2024年1月

Journal of Terahertz Science and Electronic Information Technology

### 文章编号: 2095-4980(2024)01-0017-05

# 基于太赫兹真空器件的微型阴极抑制膜特性研究

张 敏,张 珂,杨鹏云

(中国电子科技集团公司 第十二研究所, 北京 100015)

摘 要:为满足太赫兹真空器件对阴极的大电流密度、小电子注尺寸需求,利用双离子束辅助沉积技术在浸渍钪酸盐阴极表面沉积 Ta/Zr抑制膜,并利用聚焦离子束刻蚀技术制备出发射面直径为100μm的微型热阴极。在此基础之上着重研究这种阴极的抑制膜特性,研究表明,Ta/Zr膜层比Zr膜层临界附着力更强,双离子束辅助沉积制备的Ta/Zr抑制膜比磁控溅射制备的Ta/Zr抑制膜 更加致密,并且抑制发射寿命更长。阴极良好的抑制效果一方面是因为Ba扩散至Zr中形成高功函数物质,另一方面是因为Ta/Zr复合膜层高度致密有效抑制了Ba的扩散。

关键词: 太赫兹器件; 微型阴极; 双离子束沉积; Ta/Zr 抑制膜
 中图分类号: TN103
 文献标志码: A
 doi: 10.11805/TKYDA2023289

## Study on the characteristics of mini-cathode anti-emission coating based on THz vacuum devices

ZHANG Min, ZHANG Ke, YANG Pengyun

(Beijing Vacuum Electronics Research Institute, Beijing 100015, China)

**Abstract:** In order to meet the demand of THz vacuum devices for miniature electron beam with high current density, a kind of miniature cathode has been prepared by depositing Ta/Zr coating on impregnated scandate cathode surface via dual Ion-Beam-Assisted Deposition (Dual IBAD) and etching an emission zone with a diameter of 100 m via Focus Ion Beam(FIB). Based on the previous study, this paper focuses on the characteristics of anti-emission coating. It is shown in the experimental results that Ta/Zr coating prepared by dual Ion Beam Assisted Deposition(Dual IBAD) can suppress electron emission more effectively and has a longer life time than that prepared by magnetron sputtering. The reasons for the sound anti-emission performance are that composition with high work function is formed in the process of Barium diffusion into the Ta/Zr coating, and that Barium diffusion is effectively suppressed by the high dense Ta/Zr coating.

**Keywords:** THz vacuum devices; mini cathode; Dual Ion Beam Assisted Deposition; Ta/Zr antiemission coating

阴极是真空电子器件提供电子发射的关键部件,其性能与结构直接影响真空器件电子注的质量和性能。随着真空器件频率向太赫兹方向发展以及真空器件的互作用结构尺寸进一步减小,电子注的电流密度需满足每平方厘米几十安培,电子注的尺寸需降到微米量级。通过对电子注压缩达到这一要求需要极大的压缩比,这对器件的研制造成很大困难<sup>[1-4]</sup>。

本文在毫米尺寸高发射阴极表面沉积抑制电子发射的Ta/Zr薄膜,然后利用聚焦离子束加工技术,制备出直 径为100μm的发射区,取得了良好的结果<sup>[5-6]</sup>。对于太赫兹真空器件用微型阴极的制备,沉积抑制电子发射的膜 层的质量和抑制特性对提高微型阴极的可靠性显得尤为重要。为使制备的微型阴极具有良好的层流型,抑制膜 层厚度应不超过6μm,同时抑制膜层应致密牢固<sup>[7]</sup>。

为深入研究抑制膜特性,本文对不同方法制备的抑制膜、单质抑制膜和复合抑制膜的抑制特性进行研究, 并对抑制膜的抑制机理进行初步探讨。 18

#### 1.1 阴极表面抑制膜层制备

本文采用双离子束辅助沉积(Dual IBAD)方法在高发射含钪阴极表面先沉积厚度为200~300 nm 钽(Ta)过渡膜, 再沉积厚度为800~900 nm 锆(Zr)的复合抑制膜层阴极3支。同时,采用磁控溅射方法分别沉积相同厚度的Ta/Zr 复合抑制膜层阴极2支。

利用双离子束辅助沉积方法在阴极表面制备出抑制发射材料的薄膜,其设备及系统示意图如图1所示。主 溅射离子源主要用来引出惰性气体离子束,轰击靶材,产生溅射作用;辅助离子源用于对阴极表面的清洗和 辅助离子轰击。当本底真空度为5×10<sup>-4</sup> Pa时开始通气;在真空度为10<sup>-2</sup> Pa时,打开辅源对阴极表面进行5~10 min 离子清洗,其中离子能量为400~500 eV,束流为40 mA;然后关闭挡板,打开主源,对靶材进行预溅射,去除 靶材表面的杂质和氧化物;最后打开挡板,分别设定主、辅离子源能量及束流。



Fig.1 Dual IBAD equipment and diagram of Dual IBAD system 图 1 离子束辅助沉积溅射设备及系统示意图

#### 1.2 沉积抑制膜层阴极的抑制特性分析

本文在浸渍钪酸盐阴极表面沉积抑制膜,通过测试覆抑制膜层阴极的寿命评价抑制膜层的抑制特性。将覆抑制膜层的阴极装入高真空玻璃水冷阳极二极管系统中进行抑制特性分析,真空系统的真空度最高达到 5×10<sup>-7</sup> Pa (通过和真空系统连接的机械泵、分子泵抽气实现)。玻璃二极管的阳极采用无氧铜作为水冷阳极,阴极、阳极之间距离 0.9~1.1 mm。组装好二极管后进行排气,采用 PV11 光学高温计测量阴极温度。阴极经过加热、激活处理后,利用二极管寿命台对沉积抑制膜阴极进行寿命测试,利用脉冲测试系统对阴极电流密度进行测试。

## 2 结果与讨论

### 2.1 阴极表面沉积抑制膜层的抑制特性结果分析

将制作的含钪阴极在脉冲发射测试系统中进行电流密度测试,再将含钪阴极覆上抑制膜层,经过加热、激活处理后,利 用二极管寿命台,取相同的直流电压进行寿命试验。当寿命为 0h、97h、196h、292h、370h以及500h后,在脉冲发射测 试系统进行电流密度测试。测试条件为:重复频率100Hz,脉 冲宽度5μs,温度950℃。

由图2可知,含钪阴极在未覆膜时,900℃的电流密度已 经达到54 A/cm<sup>2</sup>。而表1显示,3支双离子束辅助沉积Ta-Zr抑 制膜阴极在寿命为97 h、196 h、292 h、370 h时都未测出电流 密度,直到寿命为500 h时才有2支阴极测出电流密度;2支磁



控溅射沉积 Ta-Zr 抑制膜阴极在寿命初始就分别测出 1.05 A/cm<sup>2</sup>和 0.85 A/cm<sup>2</sup>的电流密度; 2支双离子束辅助沉积 制备 Zr 抑制膜阴极虽然在寿命初始未测出电流密度,但在寿命为 97 h时,测出电流密度分别为 0.46 A/cm<sup>2</sup>和 1.52 A/cm<sup>2</sup>。

#### 2.2 分析与讨论

从实验及测试结果可知,在高发射阴极表面采用双离子束辅助沉积抑制膜层有效抑制了电子发射,而磁控 溅射制备的相同厚度的抑制膜,在激活处理的过程中有少量的Ba扩散到抑制层表面,造成微量发射。为探讨阴 极表面抑制膜的抑制性能,对离子束辅助沉积和磁控溅射沉积两种方法制备的抑制膜层形貌进行对比分析。图3 (a)~(b)分别为离子束辅助沉积方法和磁控溅射沉积方法制备的抑制膜层的形貌图。从图3(b)可以看出,当放大 50 000 倍时,磁控溅射方法制备的抑制膜层显示出颗粒状,颗粒之间有明显的缝隙;而从图3(a)可以看出,离子 束辅助沉积方法制备的抑制膜层更加平整、光滑和致密。高发射阴极在加热和激活过程中,不断产生盈余Ba并 向抑制膜层扩散,双离子束沉积的抑制膜较为致密,Ba扩散速度缓慢,当Ba逐渐扩散至Zr中,容易形成高功函 数结构<sup>[5,8]</sup>;而磁控溅射制备的抑制膜致密程度相对较差,盈余Ba扩散速度较快,没有形成高功函数结构的Ba 原子会扩散至抑制膜表面,在条件合适的情况下产生微量发射。因此利用双离子束辅助沉积制备的抑制膜层比 磁控溅射制备的抑制膜层抑制性能更好。

| 表1         | 沉积抑制膜层的抑制实验结果(A/cm²)   |
|------------|--|
| Table1 Res | ults of anti-emission coating deposition(A/cm <sup>2</sup> ) |

| trues of outine                  | life time/h |      |      |     |     |      |
|----------------------------------|-------------|------|------|-----|-----|------|
| types of anti-emission coating - | 0           | 97   | 196  | 292 | 370 | 500  |
| Dual IBAD(Ta/Zr)                 | 0           | 0    | 0    | 0   | 0   | 0.15 |
| Dual IBAD(Ta/Zr)                 | 0           | 0    | 0    | 0   | 0   | 0.18 |
| Dual IBAD(Ta/Zr)                 | 0           | 0    | 0    | 0   | 0   | 0    |
| magnetron sputtering Ta/Zr       | 1.05        | 1.43 | 1.48 | -   | -   | -    |
| magnetron sputtering Ta/Zr       | 0.85        | 1.09 | 3.41 | -   | -   | -    |
| Dual IBAD(Zr)                    | 0           | 0.46 | 1.17 | -   | -   | -    |
| magnetron sputtering Zr          | 0           | 1.52 | 1.59 | -   | -   | -    |



(a) Dual IBAD

(b) magnetron sputtering deposition

Fig.3 Topography of anti-emission coatings prepared by Dual IBAD and magnetron sputtering deposition 图 3 离子束辅助沉积方法和磁控溅射沉积方法制备抑制膜层的形貌图



(a) Ta/Zr anti-emission coating

(b) Zr anti-emission coating

Fig.4 Micrograph of scratches in composite and single-element anti-emission coatings 图4 复合抑制膜层和单质抑制膜层划痕实验显微图

从本文的实验及测试结果还可得知,在高发射阴极表面采用双离子束辅助沉积Ta/Zr复合抑制膜层比Zr单元 素抑制膜层的抑制寿命更长。为探讨Ta/Zr复合抑制膜层的抑制特性优于Zr单元素抑制膜层,对比分析了两种抑 制膜层的结合力。本文利用纳米划痕测试临界附着力来表征膜层结合力,实验测试条件为:采用金刚石玻氏压 头,最大载荷500 mN,划痕速度10 μm/s,划痕长度200 μm。图4为复合抑制膜层和单质抑制膜层划痕实验显微 图,每种膜层都测试了2条划痕,由上至下记为测试点1和2;图5为抑制层Ta/Zr和Zr划痕试样结果对比。根据 实验得出2种膜层与基体的临界附着力,如表2所示,Zr单元素抑制膜层的临界附着力分别为45 mN和52 mN, Ta/Zr复合抑制膜层的临界附着力为94 mN和96 mN。Ta的存在使膜基结合效果更好,Ta/Zr复合抑制膜层更加致密,Ba在Ta/Zr抑制膜扩散速度比在Zr抑制膜中扩散速度更低,获得了较好的抑制特性。



Fig.5 Contrast of Ta/Zr and Zr anti-emission coating scratche 图5 抑制层 Ta/Zr和Zr 如痕试样结果对比

| 表2 | 复合抑制膜层和单质抑制膜层临界附着力对比 |
|----|----------------------|
|    |                      |

| Table2 Contrast of composite and single-element anti-emission coating critical adhesions |   |  |  |  |  |
|--|---|--|--|--|--|
| test point   | composite anti-emission coating adhesion/mN | single-element anti-emission coating adhesion/mN |  |  |  |
| 1  | 94  | 45   |  |  |  |
| 2  | 96  | 52   |  |  |  |

## 3 结论

针对太赫兹真空电子器件对阴极大电流密度和微型化的需求,在高发射阴极上沉积抑制电子发射的薄膜制备微型阴极,沉积抑制电子发射膜层的质量和抑制特性对微型阴极的可靠性影响重大。本文对阴极表面的抑制发射区域的抑制特性进行分析:当重复频率为100 Hz,脉冲宽度为5 μs,温度为950 ℃时,双离子束辅助沉积方法制备的Ta/Zr抑制膜阴极在寿命370 h以内未测出电流;而磁控溅射沉积 Ta/Zr抑制膜阴极在寿命初始就分别测出 1.05 A/cm<sup>2</sup>和0.85 A/cm<sup>2</sup>的电流密度;双离子束辅助沉积方制备 Zr抑制膜阴极在寿命 97 h时,分别测出 0.46 A/cm<sup>2</sup>和1.52 A/cm<sup>2</sup>的电流密度。为探讨太赫兹真空电子器件用微型阴极的抑制特性,对比分析了磁控溅射方法和双离子束辅助沉积方法制备的抑制薄膜表面形貌,可以看出离子束辅助沉积方法制备的抑制膜层更加平整、光滑和致密,Ba逐渐扩散至Zr中容易形成高功函数结构;磁控溅射制备的抑制膜致密程度相对较差,盈余Ba会较快速地扩散至抑制膜表面产生微量发射。分析了双离子束辅助沉积出Ta/Zr复合抑制薄膜,相比沉积的单质Zr膜,复合抑制膜结构更具有很好的膜基结合效果,使Ba在Ta/Zr抑制膜扩散速度比在Zr抑制膜中扩散速度更低,从而获得了较好的抑制特性。

#### 参考文献:

第1期

- [1] 冯进军,蔡军,胡银富,等. 近太赫兹频段线性注真空器件的研究[J]. 太赫兹科学与电子信息学报, 2015,13(5):684-690,706.
  (FENG Jinjun, CAI Jun, HU Yinfu, et al. Research of near-terahertz linear-beam vacuum electronic devices[J]. Journal of Terahertz Science and Electronic Information Technology, 2015,13(5):684-690,706.) doi:10.11805/TKYDA201505.0684.
- [2] 廖复疆. 微型真空电子器件和太赫兹辐射源技术进展[J]. 电子学报, 2003,31(9):1361-1364. (LIAO Fujiang. Micro-vacuum electron devices and terahertz vacuum sources[J]. Acta Electronica Sinica, 2003,31(9):1361-1364.) doi:10.3321/j.issn:0372-2112.2003.09.021.
- [3] COOPER K B, DENGLER R J, LLOMBART N, et al. THz imaging radar for standoff personnel screening[J]. IEEE Transactions on Terahertz Science and Technology, 2011,1(1):169–182. doi:10.1109/TTHZ.2011.2159556.
- [4] BOOSKE J H,DOBBS R J,JOYE C D,et al. Vacuum electronic high power terahertz sources[J]. IEEE Transactions on Terahertz Science and Technology, 2011,1(1):54-75. doi:10.1109/TTHZ.2011.2151610.
- [5] 张敏,杨鹏云,张珂,等. 微型热阴极性能及理论分析[J]. 电子学报, 2023,51(6):1443-1447. (ZHANG Min,YANG Pengyun, ZHANG Ke, et al. Performance and theoretical analysis of miniature thermionic cathode[J]. Acta Electronica Sinica, 2023,51(6): 1443-1447.) doi:10.12263/DZXB.20220286.
- [6] ZHANG Min, ZHANG Ke, GAO Yujuan. Preparation of miniature thermionic cathode to be used in THz devices[C]// 2023 the 24th International Vacuum Electronics Conference(IVEC). Chengdu, China: IEEE, 2023:1–2. doi:10.1109/IVEC56627.2023.10156905.
- [7] 梁文龙,王亦曼,刘伟,等.用于真空电子太赫兹器件的微型热阴极电子束源研究[J].物理学报, 2014,63(5):057901. (LIANG Wenlong, WANG Yiman, LIU Wei, et al. Study of mini-themionic electron sources for vacuum electron THz devices[J]. Acta Physica Sinica, 2014,63(5):057901.) doi:10.7498/aps.63.057901.
- [8] 张恩虬,刘学悫.关于钡系统热阴极的电子发射机理[J]. 电子科学学刊, 1984,6(2):89-95. (ZHANG Enqiu,LIU Xueqin. On the emission mechanism of barium containing thermionic cathodes[J]. Journal of Electronics, 1984,6(2):89-95.)

## 作者简介:

**张 敏**(1980-), 女,博士,高级工程师,主要研究 方向为物理电子学、阴极电子学.email:404212042@qq.com. 杨鹏云(1981-), 女,硕士,高级工程师,主要研究 方向为膜层制备工艺.

**张 珂**(1974-),男,硕士,研究员,主要研究方向 为物理电子学、阴极电子学.