Pointes métalliques (tungstène) ayant différents angles de cône (pour électrodes et microscopes à émission de champ et l'étude des phénomènes de surface)

Vu Thien Binh, A. Piquet, R. Uzan, M. Drechsler

► To cite this version:

Vu Thien Binh, A. Piquet, R. Uzan, M. Drechsler. Pointes métalliques (tungstène) ayant différents angles de cône (pour électrodes et microscopes à émission de champ et l'étude des phénomènes de surface). *Revue de Physique Appliquée*, 1970, 5 (4), pp.645-647. 10.1051/rphysap:0197000504064500 . jpa-00243439

HAL Id: jpa-00243439

<https://hal.science/jpa-00243439>

Submitted on 1 Jan 1970

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

POINTES MÉTALLIQUES (TUNGSTÈNE) AYANT DIFFÉRENTS ANGLES DE CÔNE (POUR ÉLECTRODES ET MICROSCOPES A ÉMISSION DE CHAMP ET L'ÉTUDE DES PHÉNOMÈNES DE SURFACE)

VU THIEN BINH, A. PIQUET, R. UZAN, M. DRECHSLER (*)

Laboratoire d'Emission Electronique, Faculté des Sciences, Lyon

(Reçu le 9 mars 1970)

Résumé. — On décrit des applications des pointes métalliques fines pour lesquelles le profil, en particulier la valeur de l'angle du cône doit être important. Un meilleur contrôle du profil est obtenu en utilisant un microscope électronique à balayage. On décrit une méthode électrolytique d'obtention de pointes coniques de différents angles en agissant sur la durée des impulsions de tension, l'angle de plongée et la viscosité du bain.

Abstract. — Applications of fine metal points are mentioned of which the profile, in particular the cone angle, should be important. The point profile is better controlled, if a scanning electron microscope is used.

An electrolytic method of obtaining conical points of different angles is described, whereby the duration of tension pulses, the dipping angle and the bath viscosity is varied.

Introduction. — Il est bien connu que des pointes métalliques fines ayant des rayons de courbure à l'apex de 10^2 à 10^4 Å sont utilisées comme cathodes et comme cristaux pour étudier des phénomènes de surface, en particulier avec le microscope par émission de champ.

Le profil de la pointe, généralement négligé, semble avoir un rôle important, comme l'indiquent quelques travaux récents. Nous donnerons d'abord un aperçu de ce rôle et décrirons ensuite un procédé amélioré du contrôle du profil et une méthode d'obtention de pointes coniques d'angle déterminé.

I. L'influence de l'angle du cône. — Le profil et en particulier l'angle du cône interviennent dans les phénomènes suivants :

— d'après le calcul de Nichols et Mullins [1] pour les modifications morphologiques des pointes dues aux traitements thermiques le demi-angle du cône, α , présente une valeur critique.

Pour $\alpha > 3^\circ$, la pointe doit s'émousser et garder un profil quasi stationnaire, tandis que pour $\alpha < 3^\circ$, il y aurait une formation de strictions conduisant à des gouttes solides.

Ces prévisions théoriques ont été confirmées expérimentalement dans leurs grandes lignes [2, 4], bien que d'autres phénomènes, comme la thermodiffusion de surface, interviennent simultanément.

— l'évolution du rayon de courbure à l'apex en fonction de la température et de la durée des traitements thermiques dépend sensiblement de l'angle du cône [1, 3, 4]. Ceci est important, si l'on veut mesurer par exemple, l'énergie de surface et la diffusion de surface. En outre, si on utilise des pointes à angle de cône relativement petit ($\alpha < 2^\circ$), un rayon de courbure à l'apex relativement faible ($\simeq 10^3$ Å) est conservé lors du traitement thermique [3]. L'utilisation de telles pointes élargit les applications du microscope ionique de champ.

— Dans les études physiques et chimiques avec des pointes, il est en général nécessaire de connaître la température à l'apex de celles-ci. Normalement, on détermine la température de la boucle de chauffage en mesurant sa résistance et on calcule la différence de température jusqu'à l'apex qui dans certains cas peut atteindre l'ordre de quelques centaines de degrés.

Cette différence de température dépend des flux de chaleur qui sont dus au rayonnement [5, 6, 7], à la chaleur d'émission de champ [8, 9] (effet Nottingham), et à la chaleur de Joule produite le long de la pointe par le courant de l'émission [9]. Pour une pointe conique, le calcul de cette différence de température est relativement simple et on trouve que celle-ci varie sensiblement avec l'angle du cône [6, 7].

— Le champ électrique à l'apex ne dépend pas seulement du rayon de courbure mais aussi du profil le long de la pointe, y compris l'angle du cône.

(*) Laboratoire des Mécanismes de la Croissance Cristalline, associé au CNRS, Faculté des Sciences, Saint-Jérôme, Marseille.

En conclusion, un meilleur contrôle du profil et l'utilisation des pointes coniques d'un angle déterminé permettraient de réduire des incertitudes rencontrées dans les études effectuées avec des pointes métalliques.

II. Contrôle du profil de la pointe. — Le contrôle d'une pointe par microscopie optique est aisé, mais ne permet qu'un examen du profil loin de l'apex. Cet examen au voisinage de l'apex est possible à l'aide d'un microscope électronique classique [10, 11] cependant l'utilisation ultérieure d'une pointe préparée pour ce microscope est très difficile. On ne rencontre pas cette difficulté en utilisant pour le contrôle un microscope électronique à balayage. Cet appareil ne nécessite en effet aucune préparation particulière, ne détériore pas l'objet examiné et en permet l'utilisation ultérieure. Nous avons utilisé le Stéréoscan MK II de Cambridge Instrument.

III. Obtention des pointes de tungstène présentant des cônes porteurs d'angles différents. — Pour obtenir des pointes de tungstène d'un profil bien déterminé, on a expérimenté les différentes méthodes de taille électrolytique et d'attaque chimique bien connues. Souvent, l'angle du cône varie le long d'une pointe. Cependant en modifiant les conditions expérimentales, on peut obtenir des profils sensiblement coniques et d'un angle désiré.

1. OBTENTION DES POINTES DE TUNGSTÈNE D'ANGLE DE CÔNE OUVERT ($\alpha > 3^\circ$). — Un fil de tungstène de 10^{-2} cm de diamètre monté sur une boucle de chauffage est plongé verticalement d'environ 1 cm dans une solution qui est constituée par un mélange de 75 % de NaOH (2 N) et de 25 % de glycérine pure. Le fil est attaqué par électrolyse en appliquant une tension alternative (50 Hz) de 8 volts. Les bulles de gaz formées sur la surface du fil vont monter à la surface en longeant celle-ci, entraînant ainsi un renouvellement de l'électrolyte et une attaque plus rapide à l'extrémité du fil [12].

Dans ces conditions, l'angle augmente au fur et à mesure que la longueur de la pointe diminue. La figure montre deux de ces pointes, ayant des demi-angles de cône d'environ 7 et 4 degrés.

2. OBTENTION DES POINTES DE TUNGSTÈNE D'ANGLE DE CÔNE FERMÉ ($\alpha < 3^\circ$). — Les conditions expérimentales sont les suivantes :

— la longueur initiale du fil immergé est de l'ordre de 2 cm,

— la solution électrolytique est un mélange en proportions égales de NaOH (2 N) et de glycérine pure,

— le fil est incliné par rapport à la verticale d'un angle de l'ordre de 60° ,

— la tension d'électrolyse n'est appliquée que par

impulsions dont l'amplitude est réduite de 8 à 3 volts au cours de la taille.

Dans ces conditions, l'angle de cône reste pratiquement constant pour une distance apex-boucle de chauffage pouvant être choisie entre 0,5 mm et 2 mm. Pour l'obtention d'angles voisins de 1° , la durée des impulsions est de l'ordre de 0,25 s ; pour des angles supérieurs, il suffit d'augmenter leur durée.

La figure montre deux de ces pointes ayant un demi-angle d'environ 2 et 1 degré.

L'extrémité de la plupart des pointes réalisées a un diamètre de l'ordre de 150 Å, ce qui est la limite de résolution du microscope électronique à balayage dont nous disposons.

Cette méthode de taille par impulsions a une durée totale de l'ordre de 1 à 2 h.

FIG. 1. — Pointes de tungstène avec l'indication de la valeur approximative de α , demi-angle du cône.

Discussion. — L'angle du cône dépend principalement des courants de convection créés par la formation de bulles d'hydrogène sur la surface de l'électrode lors de l'électrolyse. Ces courants de convection dépendent de :

- la viscosité du bain électrolytique,
- l'angle de plongée du fil,
- et la durée des impulsions de la tension d'électrolyse.

En augmentant la viscosité de l'électrolyte,

— la formation des courants de convection est freinée,

— les bulles d'hydrogène formées sont de taille nettement inférieure à celles obtenues sans glycérine,

— et la viscosité du bain empêche une remontée rapide des bulles vers la surface.

Ces courants de convection sont faibles et n'auront qu'une influence limitée sur le renouvellement en électrolyte frais près de la pointe.

L'inclinaison de la pointe par rapport à la verticale diminue le gradient de concentration en électrolyte frais le long du fil : en effet la direction des courants de convection est différente de celle de la pointe.

Enfin, l'électrolyse par impulsions a pour effet d'éliminer presque complètement les courants de convection ; les bulles gazeuses n'ont pas assez de temps pour se détacher de la surface du fil et forment encore une gaine gazeuse homogène le long de celui-ci pendant l'électrolyse. Cette gaine disparaîtra lentement durant l'intervalle de temps séparant deux impulsions. Si cet intervalle est suffisamment grand, le fil tout entier est de nouveau en contact avec de l'électrolyte frais au début de l'impulsion suivante.

La méthode décrite ci-dessus peut être adaptée pour la fabrication avec d'autres métaux de pointes coniques à angle déterminé. En particulier, nous avons obtenu des résultats convenables avec le nickel en utilisant comme électrolyte un mélange H_3PO_4 dilué-glycol.

Cette méthode a été utilisée pour certains de nos travaux [2, 4] sur les modifications morphologiques de pointes de tungstène, travaux dans lesquels existe un domaine critique du profil de la pointe.

Bibliographie

- [1] NICHOLS (F. A.) and MULLINS (W. W.), *J. Appl. Phys.*, 1965, **36**, 1826.
- [2] DRECHSLER (M.), PIQUET (A.), UZAN (R.) et VU THIEN BINH, *Surf. science*, 1969, **14**, 457.
- [3] MÜLLER (A.) et DRECHSLER (M.), *Surf. science*, 1969, **13**, 471-490.
- [4] DRECHSLER (M.), PIQUET (A.) et UZAN (R.), Coll. Intern. du CNRS (Surface des Solides), 1969, Paris (sous presse).
- [5] MÜLLER (E. W.), *Z. Phys.*, 1949, **126**, 642.
- [6] FORST, Diplomarbeit, Technische Universität, 1954, et DRECHSLER (M.), COSSLETT (V. E.) and NIXON (W. C.), *Int. Congress of Electron Microscopy*, Berlin, 1958, 1960, Verh. **1**, 13.
- [7] DRECHSLER (M.), PICAUD (M.) et MÜLLER (A.) (à paraître).
- [8] SWANSON (L. W.), CROUSER (L. C.), CHARBONNIER (F. M.), *Phys. Rev.*, 1966, **151**, 327.
- [9] HANKE (W.) et DRECHSLER (M.) (à paraître).
- [10] DRECHSLER (M.) et HENKEL (E.), *Z. Angew. Phys.*, 1954, **6**, 341.
- [11] DYKE (W. P.) et DOLAN (W. W.), *Advan. Electron. Phys.*, 1956, **8**, 89-185.
- [12] MARTIN (E. E.), PITMAN (H. W.), CHARBONNIER (F. M.), Wash. US Dept. Comm. 1959. VII.