

**КАПИЛЛЯРНАЯ НЕУСТОЙЧИВОСТЬ И ЭМИССИЯ НАНОЧАСТИЦ В
ЖИДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ИСТОЧНИКАХ ИОНОВ**

И.С.ГАСАНОВ, И.И.ГУРБАНОВ

*Институт Физики НАН Азербайджана
AZ1143, Баку, пр. Г.Джавида, 33*

Изучены механизм возбуждения колебаний и характеристики мелкодисперсной фазы в жидкометаллических источниках ионов. При отрыве капель с вершины вытянутого конуса Тейлора на его поверхности развивается система стоячих капиллярных волн с частотами 2÷30 МГц. Возмущения жидкой поверхности модулируют извлекающее электрическое поле и ток ионов, спектр колебаний которого имеет квазидискретную форму. Генерируемые нанокapли могут быть также использованы для создания поверхностных квантовых структур.

ВВЕДЕНИЕ

Продолжительное и детальное изучение источников ионов на проводящей жидкости позволило определить характеристики ионной и нанокapельной эмиссии и выяснить возможности прикладного использования таких источников [1,2].

Острые эмиттеры обладают наиболее высокой плотностью тока, весьма малой зоной эмиссии, способностью генерировать заряженные капли рабочего вещества с размерами нанометрового масштаба. Возможность фокусировки получаемых пучков до субмикронных размеров находит применение в микротехнологии, а генерация наночастиц различного состава представляет большой интерес для получения тонких пленок и нанотехнологии.

В определенных режимах действия острых источников стабильность ионной эмиссии нарушается, и в пучке возникают колебания тока. Как было установлено в экспериментах [3], неустойчивость ионной эмиссии сопровождается генерацией заряженных наночастиц. Обращает на себя внимание тот факт, что спектр колебаний тока является дискретным [3,4], в то время как спектр частиц по размерам имеет сплошной состав [5]. В условиях экспериментов [6] капли переносили не более 1% ионного тока.

Было предположено, что возникновение высокочастотных колебаний связано с возбуждением капиллярных волн, а низкочастотных ($f < 10$ МГц) – с возбуждением прибойных волн [4]. Теоретическое рассмотрение явления каплеобразования основывается на неустойчивости Рэлея струи жидкости и неустойчивости Фарадея поверхностных капиллярных волн вблизи основания струи [7]. В этой модели период колебаний ионного тока определяется временем пролета заряженных наночастиц через ускоряющий зазор.

В рамках существующих представлений указанная выше дискретная форма спектра колебаний ионного тока не находит какой-либо интерпретации. В настоящей работе рассматривается механизм развития выделенных мод колебаний в острых эмиттерах на проводящей жидкости и предлагаются новые применения таких источников.

ЭКСПЕРИМЕНТ

Измерения проводились с компактным источником ионов индия и олова [8,9], схема которого представлена на Рис.1. Рабочее вещество 3 помещалось в графитовый контейнер 2, подогреваемый электронной бомбардировкой с катода 1. Высота контейнера с иглой не превышает 10мм. Для обеспечения хорошего смачивания рабочим веществом поверхности иглы ее материал необходимо

тщательно подбирать. Для индия в качестве иглы использовалась никелевая, а для олова – стальная проволока диаметром 0,6мм. В экспериментах измерялись ионные токи в цепи экстрактора 5 и коллектора 7, а также переменные составляющие этих токов. При измерении сигнала в одной цепи другая цепь заземлялась. Спектр колебаний токов определялся посредством анализатора С4-25 с полосой частот до 60МГц, анализ сигналов производился с помощью осциллографа С8-2. Для масс анализа состава пучков использовался анализатор типа фильтра скоростей Вина со скрещенными $\vec{E} \perp \vec{B}$ полями. Напряженность магнитного поля в анализаторе имела величину 1,4 кЭ, анализатор располагался между экстрактором и коллектором. В цепи коллектора регистрировались токи от 10^{-12} А посредством усилителя постоянного тока У5-9. Источник монтировался на базе вакуумной установки ВУП-4, предельный вакуум в которой составлял $5 \cdot 10^{-6}$ мм рт.ст.

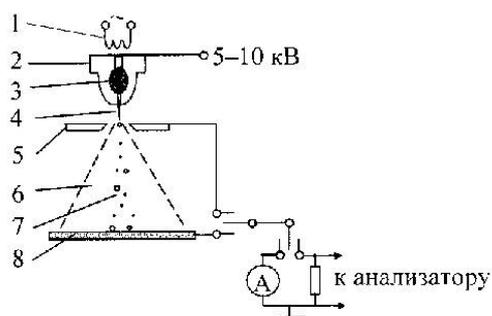


Рис.1.

Схема острейного источника ионов: 1-накаливаемый катод; 2-контейнер; 3-рабочее вещество; 4-игла; 5-экстрактор; 6-ионный пучок; 7-наноклап; 8-коллектор.

В экспериментах при монотонном увеличении извлекающего напряжения определялись характеристики ионной и наноклапельной фаз. Эмиссия ионов возникает пороговым образом при извлекающем напряжении 5÷6кВ (расстояние игла – экстрактор около 0,5мм). Стабильность эмиссии нарушается при ионном токе около 50мкА, когда в цепи экстрактора возбуждаются колебания с частотой порядка 15-20МГц. На Рис.2 представлены спектры колебаний в цепи экстрактора

Нами было обращено внимание на то, что до определенного тока эмиссии в цепи коллектора колебания отсутствуют (Рис.2, позиция 2).

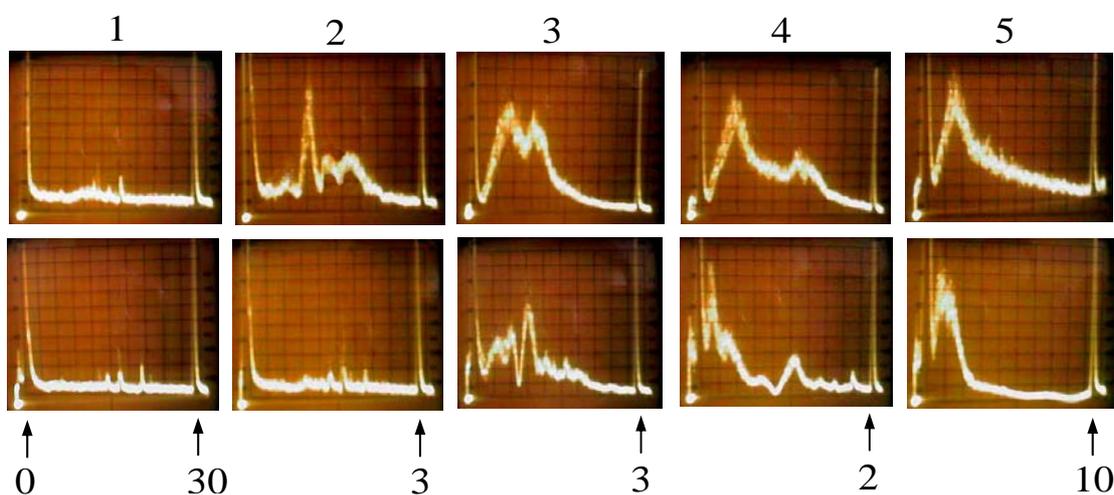


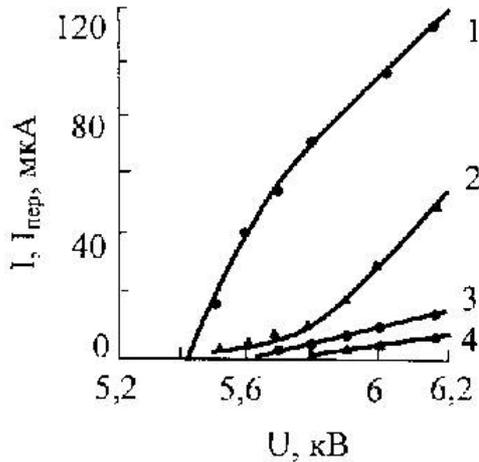
Рис.2.

Спектры колебаний переменных сигналов: верхний ряд – спектры колебаний в цепи экстрактора, нижний ряд – спектры колебаний цепи коллектора.

№ поз.	1	2	3	4	5
I_k , мкА	45	57	75	100	120
I_s , мкА	5	6	21	35	50

С дальнейшим увеличением напряжения извлечения в обеих цепях последовательно возбуждаются дискретные моды колебаний с меньшей частотой и большей интенсивностью. При этом ранее возбужденные моды сохраняются

неизменными. Минимальная частота колебаний порядка 2МГц достигается при токе эмиссии 120÷50мкА. Интенсивность колебаний в цепи коллектора значительно меньше, чем в цепи экстрактора. Как видно из Рис.3, при возникновении колебаний вольтамперная характеристика не испытывает резкого излома, уровень переменных составляющих токов заметно ниже уровня постоянных составляющих, причем уровень модуляции сигнала коллектора значительно меньше уровня модуляции сигнала экстрактора.



Как было установлено ранее, при использовании в качестве рабочего вещества сплава никеля, обладающего большой вязкостью, вплоть до 200мкА ионного тока колебания вообще не возбуждались [10]. Также в источнике ионов олова при малой крутизне вольтамперной характеристики колебания токов не регистрировались. В последнем случае оказалось, что игла была плохо смочена рабочей жидкостью.

Рис.3.

Зависимость токовых компонент в цепи экстрактора и коллектора от извлекающего напряжения:

1 – I_к, 2 – I_э, 3 – $\tilde{I}_э$, 4 – $\tilde{I}_к$.

Масс-анализ состава получаемых пучков показал, что одновременно с возбуждением колебаний в цепи экстрактора в пучке появляется поток нанодисперсных частиц, распространяющихся вдоль оси пучка [3]. Кривая распределение капель по удельному заряду имеет форму достаточно широкого пика. Максимальный удельный заряд частиц порядка $5 \cdot 10^4$ Кл/кг, то есть на каждые 15 атомов в среднем приходится один элементарный заряд. С увеличением тока эмиссии величина среднего удельного заряда уменьшается. Необходимо подчеркнуть, что в начальной фазе неустойчивости в цепи экстрактора регистрируется переменный сигнал, на коллектор осаждаются заряженные наночастицы, но в цепи коллектора колебаний нет.

Измерения размеров частиц посредством электронного микроскопа показали, что они составляют сплошной спектр от 2 до 40нм, число самых малых частиц на три порядка превышает число самых крупных [5,7], имеются отдельные частицы с размерами до десятых долей мкм. С увеличением общего тока эмиссии диапазон размеров частиц расширяется в сторону больших величин.

Таким образом, в остром эмиттере ионов колебания тока возникают одновременно с эмиссией заряженных наночастиц; спектр колебаний токов является квазидискретным, а спектр частиц по размерам – непрерывным.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ И ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Перечисленные выше наблюдения свидетельствуют в пользу того, что в жидких эмиттерах развивается капиллярная неустойчивость поверхности [4]. По мере увеличения электрического поля конус Тейлора [11] вытягивается и в определенный момент от вершины отрывается капля, импульс отдачи которой модулирует поверхность жидкости. Максимальное на вершине иглы электрическое поле отрывает мелкие капли от гребней поверхностных волн, и они распространяются вдоль оси пучка. Оценки показывают, что время остывания на

10К каплеь минимального размера на два порядка больше времени их пролета через ускоряющий промежуток, то есть такие капли с максимальным удельным зарядом являются подвижным эмиттером, с поверхности которого продолжается эмиссия ионов (Рис.1). В начальной стадии неустойчивости модуляция электрического поля вследствие возмущений жидкой поверхности происходит с тыльной стороны нанокapлеь, поэтому ионный ток в цепи коллектора практически не испытывает колебаний. Эта модуляция электрического поля вызывает колебания тока в цепи экстрактора, то есть в ней протекает емкостной ток. Коллектор экранирован от иглы поверхностью экстрактора, поэтому в его цепи емкостной ток не возникает.

При увеличении напряжения экстрактора возрастает интенсивность каплеьной эмиссии вследствие возрастания амплитуды возмущения жидкости. При определенной пороговой амплитуде возбуждается более мощная и низкочастотная мода колебаний [12]. В развитой стадии неустойчивости при низком значении удельного заряда каплеь эмиссии ионов уже не происходит, так как поле на поверхности каплеь меньше испаряющего поля E_0 . Теперь ионный ток модулируется с частотой капиллярной неустойчивости, и в цепи коллектора также регистрируется переменный сигнал. В отличие от емкостного сигнала экстрактора сигнал коллектора является переменной составляющей тока ионов. В дальнейшем аналогично возникают новые моды колебаний на поверхности эмиттера может развиваться система стоячих капиллярных волн. Граница системы вблизи конуса Тейлора не является жесткой, так как к вершине иглы все время подтекает жидкость. Вне зоны конуса Тейлора толщина жидкой пленки мала, и здесь колебания поверхности подавляются. В случае большой вязкости рабочего вещества (никель) и слабо смоченной поверхности (олово) капиллярная неустойчивость не развивается.

Оценим длину волны капиллярных волн [12] при предельных частотах колебаний. Для олова при максимальной частоте $f=30\text{МГц}$

$$\lambda = \sqrt[3]{\frac{8\pi\sigma}{\rho f^2}} = 1,3 \text{ мкм}, \quad (1)$$

а при минимальной частоте $f=2\text{МГц}$ $\lambda=7,9\text{мкм}$ (σ -коэффициент поверхностного натяжения, ρ -плотность жидкости). Последняя величина соответствует размеру конуса Тейлора, определенному по оценкам и непосредственным наблюдениям других авторов.

Минимальная амплитуда возмущений, приводящая к развитию капиллярной неустойчивости [12] при максимальной частоте $f=30\text{МГц}$,

$$A_{\text{пор}} = \frac{2\delta}{\omega k} = \frac{4\eta}{\rho f \lambda} = 26 \text{ нм}, \quad (2)$$

где δ -декремент затухания, η -динамическая вязкость. Полученная величина на порядок превосходит размер самых мелких и многочисленных частиц, осаждаемых на поверхности коллектора. Причиной этого явления может быть рэлеевская неустойчивость заряженной каплеь. Оценка минимального размера каплеь, разрываемой собственным электрическим полем, дает величину

$$R = \frac{4\sigma}{\varepsilon_0 E^2} = 1,1 \text{ нм} \quad (3)$$

при $E=1,5 \cdot 10^8 \text{В/см}$. По всей видимости электростатический распад заряженных каплеь приводит к тому, что распределение наночастиц по размерам становится непрерывным и несимметричным в отличие от дискретного спектра колебаний ионного тока.

Считая, что колебания тока в цепи экстрактора вызываются модуляцией электрического поля вследствие возмущений жидкой поверхности эмиттера, можно еще одним способом оценить амплитуду колебаний жидкости. В упрощенной модели систему игла-экстрактор заменим плоским конденсатором с некоторой эффективной площадью пластин S , находящихся на расстоянии d друг от друга. Колебаниям поверхности жидкости соответствует переменное расстояние между пластинами плоского конденсатора $(d+h_m\cos\omega t)$. Для периодического емкостного тока в цепи экстрактора получим выражение

$$i = \frac{\varepsilon_0 S U \omega h_m}{d^2} \sin \omega t, \quad (4)$$

где U – извлекающее напряжение, h_m – амплитуда возмущения жидкой поверхности. При амплитуде переменного тока $I_m=1\text{мкА}$ (Рис.3), частоте колебаний $f=30\text{МГц}$, площади пластин $S=1\text{мм}^2$, расстоянию между ними $d=0,5\text{мм}$

$$h_m = \frac{I_m d^2}{\varepsilon_0 S U \omega} = 30 \text{ нм}. \quad (5)$$

Эта величина соизмерима с пороговой амплитудой (2) возбуждения капиллярной неустойчивости.

В настоящее время существуют различные методы получения дисперсных частиц для нанотехнологии. В острых источниках ионов наноклап проводящего материала получают простым и недорогим способом. Эти частицы можно осаждать, например, на поверхность светочувствительных полупроводниковых материалов для модификации их свойств. Посредством нанесения наночастиц также возможно создание различных квантовых структур на предварительно подготовленной поверхности. Подобные исследования уже проводятся в Институте Физики НАН Азербайджана [13].

Генерация заряженных наночастиц в острых источниках ионов связана с развитием капиллярной неустойчивости жидкого эмиттера. Колебания поверхности эмиттера модулируют электрическое поле в промежутке игла-экстрактор. В дальнейшем модуляция поля приводит к модуляции ионного тока. Дискретная форма спектра колебаний связана с развитием стоячих капиллярных волн на поверхности конуса Тейлора. Эмитируемые заряженные капли разрываются собственным электрическим полем, поэтому спектр частиц по размерам является непрерывным, и в нем значительно преобладают частицы с минимальным размером порядка 2 нм.

1. D.R.Kingham, L.W. Swanson, *Appl. Phys. A.* **34** (1984) 123.
2. Y.Ochiai, K.Shihoyama, T.Shiokawa, K.Tiyoda et.al., *J.Vac.Sci.Technol*, **B4** № 1 (1986) 333.
3. В.Е.Бадан, И.С. Гасанов, *Письма в ЖТФ*, **15** Вып.18 (1989) 49.
4. В.Г.Дудников, А.Л. Шабалин, *ЖТФ*, **55** (1985) 776.
5. V.V.Vladimirov, V.E.Badan, V.N.Gorshkov, L.G.Grechko, I.A.Soloshenko, *J.Vac.Sci.Technol.*, **B.9** (1991) 2582.
6. S.P.Tompson, von A.Engel,*J.Phys.D: Appl. Phys.*, **15** (1982) 925.
7. В.Е.Бадан, В.В.Владимиров, В.Н.Горшков, И.А.Солошенко, *ЖТФ*, **63** № 6(1993) 47.
8. I.S.Gasanov, *Turkish J. Phys.*, **20** (1996) 1098.
9. И.С. Гасанов, *Письма в ЖТФ*, **25** Вып.17 (1999) 23.
10. М.Д.Габович, И.С.Гасанов, И.М. Проценко, *ЖТФ*, **58** (1988) 2367.
11. G.Taylor, *Proc. Royal Soc. Ser. A.*, **280** №1382 (1964) 383.

12. “Физические основы ультразвуковой технологии”, Под ред. Л.Д.Розенберга. М.: Наука, (1970) 688.
13. I.S.Gasanov, I.I.Gurbanov, Mat. 1 Int. Scien. Sem. “Light in Nano-Size Solids”, Baku (2004) 26.

MAYE İON MƏNBƏLƏRİNDƏ KAPİLYAR DAYANIQSIZLIĞI
VƏ NANOHİSSƏCİKLƏRİNİN EMİSSİYASI

İ.S.HƏSƏNOV, İ.İ.QURBANOV

Maye ion mənbələrində rəqslərin həyəcanlama mexanizmi və xırda dispersli fazanın xarakteristikaları öyrənilmişdir. Uzunlaşdırılmış Teylor konusunun təpəsindən damcılardan qopmasında onun səthində 2÷30 MHz tezliklərlə dayanan kapilyar dalğaların sistemi əmələ gəlir. Maye səthin pozulması rəqslər spektrin kvazidiskret formasına malik ion cərəyanını və çıxartma elektrik sahəsini moduləşdirir. Qenerasiya edilən nanohissəciklər, həmçinin kvant səthi strukturlarının yaradılması üçün istifadə oluna bilər.

CAPILLARY INSTABILITY AND EMISSION OF NANODROPLETS IN EDGE ION SOURCE

I.S.GASANOV, I.I.GURBANOV

We have studied the mechanism of excitation of fluctuations and characteristics of small dispersive phase in liquid metal ion source. At a separation of drops from top of the extended Taylor cone on its surface the system of standing capillary waves with frequencies of 2÷30 MHz developed. Indignations of a liquid surface modulate extraction electric field and a current of ions which spectrum of fluctuations had the quasi discrete form. Generated nanodroplets could be used also for creation of surface quantum structures.

Редактор: Ш.Нагиев