощностью импульсов 250 мДж . В графитовую мишень в качестве катализатора добавляют примеси никеля и кобальта ($1,2\%$). Продукты испарения осаждаются на охлаждаемом медном коллекторе, на материале мишени и на поверхности трубы. С помощью лазерного синтеза добились выхода продуктов, содержащих $40\text{-}50\%$ нанотрубок.

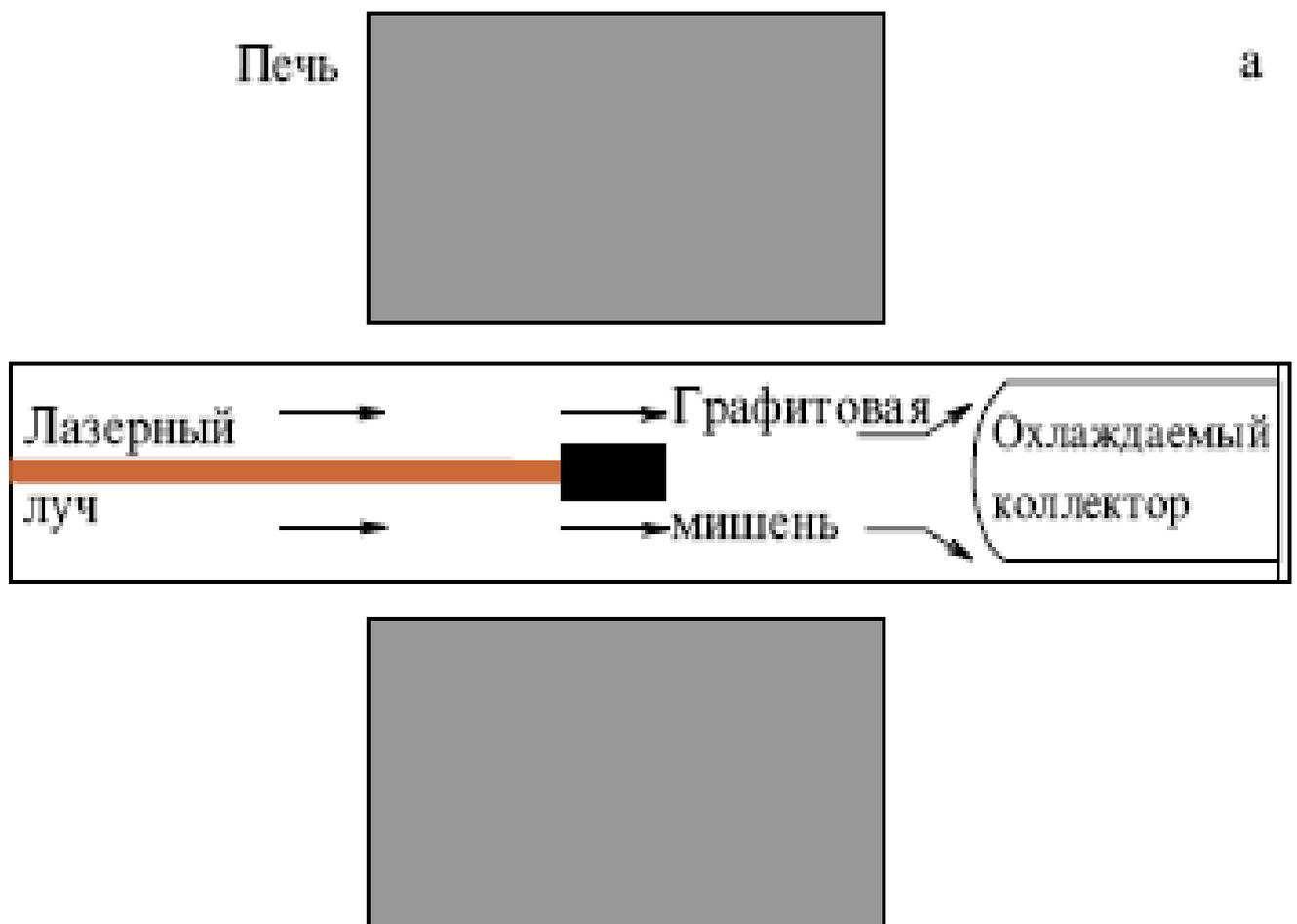


Рисунок 5 – Схема лазерной установки для получения нанотрубок

Недостатком лазерного метода является его невысокая производительность.

Для синтеза углеродных нанотрубок широко используется пиролиз углеводородов (CVD метод). В типовом процессе роста нанотрубок используется прохождение углеводородов (ацетилена, метана, этилена, этана) над никелевым или кобальтовым катализатором при температурах 500° - 1100° С. Свойства нанотрубок зависят от степени дисперсности и сорта катализатора.

На рисунке 6 приведена схема получения УНТ методом химического осаждения из пара [49].



Рисунок 6 – Схема получения УНТ методом химического осаждения из пара

Метод химического осаждения является перспективным для создания промышленного производства приборов и устройств на основе УНТ.

Так, для выращивания массивов вертикально ориентированных нанотрубок CVD методом были использованы подложки пористого кремния с высокой степенью однородности пор, заполненных нанокластерами металлических катализаторов [47]. На рисунке 7 показано изображения массивов УНТ на поверхности пористого и гладкого кремния, полученные с

помощью сканирующего электронного микроскопа. К недостаткам CVD метода, можно отнести то, что качество одностенных УНТ остается невысоким.

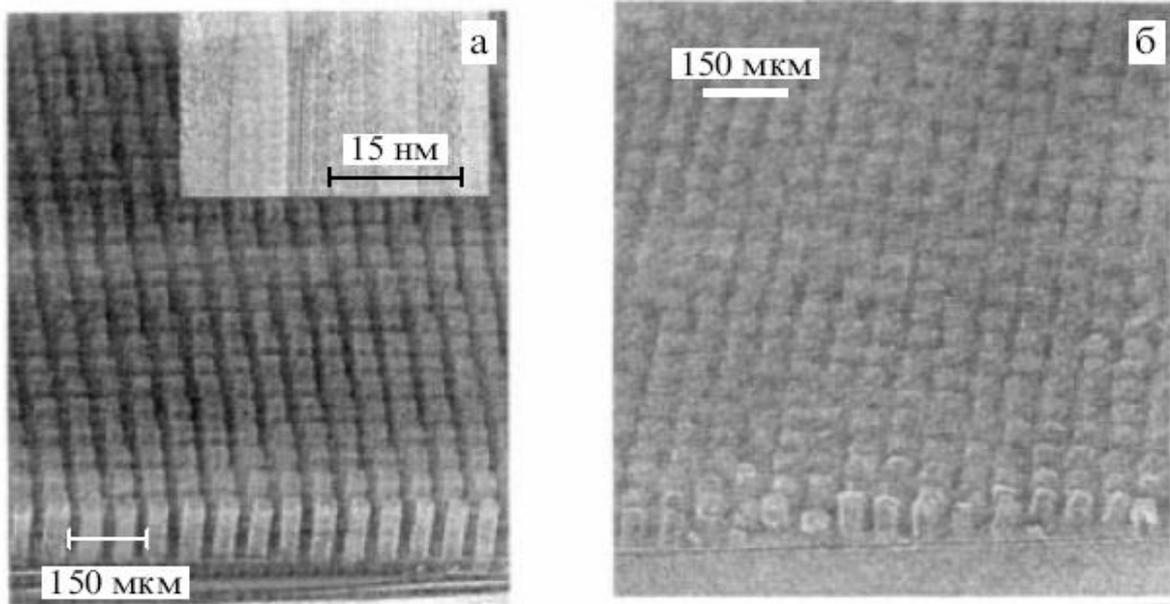


Рисунок 7– Изображение УНТ на пористой (а) и гладкой (б) поверхности кремния

1.3. Применение углеродных наноструктур

Применение автоэмиссионных катодов на основе графитоподобных наноструктур в приборах микроэлектроники представляет научный и практический интерес. Ученые из ФГУП «Научно-исследовательских физических проблем имени Ф.В. Лукина» на основе изучения многочисленных и разнообразных конструкций, представленных в литературе, предложили комбинированный автоэмиссионный эмиттер (КАЭ) на основе микроострий из алмаза и графеновых пленок. С помощью данных автоэмиттеров можно изготовить СВЧ приборы терагерцового диапазона. [50, 61-64]. Также ими предложено использовать графен в качестве сетки, так

как применение металлических сеток в сильноточных катодно-сеточных узлах (КСУ) нежелательно: при нагреве сетка нагревается и касается катода.

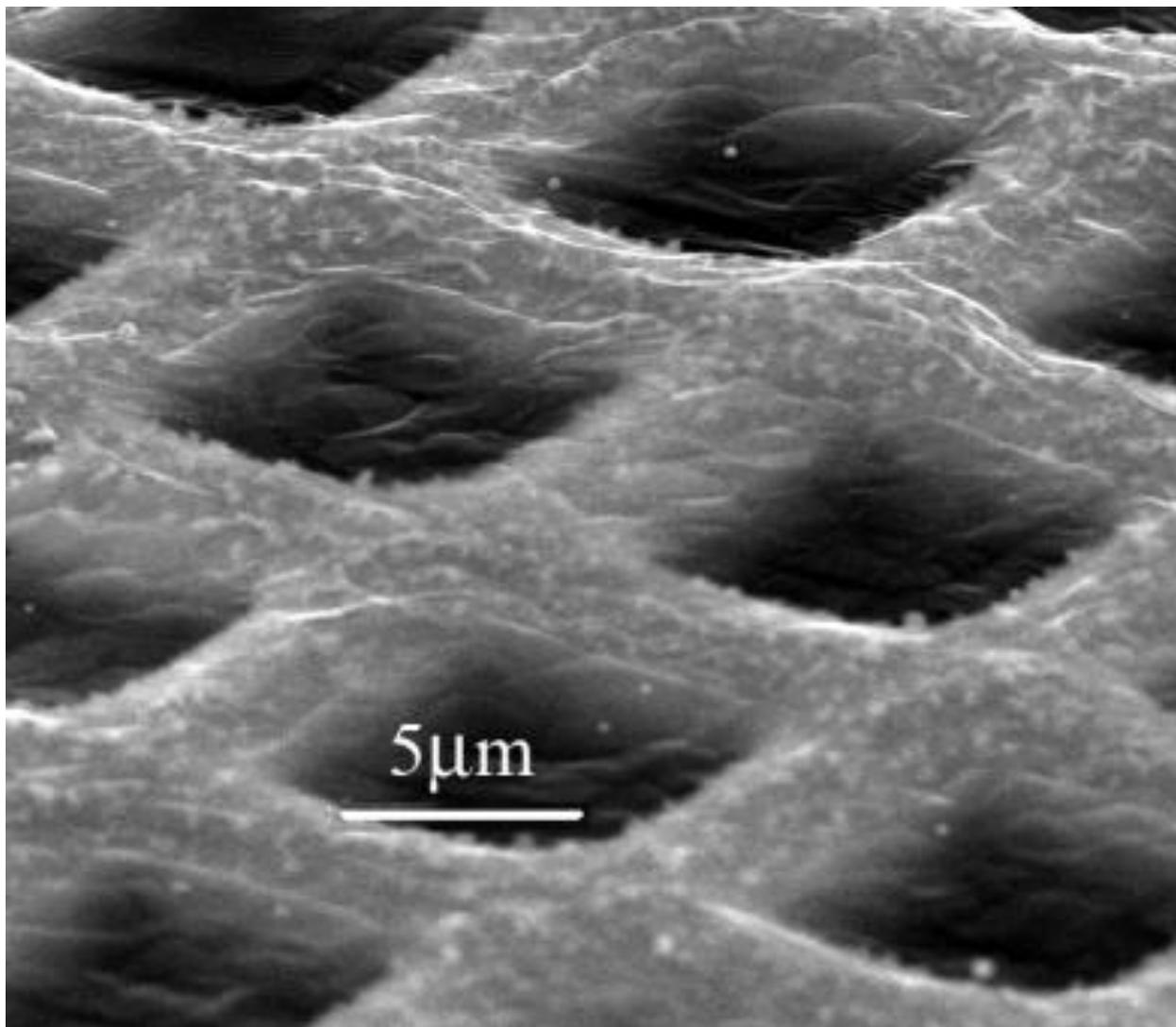


Рисунок 8 – Микрофотография графеновой сетки

Однако используемые в экспериментах графеновые пленки имели существенные структурные дефекты (многослойность и посторонние включения).

На рисунке 9 представлена схема комбинированного микроэммиттера (КМЭ) с управляющей графеновой сеткой.

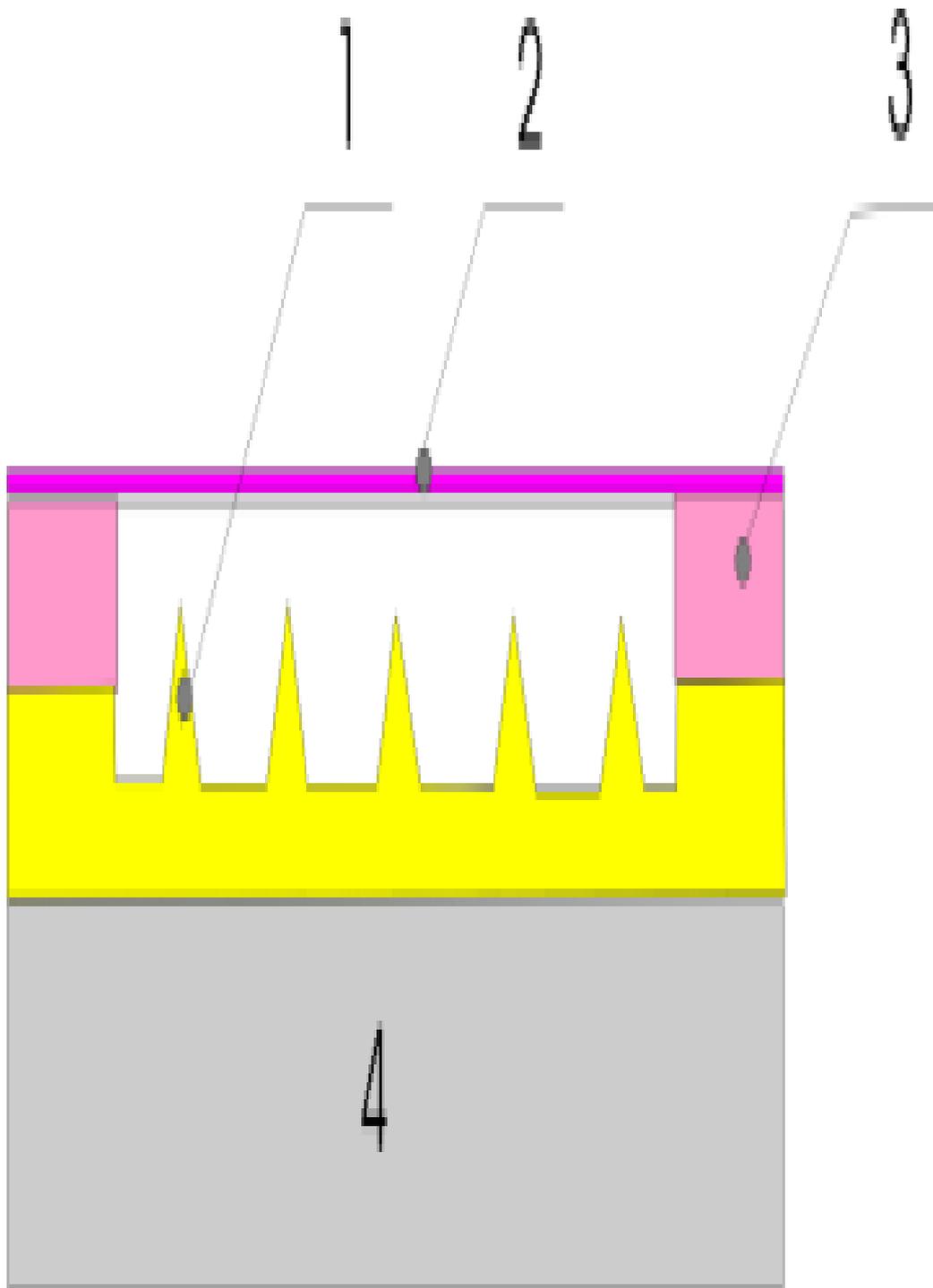


Рисунок 9 – Схема КМЭ: 1 - конусообразный микроэмиттер; 2 - графеновый электрод; 3 - диэлектрик; 4 - проводящая подложка

В работе [60] представлена миниатюрная рентгеновская трубка с автокатодом на основе УНТ с разрешением лучше 5 мкм (рисунок 10,а).

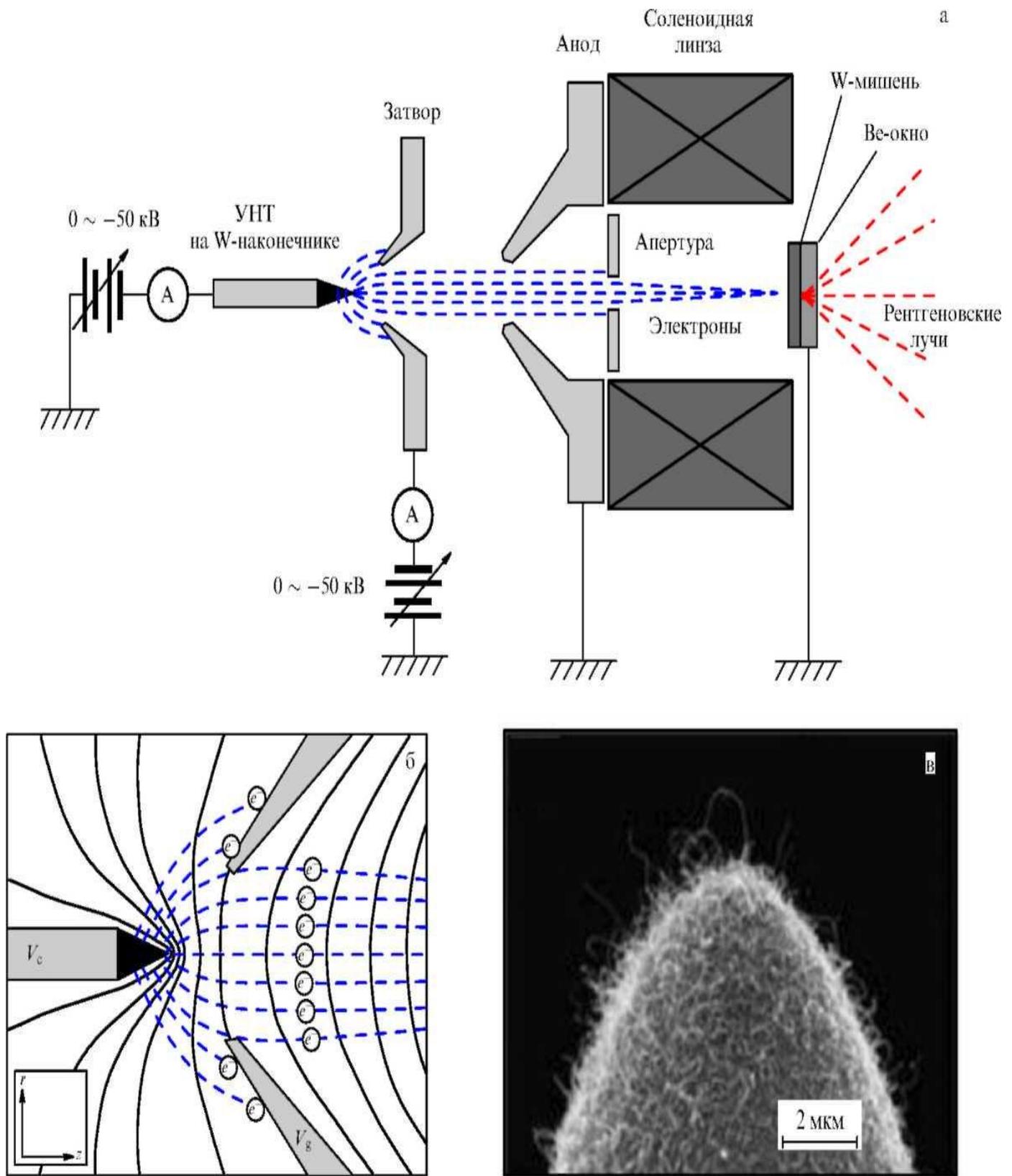


Рисунок 10 - Схема рентгеновской трубки (а) и траектории электронов (б);
фотография катода (в)

Проволочный катод диаметром 250 мкм из Wc острым концом был изготовлен методом электрохимического травления (рисунок 10,в). Радиус кривизны наконечника равен ~ 5 мкм. Углеродные нанотрубки были получены методом плазмохимического осаждения с никелем в качестве катализатора. Для улучшения адгезии нанотрубок на поверхность вольфрамового наконечника осаждалась пленка нитрида титана. Для уменьшения сферической аберрации использовали электромагнитную линзу, а также диафрагму диаметром от 4 до 10 мм.

Известно, что в качестве катодов в приборах эмиссионной электроники в основном применяются термокатоды, имеющие невысокий коэффициент полезного действия, большие габариты. Появление технологий получения многоострийных полевых эмиттеров, работающих при техническом вакууме (10^{-7} - 10^{-8} Тор), дало импульс новым работам, направленным на решение обозначенных проблем. Однако, несмотря на достигнутые успехи, эти эмиттеры пока не позволили создать приборные структуры, удовлетворяющие требованиям разработчиков систем.

Причины этого кроются в том, что эмиттеры недостаточно долговечны при отборе больших токов из-за разрушения эмиттеров под действием бомбардировки ионами остаточных газов, тепловых эффектов, приводящих к термической деградации эмиттеров, а также негативного влияния адсорбатов (кислорода, паров воды) на эмиссионные свойства катодов.

В работах [101,102] показано, что с помощью защитных покрытий на основе графитоподобных наноструктур (графеновых и фуллереновых покрытий) острийных полевых эмиттеров можно существенно повысить прочность эмиттеров и, таким образом, их долговечность.

В работе [102] предложена конструкция острийного полевого катода из карбида кремния, покрытого графеном (рисунок 11). Катод состоит из подложки карбида кремния, на одной стороне которой сформировано наноразмерное острие, а на другой стороне - омический контакт Ti-Au.

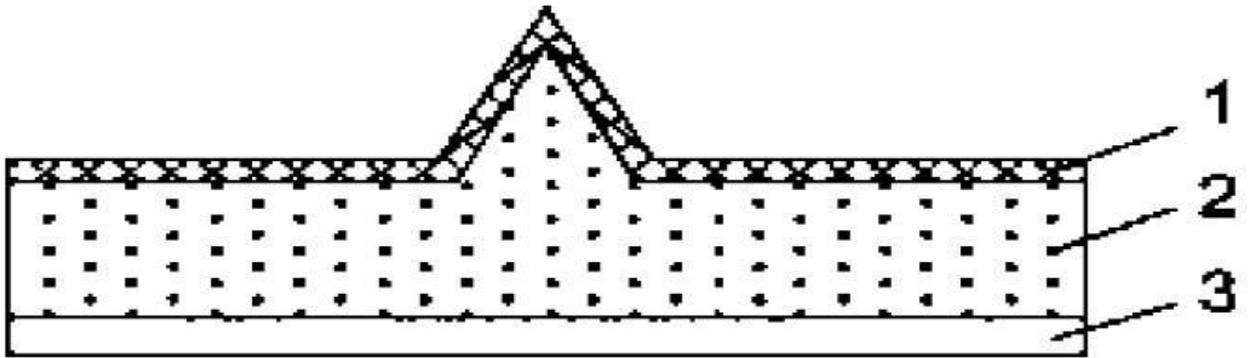


Рисунок 11 – Конструкция автоэмиссионного катода: 1-графен, 2-подложка SiC, 3-омический контакт Ti-Au

Рассчитанные вольт-амперные характеристики показали, что графеновое покрытие острейного катода из SiC улучшает его эмиссионные свойства (рисунок 12).

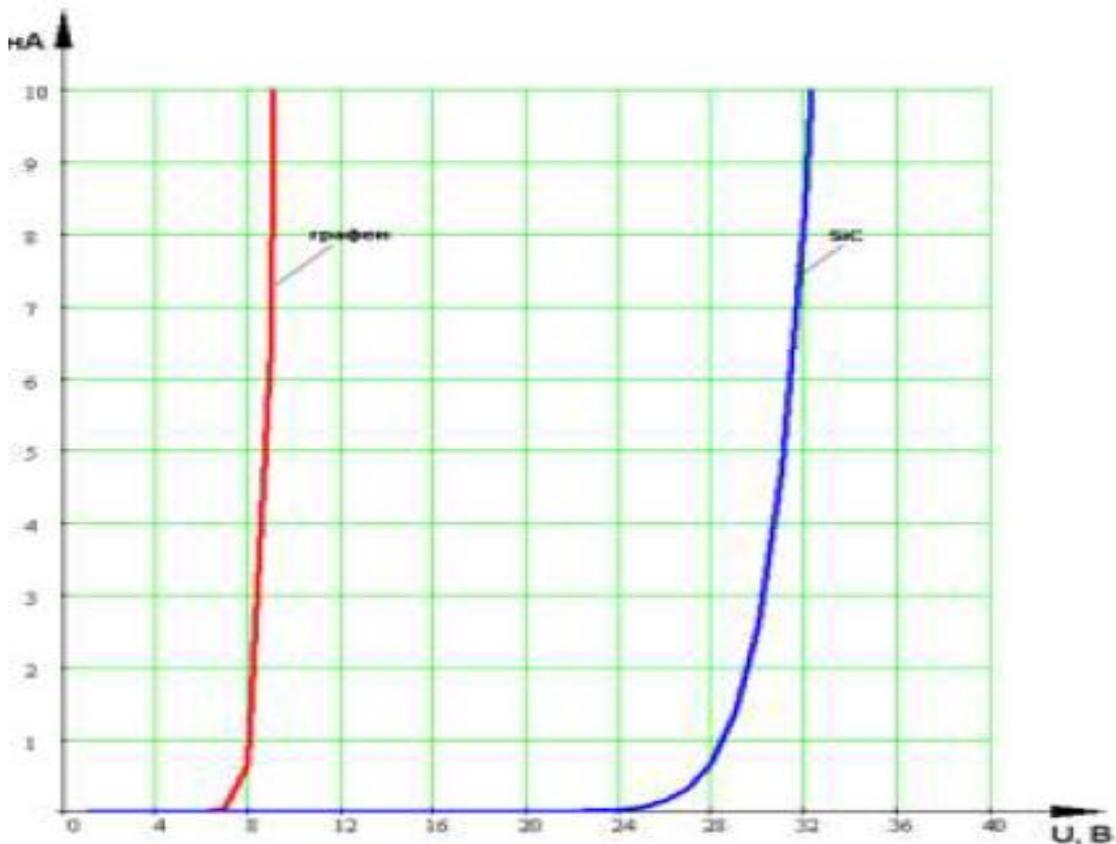


Рисунок 12 – ВАХ острейных катодов на основе SiC

Авторы [101] исследовали работу многоострийных полевых эмиттеров из Si с фуллереновыми защитными покрытиями в условиях технического вакуума. На рисунке 13 показано полученное с помощью РЭМ изображение острейного кремниевого эмиттера.

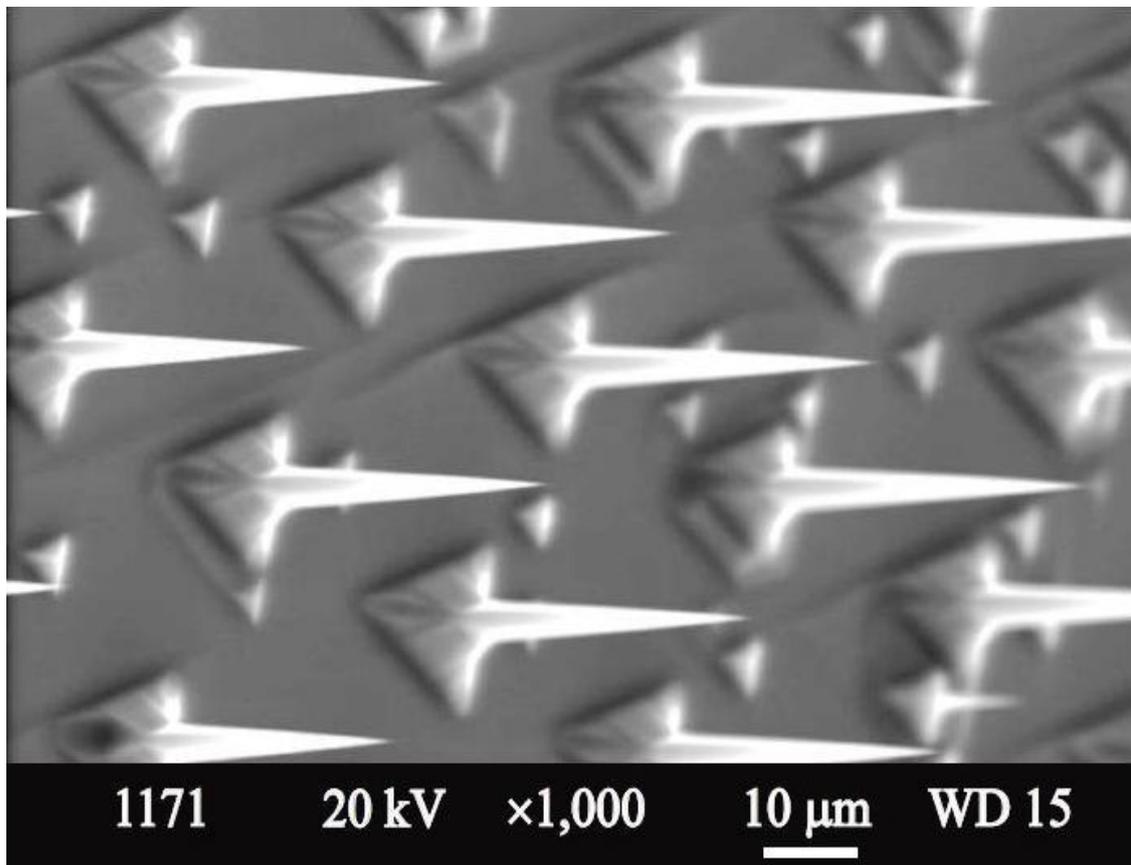


Рисунок 13- Изображение участка поверхности многоострийного кремниевого эмиттера

У кремниевых острий, которые являются источниками автоэлектронной эмиссии, радиус вершины варьировался для разных образцов в пределах от 5 до 25 нм. Высота острий менялась примерно от 5 до 45 мкм. Расстояние между остриями не превышало 60 мкм. Полученные эмиттеры имеют плотность тока эмиссии примерно $0,5 \text{ A/cm}^2$ и, таким образом, могут быть использованы в устройствах вакуумной микроэлектроники.

Выводы к Главе 1

Результаты многочисленных исследований показывают, что уникальные свойства углеродных наноструктур демонстрируют возможность их широкого применения в полупроводниковой электронике. Однако методы получения углеродных материалов, описанные выше, пока не являются достаточно пригодными для промышленного применения. К недостаткам этих методов можно отнести то, что качество синтезируемых углеродных наноматериалов остается, по – существу, низким.

Анализ литературных данных свидетельствуют о том, что наиболее перспективным методом является электродуговой метод, который позволяет синтезировать качественные углеродные наноматериалы, поскольку выполняется при очень высокой температуре. Также преимущество электродугового метода связано с возможностью промышленного синтеза углеродных наноструктур и повторяемостью процесса их роста.

Глава 2. Экспериментальные установки и методы проведения измерений

2.1. Установка для получения углеродных пленок электродуговым методом

Исследуемые углеродные пленки были получены установке вакуумного напыления износостойких покрытий (УВНИП).

Основными частями вакуумной установки являются: корпус, ловушка азотная; затвор, высоковакуумные клапаны, форвакуумный механический насос НВР-16Д и диффузионный насос Н- 400/7000.

Высоковакуумный затвор представляет собой проходное устройство, позволяющее перекрывать трубопровод большого диаметра. Затвор расположен на входе диффузионного насоса между азотной ловушкой и рабочим объемом.

Основными узлами вакуумной камеры являются [68]: электродуговой испаритель, отклоняющие катушки, ввод вращения, ионный источник типа «Радикал», блоки питания магнитных катушек и электродугового испарителя.

Наиболее очевидным источником загрязнения пленок является подложка. Наличие посторонних частиц на подложке вызывает образование структурных дефектов в пленке.

Источник ионов типа «Радикал» предназначен для предварительной очистки поверхности подложек перед осаждением пленок электродуговым методом. Он установлен справа на вакуумной камере напротив вводов вращения. Корпус камеры выполнен из нержавеющей стали. С лицевой стороны камера закрывается крышкой со смотровым окном, через которую производится загрузка и выгрузка обрабатываемых изделий.

Подложки, поверхность которых предварительно тщательно очищена и подготовлена для нанесения покрытий, устанавливаются на карусель, которая через ввод приводится во вращение со скоростью порядка 2 об/мин.

После загрузки деталей на карусели и закрытия крышки камеры выполняется откачка рабочей камеры до остаточного давления $1,33 \times 10^{-3}$ Па. Затем карусель приводится во вращательное движение и осуществляется очистка поверхности деталей ионным травлением. Для этого в откаченную рабочую камеру производится напуск рабочего газа (аргона). Напуск осуществляется с помощью игольчатого вентиля. Затем включается блок питания источника ионов типа "Радикал" и устанавливается необходимый режим очистки.

Устройство источника ионного травления состоит из защитного кожуха, кольцевого анода и электромагнитной системы, включающей в себя катушку, катод и магнитопровод. Анод изолирован от корпуса. Анод охлаждается проточной водой, подвод к которому осуществляется через вакуумные вводы. С помощью электромагнита между анодом и катодом создается радиальное магнитное поле. В ускоряющей промежутке между анодом и катодом с помощью скрещенных электрического и магнитного полей возбуждается плазменный разряд, в котором формируется цилиндрический аргоновый пучок, бомбардирующий поверхность подложки, очищая ее от загрязнений. Этот процесс позволяет также выполнить нагрев обрабатываемых деталей.

Стабильное горение вакуумно-дугового разряда поддерживается эрозийным испарением материала катода. Под действием тока материал катода электродугового испарителя испаряется и ионизируется в зоне поджига. В межэлектродном пространстве имеется небольшое количество рабочего газа, которого достаточно для возникновения разряда и перехода его в дугу. На используемом в установке водоохлаждаемом катоде дуга представляется в виде серии катодных пятен диаметром до единиц мкм, перемещающихся по его торцевой поверхности со скоростью порядка 102 м/с, что позволяет

катоду оставаться в целом холодным, несмотря на высокую плотность энергии, сосредоточенной в пятне. Каждое пятно включает в себя эмитирующий участок катода, область прикатодного падения потенциала, в которой сосредоточен положительный пространственный заряд, и ярко светящуюся часть (область ионизации).

Ток нагрузки испарителя регулируется ступенями от 55 до 180 А, при напряжении на дуге не менее 20 В. Плотность тока в катодных пятнах достигает $10^6 \dots 10^7$ А/см², а плотность энергии по разным оценкам - от 105 до 108 Вт/см².

Конструкция электродугового испарителя предусматривает возможность замены катодов по мере их выработки или при необходимости смены распыляемого материала и замену электродов поджига по мере их расхода.

После нанесения покрытия производится нагрев камеры, чтобы исключить покрытие стенок вакуумного колпака парами воды, и напуск атмосферы в рабочую камеру.

Нами был изготовлен составной Ti-C катод, который позволил использовать магнитную сепарацию углеродной плазмы и, таким образом, избавиться от микрочастиц С в потоке плазмы. При этом был использован графит марки МПГ-6 и титан марки ВТ1-0 [105].

Фотография катода титан-углерод, состоящего из титанового основания, графитового конуса и вставки (расходного материала) приведена на рисунке 14. Электрическая дуга возбуждается с помощью поджигающего электрода - керамической трубки с углеродным стержнем.



Рисунок 14 – Фотография Ti-C катода

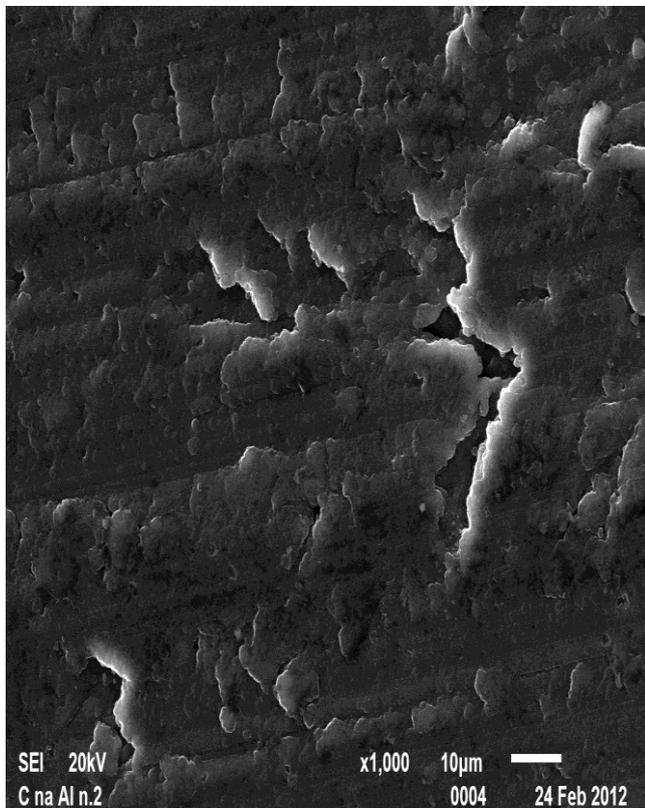
На рисунке 15 представлена фотография пучка ионов С в магнитном поле. Видно, что магнитное поле испарителя отклоняет ионы С в сторону подложки, а микроскопические частицы углерода движутся прямо и не попадают на подложку.



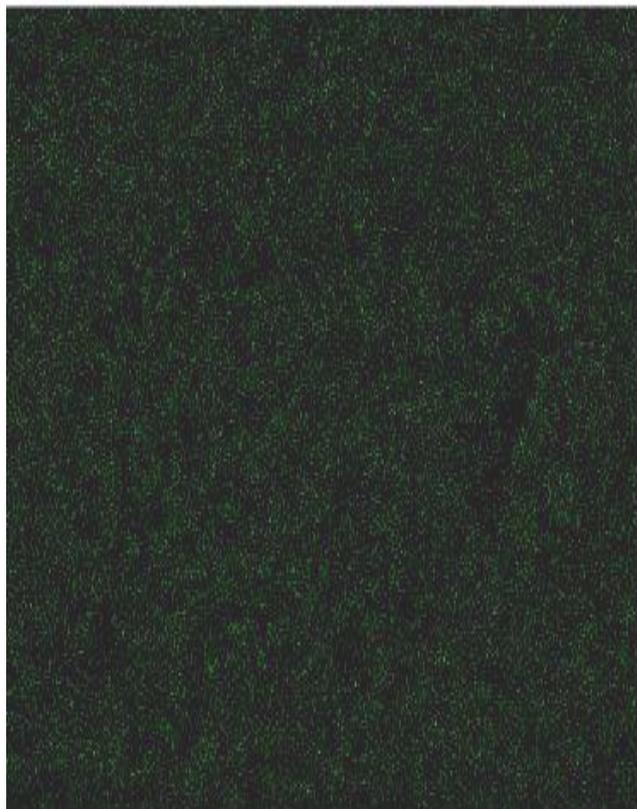
Рисунок 15 – Фотография пучка ионов С в магнитном поле

Исследования с помощью растрового электронного микроскопа JEOLJSM-6610LV показали, что электродуговое распыления графита в магнитном поле позволяет получить практически гладкую углеродную пленку (рисунок 16,а).

Из анализа карты распределения атомов С (рисунок 16,б) следует, что атомы С распределены на поверхности равномерно. При этом атомы Ti на поверхности пленок не обнаружены.



а)



б)

Рисунок 16-РЭМ-изображение поверхности углеродной пленки (а) и карты распределения атомов углерода (б)

Полученные данные свидетельствуют о перспективности использования составного катода титан-углерод для получения сплошных однофазных пленок из С.

На рисунке 17 приведены результаты детального исследования морфологии поверхности осажденной пленки из С.

Видно, что на поверхности углеродной пленки имеются нановыступы с плотностью 10^8 см^{-2} .

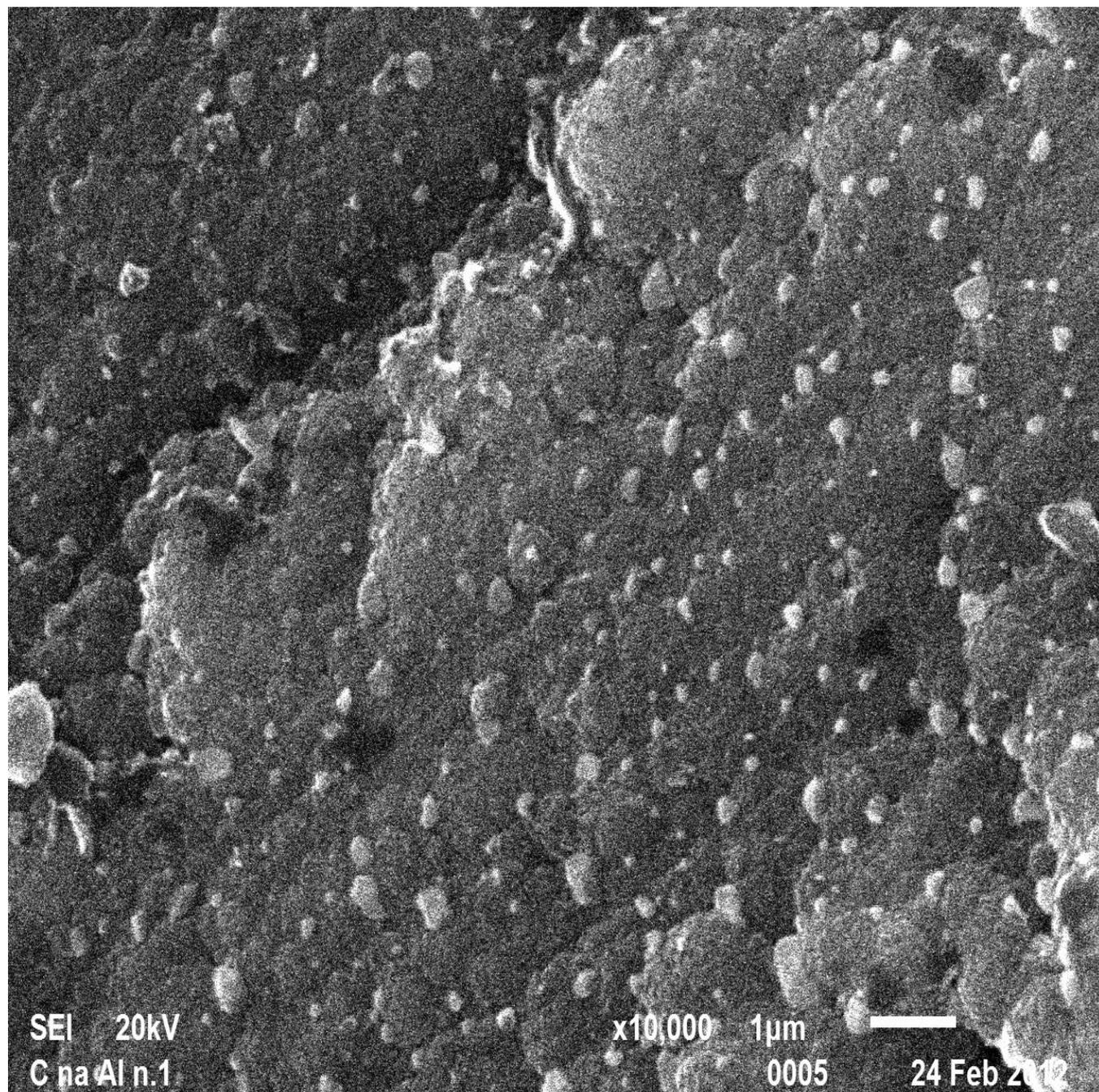


Рисунок 17 - РЭМ-изображение поверхности углеродной пленки
(увеличение $\times 10000$)

2.2. Установки для измерения автоэмиссионных токов углеродных пленок

Экспериментальные исследования были выполнены на высоковакуумной установке с непрерывной системой откачки, которая включала в себя

гелиевый течеискатель СТИ-11, магниторазрядный насос типа НМД-0,16-1 и вакуумную камеру [59]. Измерение эмиссионных характеристик углеродных пленок проводилось в диодной схеме с помощью прибора Л2-56. На рисунке 18 показана схема установки для измерения вольт-амперных автоэмиссионных характеристик углеродной пленки.

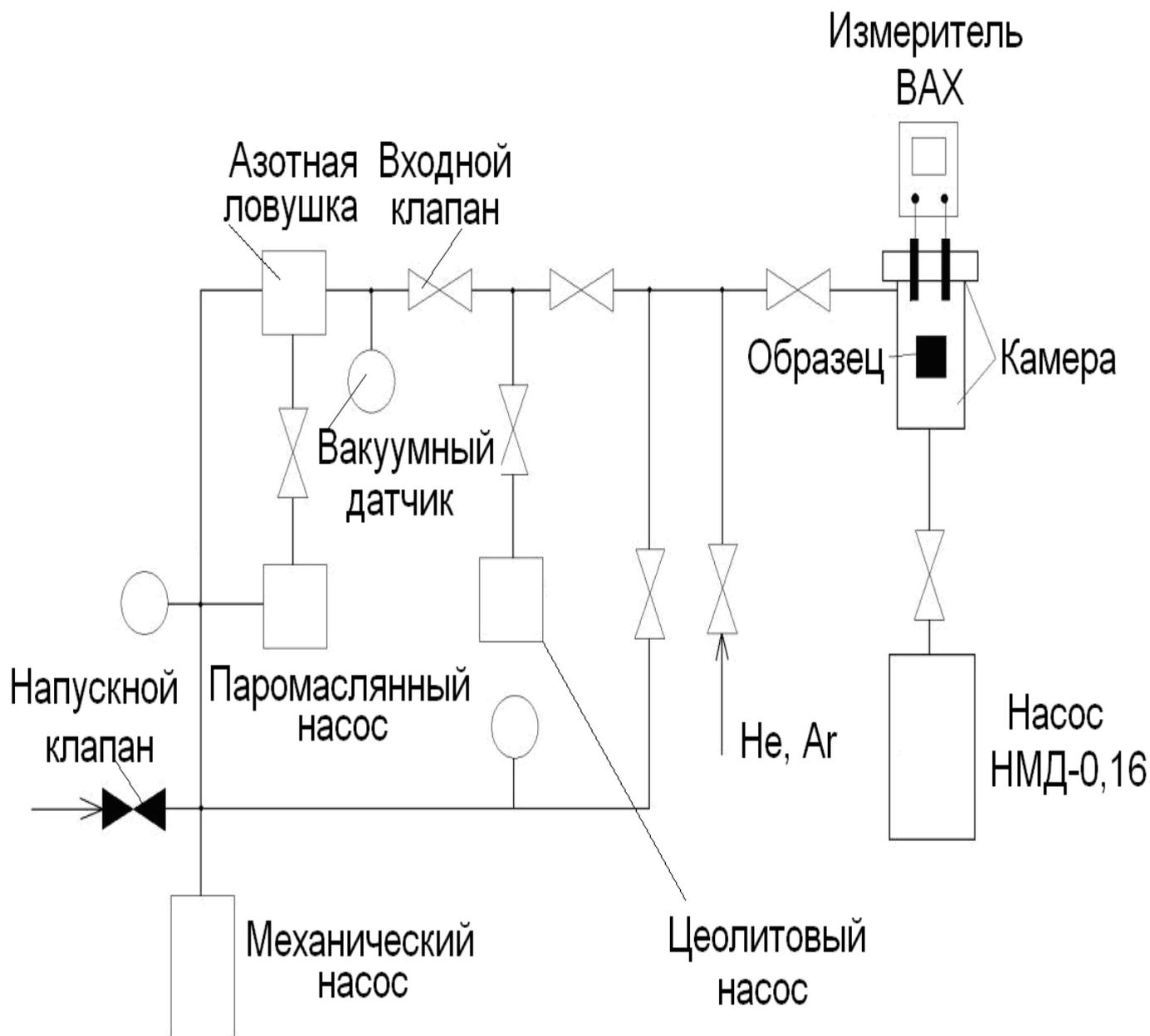


Рисунок 18 – Схема установки для измерения ВАХ

Вакуумная система установки обеспечивала внутри камеры вакуум $\sim 10^{-6}$ Па.

Установка имеет два плоских электрода, где катодом является углеродная пленка, а анодом – металлический электрод, расположенный перпендикулярно катоду. Принцип действия вакуумного диода с катодом на основе углеродной пленки следующий (рисунок 19). Если на катод подается отрицательное напряжение, то из углеродной пленки на анод эмитируются электроны. При приложении положительного напряжения на катод ток через диод не идет.

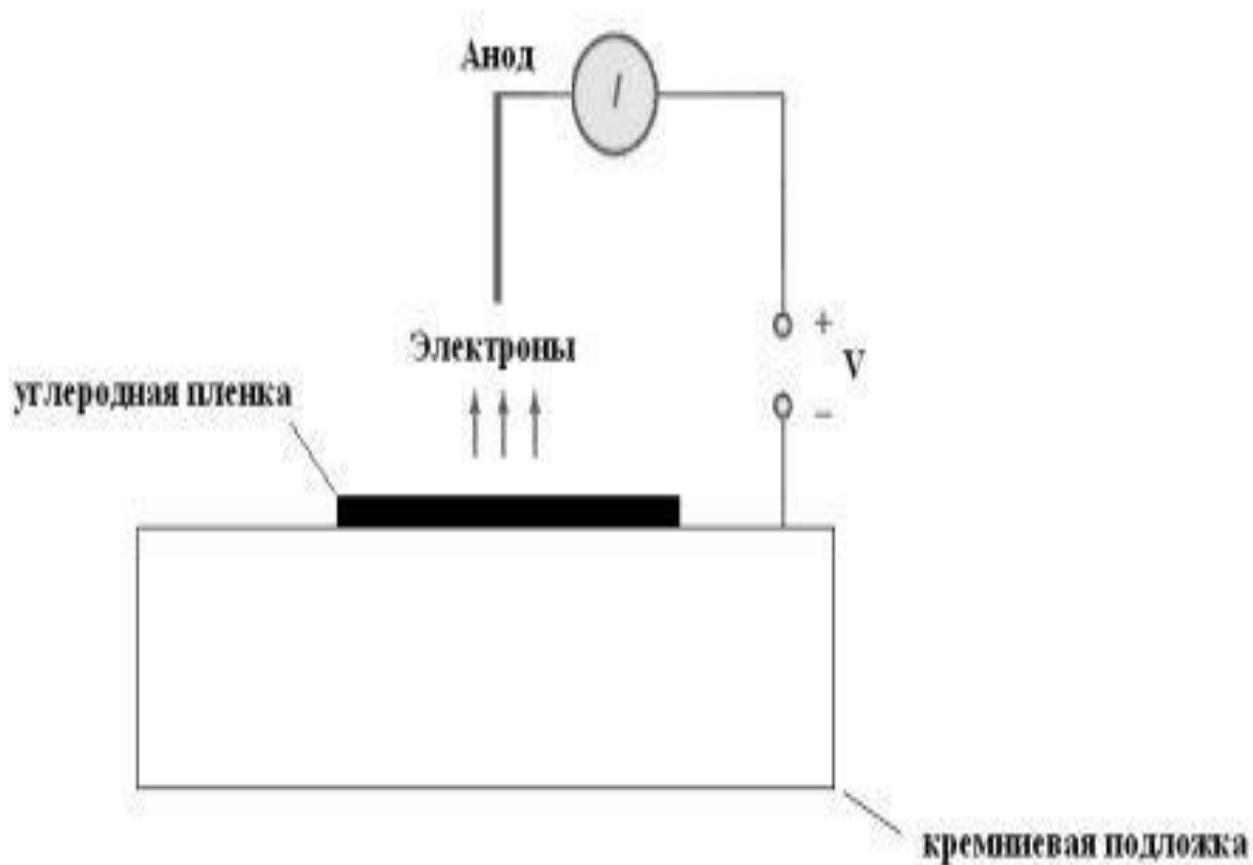


Рисунок 19 – Схема измерения автоэмиссионных токов

В качестве примера на рисунке 20 показана ВАХ диодной структуры с тонкопленочным углеродным эмиттером, изготовленным ФГУП «НИИ Физических проблем им. Ф.В. Лукина». Площадь излучающей поверхности пленки равна $0,8 \text{ мм}^2$, расстояние от анода до катода равно 100 мкм .

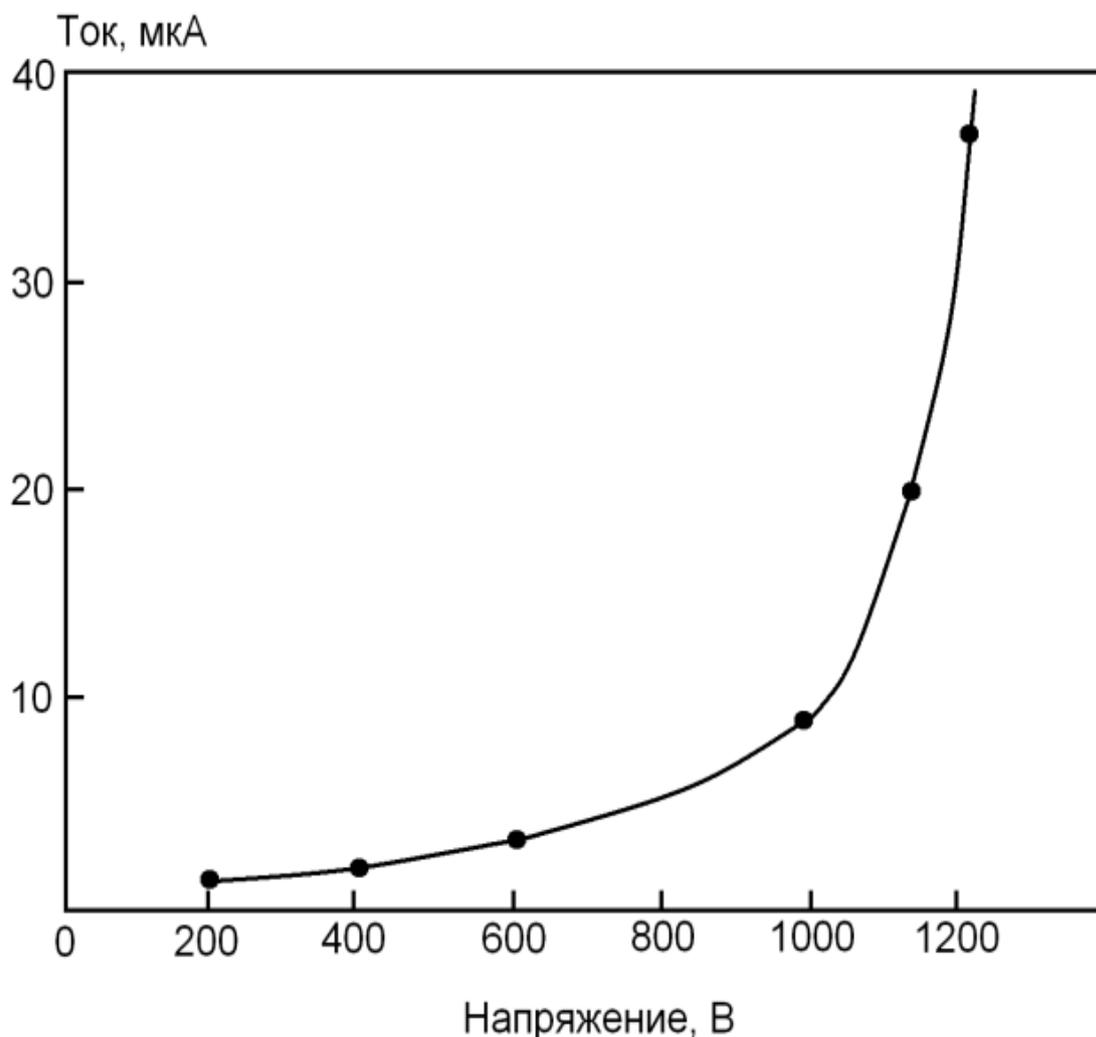


Рисунок 20 – ВАХ диода с тонкопленочным углеродным катодом

Видно, что автоэлектронная эмиссия зависит от напряжения по экспоненциальному закону, т.е. автоэмиссионный ток следует закону Фаулера – Нордгейма.

Также для исследования эмиссионных характеристик тонкопленочных углеродных катодов нами был изготовлен макет катодолюминесцентного источника света, реализованного в виде вакуумной камеры со смотровым окном (рисунок 21). Конструкция катодно-анодного узла, представляла собой диодную лампу с углеродным катодом и составным анодом из никелевой сетки (толщина 15 мкм, геометрическая прозрачность 50%) и люминесцентного экрана из нержавеющей стали или стекла, на который

нанесен люминофор [54]. Катод крепился на сменном механизме, который позволял производить перемещение катода внутри вакуумной камере и фиксировать взаимное расположение катода и анода с точностью до 5 мкм.

Исследования вольт - амперных характеристик (ВАХ) образцов проводились в камере, из которой откачивался воздух до давления 6×10^{-4} Па.

Существенной частью стенда является приспособление (шлюз), позволяющий производить измерение автоэмиссионных токов различных образцов за один цикл откачки.



Рисунок 21 – Макет катодолюминесцентного источника света

2.3. Установка для диагностики тонких пленок методом обратного рассеяния ионов

Эффективным методом диагностики поверхностных слоев твердых тел является метод обратного рассеяния ионов. Описание этого можно найти в работах [69–70]. В методе обратного рассеяния поверхность твердого тела бомбардируют легкими ионами водорода или гелия с энергией, как правило, 0,5 - 2 МэВ, а затем анализируются рассеянные на большие углы частицы по энергиям и импульсам. Метод обратного рассеяния позволяет определить количество примеси и ее пространственное распределение в поверхностном слое твердого тела. Энергия обратно рассеянных частиц зависит от массы рассеивающего центра. Поэтому, если масса примеси тяжелее атомов мишени, энергетические спектры частиц, рассеянных на атомах матрицы и примеси, будут лежать в разных интервалах энергии. При обработке спектров обратного рассеяния с целью получения информации о свойствах поверхностных слоев используют теоретические представления Резерфорда.

Эффект каналирования значительно расширяет возможности метода обратного рассеяния. Если направление падения анализирующего пучка совпадает с одним из основных кристаллографических направлений, то выход обратного рассеяния уменьшится, поскольку каналированная частица не может приблизиться к атомам мишени на расстояние ближе радиуса экранирования.

В то же время, рассеяние на большие углы возможно, если атомы мишени находятся в каналах. Следовательно, из сравнения спектров обратного рассеяния при направлении анализирующего пучка вдоль каналов нарушенного и совершенного кристаллов, можно определить степень нарушения кристаллической решетки в поверхностном слое. В связи с этим метод обратного рассеяния в сочетании с каналированием нашел широкое применение при исследовании пространственного распределения дефектов, кинетики накопления и отжига дефектов в тонких слоях твердых тел. Метод обратного рассеяния в сочетании с каналированием позволяет получать информацию о положении примесных атомов в кристаллической решетке.

Если примесный атом занимает регулярное положение в решетке, недоступное для каналированных частиц, то уменьшение выхода обратного рассеяния наблюдается не только для атомов матрицы, но и для атомов примеси.

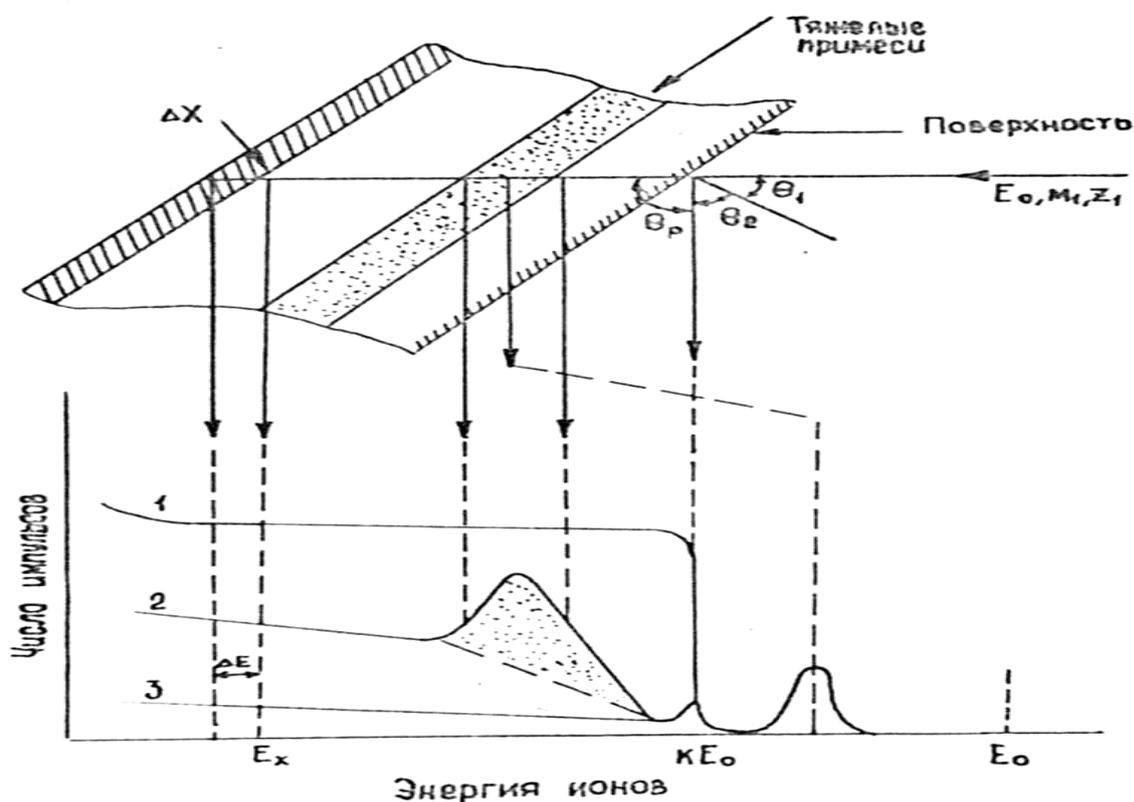


Рисунок 22 – Схематическое изображение обратного рассеяния и типовых спектров:

- 1 – бомбардировка в случайном направлении;
- 2 – бомбардировка вдоль канала имплантированного кристалла;
- 3 – бомбардировка вдоль канала не имплантированного кристалла.

Если же примесные атомы расположены в нерегулярном положении, то уменьшение выхода обратного рассеяния не будет. Для определения местоположения примесных атомов в кристаллических решетках типа алмаза (кремний, германий) достаточно измерить выход обратного рассеяния для направлений 2 и 3 (рисунок 22).

Для исследований методом обратного рассеяния использовался экспериментальный комплекс на базе ускорителя типа Ван-де-Граафа HVЕЕАН-2500 в НИИЯФ МГУ. Ускоритель позволяет успешно проводить исследования структуры субмикронных пленок [70].

Схема ускорителя и внешний вид экспериментальной камеры обратного рассеяния показаны на рисунке 23.

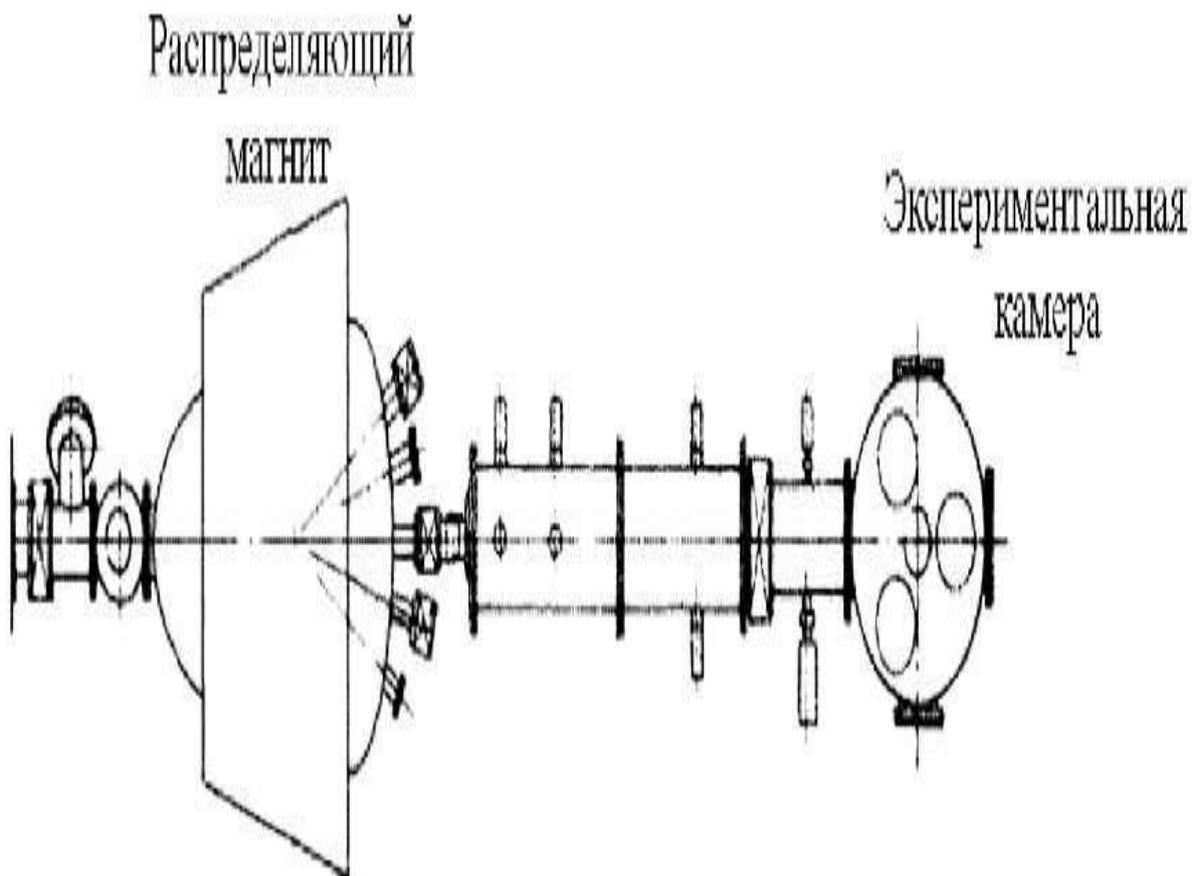


Рисунок 23 – Схема ускорителя обратного рассеяния

Диаметр пучка ионов после поворота в электромагнитном анализаторе и прохождения системы диафрагм составляет 1 мм. Измерение интенсивности анализирующего пучка ионов осуществляется с помощью вращающегося пропеллера из Al, на лопадки которого осаждался слой из Au наноразмерной толщины. Для анализа структурных особенностей покрытий наноразмерной

толщины спектры резерфордовского обратного рассеяния (РОР – спектры) снимались с помощью пучка ионов He^+ частицы. Импульсы с детектора поступают на зарядно-чувствительный усилитель и затем на многоканальный анализатор. Анализ спектров обратного рассеяния осуществляется с помощью программ RUMP и SIMNRA. Откачка камеры рассеяния и ионного тракта производится турбомолекулярным насосом. Исследуемый образец в камере устанавливается на гониометре. Точность выполнения поворотов $\sim 1\%$. Точность установки угла рассеяния составляет $0,5^\circ$. Для юстировки ионного тракта используется стандартный гелий-неоновый лазер.

Для анализа структурных особенностей покрытий наноразмерной толщины РОР – спектры снимались с помощью пучка ионов гелия с энергией 1500-2000 кэВ. Детектор, регистрирующий обратно рассеянные частицы, располагался под углом 160° относительно направления подающего на образец пучка.

2.4. Установка для исследований поверхностных слоев методом РФЭС

Исследования поверхностных слоев проводились с помощью спектрометра K-Alpha фирмы Thermo Scientific в ФГБОУ «Кабардино-Балкарский государственный университет» имени Х.М. Бербекова. Данный прибор обслуживается с помощью программы Advantage.

Схема установки показана на рисунке 24. Камера анализатора имеет три видеокamеры для контроля положения образца. Система откалибрована так, что рентгеновский фокус монохроматора и фокус камер совпадает с большой точностью. С помощью снимка держателя образца можно выбрать любую точку для анализа, задать автофокусировку системы по высоте образца и проводить эксперименты. Установка имеет предварительную камеру (шлюз), из которой образец загружается в камеру анализатора.



Рисунок 24 – Архитектура установки РФЭС-системы K-Alpha

После установления рабочего давления в $2,5 \times 10^{-9}$ мбар система была готова для проведения измерений. Спектроскопические исследования выполнялись при температуре 20°C . Для нейтрализации заряда на поверхности образцов использовалась электронная пушка.

В процессе измерений снимались спектры высокого разрешения элементов.

Выводы к Главе 2

Применение составного катода Ti-C и магнитной сепарации позволило получить непрерывный пучок фильтрованной углеродной плазмы и, таким образом, получить углеродную пленку с гладкой поверхностью.

На высоковакуумной установке, которая включала в себя гелиевый течеискатель СТИ-11, магнитоэридный насос типа НМД-0,16-1 и вакуумную камеру, по диодной схеме выполнены экспериментальные исследования автоэмиссионных свойств углеродных пленок.

Для технологического сопровождения процесса формирования графитоподобных наноструктур в углеродных пленках также был изготовлен макет источника света, реализованного в виде вакуумной камеры со шлюзом и сменным механизмом, который позволял производить перемещение катода внутри камеры с точностью до 5 мкм. Применение шлюза позволило производить измерение автоэмиссионных токов различных образцов за один цикл откачки.

Глава 3. Углеродные наноструктуры и результаты их исследований

3.1. Структурно-фазовый состав углеродных пленок, полученных электродуговым методом.

В последнее время возрос интерес к методам получения субмикронных покрытий из углерода для приборов СВЧ – электроники, автоэмиссионных катодов, плоских дисплеев и т.д.

В данной работе методом электродугового распыления графита в магнитном поле были получены углеродные пленки субмикронной толщины, а также исследован их структурно-фазовый состав.

В качестве подложки использовались пластины алюминия толщиной 2 мм. Осаждение пленок проводилось при температуре не более 80°C и токе дуги 70 А. На образец подавался отрицательный потенциал 150 В. Толщина покрытий (0,2-0,3 мкм) контролировалась с помощью интерференционного микроскопа МИИ-4.

РФЭС исследования поверхностных слоев проводились с помощью установки “К-Alpha”. В качестве источника рентгеновского излучения использовалась $K\alpha_{12}$ -линия алюминия (1486,6 эВ). Вакуум в камере анализатора был равен $4,5 \times 10^{-9}$ мбар.

Обзорные РФЭС спектры углеродных пленок (рисунок 25) и результаты их анализа (таблица 1) показали наличие на поверхности большого количества атомов С, О и незначительное содержание Si, F, Al и N.

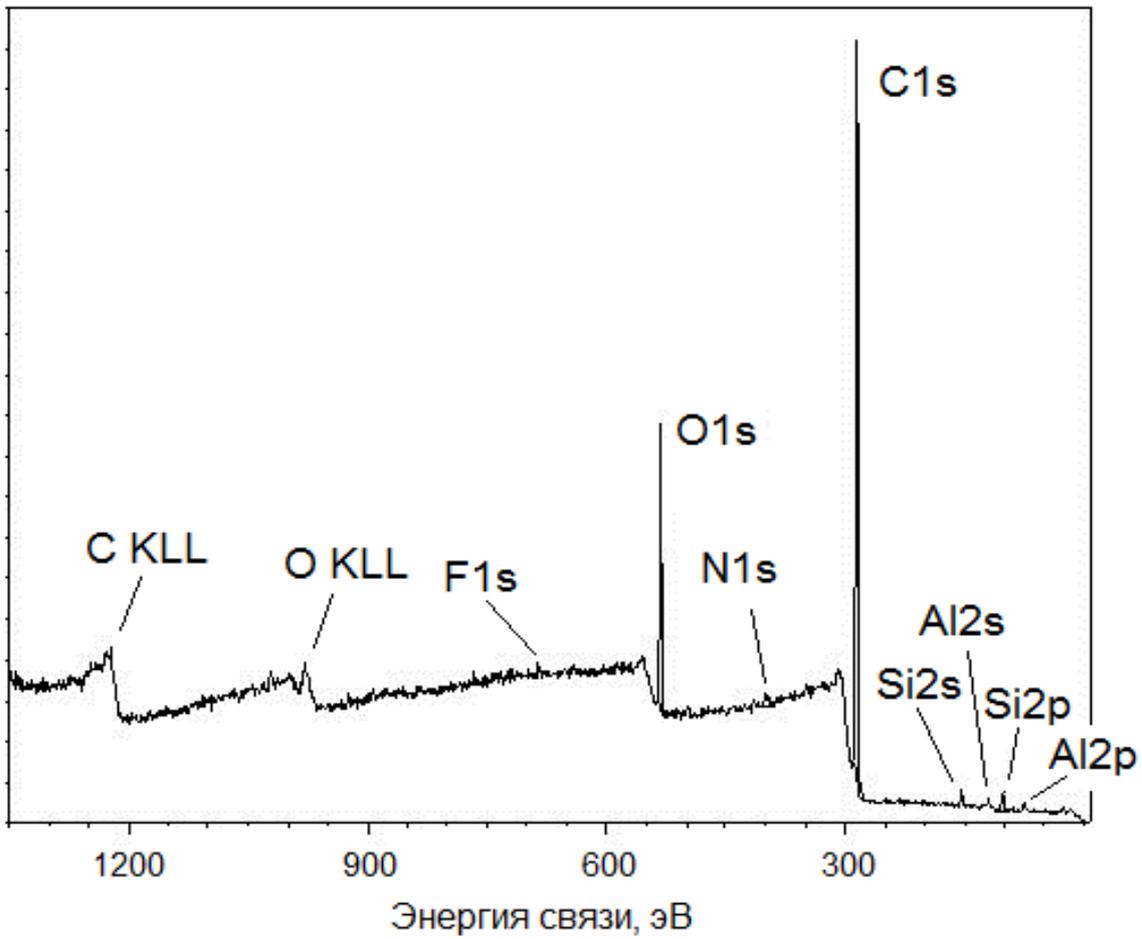


Рисунок 25 – Обзорный РФЭС спектр поверхности исследуемого образца

Таблица 1- Результаты анализа обзорного спектра

Линия	Энергия связи, эВ	Ат. %
C1s	284,94	80,99
O1s	532,16	12,44
Al2p	74,91	3,4
Si2p	102,01	2,43
F1s	685,28	0,74

На рисунке 26 представлены результаты прецизионных исследований уровня C1s углерода, которые показывают, что углеродные пленки являются аморфными.

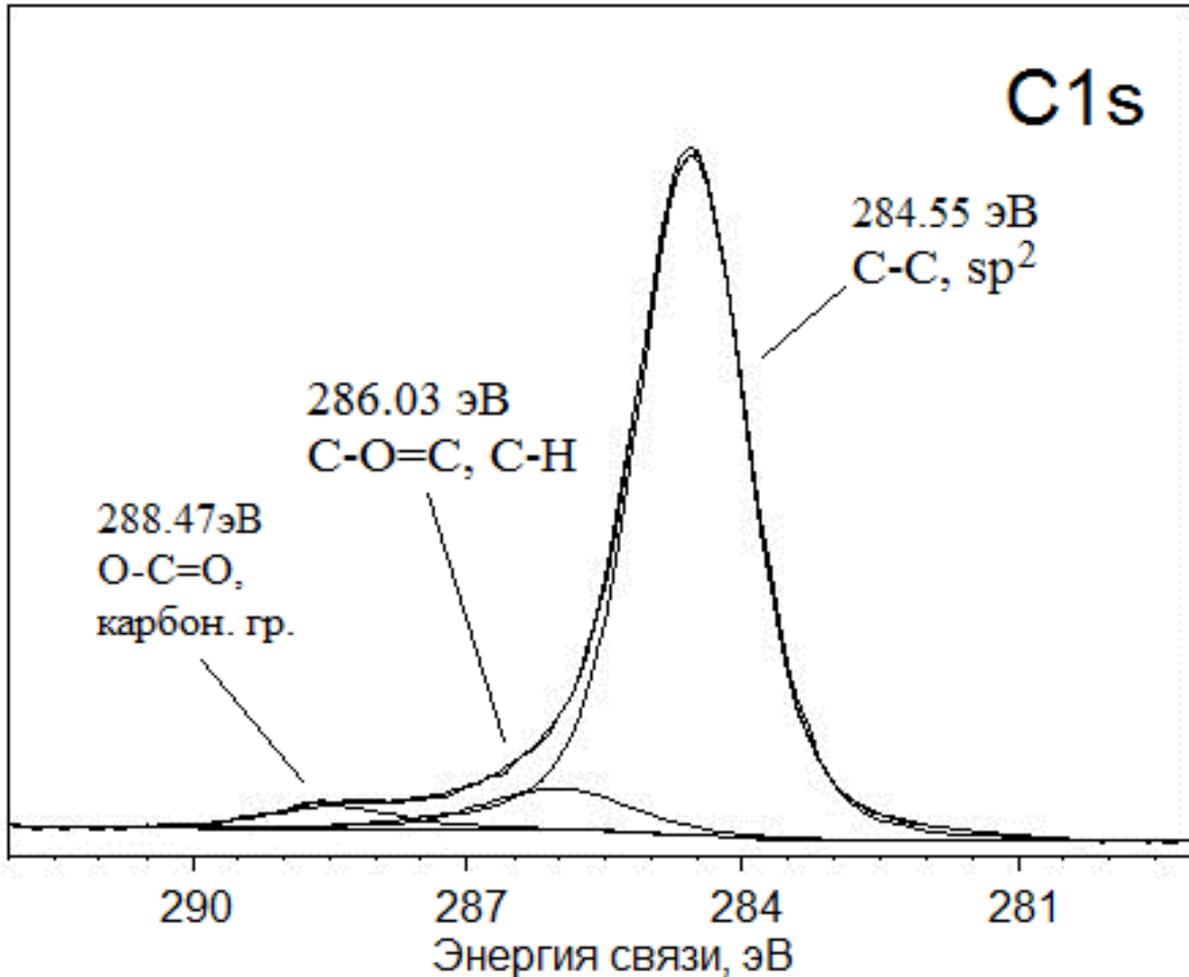


Рисунок 26 – РФЭС спектр 1s-состояний атомов С

Для анализа структуры углеродных пленок, полученных электродуговым методом, применялись дифрактометр D2 PHASER и программа PDWin.

На рисунке 31 показаны результаты сравнительного фазового анализа графитовой вставки, осажденной пленки из С и нанопорошка из углеродных нанотрубок. По методике, описанной в работе [71], можно найти соотношение между фазами пленки. Согласно расчету на основании

экспериментальных данных, содержание графитоподобных нанокластеров в пленке составляет $\sim 4\%$ от массы углеродных фаз.

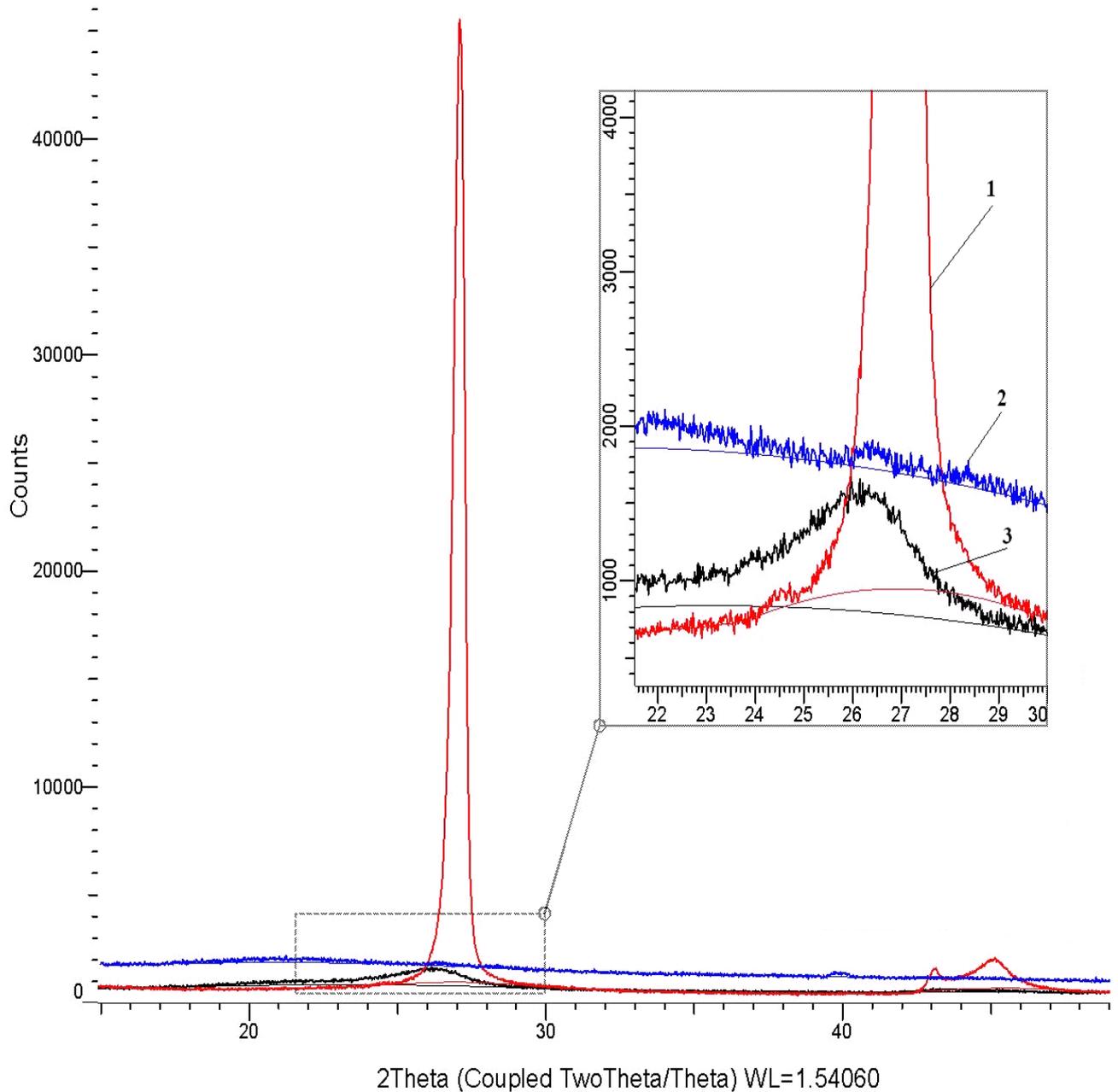


Рисунок 27 – Рентгенограммы образцов графита (1), углеродной пленки (2), нанопорошка УНТ (3)

Нами были измерены автоэмиссионные свойства углеродных пленок с помощью макета катодлюминесцентного источника света.

На рисунке 28,а приведена характерная для автоэлектронной эмиссии экспоненциальная зависимость плотности тока I углеродного катода от

напряженности электрического поля E , которая показывают, что пороговое значение напряженности электрического поля $U_{\text{пор}} \sim 7,5$ В/мкм. На рисунке 28,б показано автоэмиссионное изображение сетки анода.

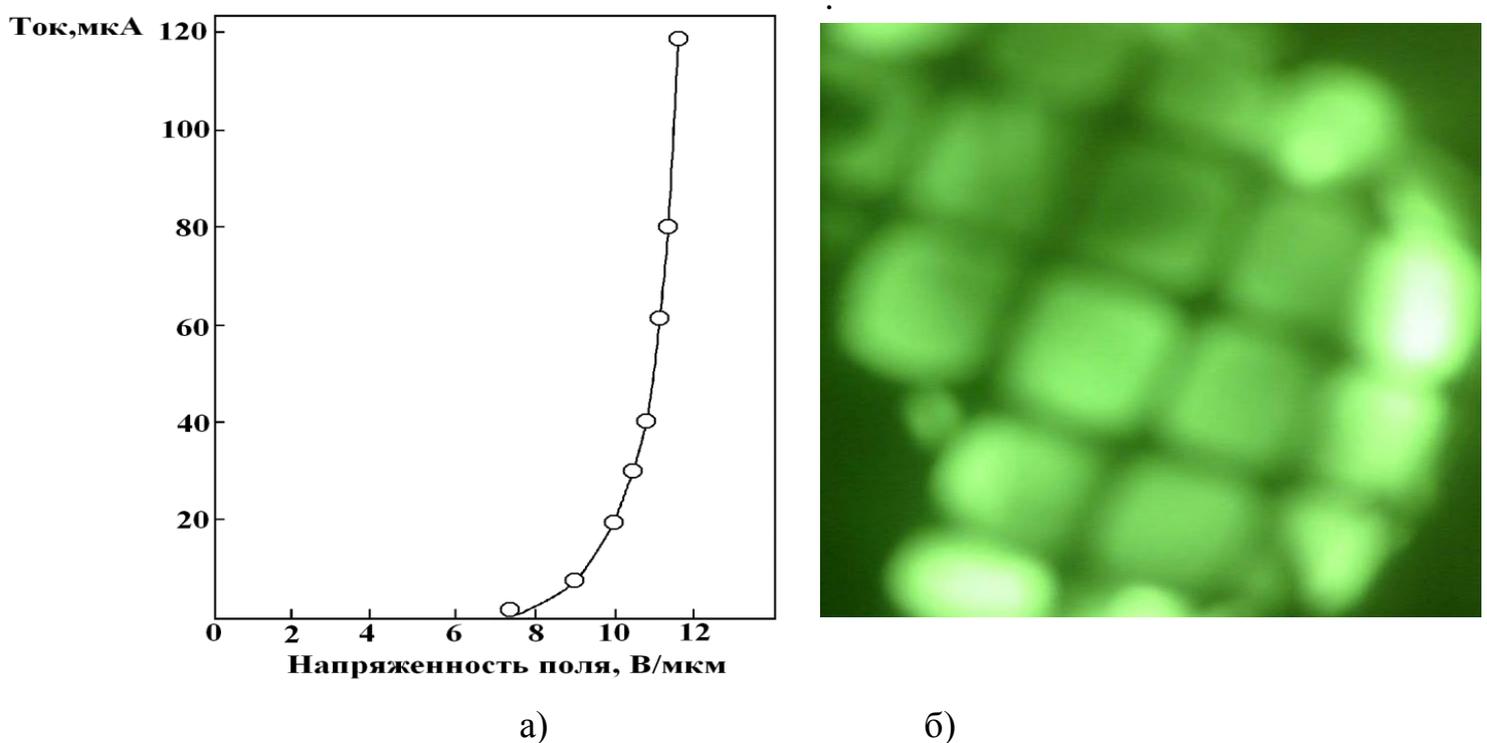


Рисунок 28 – ВАХ диода с углеродным автокатодом (а) и автоэмиссионное изображение сетки анода (б)

3.2. Новый способ формирования графеновых пленок

Для исследования фазовых превращений в аморфных углеродных пленках, возникающих при термическом отжиге, использовались двухслойные структуры C/Ni, полученные на кремниевых подложках, покрытых тонкими слоями SiO_2 и Si_3N_4 [103,104]. Пленки углерода и никеля были получены электродуговым методом при температуре не выше 80°C . Толщины барьерных слоев SiO_2 и Si_3N_4 составляли 0,6 мкм и 0,12 мкм соответственно.

На рисунке 29 показан спектр РОР исходной структуры Si/SiO₂/Si₃N₄/C/Ni. Положение пика углерода свидетельствует о присутствии между слоями нитрида кремния и никеля углеродной пленки, осажденной электродуговым способом. Длина платы ступенчатого сигнала соответствует распределению по глубине в пленке никеля атомов неупорядоченного углерода из остаточной газовой среды, которые образовались в результате разложения паров масла диффузионного насоса.

После отжига произошло частичное перемешивание слоев, о чем свидетельствует изменение формы пиков никеля и углерода (рисунок 30). Так, площадь под углеродным пиком существенно уменьшилась в результате диффузии атомов углерода в пленку никеля.

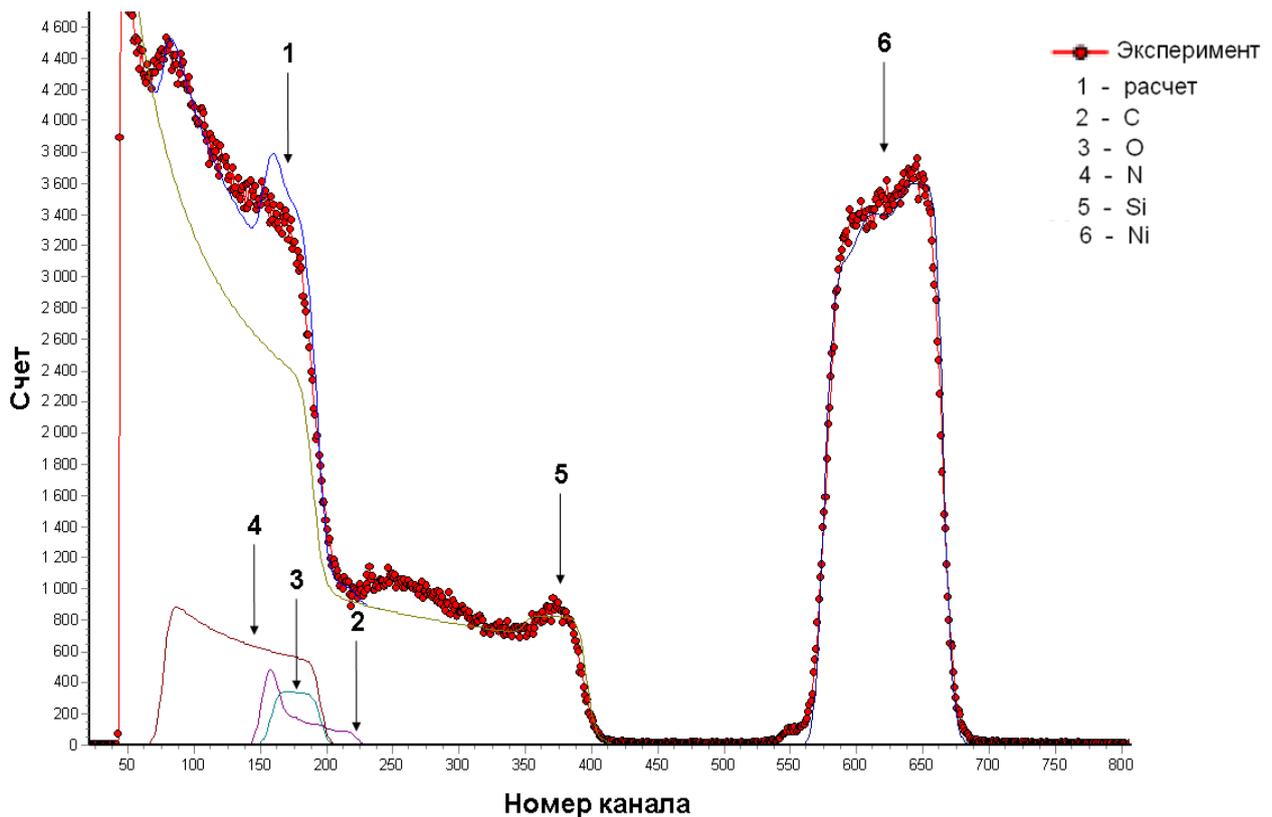


Рисунок 29 – Спектр РОР ионов He⁺, рассеянных от образца Si/SiO₂/Si₃N₄/C/Ni

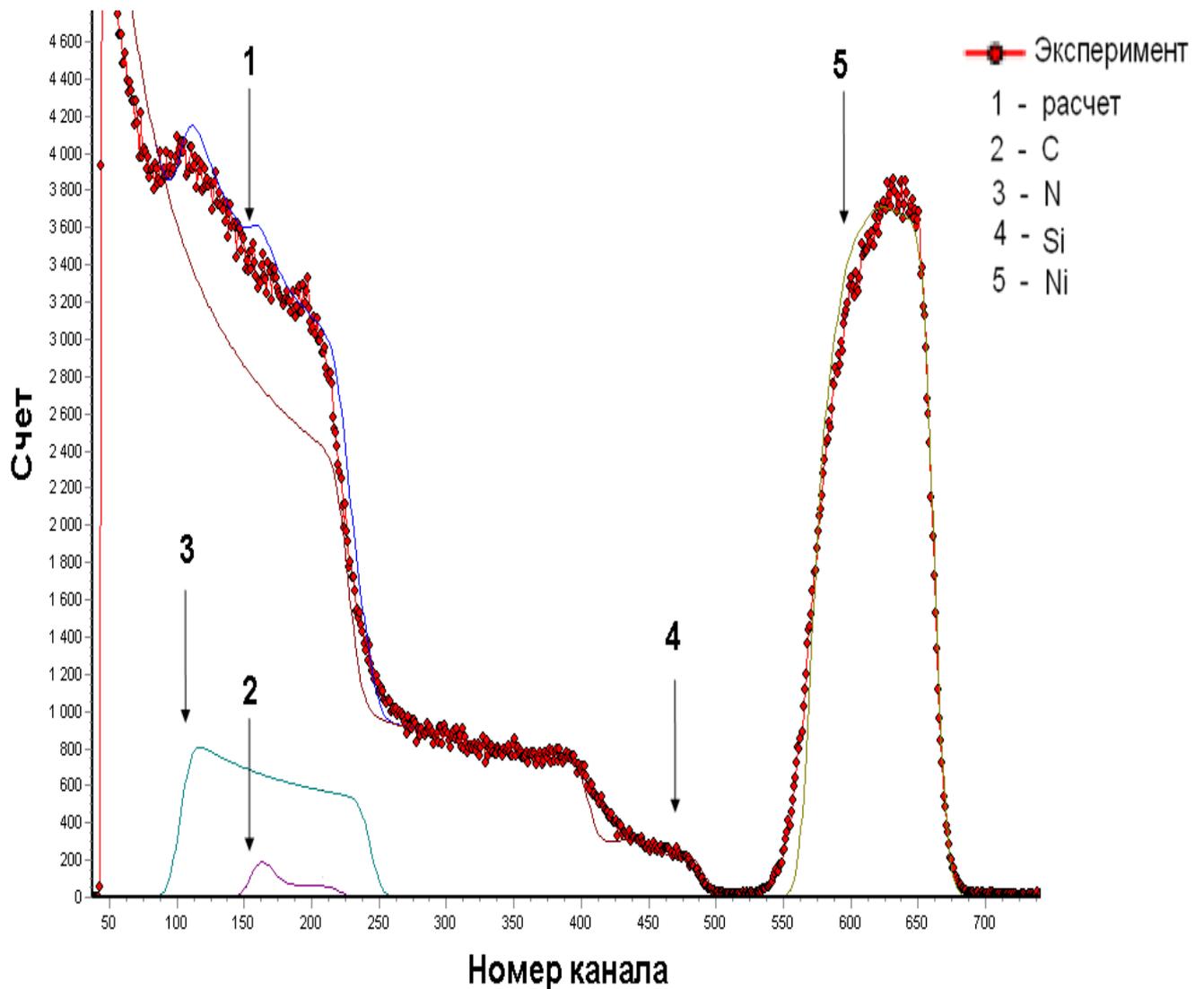


Рисунок 30 – Спектр ROP ионов He^+ , рассеянных от образца $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{C}/\text{Ni}$ после отжига.

Анализ спектров ROP показал, что толщина углеродного слоя между слоями Ni и Si_3N_4 уменьшилась с 53 нм до 9 нм, а толщина слоя никеля увеличилась с 140 нм до 145 нм.

Результаты КРС - исследования образца после отжига (рисунок 31) позволяют предположить, что в процессе отжига происходит синтез графеновой пленки. Спектральные линии D (1350 см^{-1}) и D¹ (2400 см^{-1}), определяют деформации и дефекты в кристаллической структуре. Незначительная интенсивность пиков D и D¹ указывает на хорошее качество графена [75-77,83]

Толщина графенового слоя (~ 9 нм) и отношение амплитуд $G^1/G < 1$ свидетельствует о том, что полученный графен является мультиграфеном [76].

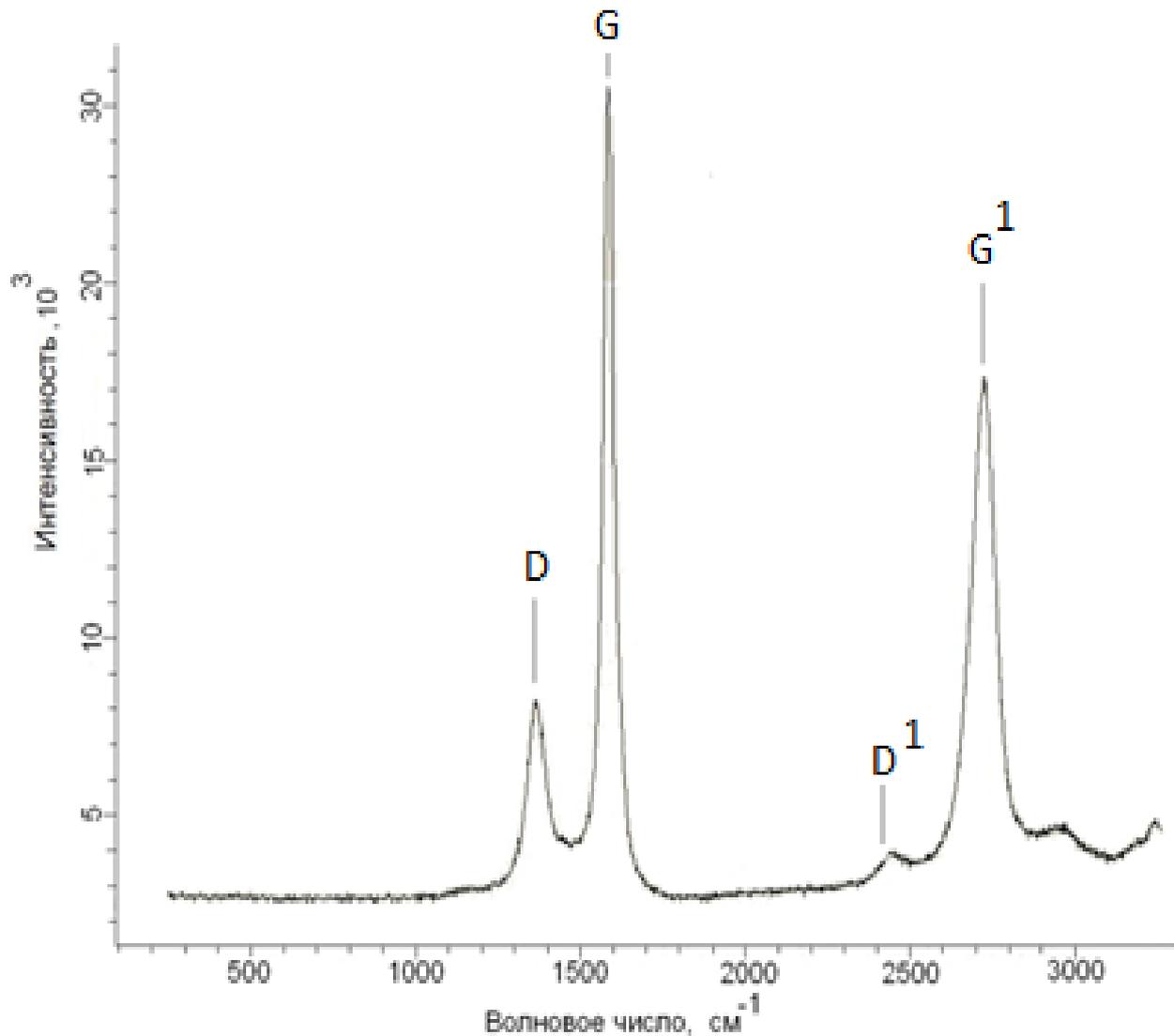


Рисунок 31 – Спектр КРС пленки С после отжига образца $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{C}/\text{Ni}$.

Экспериментальные исследования показали, что никель проявляет не только каталитическое действие, но и является растворителем углерода. В процессе отжига происходит растворение углерода в никеле и, таким образом, уменьшение толщины углеродного слоя на гетерогранице $\text{Ni}/\text{Si}_3\text{N}_4$

вплоть до нескольких нанометров, что стимулирует преобразование аморфной углеродной пленки в стопку из графеновых слоев (рисунок 32).

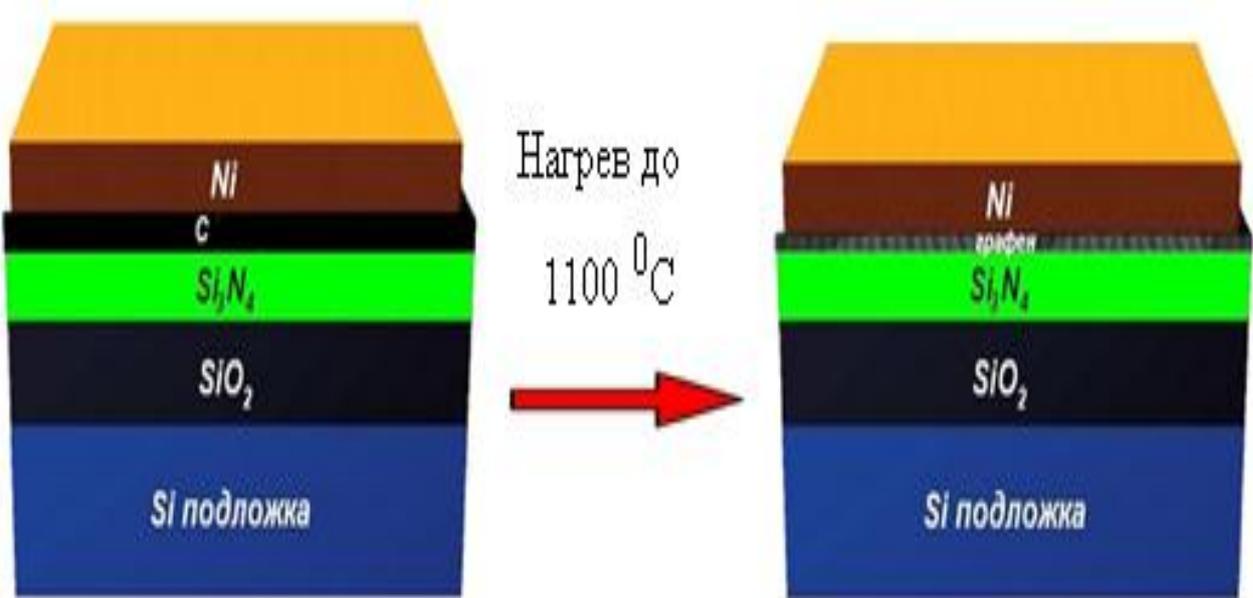


Рисунок 32 – Схема синтеза графена в образце Si/SiO₂/Si₃N₄/C/Ni

Каталитически активной по отношению к превращению углеродной пленки в графен, по-видимому, является поверхность слоя Si₃N₄.

Также в работе исследовано влияние температуры отжига на процесс формирования графена в “обращенных” структурах Si/SiO₂/Si₃N₃/Ni/C, в которых слой аморфной углеродной пленки нанесен поверх никелевой пленки, осажденной на слой Si₃N₄. Анализ спектра (рисунок 33,б) позволяет сделать вывод, что термическая обработка этих структур при температуре 1100° C происходит формирование графеновой пленки, а при температуре 800° C – нет (рисунок 33,а). В спектре 33,б присутствует интенсивный пик D, указывающий на то, что графен содержит большое количество дефектов и плохо упорядочен. Однако соотношение $G^1/G > 1$ указывает на перспективность использования “обращенных” структур Si/SiO₂/Si₃N₃/Ni/C для изготовления однослойных пленок графена.

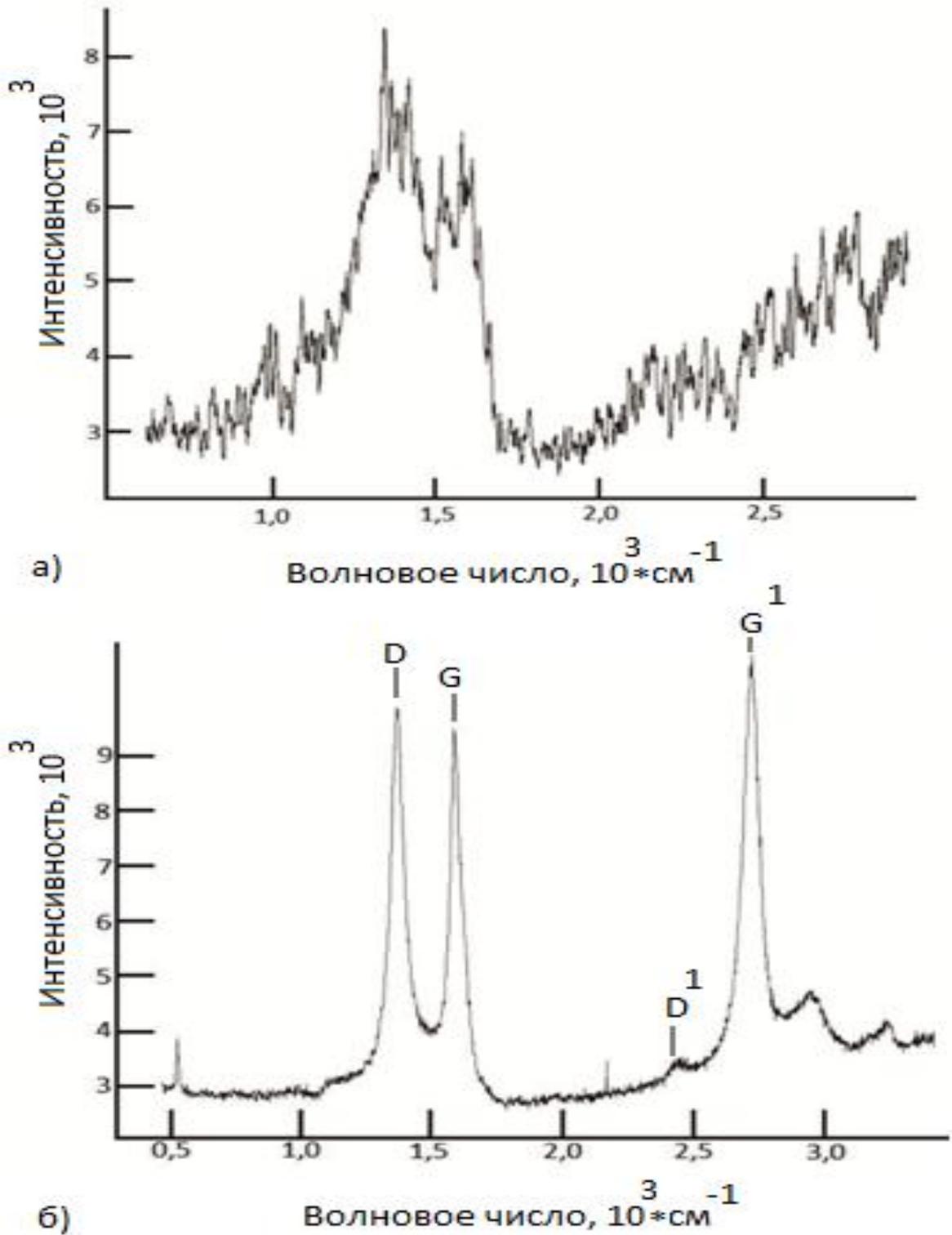
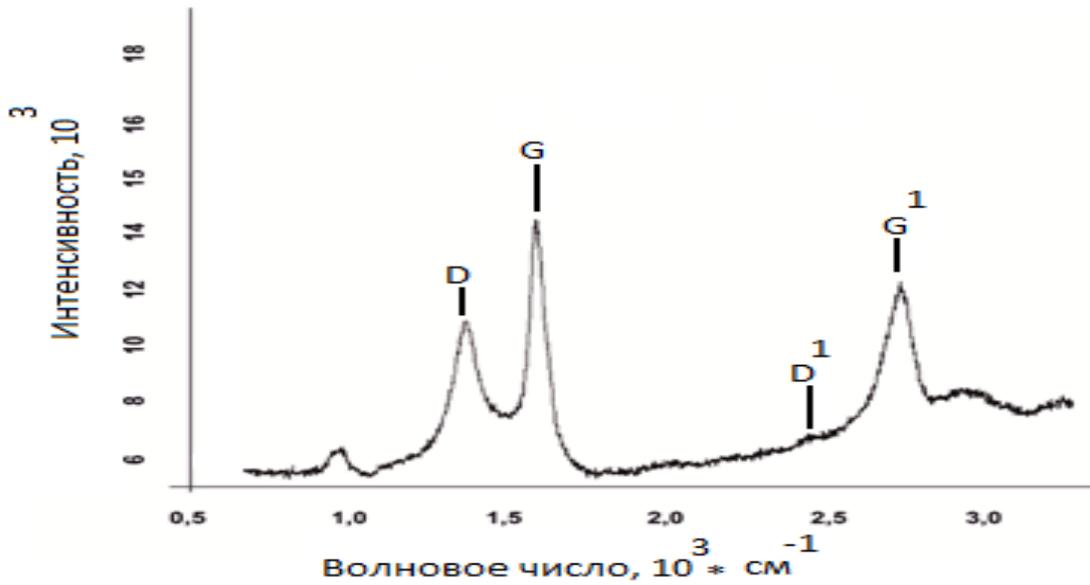


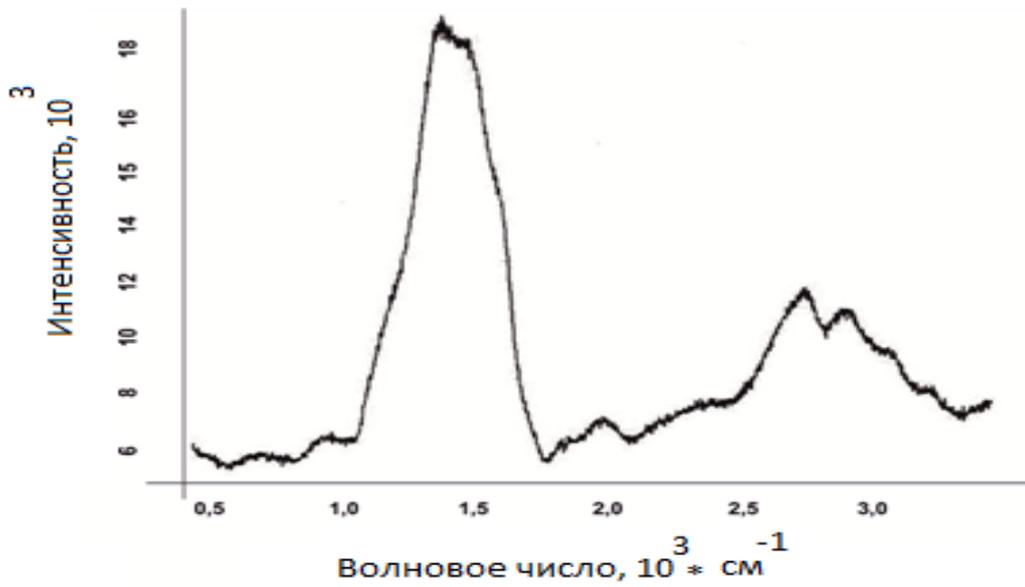
Рисунок 33 – Спектры КРС пленки С после отжига образца Si/SiO₂/Si₃N₃/Ni/C, при 800° С (а) и 1100° С (б).

Качество графеновой пленки зависит и от соотношения толщин пленок никеля и углерода. Так, спектр КРС “обращенной” структуры

Si/SiO₂/Si₃N₄/Ni/C имеет более ярко выраженные G¹-и G-пики при большей толщине слоя никеля (рисунок 34).



а)



б)

Рисунок 34 – Спектры КРС пленки образца Si/SiO₂/Si₃N₄/Ni/C с толщиной слоя Ni 200 нм (а) и 60нм (б)

На рисунках 35, 36 приведены РЭМ изображение и РМА спектр исходной “обращенной” структуры $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ni}/\text{C}$, свидетельствующие о аморфной структуре углеродной пленки и присутствии в поверхностном слое атомов C, Ni, Si..

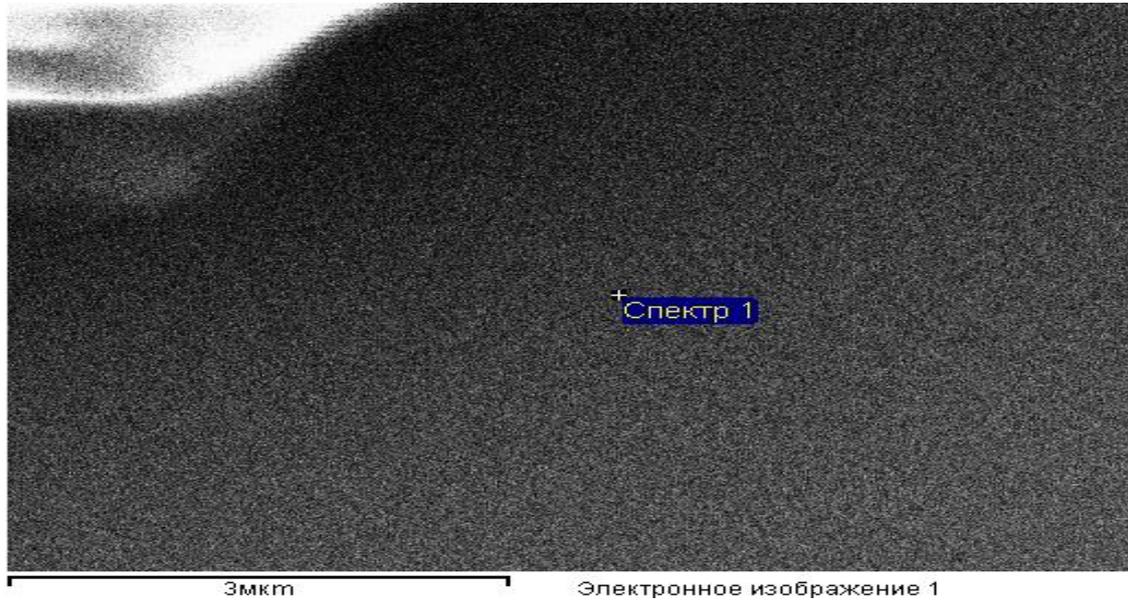


Рисунок 35 – РЭМ изображение исходного образца $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_3/\text{Ni}/\text{C}$.

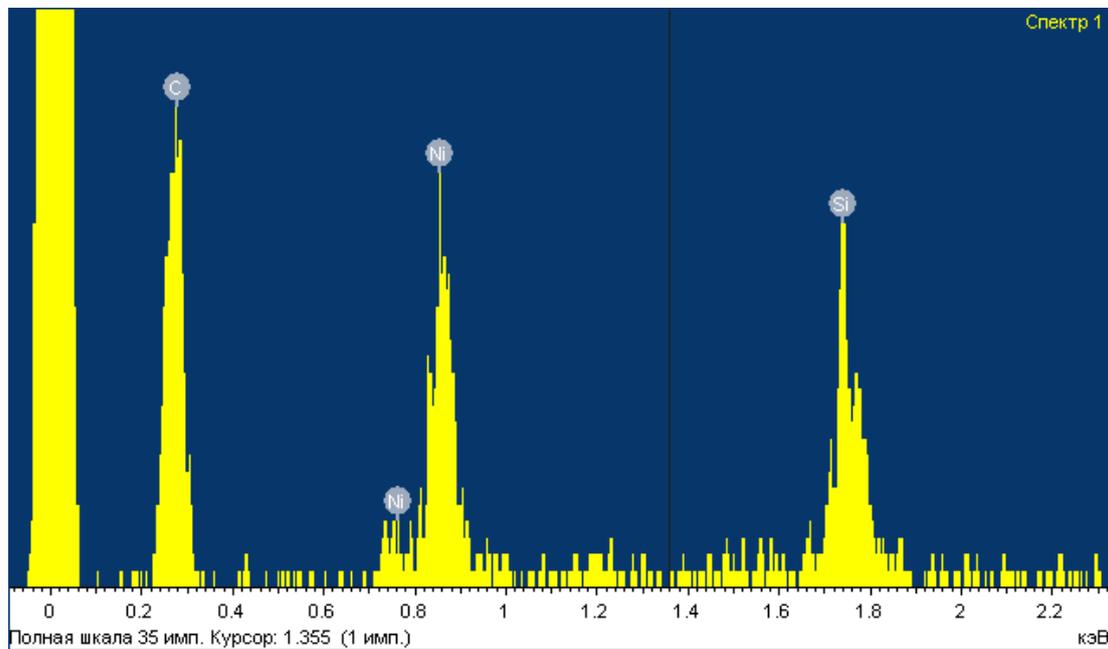


Рисунок 36 – Спектр РМА исходного образца $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_3/\text{Ni}/\text{C}$.

Анализ РЭМ изображения (рисунки 37,38) поверхности гетероструктуры, обработанной при температуре 1100°C, и ее РМА спектра (рисунок 39), свидетельствуют о значительных изменениях структуры пленки.

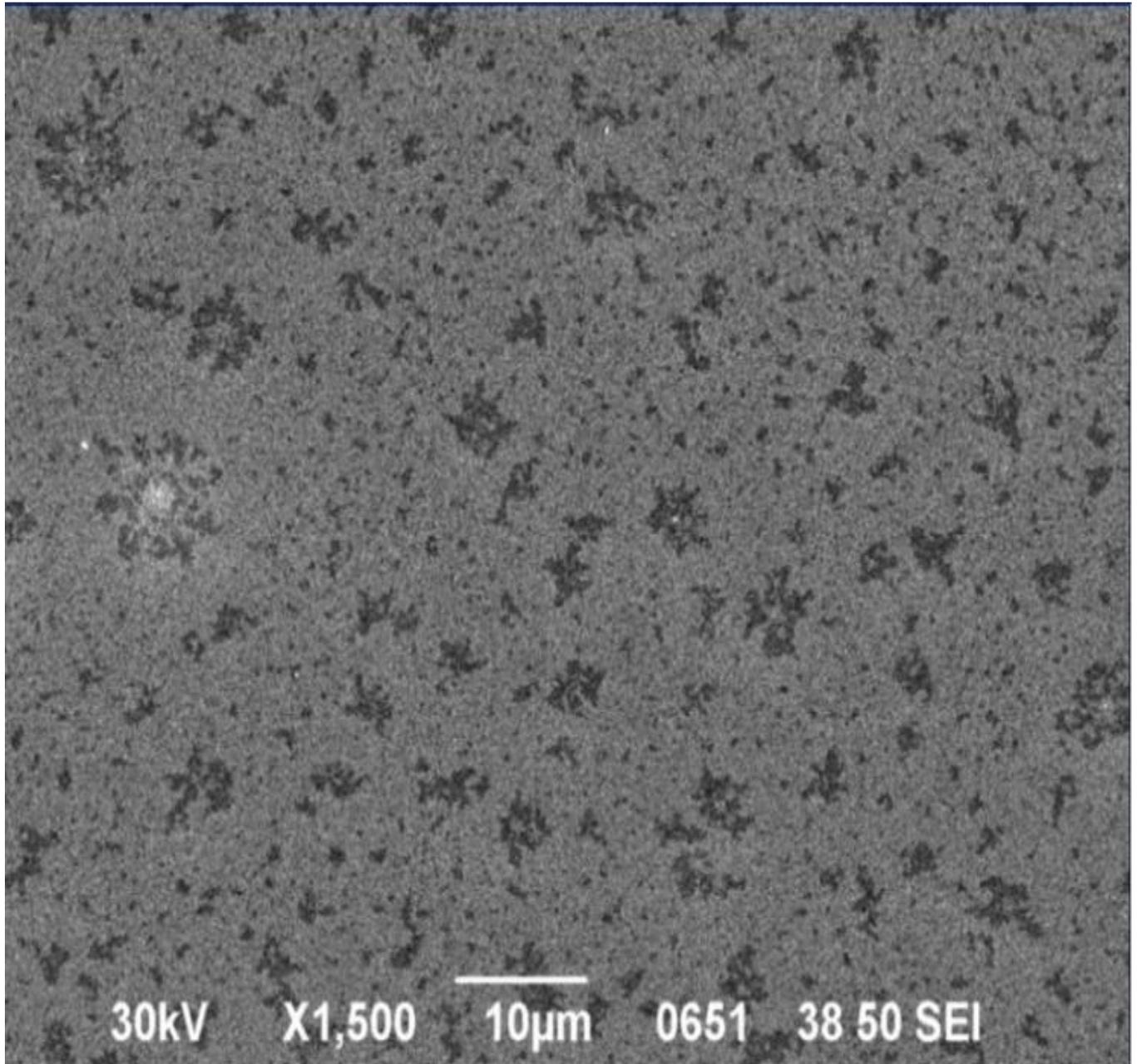


Рисунок 37 – РЭМ изображение образца Si/SiO₂/Si₃N₃/Ni/C, термически обработанного при ~ 1100°C.

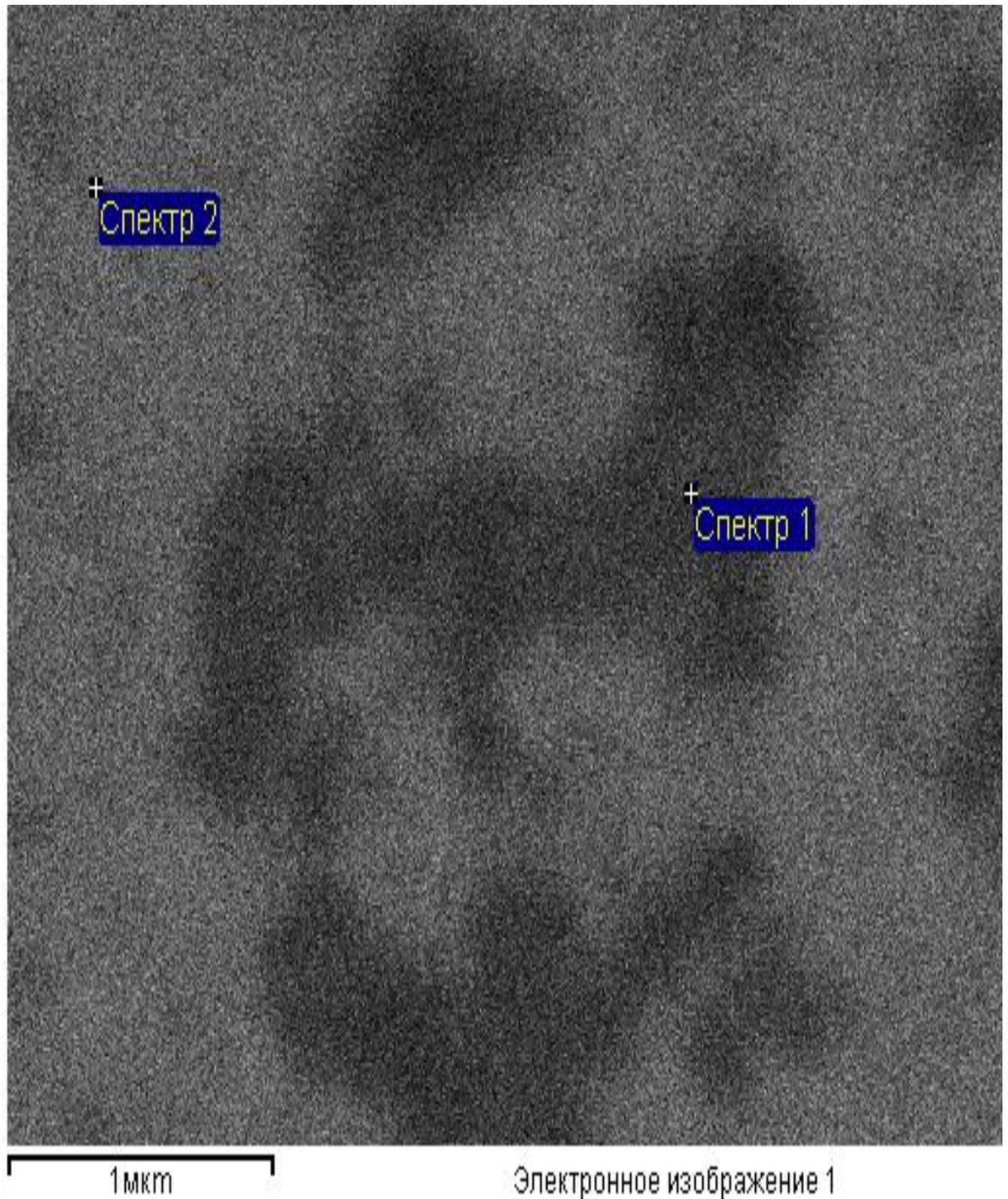


Рисунок 38 – Фрагмент РЭМ изображение поверхности образца $\text{Si/SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_3/\text{Ni/C}$, обработанного при $\sim 1100^\circ\text{C}$.

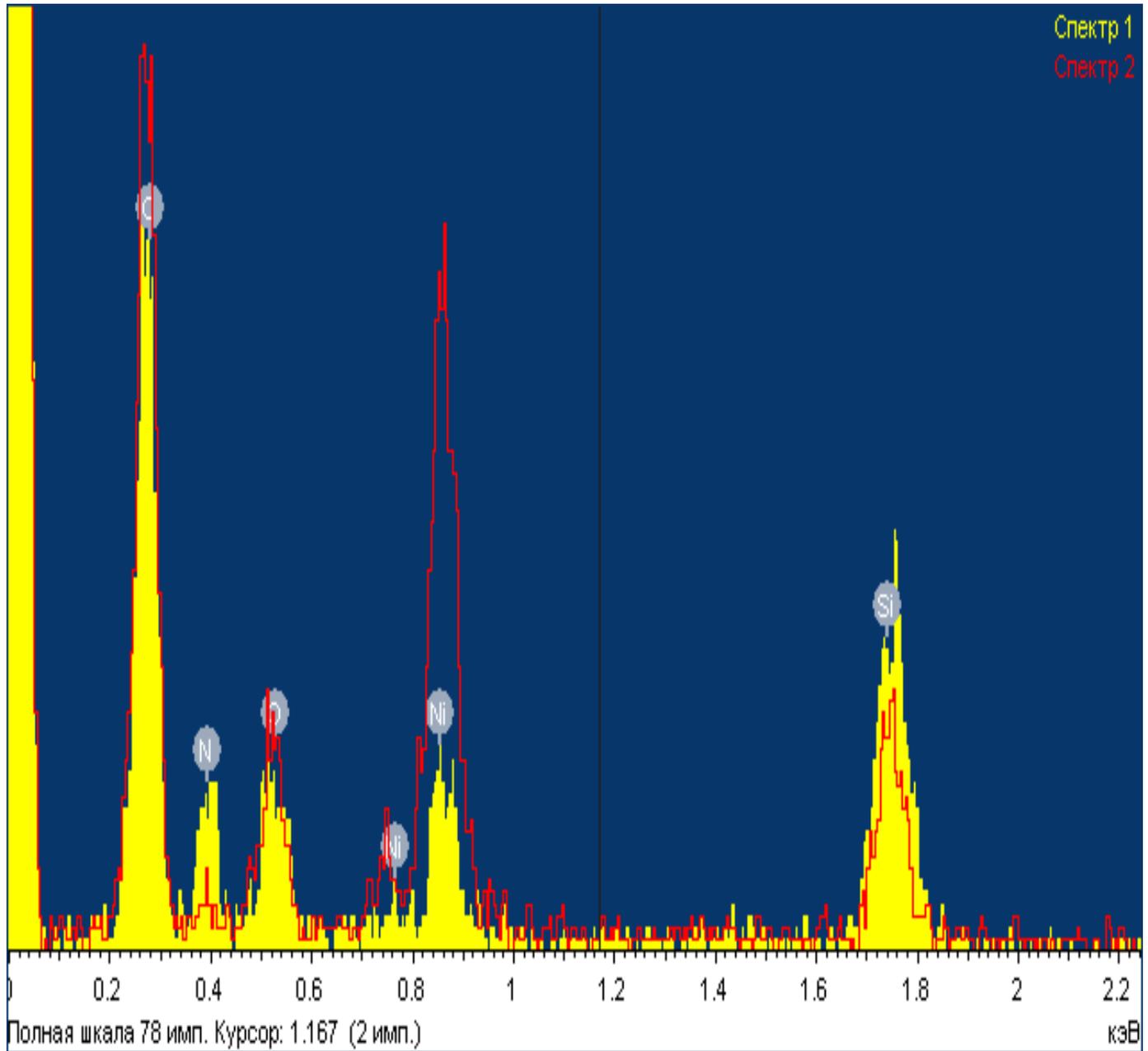


Рисунок 39 – Спектр РМА образца $\text{Si/SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_3/\text{Ni/C}$ после отжига при $\sim 1100^\circ\text{C}$

3.3. Синтез графитоподобных частиц в аморфных углеродных пленках, полученных электродуговым методом

В настоящее время существует большое количество публикаций о методах получения УНТ, необходимых для создания автоэмиссионных

катодов. Уникальные автоэмиссионные свойства УНТ связаны с фактором топографического усиления электрического поля на вершинах нанотрубок. Одной из причин, ограничивающих широкое применение автоэмиссионных катодов, является небольшой срок службы катодов благодаря незначительному сцеплению УНТ с подложкой. В результате этого наблюдается недостаточный электрический контакт нанотрубки с подложкой, что вызывает деградацию катода из-за разогрева наноразмерных эмиттеров Джоулевым теплом [78].

В работе [79] показано, что углеродные наноструктуры, состоящие из линейных цепочек sp^1 – фазы углерода с низкой работой выхода электронов являются эффективными эмиттерами. Это позволяет сделать предположение, что формирование графитоподобных наноструктур с низкой работой выхода в слое аморфного углерода позволит получить прочное сцепление эмиссионных центров с углеродной матрицей и увеличить срок службы автоэмиссионных катодов.

Одним из основных способов синтеза графитоподобных наноструктур является распыление графитового катода в дуговом разряде в присутствии металлических катализаторов (Co, Fe, Ni и т.д.) [80]. Особый интерес представляют результаты исследования влияния термического отжига на свойства углеродных пленок, осажденных на никелевых электродах [81].

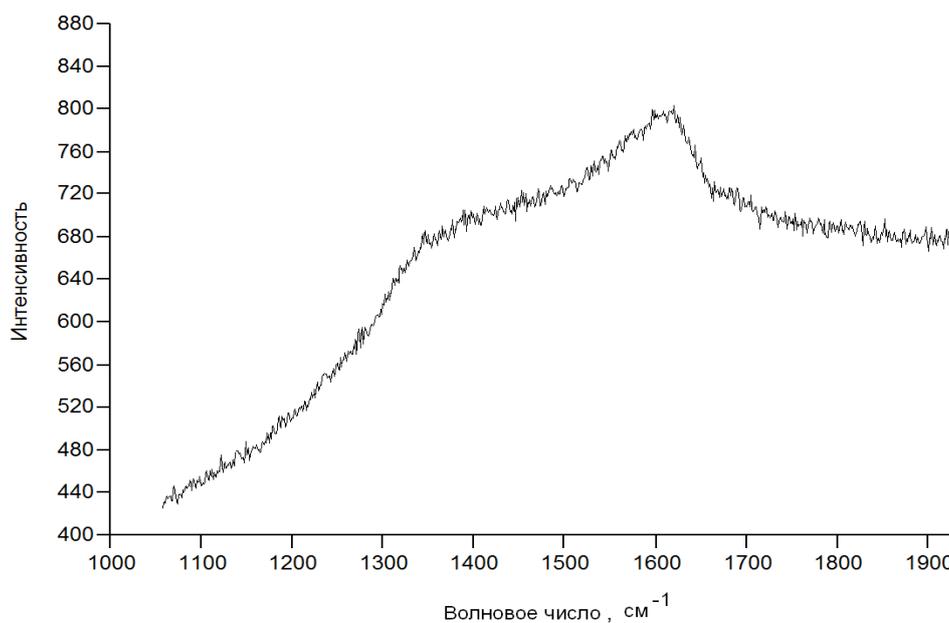
В настоящей работе методами КРС и РОР исследовано влияние термического отжига структуры Si/TiN/C/Ni (рисунок 40) на процесс зарождения графитоподобных наноструктур в аморфной углеродной пленке. Для улучшения адгезии углеродной пленки на поверхность пластины из монокристаллического кремния Si (КЭФ-4,5) электродуговым способом осаждался буферный слой нитрида титана толщиной 17 нм с крайне низким значением коэффициента диффузии атомов С. Затем на пленку TiN электродуговым способом были нанесены углеродная пленка и никелевая пленка толщиной 96 нм и 9 нм соответственно.



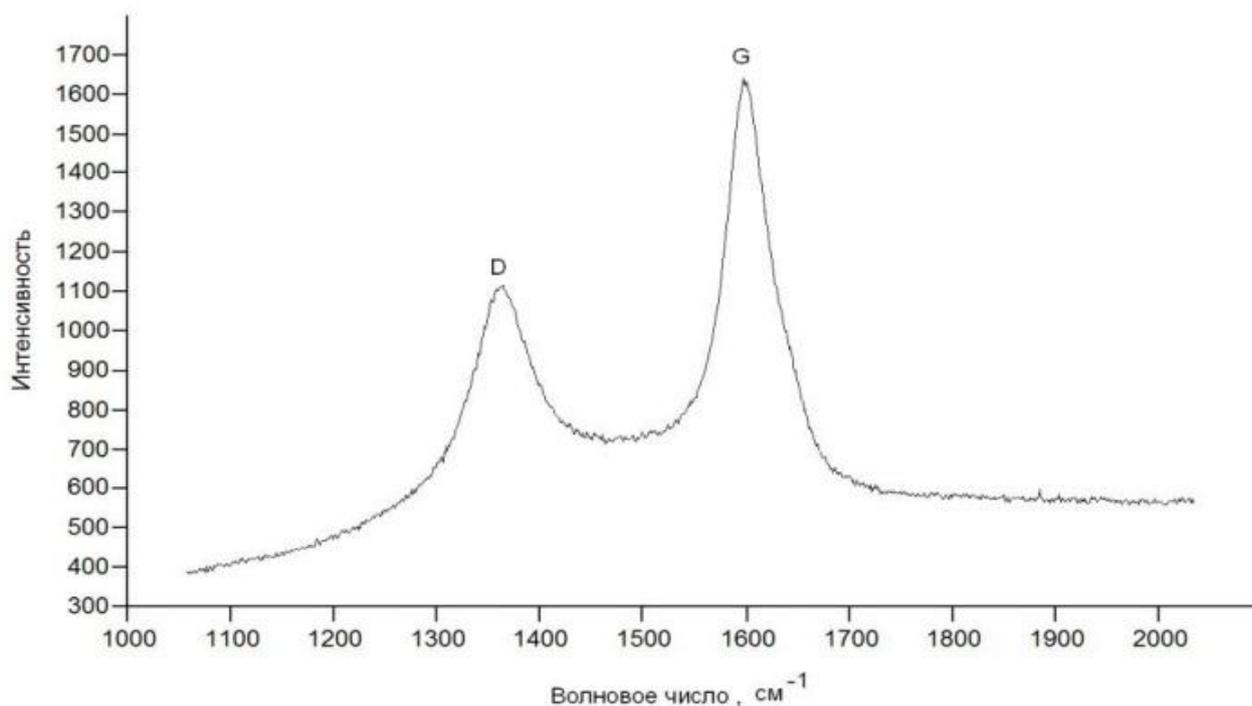
Рисунок 40 – Схема структуры Si/TiN/C/Ni

Температура образцов в процессе напыления не превышала 80°C .

Спектры КРС углеродной пленки структуры Si/TiN/C/Ni приведены на рисунке 41. Видно, что в спектре КРС исходного образца Si/TiN/C/Ni в области значений волновых чисел $1300\text{-}1700\text{cm}^{-1}$ наблюдается широкий асимметричный пик, соответствующий аморфному углероду (рисунок 41,а). [82]. После термического отжига структуры при температуре 1100°C в течение 1ч. в спектре появляются два пика (рисунок 41,б), характерные для графитовой структуры (D-и G-пики).



а)



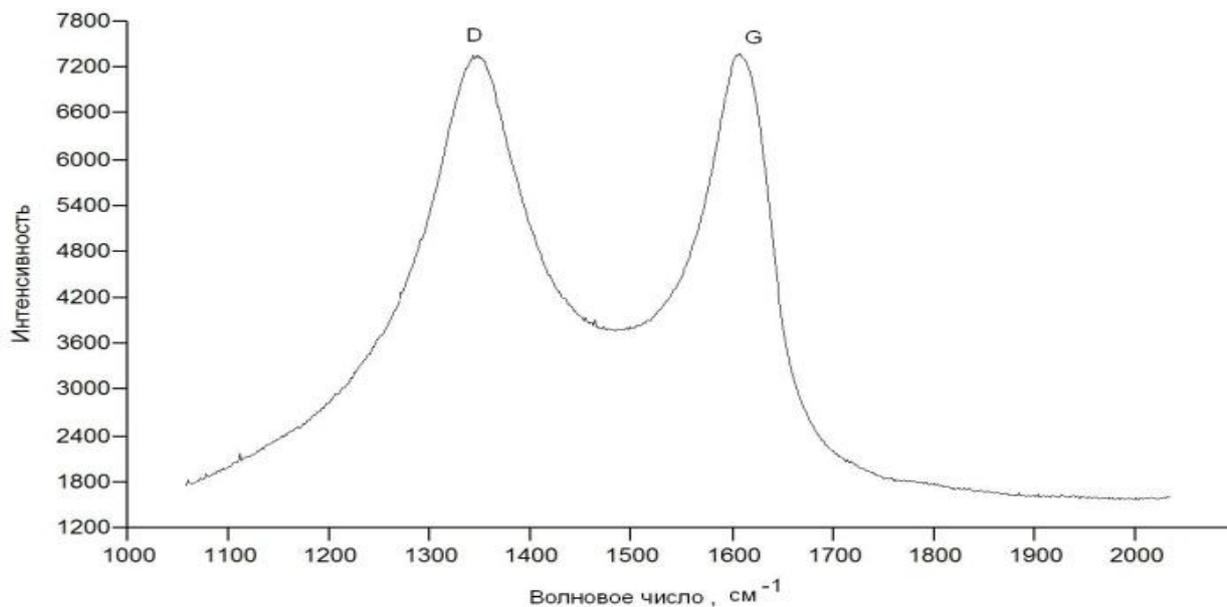
б)

Рисунок 41 – Спектр КРС пленки С структуры Si/TiN/C/Ni (образец № 1) до (а) и после (б) отжига

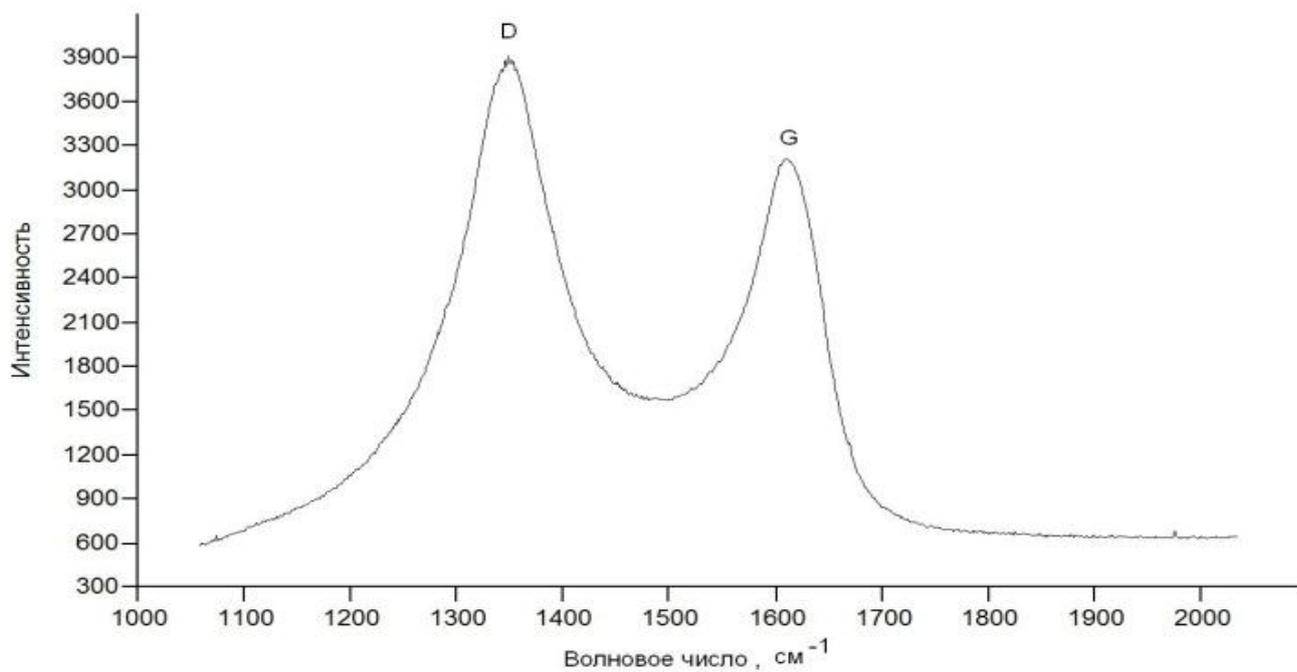
G-пик (пик графита), обусловленный колебаниями системы sp^2 -углеродных связей, локализован в области 1580 см^{-1} . D-пик (пик поликристаллического графита), указывающий на присутствие sp^3 -гибридизаций, локализован в окрестности 1350 см^{-1} . Появление в спектре D-пика после отжига можно объяснить образованием в пленке графитоподобных наноструктур. Определив из спектра КРС отношение амплитуд D-и G-пигов (I_D/I_G) и приняв во внимание литературные данные о зависимости отношения I_D/I_G от размеров нанокристаллов, можно оценить линейный размер наноструктур (7 нм) [82].

Нанесение пленок с помощью электродугового испарителя имеет ряд преимуществ. Наиболее существенным из них является возможность в процессе напыления использовать дугу для непосредственного нагрева неподвижной подложки в вакууме до очень высокой температуры. В зависимости от расстояния между катодом и подложкой можно разогреть

подложку до температуры порядка 500-3500° С. Остальные части вакуумной камеры при этом не испытывают существенного нагрева. На рисунке 42,а показан спектр КРС углеродной пленки после электродугового осаждения никеля на неподвижную структуру Si/TiN/C.



а)



б)

Рисунок 42 – Спектр КРС пленки С структуры Si/TiN/C/Ni до (а) и после (б) отжига

Видно, что спектр КРС углеродной пленки полученной структуры имеет D-и G-пики практически равной амплитуды. Полуширина D-и G-пигов равна 160см^{-1} и 100см^{-1} соответственно. Эти величины характерны для пленок с графитоподобными наноструктурами.

Из полученных данных следует, что осаждение никеля на неподвижную аморфную углеродную пленку, нагреваемую дугой, позволяет синтезировать графитоподобные наноструктуры в пленке в процессе, а не после осаждения, что является большим преимуществом такого способа.

Последующий отжиг образца при температуре 1100°C в течение 0,5 ч приводит к изменениям спектральных свойств углеродной пленки (рисунок 42,б). Так, наблюдается увеличение амплитуды и уменьшение полуширины пика D, что свидетельствует об увеличении количества и совершенствовании структуры графитоподобных наноструктур. Изменение отношения (I_D/I_G) после отжига связано с изменением размеров наноструктур от 3нм до 2нм.

Анализ представленных выше данных позволяет нам предложить возможный технологический маршрут изготовления кремниевых полевых эмиттеров с защитным покрытием на основе графена (рисунок 43).

Для формирования кремниевых микроострий предполагается использование методов планарной технологии [52]. Осаждение пленок осуществляется в вакууме. Первоначально осаждается барьерная пленка нитрида титана, а затем углеродная и каталитическая (никелевая) пленки. После термического отжига при температуре 1100°C в течение 30 минут и селективного травления никеля образуется кремниевый полевой эмиттер с защитной углеродной пленки на основе графена. Защитная пленка графена позволит предотвратить необратимое разрушение микроострий при значительном эмиссионном токе и позволит существенно повысить срок службы автоэмиссионного катода.

Одной из вариаций этой технологии может быть изменение порядка расположения исходных каталитических и углеродных слоев.

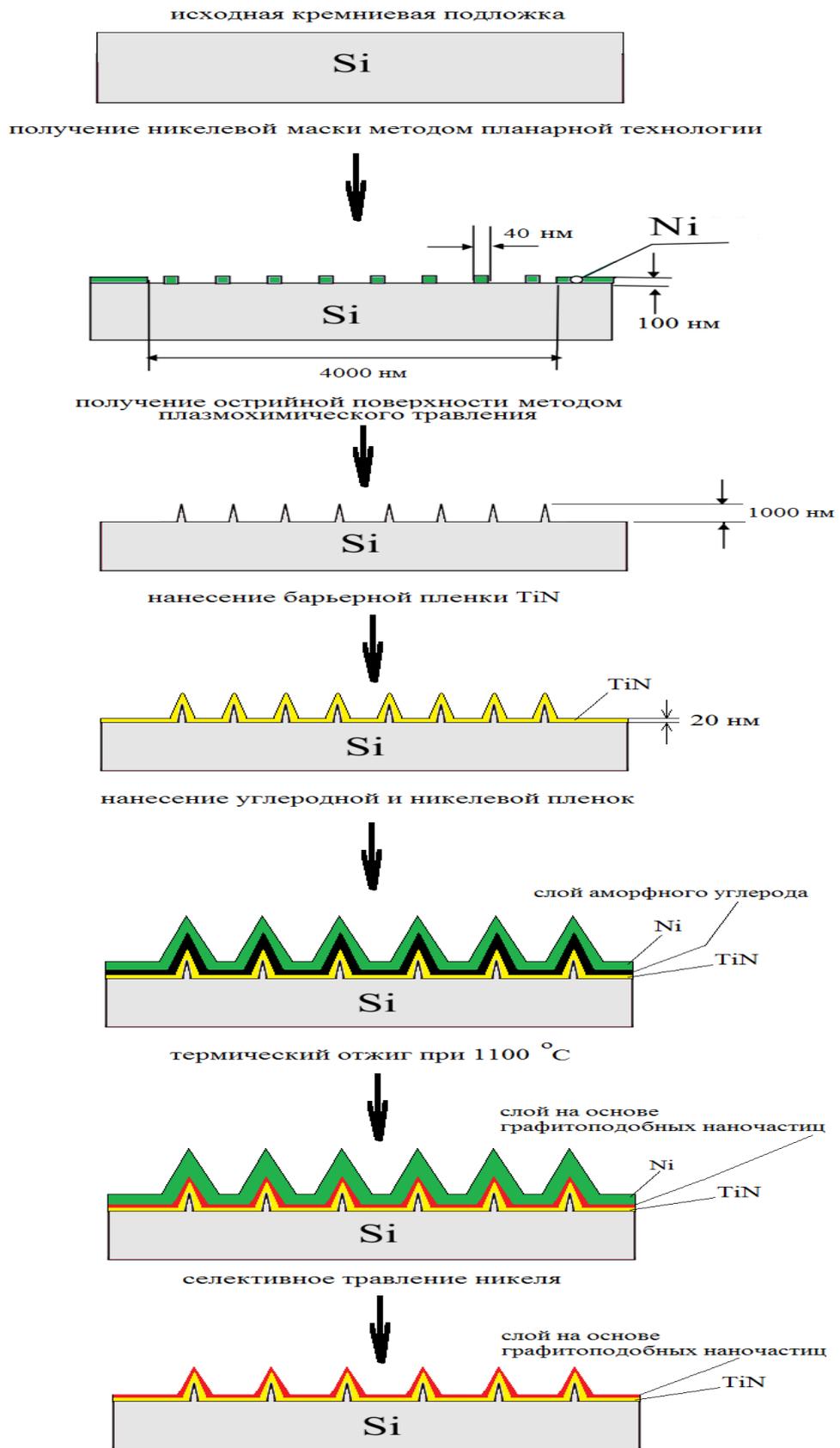


Рисунок 43 – Схема получения кремниевого катода

3.4. Способ изготовления автоэмиссионных катодов на основе МКП

В настоящее время способ Спиндта не позволил создать массивы эмиттеров большой площади с однородными эмиссионными свойствами рабочей поверхности из-за проблемы воспроизведения микроострий только одинаковой формы и размеров.

Последнее утверждение подтверждается следующим экспериментом. Нами была исследована эмиссия матричного автоэмиссионного катода Спиндта с количеством кремниевых микроострий до 6000 и плотностью упаковки $\sim 1 \times 10^5 \text{ см}^{-2}$ (рисунок 44) [51].

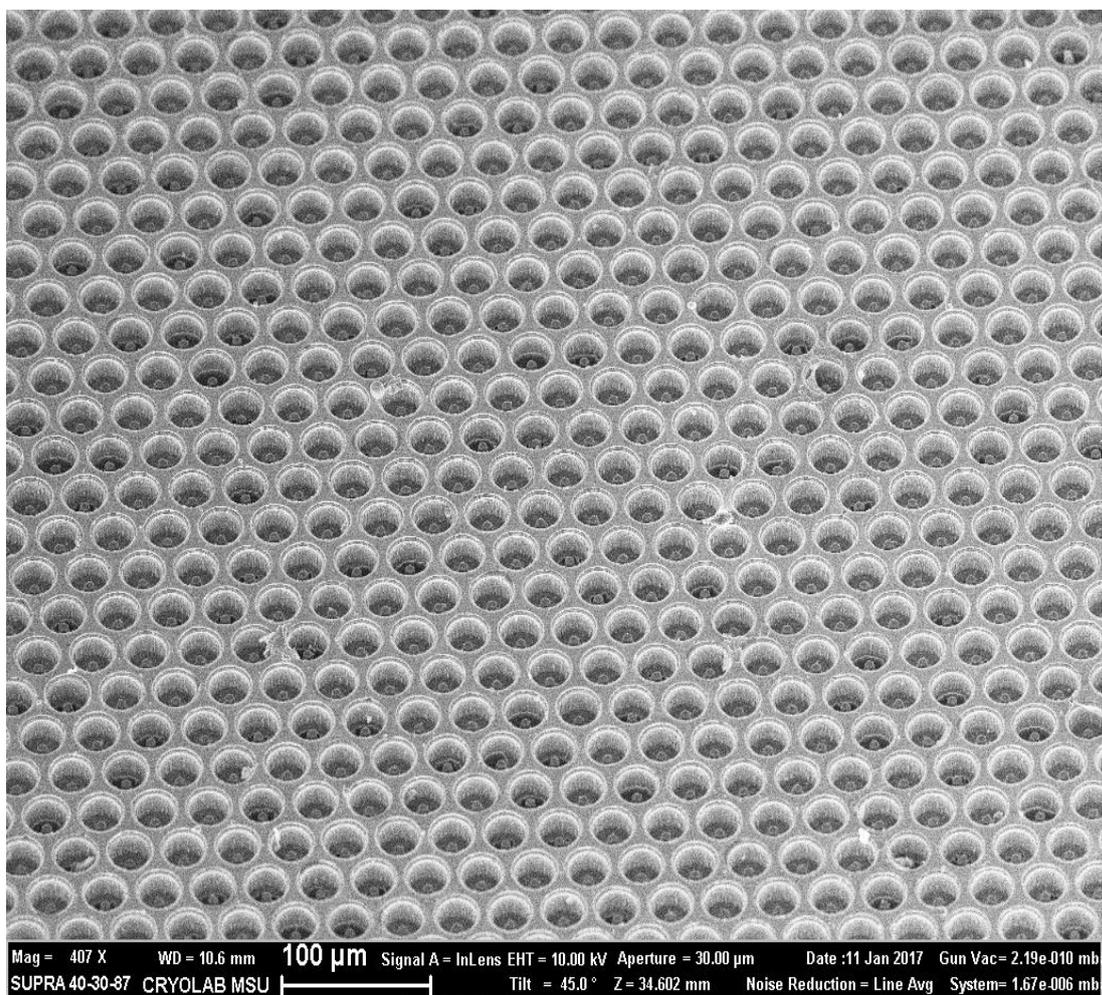


Рисунок 44 – РЭМ – изображение матрицы эмиттеров

Для формирования микроострий использовались методы планарной технологии. На микроострия электродуговым методом последовательно осаждались барьерная и эмитирующая пленки из нитрида титана и углерода соответственно. Технология нанесения этих покрытий описана в работах [53,55,56,58,68, 107,111,112].

Катод диаметром 3 мм из матрицы эмиттеров (кремниевых «колодцев») с остриями внутри расположен центре кремниевой пластине размером $7 \times 18 \times 0,47$ мм (рисунок 45,а).



а)

б)

Рисунок 45 – Кремниевая пластина с матрицей эмиттеров (а) и автоэмиссионное изображение эмиттеров (б)

Автоэмиссионный катод испытывался в диодной схеме (рисунок 46). В качестве катода использовалась автоэмиссионная матрица, в качестве анода - стеклянный экран с люминофорным покрытием. Расстояние между катодом и анодом равнялось 250 мкм. Испытания проводились в вакууме 1×10^{-6} Тор. Автоэмиссионные исследования проводились в импульсном режиме, необходимым для определения максимально возможных токов, т.е. катоды питались от импульсного блока питания (100 мкс, 50 Гц).

На рисунке 45,б показано автоэмиссионное изображение матрицы эмиттеров при рабочем напряжении 3 кВ и токе ~ 1 мкА. Видно, что засветка экрана неоднородна. Это говорит о том, что из-за отсутствия идентичности микроострий эмиссионные токи продемонстрировали не все эмиттеры.

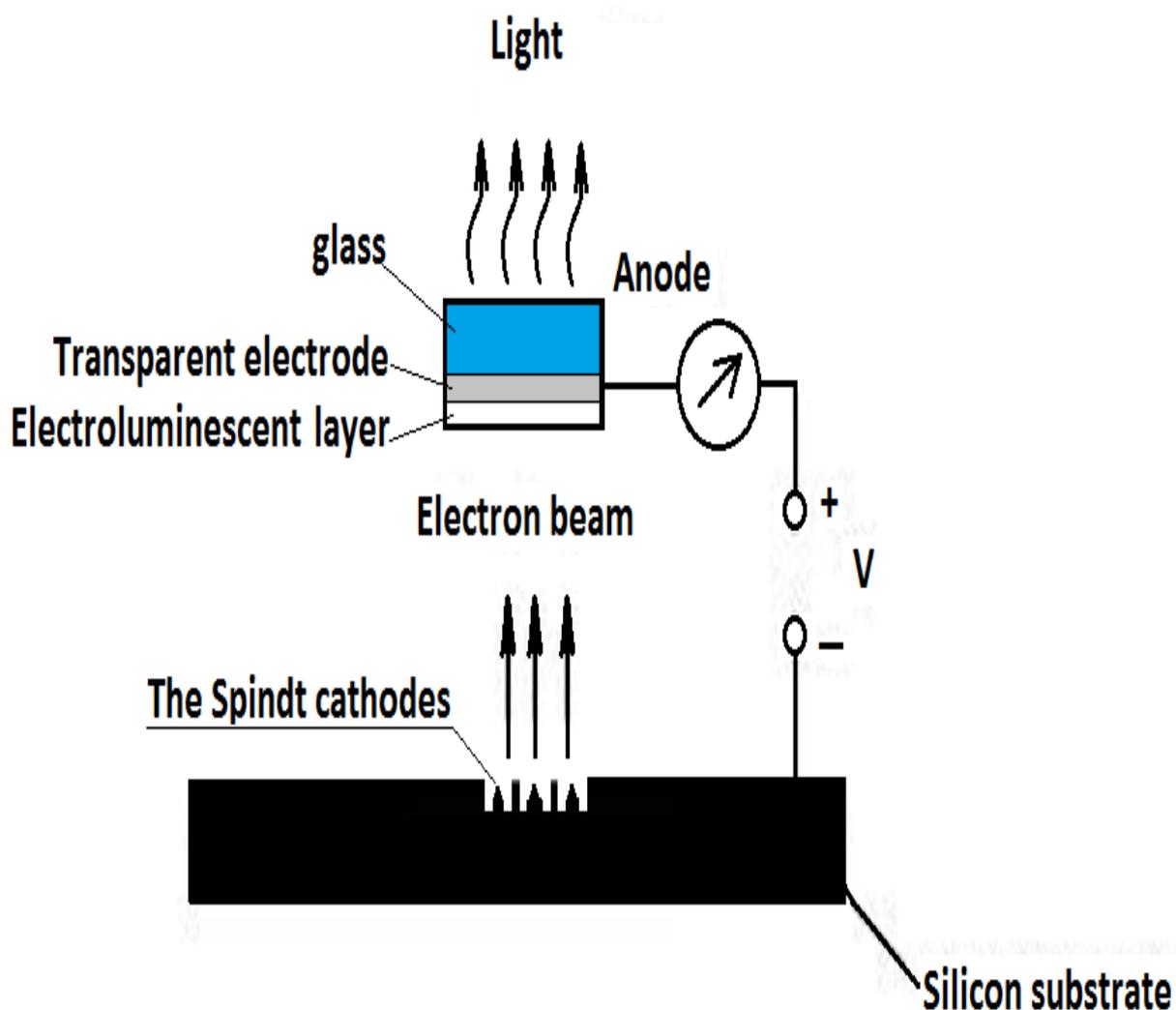


Рисунок 46 – Схема исследования ВАХ катодов

Альтернативным подходом к созданию автоэмиссионных катодов является применение углеродных наноструктур (графен, нанотрубки, наноалмазы), характеризующихся появлением эмиссионных токов уже в сравнительно низких электрических полях [65-67, 72-74].

Известно, что стеклянная микроканальная пластина (МКП) является электронным усилителем, содержащим большое число цилиндрических каналов с идентичными геометрическими размерами и вторично-эмиссионными свойствами. Постоянное рабочее напряжение $U_{\text{раб}}$ стандартной МКП составляет 400-1000 В и коэффициент усиления электронного потока 100-1000. Предельный выходной ток при подаче импульсного напряжения 0,1-1,0 А. Каналы МКП обладают уникальным свойством самонасыщения, т.е. при увеличении входного тока выходной ток растет и достигает предельной величины.

В работе впервые предложен способ изготовления автокатода с опорной структурой из МКП с каналами, внутри которых электродуговым способом сформированы регулярно расположенные эмиттеры на основе графитоподобных наноструктур с низкой работой выхода электронов [108]. При подаче внешнего напряжения на автокатод в каналы влетают электроны и, сталкиваясь с поверхностью каналов, выбивают вторичные электроны (рисунок 47). Указанный процесс повторяется многократно и по каналу, усиливаясь, продвигается электронный поток. Это дает возможность значительно снизить рабочее напряжение за счет усиления электронного потока и получить высокую однородность эмиссии при предельно допустимой величине выходного тока в импульсе. Таким образом, нет необходимости формировать регулярную структуру в виде периодических микроострий.

На основе МКП диаметром 24,8 мм, толщиной 359 мкм и диаметром и с каналами диаметром 6 мкм была изготовлена катодная структура по следующей схеме. На торцовую поверхность МКП через сквозные отверстия внутрь каналов методом одновременного распыления графита и катализатора (нихрома) наносилась углеродная пленка, содержащая графитоподобные наноструктуры. При этом нихром в виде проволоки диаметром 1 мм был введен в углубление на непосредственно распыляемой графитовой вставке. Затем термическим испарением электропроводящего материала (меди)

наносился контактный электрод на углеродный слой. Упомянутые слои наносились последовательно без напуска воздуха в вакуумную камеру. Анодный слой из меди наносился на противоположную торцовую поверхность опорной структуры (МКП) с отверстиями, совмещенными с катодной структурой.

аморфная углеродная пленка с графитоподобными наноструктурами

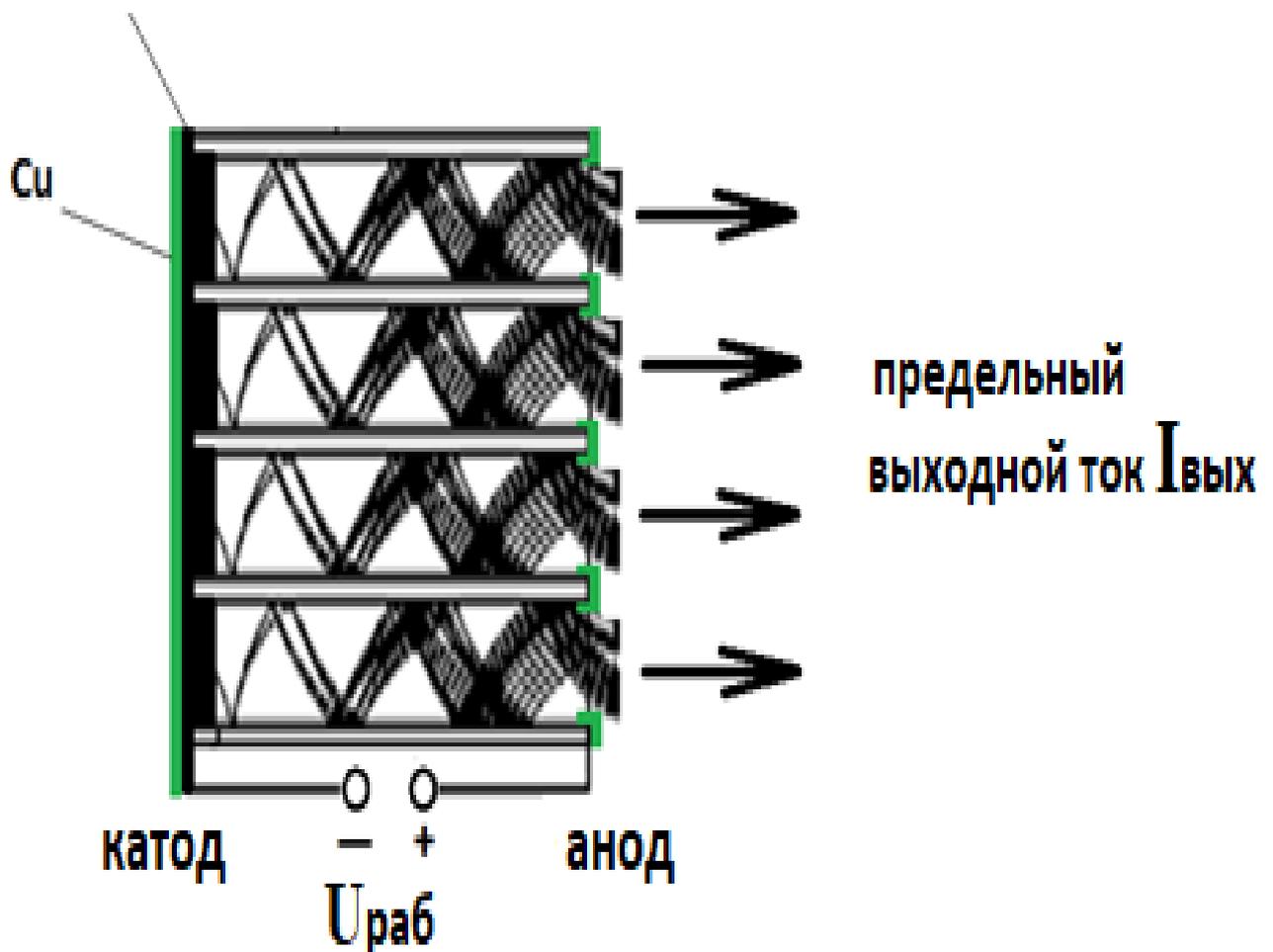


Рисунок 47 – Схема автокатада на основе МКП

Проведенные исследования ВАХ опытных образцов показали, что предельный выходной ток около 1 мА/см^2 достигается при $U_{раб} \sim 400\text{ В}$.

3.5. Фазовые превращения в нихромовой пленке после воздействия пучка ионов углерода

Исследуемые двухслойные (Cr–Ni и C) покрытия были получены на подложках Si (100), покрытыми пленками SiO₂ (600 нм) и Si₃N₄ (120 нм). Сначала методом термического испарения навески X20H80 (80% Ni + 20% Cr) осаждались пленки нихрома. Затем без напуска воздуха в вакуумную камеру на неподвижные пленки нихрома электродуговым методом осаждались пленки углерода [106].

На рисунке 48 показан спектр POP подложки Si/SiO₂/Si₃N₄/Ni–Cr/C и расчетные на основании РФЭС данных профили распределения по глубине атомов элементов в покрытии (рисунок 49).

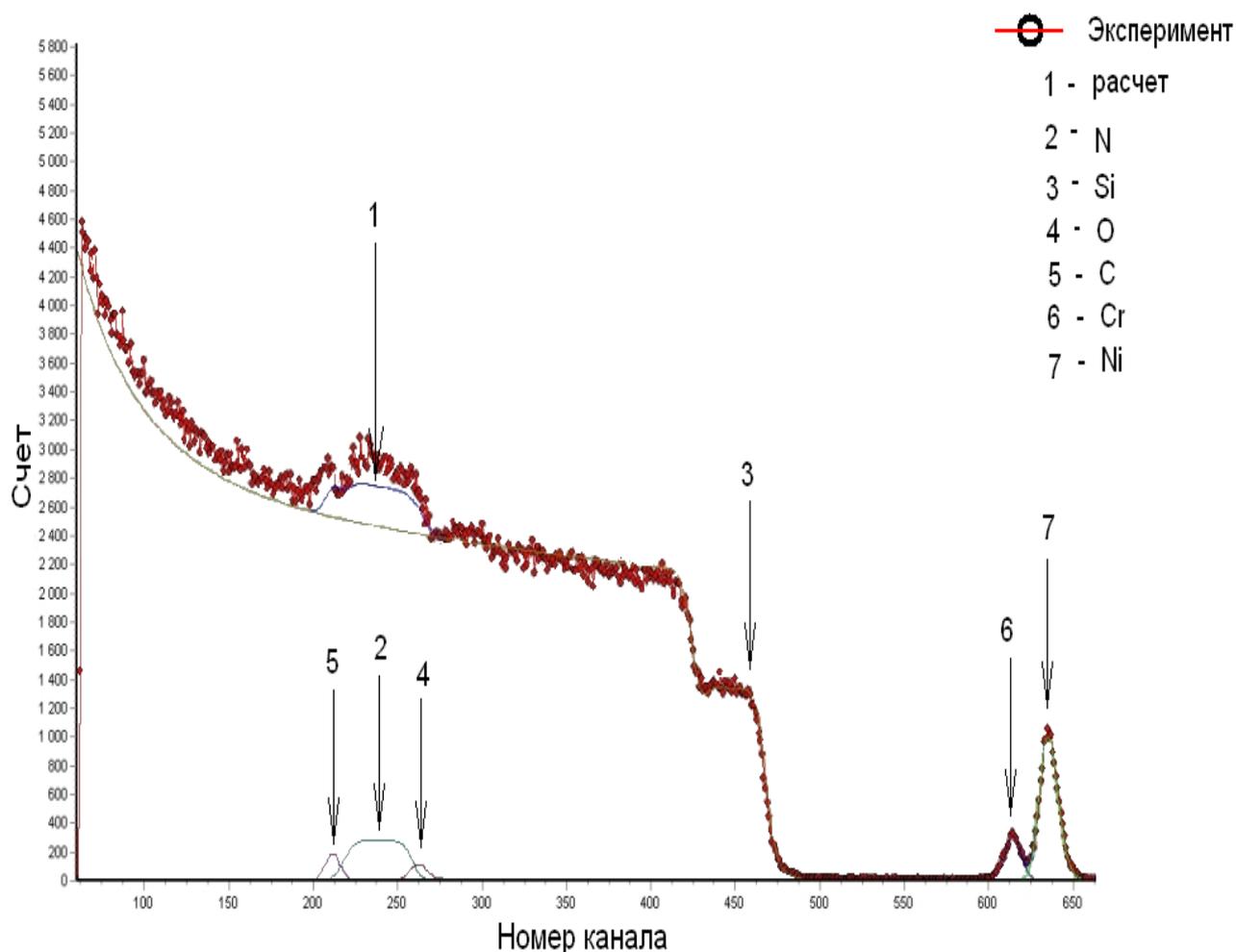


Рисунок 48 –Спектр POP ионов He⁺, рассеянных от структуры Si/SiO₂/Si₃N₄/Ni–Cr/C

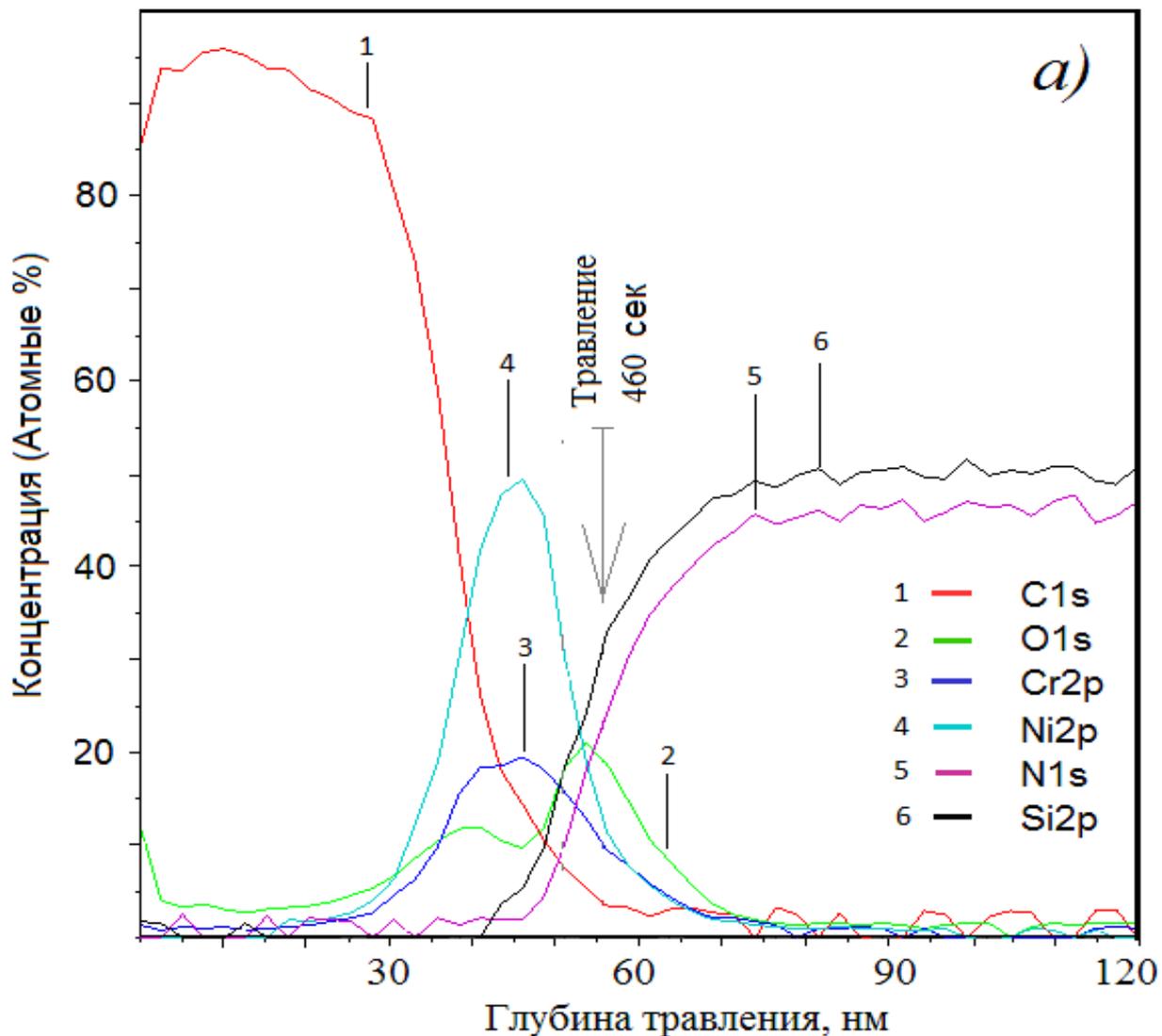


Рисунок 49 – Профили распределения по глубине концентраций атомов элементов в структуре Si/SiO₂/Si₃N₄/Ni-Cr/C

Видно, что в пленке нихрома присутствует углерод. Содержание кислорода в объеме углеродной пленке незначительно ~ 4 ат.%.

На рисунке 50 представлен обзорный РФЭС спектр образца, снятый после 460 секунд травления пучком Ar⁺ в зоне соответствующей межфазной границе Si₃N₄/Ni-Cr (рисунок 51).

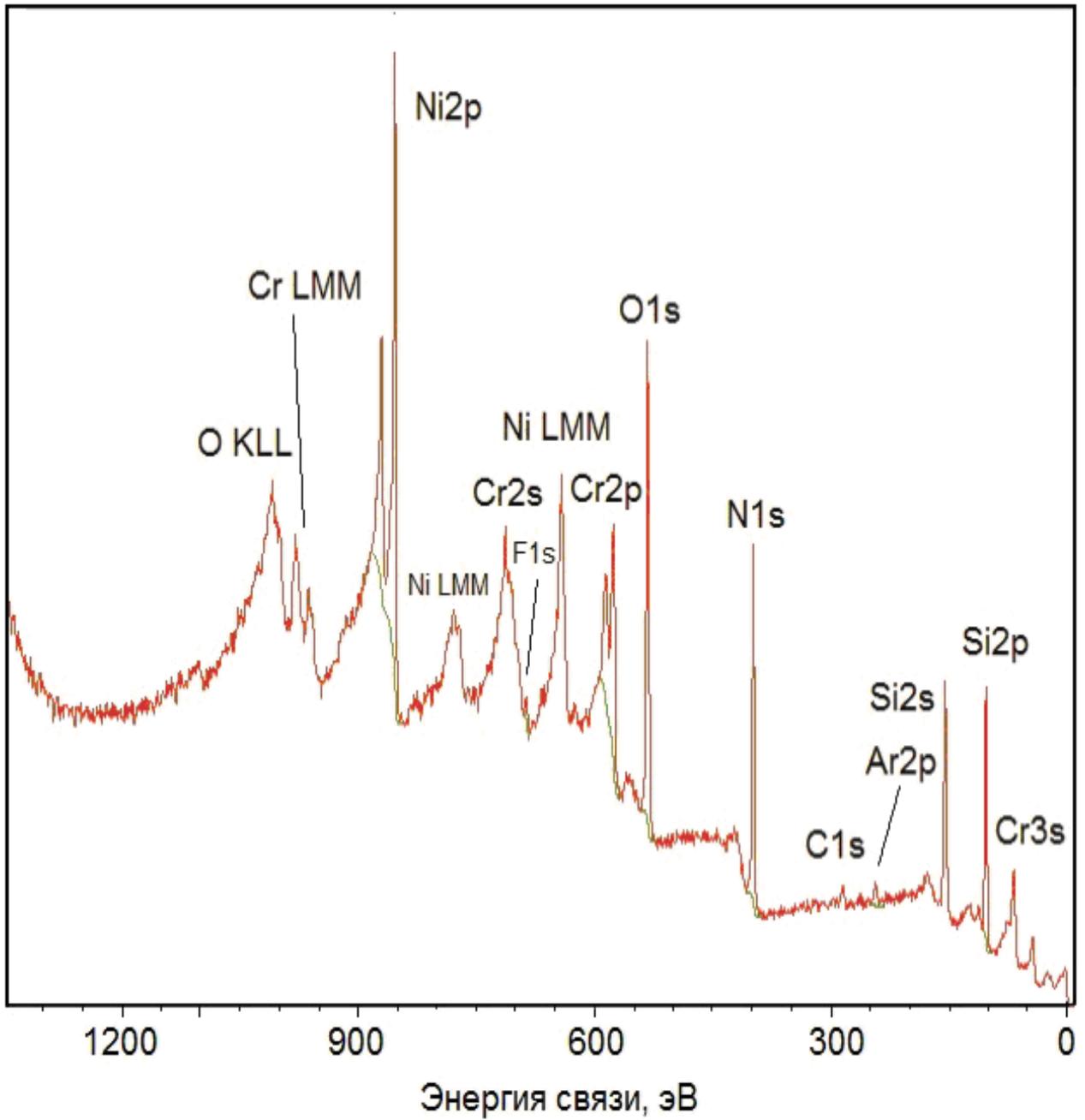


Рисунок 50 – Обзорный спектр образца $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ni-Cr}$

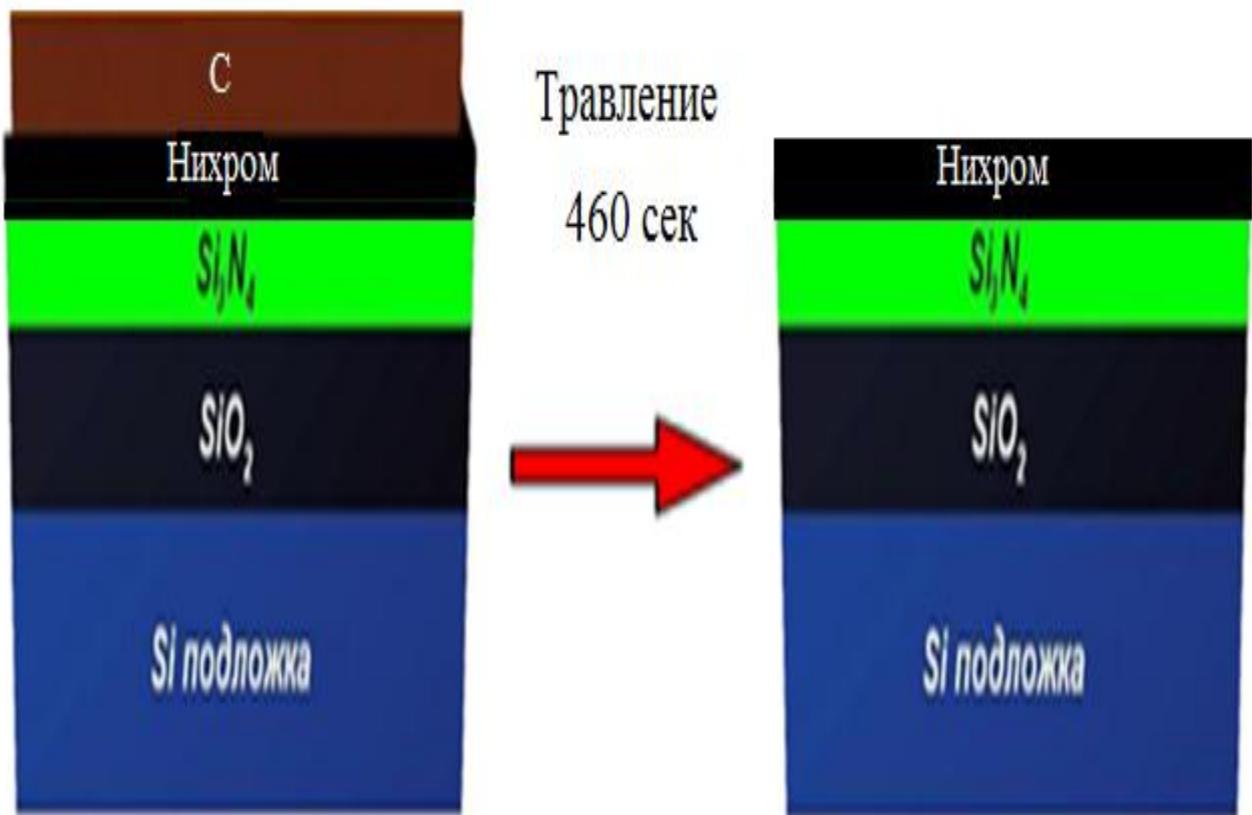


Рисунок 51 – Схема получения образца для измерения РФЭС спектров

Анализ этого спектра показал наличие в пленке Si (30,3 ат.%), O (23,4 ат.%), N (22,6 ат.%), Ni (9,86 ат.%), Cr(7,33 ат.%), C(4,2 ат.%), Ar(1,63 ат.%) и (0,78 ат.%).

Оже-параметры для Ni и Cr соответственно равные 1698,1 эВ и 1105,0 эВ свидетельствуют о присутствии Ni в металлическом состоянии и Cr в состоянии Cr₂O₃ [96].

Данные, приведенные на рисунке 56, свидетельствуют, что весь N находится в соединении Si₃N₄ подложки. [84].

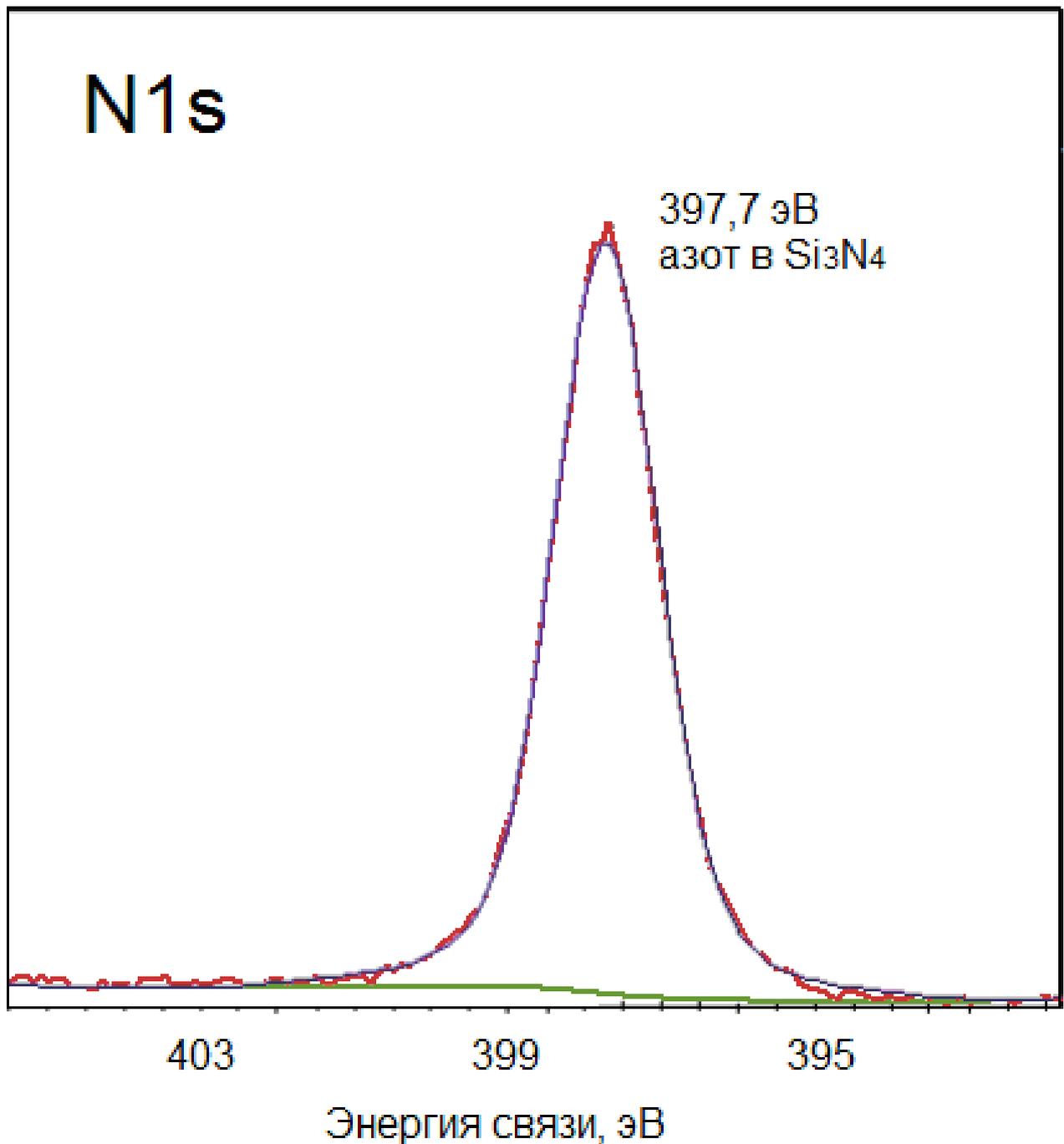


Рисунок 52 – РФЭС спектр 1s-состояний атомов азота

Существование Si-N – связей подтверждается появлением в РФЭС спектре 2p -состояний атомов кремния пика при энергии 101.84 эВ (рисунок 57) [85,86].

Положения обнаруженных фотоэлектронных линий Si2p и содержание компонентов представлены в таблице 2.

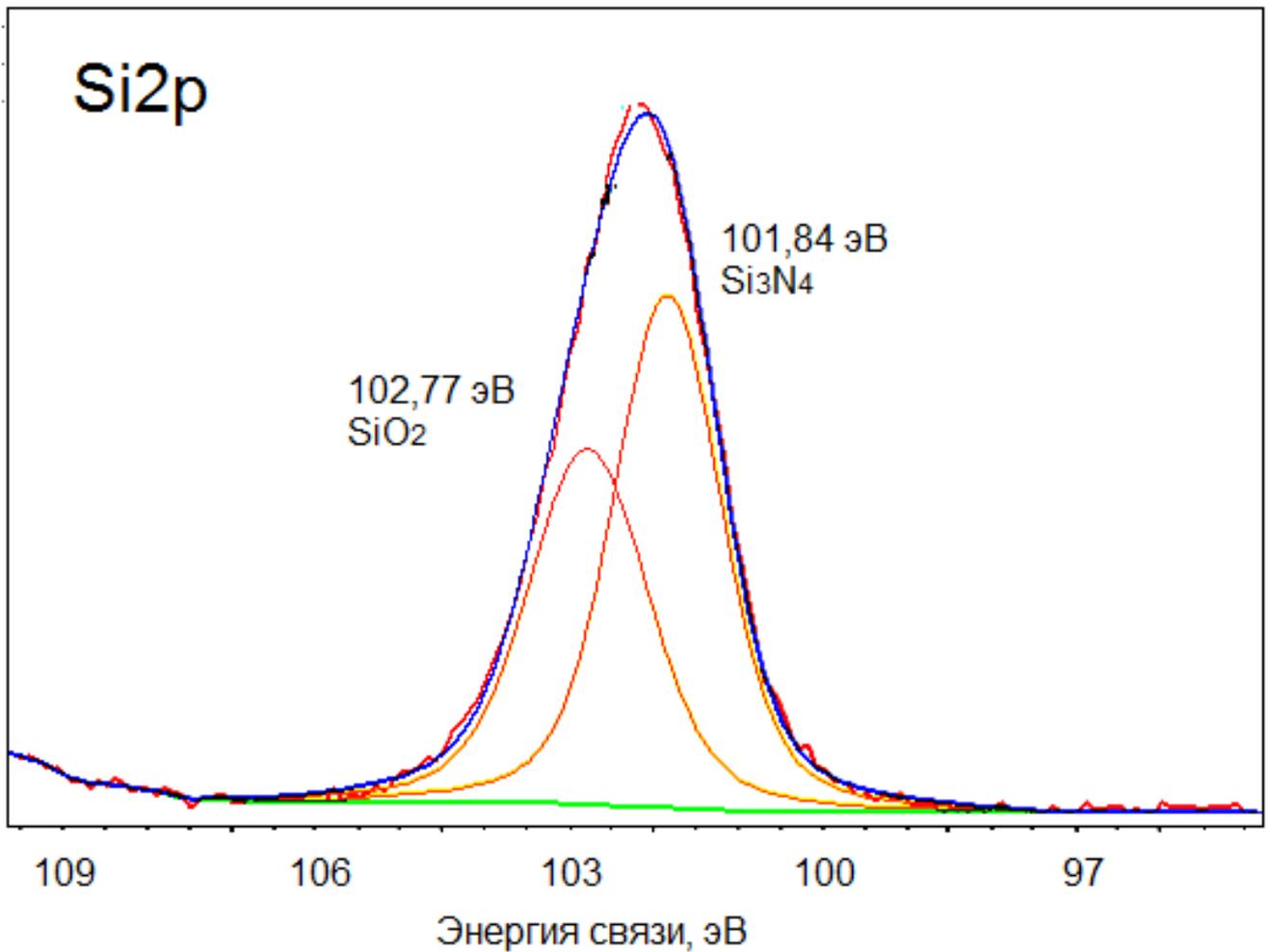


Рис. 53 – РФЭС спектр 2p-состояний атомов кремния

Таблица 2 – Результаты анализа РФЭС спектра уровня Si2p

<i>Энергия связи</i>	<i>ПШПВ, эВ</i>	<i>Содержание, Ат. %</i>	<i>Хим. состояние</i>	<i>Ссылка</i>
102,77	1,678	43,76	SiO _x	[85]
101,84	1,493	56,24	Si-N	[88]

На рисунке 54 представлены результаты РФЭС - исследований уровня O1s кислорода. Пик при 530,96 эВ указывает на присутствие связей кислорода с никелем и хромом. Дополнительные пики, по-видимому,

относятся к гидроксильным группам, CO (532,42 эВ) и соединениям C=O, SiO₂ (533,03эВ) [96].

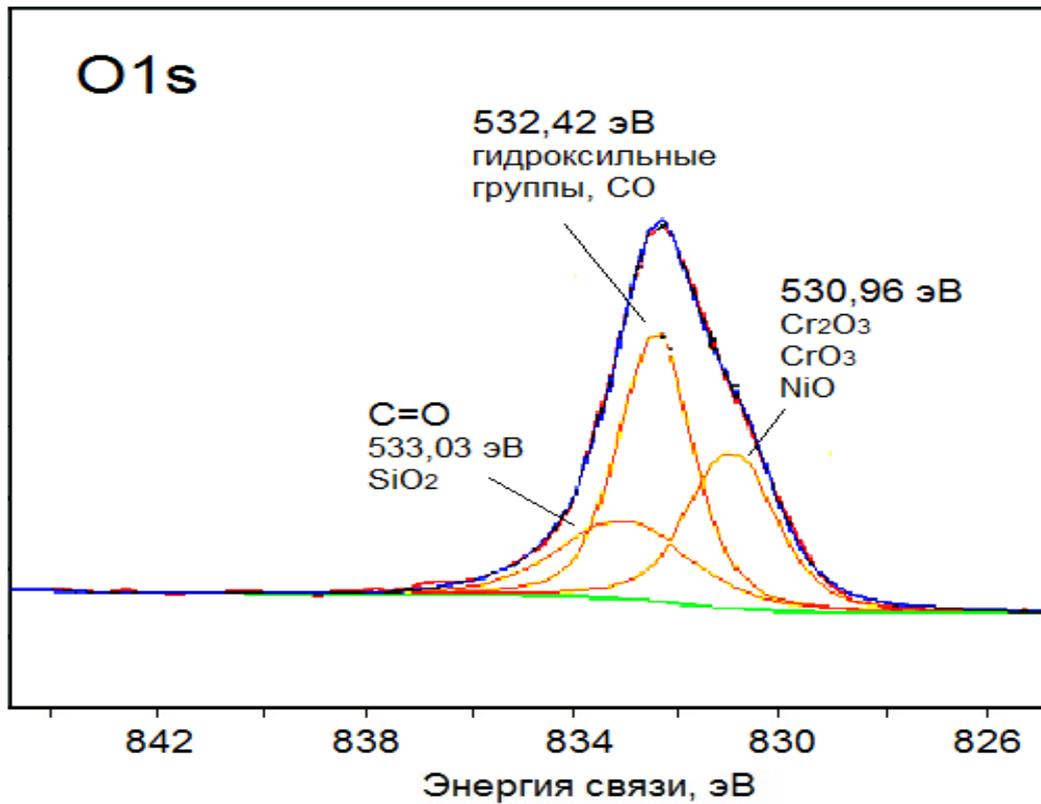


Рисунок 54 – РФЭС спектр 1s-состояний атомов кислорода

Результаты анализа РФЭС спектра уровня O1s кислорода представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Результаты анализа РФЭС спектра уровня O1s

<i>Энергия связи</i>	<i>ПШПВ, эВ</i>	<i>Содержание, Ат. %</i>	<i>Хим. состояние</i>	<i>Ссылка</i>
533,03	2,998	23,23	C=O, SiO ₂	[96]
532,42	1709	45,42	гидрокс. группы, C-O	[96]
530,96	2,053	31,35	в оксидах Ni-O, Cr ₂ O ₃	[90,93]

На рисунке 55 и в таблице 4 представлены результаты прецизионных исследований уровня $C1s$ углерода, которые свидетельствуют об образовании карбида хрома Cr_7C_3 [94,90], а также аморфного углерода, соединений C-O-C (289,5 эВ), CF_3 (293,8 эВ) и карбонильных групп (287,19 эВ) [84,87].

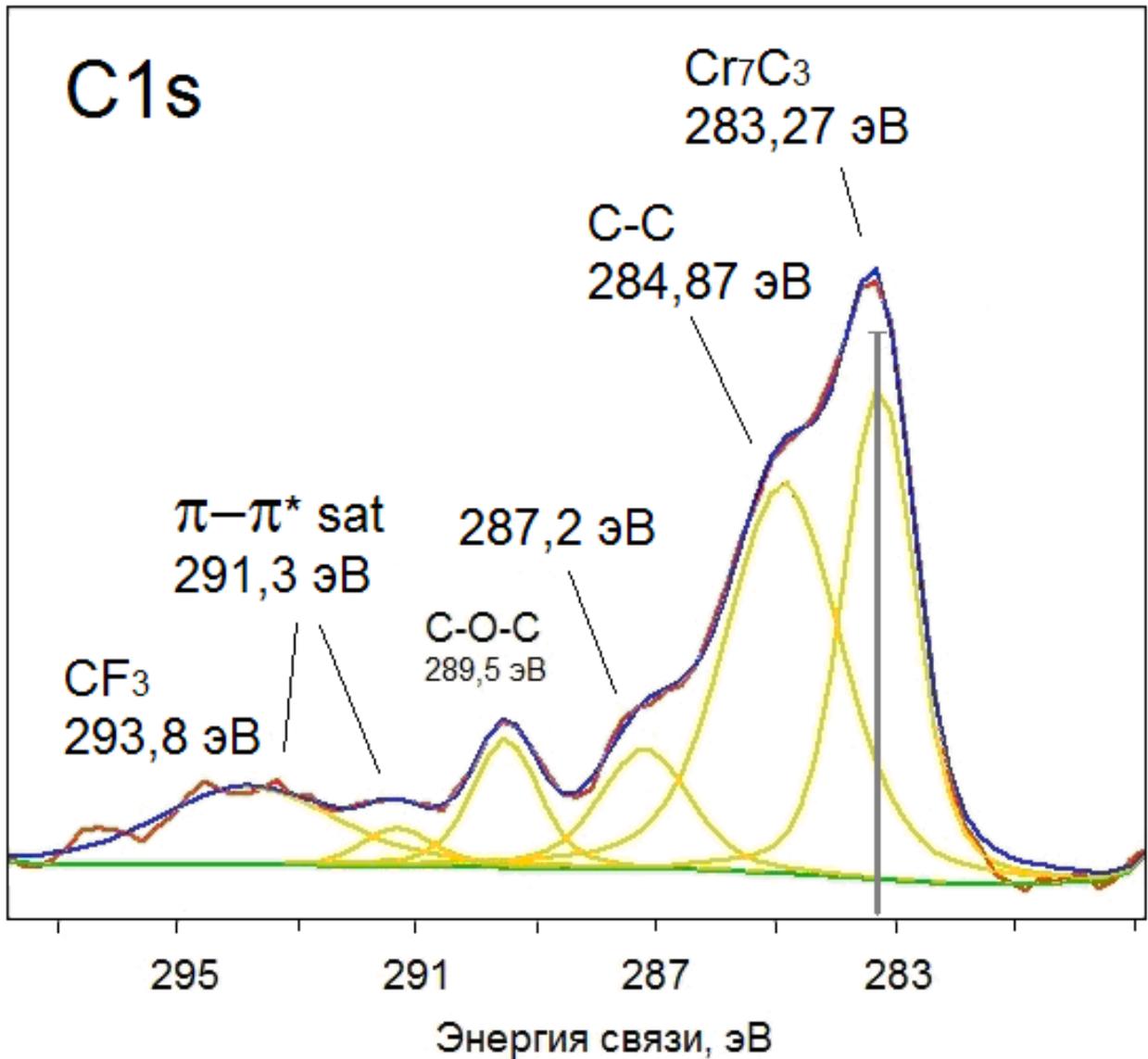


Рисунок 55 – РФЭС спектр $1s$ -состояний атомов углерода.

Таблица 4 – Результаты анализа РФЭС спектра уровня C1s

Энергия связи	ПШПВ, эВ	Содержание, Ат. %	Хим. состояние	Ссылка
283.27	1.425	30.27	карбид хрома Cr_7C_3	[94,90]
289.52	1.340	7.48	С-О-С	[84,87]
284.87	2.303	39.05	аморфный углерод, С-С	[96]
293.83	3.499	11.58	CF_3	[84,87]
287.19	1.788	9.35	карбонильные группы	[84,87]
291.31	1.368	2.27	π - π^* - сателлит	[97]

Данные, представленные на рисунке 56 и в таблице 5, указывают на значительное содержание оксида хрома Cr_2O_3 (576,54 эВ) [94].

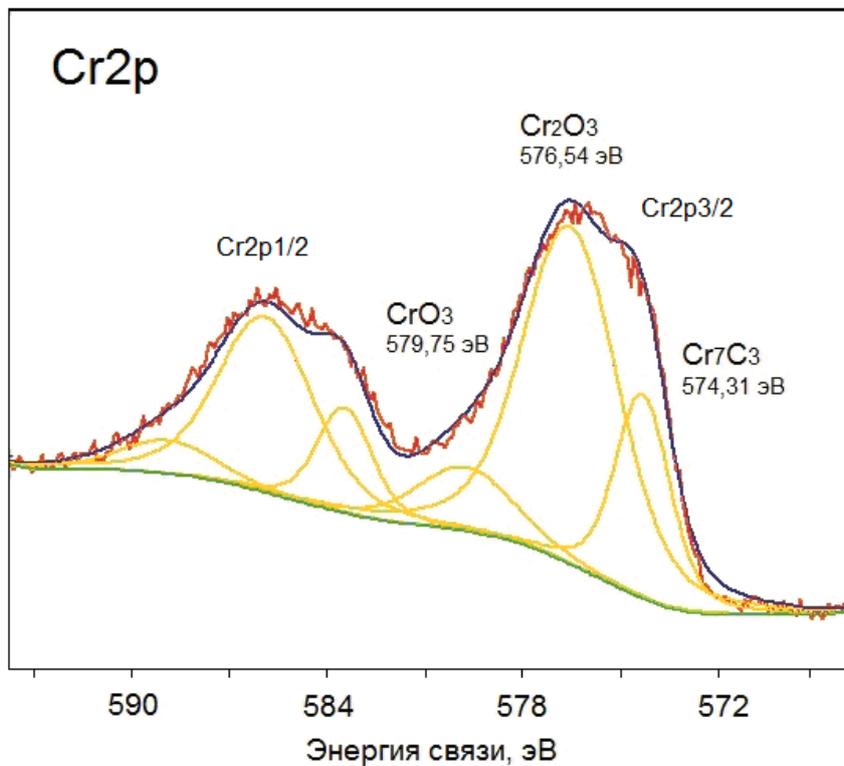


Рисунок 56 – РФЭС спектр 2p-состояний атомов Cr2p.

Интерпретация химических состояний при энергии пика 574,3 эВ затруднена из-за того, что энергия связи в металлическом хrome Cr^0 (574,3 эВ [91,98]) примерно равна энергии связи в карбиде хрома Cr_7C_3 (574,2 эВ [89], 574,6 эВ [94]). Однако высокая химическая активность хрома по отношению к кислороду и образование в покрытии, как уже упоминалось выше, карбида хрома позволяют сделать вывод, что, вероятнее всего, компонента (574.3 эВ) принадлежит Cr_7C_3 . Пик с энергией 579.55 эВ является результатом наложения линий $\text{Cr}2p$ соответствующих связям CrF_3 [95], и CrO_3 [92]. Содержание Cr_7C_3 , Cr_3O_3 и CrO_3 равно 21,21 ат.%, 65,41 ат.% и 13.38 ат.% соответственно (таблица 5).

Таблица 5 – Результаты анализа РФЭС спектра уровня $\text{Cr}2p$.

<i>Энергия связи</i>	<i>ПШПВ, эВ</i>	<i>Содержание, Ат. %</i>	<i>Хим. состояние</i>	<i>Ссылка</i>
576,54	3,500	65,41	Cr_2O_3	[93]
574,3	1,936	21,21	Cr_7C_3	[88,93]
579,55	3,499	13,38	CrF_3 , и CrO_3	[94,91]

На рисунке 57 представлены результаты исследований уровня никеля, которые свидетельствуют о наличии металлического Ni (852.7 эВ, [99]), соединений NiO (854,46 эВ, [87]) и сателлита (859,1эВ) [88].

Результаты анализа спектров высокого разрешения (таблица 6) показали содержание металлического никеля ~ 65 ат.%, оксида NiO ~35%. Карбиды никеля не образуются, т. е. никель химически инертен к осаждаемому углероду.

Полученные результаты позволяют сделать вывод, что в процессе бомбардировки хром – никелевой пленки ионами углерода образуется слой из твердого сплава на основе соединения карбида хрома Cr_7C_3 и связующего материала - никеля [100].

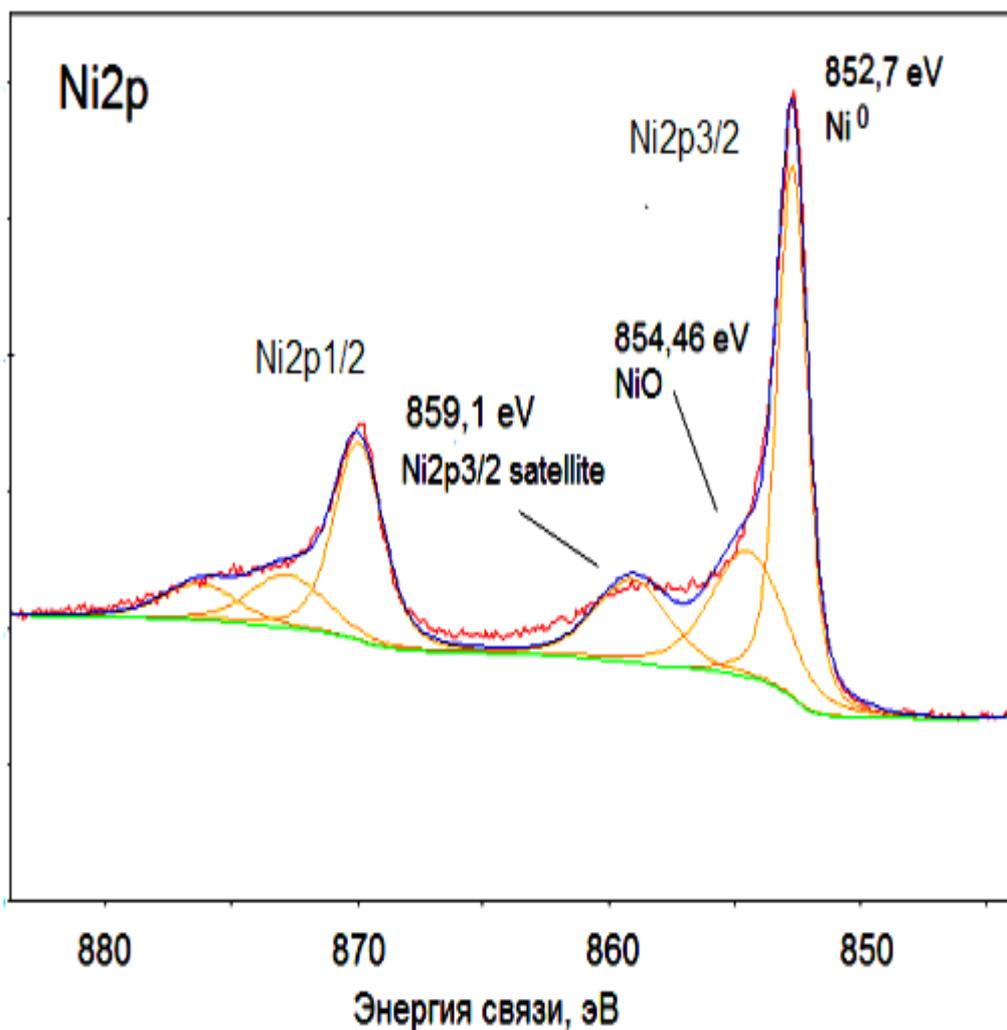


Рисунок 57 – РФЭС спектр 2p -состояний атомов никеля

Таблица 6 – Результаты анализа РФЭС спектра уровня Ni2p

<i>Энергия связи</i>	<i>ПШПВ, эВ</i>	<i>Содержание, Ат. %</i>	<i>Хим. состояние</i>	<i>Ссылка</i>
852,70	1,406	65,0	Металлический Ni	[99]
854,46	3,500	35,0	NiO	[90]
859,09	3,500	-	сателлит	[88]

Данные КРС - исследований (рисунок 58) позволяют сделать вывод, что процесс осаждения углерода на нихромовую пленку сопровождается образованием графитоподобных наноструктур.

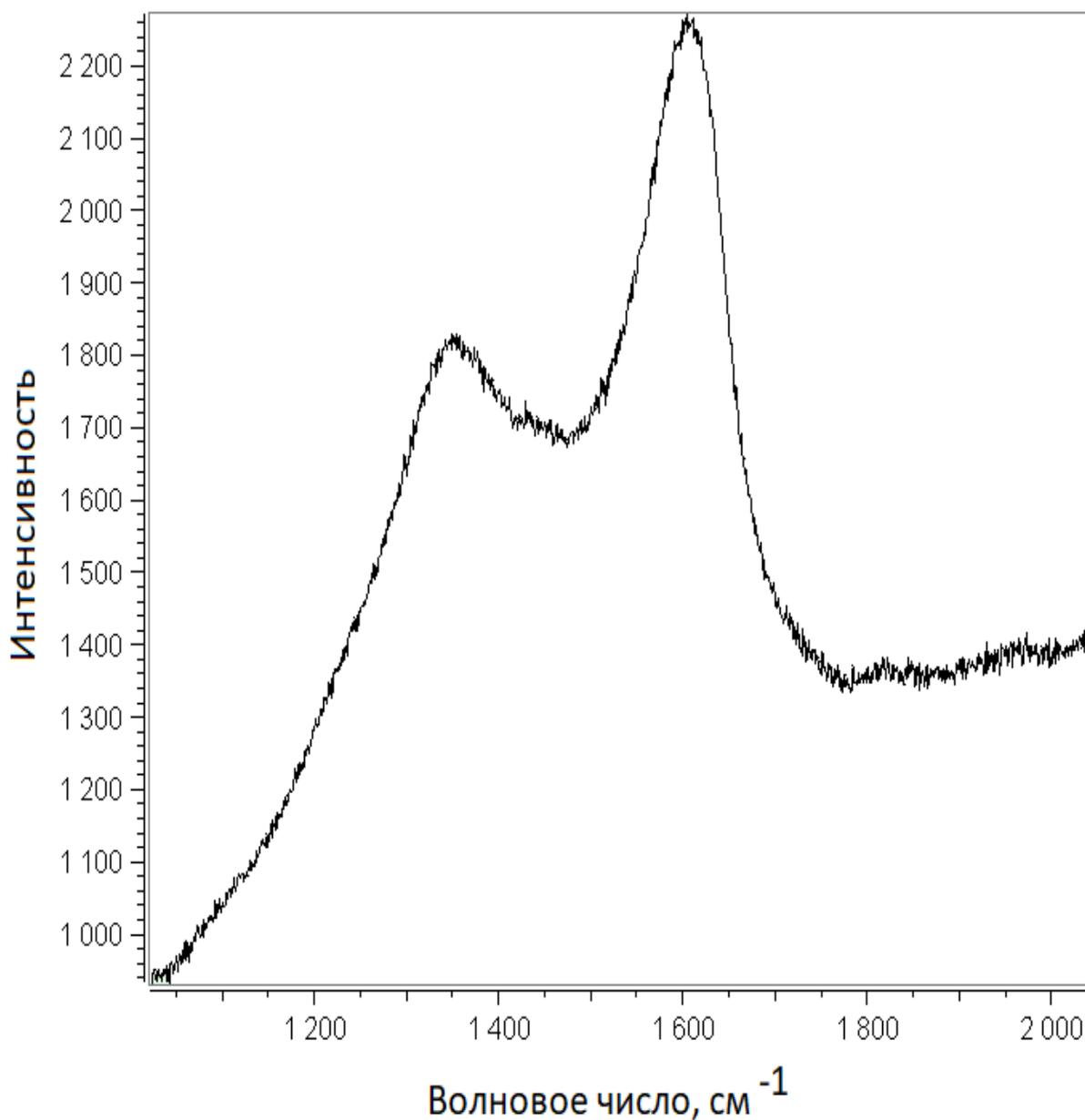


Рисунок 58 – Спектр КРС углеродной пленки, осажденной на пленку нихрома

В данной работе также методом КРС исследованы углеродные пленки, осажденные на стеклянные подложки путем одновременного электродугового распыления графита и нихрома. При этом нихром в виде проволоки диаметром 1 мм был введен в углубление на непосредственно распыляемой графитовой вставке.

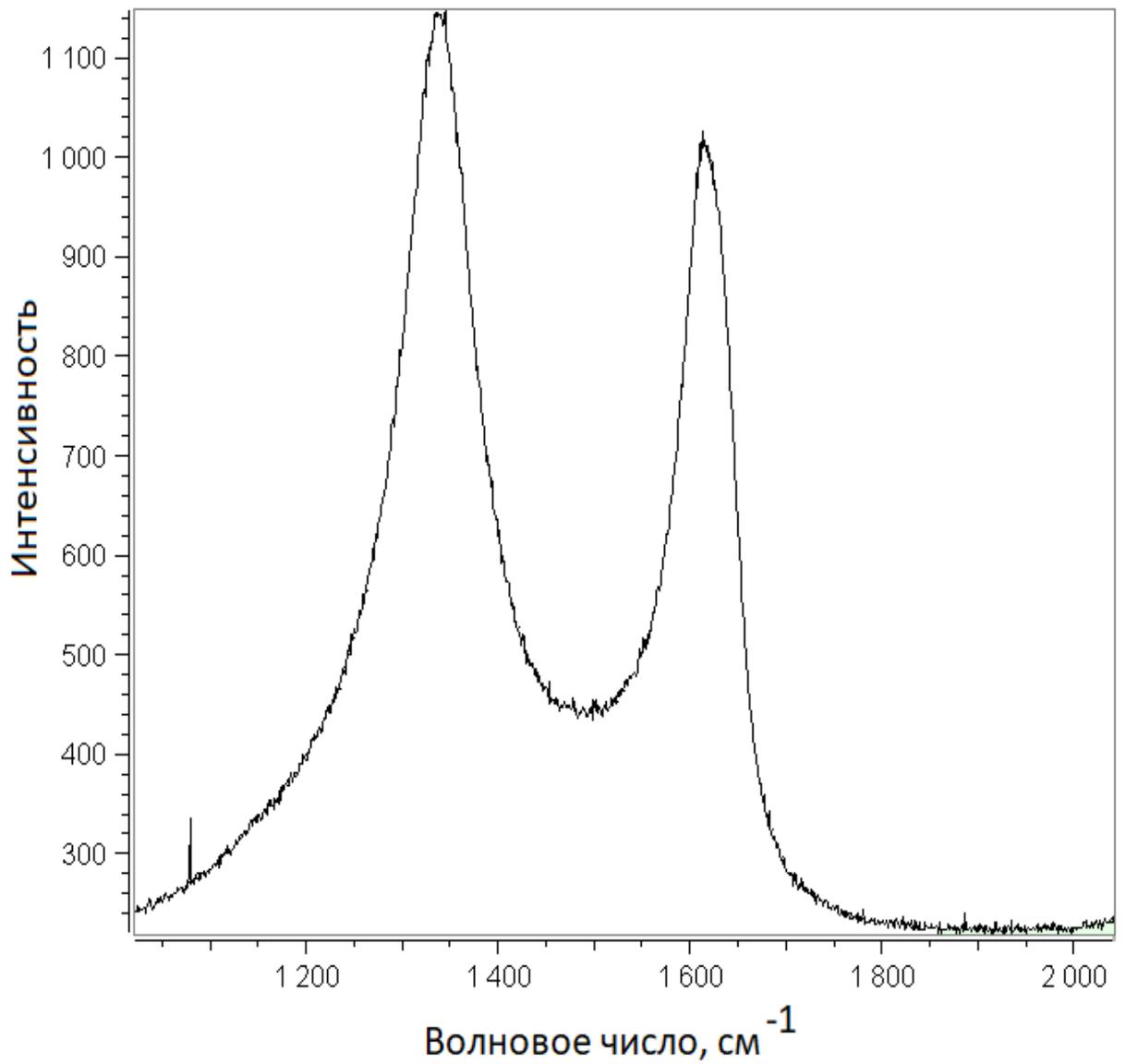


Рисунок 59 – Спектр КРС углеродной пленки, осажденных на подложку из стекла в присутствии нихрома

Полученные данные свидетельствуют об образовании графитоподобных наноструктур (рисунок 59).

Выводы к Главе 3

1. Использование никелевой дуги для непосредственного нагрева структуры Si/TiN/C/Ni в вакууме исключает необходимость последующего термического отжига структуры Ni/C для формирования в углеродной пленке графитоподобных наночастиц.
2. Нагрев структуры Si/SiO₂/Si₃N₄/C/Ni или Si/SiO₂/Si₃N₄/Ni/C в вакууме при температуре 1100° C вызывает преобразование аморфной углеродной пленки наноразмерной толщины в стопку из графеновых слоев.
3. Трансформация аморфной углеродной пленки в графеновые слои зависит от температуры отжига и толщины пленки катализатора.
4. Впервые изготовлен катод на основе МКП с каналами, внутри которых электродуговым способом сформированы регулярно расположенные эмиттеры.
5. Показана перспективность использования нихрома для синтеза графитоподобных нанокластеров в аморфной углеродной пленке.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Итоги данного исследования следующие:

1. Изготовлен электродуговой испаритель с составным Ti-C катодом и магнитной сепарацией плазменного потока, позволяющий получить практически гладкие однофазные углеродные пленки.

2. Показано, что поверхность исследуемых углеродных пленок в основном состоит из аморфного углерода, а также углерода различных степеней окисления и карбоксильных групп, представляющих собой загрязнения.

3. Установлено, что в аморфных углеродных пленках, полученных методом электродугового осаждения, содержится ~4 вес. % графитоподобных наноструктур, наличие которых является причиной автоэлектронной эмиссии электронов при низкой пороговой напряженности поля ~ 7,5 В/мкм.

4. Установлено, что термическая обработка при температуре 1100⁰С структуры Si/TiN/C/Ni оказывает активизирующее действие на процесс зарождения графитоподобных наноструктур в аморфных углеродных пленках, осажденных электродуговым способом на барьерные слои TiN.

5. Показано, что осаждение электродуговым способом каталитического никеля на поверхность неподвижной углеродной пленки, прогреваемой никелевой дугой, позволяет исключить необходимость последующего термического отжига для формирования графитоподобных наночастиц в пленке.

6. Обнаружено, что в процессе отжига при температуре 1100⁰С в структурах Si/SiO₂/Si₃N₄/C/Ni и Si/SiO₂/Si₃N₄/Ni/C образуются графеновые слои. Предложен механизм, объясняющий формирование графеновой фазы.

7. Установлено, что трансформация аморфной углеродной пленки наноразмерной толщины в графеновые слои зависит от температуры отжига и соотношения толщин пленок катализатора (Ni) и углерода.

8. Показано, что нихромовая пленка является катализатором при синтезе графитоподобных нанокластеров в аморфной углеродной пленке.

9. Впервые предложен способ изготовления массива регулярно расположенных эмиттеров на основе МКП.

В настоящее время не существует достаточно полной теории механизма и закономерностей автоэлектронной эмиссии в МКП, объясняющих все процессы, которые приводят к ухудшению эмиссии или деградации эмиттеров. Получение автоэмиссионных катодов на основе МКП может иметь чрезвычайно большое значение при изготовлении систем импульсной генерации с максимальными выходными токами (до 1А) без чрезмерного нагрева катодов.

Список литературы

1. Гуляев Ю.В. // Углеродные нанотрубные структуры - новый материал для эмиссионной электроники // Вестник РАН. 2003. Т. 73. № 5. С. 389-391.
2. Конакова Р.В., Охрименко О.Б., Светличный А.М., Агеев О.А., Волков У.Ю., Коломийцев А.С., Житяев И.Л., Спиридонов О.Б. // Характеризация автоэмиссионных катодов на основе пленок графена на SiC // ФТП. 2015. Т. 49. Вып.9. С. 1278-1281.
3. Фурсей Г.Н., Поляков М.А., Кантонистов А.А., Яфасов А.М., Павлов Б.С., Божевольнов В.Б. // Автоэлектронная и взрывная эмиссия из графеноподобных структур // ЖТФ. 2013. Т.83. Вып.6. С. 71-77.
4. Савельев С.Г., Сеницын Н.И., Торгашов Г.В., Григорьев Ю.А. // Исследование пленочных углеродных катодов, полученных методом пиролиза гептана // В сб. Материалы международной конференции «Современные проблемы электроники и радиофизики СВЧ» (20-24 марта 2001. Саратов). С. 138.
5. Химическая энциклопедия: В 5 т.: т.1: А-Дарзана /Ред-кол.: Кнунянц И.Л. (гл. ред.) и др.-М.: Сов.энцикл. 1988. С. 607-609.
6. Avorius P., Chen Z. and Perebeinos V. Carbon-based electronics//Nat. Nanotechnol// 2, 2007. P. 605-607.
7. L. Parameswaran, R.A.Murphy, C.T. Harris et.al. Vacuum Electronics Annual Review // Abstracts San Diego, CA, May 2 (1997) IV-7.
8. Karthik Subramanian. «Development of Nanocrystalline Diamond Lateral Vacuum Field Emission Devices». Dissertation submitted to Vanderbilt University for degree of Doctor of Philosophy. August 2008, Nashville, Tennessee.P. 209.
9. N. Tatsumi, A. Veda, Y. Sekiet, et.al. Fabrication of Highly Uniform Diamond Electron Emitter Devices, SEI Technical Review, N 64, April 2007, P. 15-20.

10. Final Report Backgated Diamond Field Tip Array Cathodes for 220 GHz TWT Under Contract W9//NF-08-C-0052, December 29, 2009.
11. K. S. Novoselov and A. K. Geim: "The electronic properties of graphene". Department of Physics and Astronomy, University of Manchester, Manchester, M13 9PL, United Kingdom - 14 January 2009 – 54.
12. Novoselov K.S., Geim A.K. The rise of graphene // Nat. Mater. 6. 2007. P. 183-191.
13. Ives R.L. Microfabrication of High-Frequency Vacuum Electron Devices // IEEE Transactions on Plasma Science, Vol. 32, N 3, June 2004, P. 1277-1291.
14. Kang W.P., Davidson J.L., Wisitsora A. et. al. Diamond vacuum field emission devices // Diamond and Related Materials, 2004, V. 13, P. 1944-1948.
15. Ильичев Э.А., Кириленко Е.П., Петрухин Г.Н., Рычков Г.С., Сахаров О.А., Хамдохов З.М., Хамдохов Э.З., Чернявская Е.С., Шупегин М.Л., Щекин А.А. Способ формирования графеновых пленок // ЖТФ. 2014. Т.84. Вып. 7. С.62-66.
16. Hsu David S.Y.. // Appl. Phys. Lett. 2002.V.80. P. 2988-2990.
17. Li D., Zhang J. //J.Vac. Sci. Technol. B. 2001. V. 19 (5). P. 1820-1823.
18. Sohn J.I., Lee S. // Appl. Phys. A. 2002. V. 74. P. 287-290.
19. Ha J.K., Chung B.H., Han S.Y. et al. // J. Vac. Sci. Technol. B. 2002. V. 20 (50). P. 2080-2084.
20. Jonge N. and Bonard J. – M. // Phil. Trans. R. Soc. Lond. 2004. V. 362. P. 2239–2266.
21. Krauss A.R., Auciello J., Ding M.Q. et al // J. Appl. Phys. 2001. V. 89. P. 2958.
22. Diamant G., Halahmi E., Kronik L. et al. // Appl. Phys. Lett. 2008. V. 92. P. 262903.
23. Li Y. And Lo H.–Y. // J. Phys. D: Appl. Phys. 2008. V. 41. P. 085301.

24. Y. Xue, Y. Ding, J. Niu, et. al. *Sci. Adv.* 2015; 1: 1400198, 4 September 2015. P. 1-9.
25. Старостин В. В. *Материалы и нанотехнологии* – М.: БИНОМ. 2008. С. 46-83.
26. Y. Shao, J. Wang, H. Wu et. al. *Electroanalysis*, 2010. 22. № 10. P. 1027-1036.
27. С.Ю. Давыдов // *ФТП*. 2011. Т. 45. Вып. 8. С. 1102-1108.
28. E. Rollings, G-H Gweon, S.Y. Zhou et. al. // arxiv: cond-mat/0512226, v. 2. 2. Oct., 2006. B.S. Hussain, A.V. Fedorov, P.N. First et. al. // *Jurnal of Physics and Chemistry of solids*. 2006.V. 67. P. 2172-2177.
29. J. Hasset. et. al. // *Phes. Rev. Lett.* 2008. Vol. 100. P. 125504.
30. В.П. Новиков, С.А. Кирик. *Письма в ЖТФ*. 2011.Т. 37. Вып 12. С. 44-49.
31. M. Endo, K. Takeuchi, K. Robori et al. // *Carbon*. 1995/ 33. 7. P. 873.
32. Y. Lee et. al., *Wafer-Scale Synthesis and Transfer of Graphene Films / Samsung / DOI: 10.1021/nl903272n*
33. Xuesong Li, Weiwei Cai, Luigi Colombo and Rodney S. // *Nano Lett.* 2009. Vol. 9. № 12. P. 4268-4272.
34. A. Reina, X. Jia, J. Hoet. et. al. // *Nan. Lett.* 2009. Vol. 9. № 1.P. 30-35.
35. Sidorov A.N. et. al. // *Nanotechnology*. 2007. Vol. 18. P. 135301.
36. Д.Ю. Усачев, А.М. Шикин, В.К.Адамчук, А.Ю. Варыхалов, О. Rader// *ФТТ*. 2007. Т. 49. С. 899-907.
37. D. Usachov, A.M. Dobrotvorski, A. Varykhalov et. al. // *Phys. Rev. B*. 2008. Vol. 78.P. 085403-1-085403-8.
38. Д.Ю. Усачев, А.М. Добротворский, А.М. Шикин и др. // *Известия РАН. Серия физическая*. 2009. Т. 73. С. 719-722.
39. Д.Ю. Усачев, А.М. Добротворский, В.К. Адамчук, А.М. Шикин и др. // *Известия РАН. Серия физическая*. 2010. Т. 74. С. 30-33.

40. Д.Ю. Усачёв, А.М. Добротворский, А.М.Шикин, В.К.Адамчук, А.Ю. Варыхалов, О.Rader // Труды конференции «Low dimensional structures» LDS-2008. 2008. P. 5.
41. Д. Ю. Усачёв, В. К. Адамчук, А. М. Добротворский, А. М.Шикин, А. Ю. Варыхалов, О.Rader // Труды XIII международного симпозиума «Нанозифика и нанозлектроника». 2009. С. 135-136.
42. А.М. Dobrotvorski, O.V. Afanasjeva // J. Phys.: Condens. Matter.1993.Vol. 5.P. 8839–8848.
43. W. Kratschmer, L.D. Lamb, K. Fostiropoulos, D.R. Huffman // Nature. 1990. Vol. 347.P. 354.
44. С.В. Мищенко, А.Г. Ткачев. Углеродные наноматериалы. Производство, свойства, применение - М.: Машиностроение. 2008. 320 с.
45. Iijima, S. Helical microtubules of graphitic carbon // Nature. 1991. Vol. 354. N 6348.P. 56 – 58.
46. A.C. Dillon, P.A. Parilla, J.L. Alleman, J.D. Perkins, M.J. Heben // Chem. Phys. Lett., 316, 13.2000.
47. Елецкий А.В. Углеродные нанотрубки и их эмиссионные свойства // УФН. 2002. Т. 172. № 4. С. 401-438.
48. П.Н. Дьячков. Углеродные нанотрубки: строения, свойства, применения // М.: ВИНОМ. Лаборатория знаний. 2006. С. 23-24.
49. Золотухин И.В. Углеродные нанотрубки. // Соросовский образовательный журнал. 1999. №3. С.111-115.
50. E. Il'ichev, A. Kuleshov, E. Poltoratskii, G. Rychkov, The amplifier-concentrator as the base element of the emission electronics // International conference “ Micro- and nanoelectronics 2012”, RAS RFBR, Moscow-Zvenigorod, October 5-9, 2009. P. 1-24.
51. З.М. Хамдохов, З.Ч. Маргушев, Э.З. Хамдохов, Р.Ш. Тешев, М.Д. Бавижев// Способы получения автоэмиссионных катодов. Сб. трудов международной научно-практической конференции

- «Интеллектуальные системы и микросистемная техника» (КБР, пос. Эльбрус, 6-8 февраля 2018). С. 84-90.
52. Хамдохов Э.З., Хамдохов А.З., Хамдохов З.М. // Кремниевые полевые эмиттеры с защитными покрытиями. Перспективные инновационные проекты молодых ученых КБР: Материалы республиканской конференции студентов аспирантов и молодых ученых. Нальчик. 2015.С. 97-99.
53. Хамдохов Э.З., Тешев Р.Ш., Хамдохов А.З., Казадаева Е.В., Хамдохов З.М. Вакуумно-дуговой метод получения субмикронных пленок титана // Микро-и нанотехнологии в электронике: Материалы Международной научно-технической конференции. Нальчик: Каб.-Балк. ун-т, 2015.С.242-245.
54. Хамдохов Э.З., Казадаева Е.В. Исследование автоэмиссионных катодов на основе углеродных материалов // Микро-и нанотехнологии в электронике: Материалы Международной научно-технической конференции. Нальчик. 2014. С.167-170.
55. Хамдохов А.З., Тешев Р.Ш., Хамдохов Э.З., Хамдохов З.М., Калажоков З.Х. Калажоков Х.Х. Особенности формирования пленок TiN электродуговым методом // Микро-и нанотехнологии в электронике: Материалы Международной научно-технической конференции. Нальчик. 2014. С.171-172.
56. Хамдохов А.З., Тешев Р.Ш., Хамдохов З.М., Хамдохов Э.З.,Ильичев Э.А. Исследование зависимости структуры пленки TiN от толщины // Материалы Международного симпозиума «Устойчивое развитие: проблемы, концепции, модели». Нальчик: Кабардино-Балкарский научный центр РАН. 2013. С. 50-52.
57. Тешев Р. Ш., Хамдохов З. М., Хамдохов Э. З., Ильичев Э.А., Петрухин Г.Н. Установка для измерения автоэмиссионных токов // Материалы IV международной научно-технической конференции «Микро и нанотехнологии в электронике». Нальчик. 2011. С.155-156.

58. Тешев Р.Ш., Хамдохов Э.З., Куликаускас В.С., Черных П.Н., Ильичев Э.А. Получение металлических пленок наноразмерной толщины // Микро-и нанотехнологии в электронике: Материалы Международной научно-технической конференции. Нальчик. 2011.С.145-146.
59. Хамдохов Э.З. Разработка технологии получения автоэмиссионных катодов на основе углеродных материалов // Перспективные инновационные проекты молодых ученых КБР: Материалы республиканской конференции студентов аспирантов и молодых ученых. Нальчик. 2011. С. 228-230.
60. Neo S.H. et. al. X-ray tubes with carbon nanotubes cathode//Appl. Phys. Lett. 2007.90, 183109.
61. Э.А. Ильичев, А.Е. Кулешов, Р.М. Набиев, Г.Н. Петрухин и др. Использование графена в вакуумной микро- и наноэлектронике // Письма в ЖТФ, 2013, Т. 39, вып. 18, стр. 25-31.
62. В.А. Беспалов, Э.А. Ильичев, А.Е. Кулешов, Р.М. Набиев, Г.Н. Петрухин, Г.С. Рычков, МЭМС-переключатели в радиочастотной электронике. I. Актуальность, проблемы реализации, предварительные оценки. Обзор. // Известия высших учебных заведений «Электроника» 3/2013 (101), с.64-72.
63. В.А. Беспалов, Э.А. Ильичев, А.Е. Кулешов, Р.М. Набиев, Г.Н. Петрухин, Г.С. Рычков, МЭМС-переключатели в радиочастотной электронике. Состояние разработок и перспективы. Обзор. // Известия высших учебных заведений «Электроника» 4/2013 (102), с.61-74.
64. А.Е. Кулешов, Е.С. Чернявская, «Вакуумный эмиссионный триод - элемент эмиссионной электроники» // Тезисы докладов «V Всероссийская молодежная конференция по фундаментальным и инновационным вопросам современной физики», Москва, ФИАН, 10-15 ноября, 2013, ЮВС, С..131.

65. N. Tatsumi, A. Veda, Y. Seki et. al. Fabrication of Highly Uniform Diamond Electron Emitter Devices, SEI Technical Review, N64, April 2007. P. 15-20.
66. N. Tatsumi, A. Veda, K. Tanizaki et al. Development of n-type Diamond Electron Emitter Device, SEI Technical Review, N.66, April, 2008. P. 36-41.
67. Sung H.H, Aamir I, Sung O.C.// Appl. Phys. Lett. 2007. 90. 183109.
68. Василевский В.В., Куломзин Е.К., Лапшинов Б.А. Нанесение тонких пленок вакуумно-дуговым методом. М.: МГИЭМ. 2006. С. 6.
69. К.Л. Енишерлова, В.С. Куликаускас, В.В. Затекин, и др. // Поверхность, Рентген, синхротр. и нейтрон. исслед. 2011. № 7. С. 20.
70. Черных П.Н., Чеченин Н.Г. Методика ионно- пучкового анализа на ускорителе HVEEAN-2500. М.: МГУ. 2011. 41 с.
71. Ивахненко Н.Н., Самойлова З.А., Бадекин М.Ю. // Вісник Донецького Национального Університету, Сер.А: Природничі науки.2011.№1.С.58.
72. Gulyev Yu.V., Chemazatonskii L.A., Kosakovskaya Z.Ja. //J. Vac. Sci. Technol. B. 1995. №13. P. 435.
73. Г.Н. Фурсей, В.И. Петрик, Д.В. Новиков. // ЖТФ. Т. 79. Вып. 7. С. 122-126.
74. Нанонаука и нанотехнологии. Энциклопедия систем жизнеобеспечения. М.: EOLSS. 2010. С.218.
75. Paul K. Chu, Liuhe Li., // Materials Chemistry and Physics. 2006.V. 96. P.253.
76. Волкова Я.Б., Резчикова Е.В., Шахнов В.А. Методы получения и результаты исследования свойств графена. Инженерный журнал: наука и инновации, 2013. Вып. 6.
URL: <http://engjournal.ru/catalog/nano/hidden/807.html>
77. R. Satio, M. Hofman, G. Dresselhaus, A. Jorioand, M.S. Dresselhaus // Raman Spectroscopy of graphene and carbon nanotubes. Advances in Physics, 20011.Vol. 60. № 3.P. 413-550.

78. Лейченко А.С., Шешин Е.П., Щука А.А. // Электроника: Наука. Технология. Бизнес. 2007. № 6. С. 94-100.
79. Бабаев В.Г., Хвостов В.В., Гусева М.Б. и др. // Поверхность. Синхротронные и нейтронные исследования. 2017. № 5 .С.89.
80. Суздалев И.П. Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов. М.: КомКнига, 2006.С. 372.
81. Дымонт М.П., Самцов М.П., Некрашевич Е.М. //ЖТФ. 2000.Т.70. Вып. 7. С. 92-95.
82. Пул-мл Ч., Оуэнс Ф. Нанотехнологии. М.: Техносфера, 2006. С. 187.
83. Dresselhaus V.S., Dresselhaus G., Hofmann M. //Phil. Trans. R. Soc. A 28.- 2008. № 366. P. 1863.
84. Yan X.B. et al. Synthesis of silicon carbide nitride nanocomposite films by a simple electrochemical method Electrochemistry Com. 8. 2006. P. 737–740.
85. Won-Jun Lee, Un-Jung Kim, Chang-Hee Han, Min-Ho Chun, Sa-Kyun Rha. Characteristics of Silicon Nitride Thin Films Prepared by Using Alternating Exposures of SiH_2Cl_2 and NH_3 //Journal of the Korean Physical Society. 2005. Vol. 47. November.P.598-602.
86. Болотов В.В., Ивлев К.Е., Корусенко П.М., Несов С.Н., Поворознюк С.Н. // Физика твердого тела. 2014. Т. 56, № 6. С.1207-1211.
87. А.П. Бахтинов, В.Н. Водопьянов, З.Д. Ковалюк, З.Р. Кудринский, В.В. Нетяга, В.В. Вишняк, В.Л. Карбовский, О.С. Литвин. Морфология, химический состав и электрические характеристики гибридных структур, выращенных на основе нанокомпозита (Ni–C) на ван-дер-ваальсовой поверхности (0001) GaSe // ФТТ. 2014. Т. 56. Вып. 10. С.2050-2061.
88. Dube C.E., Workie B., Kounaves S.P., Robbat A., Jr., Aksu M.L., and Davies G. // J. Electrochem. Soc. 1995. 142. P. 3357.
89. Healy M.D., Smith D.C., Rubiano R.R., Elliot N.E., Springer R.W. Chem. Mater. 1994. 6. P. 448. Lorenz P., Finster J., Wendt G., Salyn J.V.,

- Zumadilov E.K., Nefedov V.I. // J. Electron Spectrosc. Relat.Phenom. 1979. Vol. 16. P. 267.
90. Lorenz P., Finster J., Wendt G., Salyn J.V., Zumadilov E.K., Nefedov V.I. // J. Electron Spectrosc. Relat.Phenom. 1979. Vol 16. P. 267.
91. Powell C.J. // J. Electron Spectrosc. Relat.Phenom. 2012. Vol. 185. P. 1-3.
92. Sleigh C., Pijpers A.P., Jaspers A., Coussens B., Meier R.J. J. Electron Spectrosc. Relat.Phenom. 1996. 77, 41.
93. Steven C. York, Mark W. Abee, David F. Cox α -Cr₂O₃ (101:2): surface characterization and oxygen adsorption. // Surface Science. 1999. Vol. 437. P. 386-396.
94. Tao Jiang, Inger Odnevall, Wallinder, and Gunilla Herting. Chemical Stability of Chromium Carbide and Chromium Nitride Powders Compared with Chromium Metal in Synthetic Biological Solutions. ISRN Corrosion Volume 2012, Article ID 379697, 10 pages.
95. Wendy Fredriksson, Kristina Edstrom. XPS study of duplex stainless steel as a possible current collector in a Li-ion Battery. Electrochimica Acta. 2012. 79. P. 82– 94.
96. URL <http://srdata.nist.gov>
97. URL <http://xpssimplified.com/elements/carbon.php>
98. URL <http://xpssimplified.com/elements/chromium.php>
99. URL <http://xpssimplified.com/elements/nickel.php>
100. Ягодкина Л.М., Коноплев В.Н., Игнатов М.Н. Сплав на основе твердого раствора карбида хрома в никеле // Патент РФ № 1818874, 10.05.1995.
101. Соминский Г.Г., Тумарева Т.А., Тарадаев Е.П., Мишин М.В., Степанова А.Н. // ЖТФ. 2015. Т. 85. Вып. 1. С. 138-141.
102. Охрименко О.Б., Конакова Р.В., Светличный А.М., Спиридонов О.Б., Волков Е.Ю. // Nanosystems, Nanomaterials, Nanotechnologies. 2012. Т. 10. № 2. С. 335-342.

103. Ильичев Э.А., Кириленко Е.П., Петрухин Г.Н., Рычков Г.С., Сахаров О.А., Хамдохов Э.З., Чернявская Е.С., Шупегин М.Л., Щекин А.А. Особенности формирования графеновых слоев из аморфных углеродных и кремний-углеродных пленок // Письма в ЖТФ. 2014. Т.40. Вып. 2. С.10-14.
104. Khamdokhov E. Z., Khamdokhov Z.M., Kulikauskas V. S., Chernykh P. N., Serushkin S. V., Migunova E. S. Effect of Thermal Annealing on the Properties of a C/Ni Heterostructure // The Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2014. Vol.8. № 6. P.12997-1301.
105. Хамдохов Э.З., Тешев Р.Ш., Хамдохов З.М., Хамдохов А.З., Калажоков З.Х., Калажоков Х.Х. Получение углеродных пленок методом электродугового распыления графита в магнитном поле // Поверхность. Синхротронные и нейтронные исследования. 2014. № 12. С. 68-73.
106. Хамдохов Э.З., Тешев Р.Ш., Хамдохов З.М., Калажоков З.Х., Калажоков Х.Х., Куликаускас В.С., Ерискин Ф.Ф. // Свойства хром - никелевого сплава после воздействия пучка ионов углерода. Известия КБНЦ РАН. 2015. № 5 (67). С. 18-23.
107. Хамдохов А.З., Хамдохов Э.З. Способ получения однофазных пленок нитрида титана // Патент РФ № 2497977 от 10 ноября 2013г.
108. Хамдохов Э.З., Хамдохов З.М. Способ изготовления катода на основе массива автоэмиссионных эмиттеров. Патент РФ № 2640355 от 18 апреля 2016г.
109. Хамдохов Э.З., Хамдохов З.М., Хатукаев Х. М., Тегаев Р.И. Особенности осаждения углеродных пленок на кремниевую подложку // Вестник КБГУ. Серия: Физические науки. Вып. 12, 2009. С. 56-57.
110. Хамдохов А.З., Хамдохов Э.З., Хамдохов З.М. Нанесение углеродных пленок с помощью источника ионов типа «Радиал» //

Микро - и нанотехнологии в электронике: Материалы Международной научно-технической конференции. Нальчик. 2009. С. 141-143.

111. Хамдохов А.З., Хамдохов Э.З., Хамдохов З.М. Влияние морфологии кремниевой подложки на форму поверхности пленок TiN и TiC // Микро - и нанотехнологии в электронике: Материалы Международной научно-технической конференции. Нальчик. 2010. С.126-127.
112. Фролова В.А., Чернова С.С., Тешев Р.Ш., Хамдохов А.З., Хамдохов Э.З. Исследование однородности пленки TiN, полученной вакуумно-дуговым методом // Микро- и нанотехнологии в электронике: Материалы Международной научно-технической конференции. Нальчик. 2010.С.221-222.



**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ
ПРЕДПРИЯТИЕ «НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ ФИЗИЧЕСКИХ ПРОБЛЕМ им. Ф.В. ЛУКИНА»**
(ФГУП «НИИФП им. Ф.В.Лукина»)

124460, Москва, г. Зеленоград, проезд 4806, д. 6
Тел.: (499) 731-13-06, факс: (499) 731-55-92
E-mail: admin@niifp.ru

ИНН 7735043980 КПП 773501001 ОКВЭД 73.10
ОКПО 11474563 ОКАТО 45272576000
р/с 40502810838150100025 в Московском
Банке Сбербанка России ОАО г. Москва
к/с 30101810400000000225 БИК 044525225

№ 192

от 30.05.2014

В диссертационный совет
Д 212.076.11
Кабардино-Балкарского
государственного
университета

СПРАВКА

об использовании результатов кандидатской диссертации Хамдохова Э.З.
«Электродуговой метод получения углеродных пленок для приборных применений»

Настоящей справкой удостоверяем использование материалов диссертации Хамдохова Э.З. «Электродуговой метод получения углеродных пленок для приборных применений» при выполнении НИР «Разработка и исследование технологии формирования графеновых структур для приборных применений» (ГК №14.749.11.0060).

В рамках указанной НИР, с использованием материалов диссертации Хамдохова Э.З. в части разработанного им технологического процесса осаждения углеродных пленок наноразмерной толщины и изготовленных на его основе структур содержащих аморфные алмазоподобные углеродные пленки наноразмерной толщины, были получены мультислойные приборные структуры, содержащие графеновые пленки. Комплексные диагностические исследования, с использованием методов рентгеновского микроанализа, романовской спектроскопии, просвечивающей электронной микроскопии и профилометрии, позволили не только зарегистрировать факт формирования графеновых пленок при прохождении ими специализированного технологического маршрута, но и проследить динамику и основные технологические параметры процесса модификации упомянутых углеродных алмазоподобных пленок в мультислойные (3-4 монослоя) графеновые пленки.

Материалы диссертации были предоставлены Хамдоховым Э.З. на безвозмездной основе для их использования при выполнении НИР (ГК №14.749.11.0060).

Директор
ФГУП «НИИФП им. Ф.В. Лукина»



А.Л. Гудков

Ответственный исполнитель:
Руководитель НИР
по ГК №14.749.11.0060,
Нач. отдела №85


Г.Н. Петрухин



МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное
автономное образовательное
учреждение высшего
профессионального образования
«Национальный исследовательский
университет «МИЭТ»

Проезд 4806, д.5, Зеленоград, Москва, 124498
 Тел.: (499) 731 44 41 Факс: (499) 710 22 33
 E-mail: netadm@miet.ru <http://www.miet.ru>
 ОГРН 1027739615584

08.04.2015 № 86-654/3-15
 на № _____



УТВЕРЖДАЮ
 Проректор по НР МИЭТ
 д.т.н., профессор,
 С.А. Гаврилов

АКТ

о внедрении результатов кандидатской диссертации Хамдохова Э.З. «Электродуговой метод получения углеродных пленок для приборных применений»

Настоящим актом удостоверяем факт использования части материалов диссертации Хамдохова Э.З. «Электродуговой метод получения углеродных пленок для приборных применений» при выполнении НИР "Исследование перспективных типов сверхвысокочастотных приборов и структур, разработка технологических принципов их изготовления (сильноточные автоэмиссионные СВЧ диоды в диапазоне частот 30 ГГц и более)» ГК №№ 14.427.11.0003.

В рамках указанной НИР, с использованием материалов диссертации Хамдохова Э.З. в части разработанного им технологического процесса низкотемпературного осаждения аморфных углеродных пленок наноразмерной толщины, разрабатываются, изготавливаются и исследуются автоэмиссионные гетероструктуры, содержащие упомянутые аморфные углеродные и поликристаллические алмазные пленки, последовательно осажденные на наноструктурированные поверхности кремниевых пластин. Результаты электрофизических и электронно-микроскопических исследований, а также результаты исследований вторичной эмиссии электронов, профильных исследований оже-спектров и спектров комбинационного рассеяния исследуемых углеродных пленок подтверждают эффективность их применений в задачах указанной НИР.

Руководитель НИР по ГК №№ 14.427.11.0003,
 Нач. лаб.НИЛФЭ

Э.А. Ильичев

000792