

(200) ナノデバイス

ZrO/W(100)表面修飾型電子源の S-K チャートによる評価

Characterization of ZrO/W(100) Schottky Emitters using S-K chart

中川 晴香[†] 真鍋 美乃里^{††} 川久保 貴史^{††}
Haruka Nakagawa[†] Minori Manabe^{††} Takashi Kawakubo^{††}

[†]香川高専 電子情報通信工学専攻 ^{††}香川高専 通信ネットワーク工学科

1 はじめに

電子源とは、真空中に電子を放出するデバイスで、電子顕微鏡や電子線描画装置等の電子ビームを扱う装置に用いられる。その中で、ZrO/W(100)表面修飾型電子源とは、針状に加工したタングステン線材の先端をジルコニウムと酸素で修飾した電子源である。電子源の重要な特性の一つである仕事関数に着目すると、タングステンは金属としては比較的工作関数が高く、電子放射し難い材料である。しかし、ジルコニウムと酸素で修飾することで、タングステン(100)面の仕事関数が選択的に低下する性質を利用し、高輝度な電子源として実用化されている。タングステン(100)面の仕事関数低下のメカニズムについては完全には明らかになっていないが、修飾時の表面組成や原子配列によるものと考えられ、ジルコニウム以外の第3族や第4族の金属と酸素による修飾でも起こることが報告されている。[1]また、タングステンの他にも、モリブデン(100)面においても修飾による仕事関数低下が報告されている。[2]

仕事関数の算出には、Fowler-Nordheim の式を変形した F-N プロットが広く用いられている。これは電子源を電界放射モードで電子放射させたときの、印加電圧と放射電流の関係から作成するグラフで、このグラフのプロット点から得られる直線の傾き成分から、電子源の仕事関数を算出することができる。

しかし、これまで ZrO/W(100)電子源を超える高輝度電子源を目指し、F-N プロットを用いた電子源材料探索を行ってきたが、算出された仕事関数が低いにも関わらず、想定したほどの放射電流が得られない材料があった。そこで、F-N プロット以外の有用な電子源評価方法として、F-N プロットの直線の傾き成分だけでなく、切片成分も利用する S-K (Seppen-Katamuki) チャートの導入を考えた。[3]

本研究では、仕事関数が既知である ZrO/W(100)電子源、及び、修飾前のタングステン電子源について、S-K チャートを用いると結果にどのような差異が現れるか調査し、比較検討を行ったので報

告する。

2 実験

2.1 電子源の作製

電子源材料の作製には、市販のタングステン多結晶線材（直径 0.15mm）を用いた。図 1(a)に作製したタングステン電子源を示す。電子源先端は電解研磨によって曲率半径 0.1 μ m 程度の鋭い針状に加工した。図 1(b)に ZrO/W(100)電子源を示す。ZrO/W(100)電子源は、タングステン電子源のシャフトの部分に酸化ジルコニウム粉末をコロジオン溶液に溶いて塗布することで作製した。

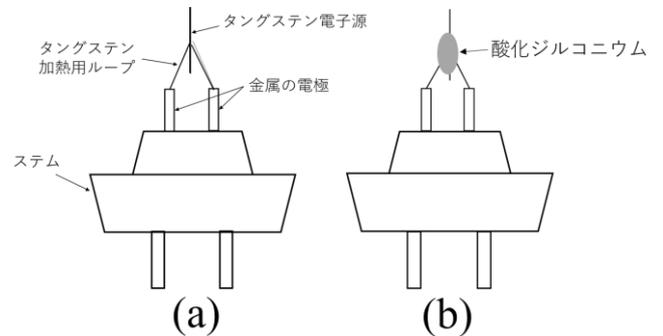


図 1. タングステン電子源

2.2 電界放射実験

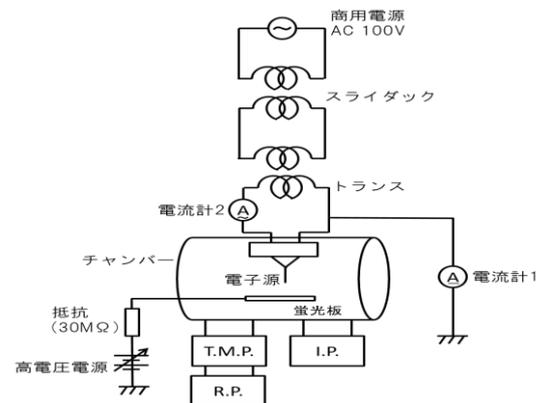


図 2. 実験装置

図2に電界放射実験装置を示す。実験手順は以下のとおりである。

- ① 作製した電子源材料を、チャンバー内へセットし、チャンバー内の排気とベークを行い、 10^{-7} Pa オーダの超高真空とする。
- ② 超高真空中で、電子源材料を通电加熱する。初めに、電子源が白熱する温度 (2200 K) で 10 秒程度のフラッシングにより電子放射面を清浄化する。ZrO/W(100)試料の場合は、この後 1800 K で数分間通电加熱を続け、電子源シャフトに塗布した酸化ジルコニウムを試料針先まで熱拡散させる。
- ③ 電子源試料とそれに対向する電極 (蛍光板) の間に数 kV の電圧 V を印加することで、電子源試料先端の電子放射面へ電界を集中させる。電界放射が起きると、蛍光板に電子放射像が映る。ZrO/W(100)試料の場合は、この像を確認することで熱拡散の進行具合が把握できる。ジルコニウム酸化物が十分拡散すると(100)面の仕事関数が低下し、電子放射が集中するため、放射像に変化が起きる。
- ④ 印加電圧 V を変えながら、そのときの放射電流 I を測定する。
- ⑤ 得られた I - V 特性から F-N プロットを描く。また、F-N プロットの切片と傾きより S-K チャートを描く。
- ⑥ 電界放射実験後、電子源試料をチャンバーから取り出し、電子源の先端曲率半径を FE-SEM で測定する。

3 結果

3.1 F-N プロット

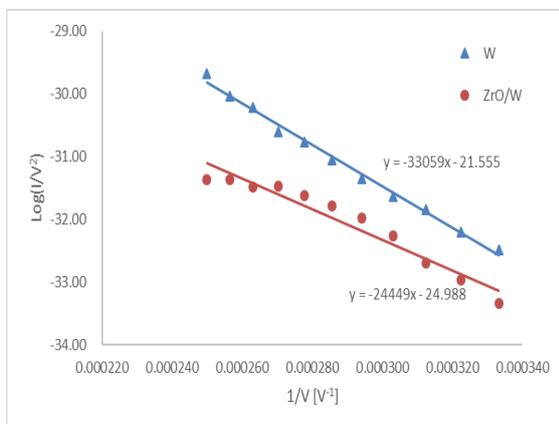


図3. F-N プロット

図3に F-N プロットの結果例を示す。横軸に印加電圧 V の逆数、縦軸に放射電流 I を印加電圧 V の二乗で除したあと自然対数を取った値を示している。F-N プロットの傾きは、タングステン電子源で -33055、ZrO/W(100)電子源で -30379 である。それぞれ仕事関数を算出すると、タングステン電子源は 4.64 eV、ZrO/W(100)電子源は 2.69 eV となり、これらは文献値に近似した値であった。[4][5]

3.2 S-K チャート

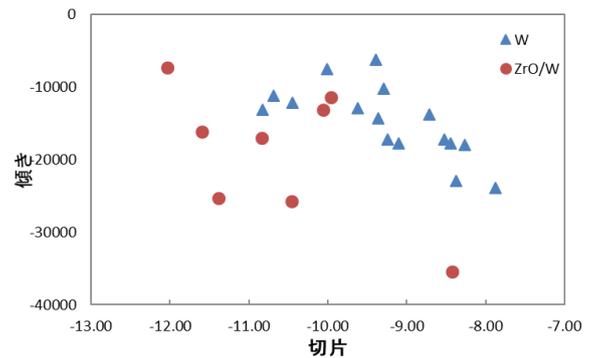


図4. S-K チャート

図3で得られた一つの F-N プロット (切片と傾き) が、S-K チャート上での 1 点となる。図4に S-K チャートの結果を示す。横軸に F-N プロットの切片、縦軸に F-N プロットの傾きを示している。ここで、F-N プロットでは測定結果を自然対数で計算して扱っていたが、S-K チャートでは慣例に従って結果を常用対数へ変換して扱っている。タングステン電子源と ZrO/W(100)電子源では、S-K チャート上へプロットされる領域が異なっていることが分かる。

4 考察

S-K チャート上において、測定点は通常、仕事関数の低い順に右上から現れるといわれている。そのため、今回の実験では仕事関数が 2.7 eV の ZrO/W(100)電子源、4.6 eV のタングステン電子源の順に右上から現れると予測されるが、実際の測定結果ではタングステン電子源、ZrO/W(100)の順で右上から現れた。

ここで電界放射による特性測定では、タングステン、ZrO/W(100)の順に電界放射が始まるまでの加速電圧が大きくなっている。つまり、電子が出難くなっている。この結果より、電子源として用いるときはほかのパラメータの影響もあり、低仕事関数であることと電子の出やすさは必ずしもイコールにはならないと考えられる。そして、S-K チャート上で右

上に現れるのは「電子放射しやすい電子源」であると考えられる。



図 5. ZrO/W(100)電子源の電子放射像

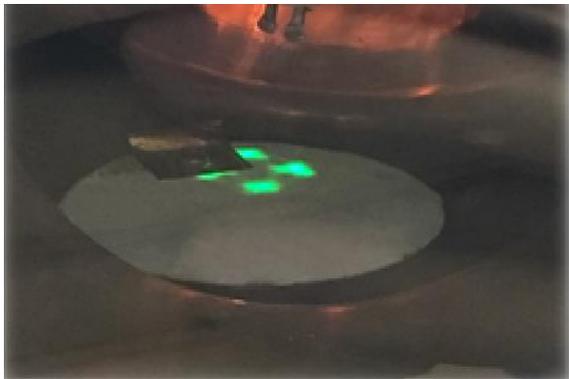


図 6. タングステン電子源の電子放射像

また、ZrO/W(100)電子源は電界放射の際、二つの輝点が現れる。図 5 に ZrO/W(100)の電界放射像を示す。これは二つの(100)面の仕事関数が低下しているためである。しかし、表面修飾を行っていないタングステン電子源の場合は四つの輝点が現れる。図 6 にタングステン電子源の電界放射像を示す。ここでは図 5 と違い、四つの輝点がみられている。これは二つの(111)面と、二つの(100)面周辺からの電子放射像である。F-N プロットの切片には電子放射面積が含まれている。輝点数が変わると、電子放射面積が変わるため、その違いも S-K チャートの結果に影響を及ぼしていると考えられる。

5 結論

本研究では、電界放射電子源の評価方法の一つである S-K チャートの金属の違いによる差異を確認することを目的とした。

複数個のタングステン電子源、及び、ZrO/W(100)電子源を作製し、電界放射実験を行なった。測定した放射電流 I と印加電圧 V の関係を F-N プロット及び S-K チャート上にプロットした。

実験結果より、F-N プロットから求めたタングステン電子源の仕事関数は 4.64 eV、ZrO/W(100)電子源の仕事関数は 2.69 eV となり、それぞれ文献値に近似した値が得られた。

S-K チャート上では電子源の種類によってプロット点の現れる範囲が異なった。また、S-K チャート上では通常は仕事関数の低い順にプロット点が右上から現れるとされているが、実際の測定結果では印加電圧の低い順、つまり電子の出やすい順に右上から W、ZrO/W の順で現れた。この結果より、S-K チャート上では「電子放射しやすい電子源」が右上に現れる。そして、ZrO/W(100)電子源では電界放射の際、輝点が二つ現れるが、表面修飾していないタングステン電子源の場合は輝点が四つ現れる。F-N プロットの切片には電子放射面積が含まれているため、この電子放射面積の違いが S-K チャートの結果に影響していると考えられる。

今後の課題として、ジルコニウム酸化物以外で表面修飾したタングステン電子源を作製し、S-K チャート上で差異を確認することが挙げられる。

参考文献

- [1] 川久保貴史, 中根英章, III族酸化物で修飾した W(100)面からの電子放射—Sc 酸化物, Pr 酸化物, Nd 酸化物による仕事関数低下現象—, 信学技報, Vol. 116, no. 268, ED2016-52, pp. 41-46, 2016
- [2] 佐藤慎也, 中根英章, 安達洋, 二酸化ジルコニウム熱拡散によるモリブデン(100)面からの電界放射の優勢化, 真空, Vol. 47, No. 3, pp.51-54, 2004
- [3] 西田 和史, 岩津 文夫, 森川 浩志, 局所電流を用いた Seppen-Katamuki チャート, 真空, Vol.48, No.3, pp.115-117, 2005
- [4] 走査電子顕微鏡, 日本電子顕微鏡学会関東支部編, pp.5-6, 2008
- [5] 大西亮, 川久保貴史, モリブデンおよびタングステン電界放射電子源の SK チャートによる評価, The 19th IEEE Hiroshima Section Student Symposium, 2017