

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

H01J 9/02 (2006.01)  
H01J 1/304 (2006.01)



## [12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200780001460.4

[43] 公开日 2009年2月4日

[11] 公开号 CN 101361154A

[22] 申请日 2007.9.18

[21] 申请号 200780001460.4

[30] 优先权

[32] 2006.9.19 [33] JP [31] 252191/2006

[32] 2007.1.30 [33] JP [31] 018803/2007

[32] 2007.9.12 [33] JP [31] 236851/2007

[86] 国际申请 PCT/JP2007/068058 2007.9.18

[87] 国际公布 WO2008/035662 日 2008.3.27

[85] 进入国家阶段日期 2008.5.30

[71] 申请人 住友电气工业株式会社

地址 日本大阪府

[72] 发明人 植田晓彦 山本喜之 西林良树  
今井贵浩

[74] 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限责  
任公司

代理人 梁晓广 陆锦华

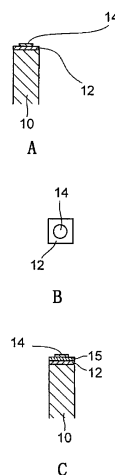
权利要求书6页 说明书43页 附图17页

[54] 发明名称

金刚石电子源及制造其的方法

[57] 摘要

一种金刚石电子源和制造该金刚石电子源的方法，在该金刚石电子源中，作为在电子显微镜或其他电子束装置中使用的电子发射点，单个尖锐末端形成在其尺寸使在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的柱状金刚石单晶的一端。研磨柱状金刚石单晶(10)的一端，以形成光滑平面(11)，并且在光滑平面(11)上形成陶瓷层(12)。使用聚焦离子束装置，在陶瓷层(12)上沉积具有指定形状的薄膜层(14)，并在此之后使用薄膜层(14)作为掩模通过蚀刻来图案化陶瓷层(12)。使用得到的陶瓷掩模以通过干法蚀刻在柱状金刚石单晶(10)的一端处形成单个尖锐末端。



1. 一种用于制造金刚石电子源的方法，所述金刚石电子源具有作为金刚石电子发射点的单个尖锐末端，所述方法包括：

步骤 A，制备具有在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的尺寸的柱状金刚石单晶；

步骤 B，抛光所述柱状金刚石单晶的至少一端，并且形成光滑平面；

步骤 C，在所述光滑平面上形成陶瓷层；

步骤 D，使用聚焦离子束装置在所述陶瓷层的至少一部分上沉积并且形成具有指定形状的薄膜层；

步骤 E，使用所述薄膜层作为掩模通过湿法蚀刻或干法蚀刻来图案化所述陶瓷层，并且制造陶瓷掩模；以及

步骤 F，使用所述陶瓷掩模以通过干法蚀刻在所述柱状金刚石单晶的所述一端处形成单个尖锐末端。

2. 一种用于制造金刚石电子源的方法，所述金刚石电子源具有作为金刚石电子发射点的单个尖锐末端，所述方法包括：

步骤 A，制备具有在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的尺寸的柱状金刚石单晶；

步骤 B，抛光所述柱状金刚石单晶的至少一端，并且形成光滑平面；

步骤 C，在所述光滑平面上形成陶瓷层；

步骤 G，在所述陶瓷层上形成铁基金属层或 Cr（铬）层；

步骤 H，使用聚焦离子束装置在所述铁基金属层或 Cr 层的至少一部分上沉积并且形成具有指定形状的薄膜层；

步骤 I，使用所述薄膜层作为掩模通过湿法蚀刻或干法蚀刻来图案化所述铁基金属层或 Cr 层，并且制造铁基金属掩模或 Cr 掩模；

步骤 J，使用所述铁基金属掩模或 Cr 掩模通过湿法蚀刻或干法蚀刻来图案化所述陶瓷层，并且制造陶瓷掩模；以及

步骤 K, 使用图案化的陶瓷掩模以通过干法蚀刻在所述柱状金刚石单晶的所述一端处形成单个尖锐末端。

3. 一种用于制造金刚石电子源的方法, 所述金刚石电子源具有作为金刚石电子发射点的单个尖锐末端, 所述方法包括:

步骤 A, 制备具有在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的尺寸的柱状金刚石单晶;

步骤 B, 抛光所述柱状金刚石单晶的至少一端, 并且形成光滑平面;

步骤 L, 在所述光滑平面上形成铁基金属层或 Cr 层;

步骤 M, 使用聚焦离子束装置在所述铁基金属层或 Cr 层的至少一部分上沉积并且形成具有指定形状的薄膜层;

步骤 N, 使用所述薄膜层作为掩模通过湿法蚀刻或干法蚀刻来图案化所述铁基金属层或 Cr 层, 并且制造铁基金属掩模或 Cr 掩模; 以及

步骤 O, 使用所述铁基金属掩模或 Cr 掩模以通过干法蚀刻在所述柱状金刚石单晶的所述一端处形成单个尖锐末端。

4. 一种用于制造金刚石电子源的方法, 所述金刚石电子源具有作为金刚石电子发射点的单个尖锐末端, 所述方法包括:

步骤 A, 制备具有在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的尺寸的柱状金刚石单晶;

步骤 B, 抛光所述柱状金刚石单晶的至少一端, 并且形成光滑平面;

步骤 P, 使用聚焦离子束装置在所述光滑平面的至少一部分上沉积并且形成具有指定形状的  $\text{SiO}_x$  层; 以及

步骤 Q, 使用所述  $\text{SiO}_x$  层作为掩模通过干法蚀刻在所述柱状金刚石单晶的所述一端处形成单个尖锐末端。

5. 一种用于制造金刚石电子源的方法, 所述金刚石电子源具有作

为金刚石电子发射点的单个尖锐末端，所述方法包括：

步骤 A，制备具有在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的尺寸的柱状金刚石单晶；

步骤 B，抛光所述柱状金刚石单晶的至少一端，并且形成光滑平面；

步骤 R，使用聚焦离子束装置在所述光滑平面的至少一部分上沉积并且形成具有指定形状的 Ni（镍）层；以及

步骤 S，使用所述 Ni 层作为掩模通过干法蚀刻在所述柱状金刚石单晶的所述一端处形成单个尖锐末端。

6. 如权利要求 1-5 任意一项所述的用于制造金刚石电子源的方法，进一步包括：

步骤 T，在抛光所述柱状金刚石单晶的所述一端并且形成光滑平面的步骤 B 即将开始前或者紧接在其后，研磨并且削尖所述柱状金刚石单晶的所述一端的侧面，使得在顶点部分形成光滑平面。

7. 如权利要求 1 或 2 所述的用于制造金刚石电子源的方法，进一步包括：

步骤 U，在所述光滑平面和所述陶瓷层之间形成粘合强化层。

8. 如权利要求 4 所述的用于制造金刚石电子源的方法，进一步包括：

步骤 U，在所述光滑平面和所述  $\text{SiO}_x$  层之间形成粘合强化层。

9. 如权利要求 1 所述的用于制造金刚石电子源的方法，进一步包括：

步骤 U，在所述陶瓷层和所述薄膜层之间形成粘合强化层。

10. 如权利要求 2 所述的用于制造金刚石电子源的方法，进一步包括：

步骤 U, 在所述陶瓷层和所述铁基金属层或 Cr 层之间形成粘合强化层。

11. 如权利要求 1-5 任意一项所述的用于制造金刚石电子源的方法, 进一步包括:

步骤 V, 使用聚焦离子束装置来将所述尖锐末端的形状调整为旋转对称形状。

12. 如权利要求 1-5 任意一项所述的用于制造金刚石电子源的方法, 进一步包括:

步骤 W, 通过将所述尖锐末端暴露给氢等离子体或高温氢气气氛, 去除由表面处理造成的损伤。

13. 如权利要求 1 或 2 所述的用于制造金刚石电子源的方法, 其中

所述陶瓷层是  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{SiON}$ 、 $\text{SiO}_x$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  以及  $\text{AlO}_x$  的任何一种。

14. 如权利要求 1-3 任意一项所述的用于制造金刚石电子源的方法, 其中

所述薄膜层是 W (钨)。

15. 如权利要求 1 所述的用于制造金刚石电子源的方法, 其中所述薄膜层是 Ni。

16. 如权利要求 2 或 3 所述的用于制造金刚石电子源的方法, 其中

所述铁基金属层是 Fe(铁), Ni, Co(钴)以及包括 Fe、Ni 或 Co 的合金的任何一种。

17. 如权利要求 1-5 任意一项所述的用于制造金刚石电子源的方

法，其中

所述柱状金刚石单晶的尺寸在  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  到  $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 5\text{mm}$  的长方体空间之内。

18. 如权利要求 1-5 任意一项所述的用于制造金刚石电子源的方法，其中

所述柱状金刚石单晶的至少一部分包括  $1 \times 10^{17}\ \text{cm}^{-3}$  或更多的施主杂质或受主杂质。

19. 如权利要求 1-5 任意一项所述的用于制造金刚石电子源的方法，其中

所述光滑平面的尺寸为  $10\ \mu\text{m}$  或更大的直径。

20. 如权利要求 1、2 和 4 任意一项所述的用于制造金刚石电子源的方法，其中

所述陶瓷层或所述  $\text{SiO}_x$  层的厚度为  $1\ \mu\text{m}$  或更大。

21. 如权利要求 7-10 任意一项所述的用于制造金刚石电子源的方法，其中

所述粘合强化层的厚度在 10 到 100 nm 的范围内。

22. 如权利要求 1-5 任意一项所述的用于制造金刚石电子源的方法，其中

所述尖锐末端具有  $10\ \mu\text{m}$  或更高的高度以及  $10\ \mu\text{m}$  或更小的远端半径或远端曲率半径。

23. 一种金刚石电子源，包括尺寸在  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  到  $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 5\text{mm}$  的长方体空间之内的柱状金刚石单晶，其中所述柱状金刚石单晶的一端是光滑平面，在该平面上具有尖锐末端，所述尖锐末端具有  $10\ \mu\text{m}$  或更高的高度以及  $10\ \mu\text{m}$  或更小的远端半径或远端

曲率半径。

24. 如权利要求 23 所述的金刚石电子源，其中

所述柱状金刚石单晶的所述一端是在顶端处具有光滑平面的尖角形状，所述平面的尺寸为  $10\ \mu\text{m}$  或更大的直径，并且所述平面具有尖锐末端，所述尖锐末端具有  $10\ \mu\text{m}$  或更高的高度以及  $10\ \mu\text{m}$  或更小的远端半径或远端曲率半径。

25. 如权利要求 23 或 24 所述的金刚石电子源，其中

其至少一部分包括  $1 \times 10^{17}\ \text{cm}^{-3}$  或更多的施主杂质或受主杂质。

26. 如权利要求 23-25 任意一项所述的金刚石电子源，其中

获得了具有  $0.2\ \text{mA/sr}$  或更高角电流密度的电子束。

27. 如权利要求 23-25 任意一项所述的金刚石电子源，其中

获得了具有  $0.2\ \text{mA/sr}$  或更高角电流密度并且具有  $1.0\ \text{eV}$  或更低 FWHM（半高宽）的能量分布的电子束。

## 金刚石电子源及制造其的方法

### 技术领域

本发明涉及具有高亮度的金刚石电子源和制造该金刚石电子源的方法，在该金刚石电子源中，在其尺寸使在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的柱状金刚石单晶的一端形成仅仅一个尖锐末端，作为在电子显微镜、电子束曝光装置或其他电子束装置中使用的电子发射点。

### 背景技术

金刚石以负电子亲和势（NEA）状态或弱正电子亲和势（PEA）状态存在，因此被认为是良好的电子发射材料。已提出了涉及使用金刚石以及利用金刚石特性的电子发射元件或电子发射元件的制造方法的很多建议。

然而，为了将金刚石用作电子发射元件，必须控制电子发射点，而金刚石具有非常难于处理的缺陷。因此，已提出了许多使用干法蚀刻的微处理方法，作为一般在金刚石中形成尖锐末端以作为电子发射点的方法。

例如，在日本特许公开专利申请第 2002-075171 号和第 2005-353449 号中描述了通过干法蚀刻在金刚石中形成尖锐末端的方法。然而，由于在使用光或电子束的光刻步骤中处理的掩模被用在这些方法中，因此必须使用具有足够大表面积的金​​刚石基板，以允许抗蚀剂的均匀涂布。

因此，上述方法对于用于形成多个排列的尖锐末端的方法是有效的，该多个排列的尖锐末端可被应用到例如 FED（场发射显示器）等的平板电源等。然而，当金刚石电子源被安装在电子显微镜、电子束



曝光装置或其他电子束装置中时，由于在这些装置中使用的电子源通常是 LaB<sub>6</sub>、ZrO/W 或其他点电子源，因此金刚石电子源的形状应优选地保持为具有仅仅一个尖锐端点的柱状（与现有技术中相同的方式），以提供对传统电子源的互换性。

当上述公知技术被用于制造具有单个尖锐末端的金刚石电子源时，可使用这样的方法：在该方法中，通过光刻步骤在柱状金刚石的一端的表面上形成掩模，以及通过干法蚀刻使该端变尖锐。然而，从在点电子源中使用的 LaB<sub>6</sub> 的晶体大小来看，通过旋涂或喷涂，非常难于均匀地将抗蚀剂涂布到柱状金刚石的一个侧面，并且光刻步骤也不容易使用。

还可使用的方法是：通过光刻步骤在足够大而允许抗蚀剂涂布的表面上形成多个尖锐末端，并且通过激光或其他能够进行金刚石切割的方法来切出具有仅仅一个尖锐末端的柱状金刚石。然而，当在尖锐末端形成后执行切割时，由于在作业期间该尖锐末端被损伤，而出现缺陷。

还可使用的方法是通过抛光使柱状金刚石单晶的一端变尖锐。然而，尽管通过干法蚀刻可使用于产生旋转对称形状的端尖锐（由此电子束可聚焦到微小的区域中），但由于金刚石根据抛光的平面方向会在硬度上发生变化，因此很可能形成例如具有诸如圆锥的旋转对称形状的尖锐末端，该形状不适于电子束装置中的应用。

专利文献 1：日本特许公开专利申请第 2002-075171 号

专利文献 2：日本特许公开专利申请第 2005-353449 号

## 发明内容

本发明要解决的问题

考虑到现有技术的缺陷而开发了本发明，本发明的目的在于提供

一种用于在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端的方法，其中该柱状金刚石单晶具有在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的尺寸，在仅具有一个尖锐末端的金刚石电子源中，该单个尖锐末端作为在电子显微镜、电子束曝光装置或其他电子束装置中使用的电子发射点，并且本发明的目的在于提供高亮度金刚石电子源，在其中在其尺寸使抗蚀剂难以涂布的柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。

#### 用于解决上述问题的手段

为了克服上述问题，根据本发明的用于制造具有作为金刚石电子发射点的单个尖锐末端的金刚石电子源的方法，其特征在于，包括：步骤 A，制备具有在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的尺寸的柱状金刚石单晶；步骤 B，抛光柱状金刚石单晶的至少一端，并且形成光滑平面；步骤 C，在光滑平面上形成陶瓷层；步骤 D，使用聚焦离子束装置在陶瓷层的至少一部分上沉积并且形成具有指定形状的薄膜层；步骤 E，使用薄膜层作为掩模通过湿法蚀刻或干法蚀刻来图案化陶瓷层，并且制造陶瓷掩模；以及步骤 F，使用陶瓷掩模以通过干法蚀刻在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。

在上述本发明的方法中，图案化的陶瓷层掩模被用来在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端，但具有期望形状的薄膜层可使用用于以任意形状沉积薄膜层的聚焦离子束装置（FIB）的功能而被形成在陶瓷层上，以通过湿法蚀刻或干法蚀刻来形成陶瓷掩模。通过 FIB 的使用，由于在具有难以进行抗蚀剂涂布的尺寸的平面上也能形成期望形状的薄膜层，因此可在没有光刻步骤的情况下应用尖锐末端的微加工工序。在这种情况下，通过 FIB 形成的薄膜层的形状优选地为圆形，以最终制造旋转对称的尖锐末端。

根据本发明第二方面的用于制造金刚石电子源的方法，其特征在于，包括：步骤 A，制备具有在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的尺寸的柱状金刚石单晶；步骤 B，抛光柱状金刚石单晶的至少一端，并

且形成光滑平面；步骤 C，在光滑平面上形成陶瓷层；步骤 G，在陶瓷层上形成铁基金属或 Cr（铬）层；步骤 H，使用聚焦离子束装置在铁基金属层或 Cr 层的至少一部分上沉积并且形成具有指定形状的薄膜层；步骤 I，使用薄膜层作为掩模通过湿法蚀刻或干法蚀刻来图案化铁基金属层或 Cr 层，并且制造铁基金属掩模或 Cr 掩模；步骤 J，使用铁基金属掩模或 Cr 掩模通过湿法蚀刻或干法蚀刻来图案化陶瓷层，并且制造陶瓷掩模；以及步骤 K，使用图案化的陶瓷掩模以通过干法蚀刻在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。

由于根据形成在柱状金刚石单晶中的尖锐末端的形状，厚陶瓷层变得必须，因此有时必须使用金属层作为掩模通过蚀刻来图案化厚陶瓷层。然而，当金属层和陶瓷层的选择性小时，金属层有时首先消失，并且陶瓷层不能以期望的形状被图案化。因此，在第二方法中，使用金属层作为掩模来图案化铁基金属层或 Cr 层，并且所获得的铁基金属掩模或 Cr 掩模被用来图案化陶瓷层。相对陶瓷掩模，铁基金属层或 Cr 层经常具有高选择性。根据此方法，即使当陶瓷层较厚时，也能制造具有期望的尖锐末端的金刚石电子源。

根据本发明第三方面的用于制造金刚石电子源的方法，其特征在于，包括：如上所述的步骤 A 和步骤 B；步骤 L，在光滑平面上形成铁基金属层或 Cr 层；步骤 M，使用聚焦离子束装置在铁基金属层或 Cr 层的至少一部分上沉积并且形成具有指定形状的薄膜层；步骤 N，使用薄膜层作为掩模通过湿法蚀刻或干法蚀刻来图案化铁基金属层或 Cr 层，并且制造铁基金属掩模或 Cr 掩模；以及步骤 O，使用铁基金属掩模或 Cr 掩模以通过干法蚀刻在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。

在上述本发明的方法中，图案化的铁基金属层或 Cr 层被用作掩模，以在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端，但由于铁基金属掩模或 Cr 掩模通过湿法或干法蚀刻形成，因此使用用于沉积具有任意形

状薄膜层的聚焦离子束装置（FIB）的功能在铁基金属层或 Cr 层上形成具有期望的形状的薄膜层。通过使用 FIB，由于即使在具有难以进行抗蚀剂涂布的尺寸的平面上，也能形成期望形状的薄膜层，因此可在没有光刻步骤的情况下应用尖锐末端的微加工工序。当以这种方式使用铁基金属或 Cr 来代替前述陶瓷时，相对于金刚石的选择性在蚀刻期间增高，并且因此铁基金属层或 Cr 层的厚度可相对较小，并且到金刚石的粘合良好。因此，在加工期间掩模分离的可能性降低，并且提高了加工产量。在这种情况下，通过 FIB 形成的薄膜层的形状优选地为圆形，以最终制造旋转对称的尖锐末端。

根据本发明第四方面的用于制造金刚石电子源的方法，其特征在于，包括：如上所述的步骤 A 和步骤 B；步骤 P，使用聚焦离子束装置在光滑平面的至少一部分上沉积并且形成具有指定形状的  $\text{SiO}_x$  层；以及步骤 Q，使用  $\text{SiO}_x$  层作为掩模通过干法蚀刻在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。当具有任意形状的  $\text{SiO}_x$  层可使用 FIB 来沉积时，该方法优选被使用。通过使用该方法，步骤的数量相对于前述用于制造金刚石电子源的第一到第三种方法有所减少，并且作为结果极大提高了加工产量。

根据本发明第五方面的用于制造金刚石电子源的方法，其特征在于，包括：如上所述的步骤 A 和步骤 B；步骤 R，使用聚焦离子束装置在光滑平面的至少一部分上沉积并且形成具有指定形状的 Ni（镍）层；以及步骤 S，使用 Ni 层作为掩模通过干法蚀刻在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。当具有任意形状的 Ni 层可使用 FIB 来沉积时，该方法优选被使用。通过使用该方法，步骤的数量相对于前述用于制造金刚石电子源的第一到第三种方法有所减少，并且作为结果极大提高了加工产量。此外，与根据第四方面的用于制造金刚石电子源方法的情况（其中  $\text{SiO}_x$  层被用作掩模）相比较，由于当使用 Ni 层用作掩模时相对于金刚石的选择性增加，因此 Ni 层的厚度可相对较小，并且到金刚石的粘合良好。因此，在加工期间掩模分离的可能性降低，

并且提高了加工产量。

根据本发明的用于制造金刚石电子源的上述方法可进一步包括：步骤 T，在抛光一端并且形成光滑平面的步骤 B 即将开始之前或者紧接其后，研磨并且削尖一端的侧面，使得在顶点部分形成光滑平面。提供了步骤 T，由此当电子通过电场而从完成的金刚石电子源上发射时，在尖锐末端上的电场集中(field concentration)增加。结果，获得了具有更高亮度的金刚石电子源。

根据本发明的用于制造金刚石电子源的上述方法可进一步包括：作为步骤 B 和步骤 C 之间步骤的步骤 U，在光滑平面和陶瓷层之间形成粘合强化层。通过该粘合强化层，极大增强了光滑金刚石平面和陶瓷层之间的粘合，并且作为结果，加工产量极大提高。例如，Ti(钛)层适于被用作粘合强化层。

在光滑平面和  $\text{SiO}_x$  层之间形成粘合强化层的步骤 U 也可被提供作为步骤 B 和步骤 P 之间的步骤。因而，极大增强了光滑金刚石平面和  $\text{SiO}_x$  层之间的粘合，并且作为结果，加工产量极大提高。例如，Ti 层适于被用作粘合强化层。

在陶瓷层和薄膜层之间形成粘合强化层的步骤 U 也可被提供作为步骤 C 和步骤 D 之间的步骤。因而，极大增强了陶瓷层和薄膜层之间的粘合，并且作为结果，加工产量极大提高。例如，Ti 层适于被用作粘合强化层。

在陶瓷层和铁基金属层或 Cr 层之间形成粘合强化层的步骤 U 也可被提供作为步骤 C 和步骤 G 之间的步骤。因而，极大增强了陶瓷层和铁基金属层或 Cr 层之间的粘合，并且作为结果，加工产量极大提高。例如，Ti 层适于被用作粘合强化层。

根据本发明的用于制造金刚石电子源的上述方法可进一步包括：步骤 V，使用聚焦离子束装置来将尖锐末端的形状调整为旋转对称形状。在步骤 F、K、O、Q、和 S 中，由于表面的粗糙度等，通过干法蚀刻柱状金刚石单晶形成的尖锐末端的形状不必须为用于获得高质量电子束的所需的旋转对称形状。在此情况下，增加步骤 V 使得修复加工缺陷成为可能，并且作为结果，加工产量极大提高。

还可提供步骤 W，通过将尖锐末端暴露给氢等离子体或高温氢气气氛，去除由表面处理造成的损伤。在步骤 F、K、O、Q、S、和 V 中，在形成于柱状金刚石单晶的一端处的尖锐末端的表面上存在由离子碰撞造成的损伤层，并且因此有时将不能显示出金刚石的正常电子发射能力。此时，由于通过将尖锐末端暴露给氢等离子体或高温氢气气氛去除了该损伤层，因此电子发射能力恢复。高温氢气气氛优选地为 300°C 或更高，以有效去除损伤层。

在根据本发明的用于制造金刚石电子源的方法中，陶瓷层优选地为  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{SiON}$ 、 $\text{SiO}_x$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  以及  $\text{AlO}_x$  的任何一种。当使用这些化合物时，可利用陶瓷层的再处理，以在步骤 F 或 K 中有效地将金刚石的端削尖为满意的形状，并且作为结果，获得了具有优越性能的金an 石电子源。

在根据第一和第二方面方法的步骤 D 和步骤 H 中形成的薄膜层优选地为 W（钨）。当薄膜层是 W（钨）时，任意形状的 W（钨）薄膜可容易地通过使用 FIB，以例如在吹  $\text{W}(\text{CO})_6$  气的同时辐射 Ga 离子束而被形成，并且因此推动了金刚石电子源的制造工序。

此外，根据第一方面的方法的步骤 D 中的薄膜层可以是 Ni。在 FIB 中，任意形状的 Ni 薄膜可容易地通过例如在吹  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  气的同时辐射 Ga 离子束而被形成。在步骤 E 的干法蚀刻中，根据将形成的尖锐末端的形状，相对于陶瓷层具有高选择性的金属层是必须的，而 Ni 通

常具有相对于陶瓷层更高的选择性。当选择性高时，由于可被蚀刻的陶瓷层的厚度范围增加，在步骤 F 中的金刚石单晶的蚀刻中可被选择的陶瓷层的厚度范围增加。特别地，通过使用通过 FIB 制造的 Ni 层作为金属层，金刚石电子源的制造工序更简单，并且尖锐末端可被制成更多不同的形状。

在根据第二方面的方法中，使用的铁基金属层优选地为 Fe、Ni、Co 以及包含 Fe、Ni、Co 的合金的任何一种。当陶瓷层使用金属层作为掩模被干法蚀刻时，如与 Cr 相同的方式，根据将形成的尖锐末端的形状，相对于陶瓷层具有高选择性的金属层是必须的，但 Fe、Ni、Co 或者包含 Fe、Ni、Co 的合金通常相对陶瓷层具有高选择性。当选择性较高时，由于可被蚀刻的陶瓷层的厚度范围增加，在步骤 K 中的金刚石单晶的蚀刻中可被选择的陶瓷层的厚度范围增加。特别地，通过选择 Fe、Ni、Co 或者包含 Fe、Ni、Co 的合金，金刚石电子源的制造工序更简单，并且尖锐末端可被制成更多不同的形状。

在根据第三方面的方法中，使用的铁基金属层优选地为 Fe、Ni、Co 以及包含 Fe、Ni、Co 的合金的任何一种。当使用这些金属时，可如 Cr 掩模相同的方式利用铁基金属掩模的再处理，以在步骤 O 中有效地将金刚石的端削尖为满意的形状。由于相对干法蚀刻中的金刚石，铁基金属掩模具有比陶瓷掩模更高的选择性，因此可形成更高尖锐末端，并且作为结果，获得具有更优越性能的金​​刚石电子源。

柱状金刚石单晶的尺寸在  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  到  $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 5\text{mm}$  的长方体空间之内。当金刚石单晶的尺寸在该范围内时，所制造的金​​刚石电子源与  $\text{LaB}_6$ 、 $\text{ZrO/W}$ 、或其他传统点电子源可互换，并且作为结果，该金刚石电子源可被用在宽范围的电子束装置。在上述尺寸范围之外难于提供兼容性。

柱状金刚石单晶的至少一部分包括  $1 \times 10^{17}\ \text{cm}^{-3}$  或更多的施主杂

质或受主杂质。通过以这种方式包括施主或受主杂质，获得了足够的导电性，并且作为结果，获得了具有高亮度的金刚石电子源。然而，当包括小于  $1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  的杂质时，不能获得实用条件下具有满意性能的电子源。

通过研磨柱状金刚石单晶的一端所形成的光滑平面的尺寸优选地为  $10 \mu\text{m}$  或更大的直径。当光滑平面的尺寸为  $10 \mu\text{m}$  或更大的直径时，通过后续制造步骤获得具有作为电子源的实用性能的尖锐末端。

陶瓷层或  $\text{SiO}_x$  层的厚度为  $1 \mu\text{m}$  或更大。当厚度为  $1 \mu\text{m}$  或更大时，可获得尖锐末端的足够高度，并且因此当通过来自完成的电子源的电场发射电子时，尖锐末端上的电场集中增加。结果，获得了具有更高亮度的金刚石电子源。

粘合强化层的厚度范围在  $10$  到  $100 \text{ nm}$  的范围内。当粘合强化层的厚度范围在  $10$  到  $100 \text{ nm}$  的范围内时，获得了加强粘合的目的，并且作为结果，加工产量极大提高。例如，Ti 层适于被用作粘合强化层。

尖锐末端优选地具有  $10 \mu\text{m}$  或更高的高度并具有  $10 \mu\text{m}$  或更小的远端半径或远端曲率半径。通过具有这种远端形状，使金刚石电子源具有作为电子源的实用性能。

本发明的金刚石电子源，其特征在于：包括尺寸在  $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$  到  $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 5\text{mm}$  的长方体空间之内的柱状金刚石单晶，其中柱状金刚石单晶的一端是具有尖锐末端的光滑平面，在光滑平面上具有尖锐末端，该尖锐末端具有  $10 \mu\text{m}$  或更高的高度以及  $10 \mu\text{m}$  或更小的远端半径或远端曲率半径。通过使用这种形状，本发明可与  $\text{LaB}_6$ 、 $\text{ZrO/W}$  或其他传统点电子源互换，并且因此本发明可容易地被安装在传统使用的电子显微镜、电子束曝光装置或其他电子束装置中。通过安装本发明的金刚石电子源，能获得比传统电子源更高亮度



的电子束。在上述范围以外，难于提供兼容性，或者亮度低，并且不能获得实用的电子源性能。

金刚石电子源还具有以下特征：柱状金刚石单晶的一端是在顶端处具有光滑平面的尖角形状，平面的尺寸为  $10\ \mu\text{m}$  或更大的直径，并且平面具有尖锐末端，该尖锐末端具有  $10\ \mu\text{m}$  或更高的高度以及  $10\ \mu\text{m}$  或更小的远端半径或远端曲率半径。通过使用这种形状，能获得更高亮度的电子束。

金刚石电子源还具有以下特征：其至少一部分包括  $1 \times 10^{17}\ \text{cm}^{-3}$  或更多的施主杂质或受主杂质。通过以这种方式包含施主或受主杂质，获得了足够的导电性，并且作为结果，获得了具有高亮度的金刚石电子源。

由于本发明的金刚石电子源具有这种如上所述的形状和质量，因此能获得高亮度电子束，并且本发明的金刚石电子源的特征在于：获得了具有  $0.2\ \text{mA/sr}$  或更高角电流密度的电子束。由于本发明的金刚石电子源的有效功函数较小，因此可生产具有小能量分布和高收敛性的电子束。因此，本发明的特征还在于：获得了具有  $0.2\ \text{mA/sr}$  或更高角电流密度并且具有  $1.0\ \text{eV}$  或更低 FWHM（半高宽）的能量分布的电子束。

此外，金刚石单晶的至少一部分包括  $1 \times 10^{18}\ \text{cm}^{-3}$  或更多的施主杂质，由此本发明的金刚石电子源的工作温度可进一步降低。由此，可生产具有小能量分布和高收敛性的电子束，并可获得具有  $0.2\ \text{mA/sr}$  或更高角电流密度并且具有  $1.0\ \text{eV}$  或更低 FWHM（半高宽）能量分布的电子束。通过制造  $1\ \mu\text{m}$  或更小的远端部分的远端半径或远端曲率半径，能产生具有更高亮度的电子束。由此，获得具有  $1\ \text{mA/sr}$  或更高角电流密度并且具有  $0.9\ \text{eV}$  或更低 FWHM（半高宽）的能量分布的电子束。

## 发明效果

根据本发明，通过对采用聚焦离子束装置（FIB）的薄膜沉积技术的使用，可通过离子蚀刻，在具有难以进行抗蚀剂涂布的尺寸的柱状金刚石单晶一端上形成微尺寸或更小的尖锐末端，并且可提供高亮度金刚石电子源。从而，通过将金刚石电子源安装在电子束装置中，可获得能够高倍放大观察的电子显微镜、能够以高吞吐量在微小图案上绘画的电子束曝光装置等。

## 附图说明

图1A是示意性透视图，其示出了在实施方式1的步骤B中形成光滑平面的柱状金刚石单晶，并且示出了仅在步骤B执行削尖的状态；

图1B是示意性透视图，其示出了在实施方式1的步骤B中形成光滑平面的柱状金刚石单晶，并且示出了仅在步骤B和步骤N执行削尖的状态；

图2A是示意性截面图，其示出了在实施方式1的步骤C中在光滑平面上形成陶瓷层的柱状金刚石单晶，并且示出了仅在步骤C中提供粘合强化层的状态；

图2B是示意性截面图，其示出了在实施方式1的步骤C中在光滑平面上形成陶瓷层的柱状金刚石单晶，并且示出了在步骤C和步骤U中提供粘合强化层的状态；

图3A是示意性截面图，其示出了在实施方式1的步骤D中在陶瓷层上形成薄膜层的柱状金刚石单晶，并且示出了仅步骤D的状态；

图3B是示意性截面图，其示出了在实施方式1的步骤D中在陶瓷层上形成薄膜层的柱状金刚石单晶，并且其是图3A的俯视图；

图3C是示意性截面图，其示出了在实施方式1的步骤D中在陶瓷层上形成薄膜层的柱状金刚石单晶，并且示出了在步骤D和步骤U中提供粘合强化层的状态；

图4A是示意性截面图，其示出了在实施方式1的步骤E中形成陶瓷掩模的柱状金刚石单晶，并且示出了采用湿法蚀刻的情况；

图4B是示意性截面图，其示出了在实施方式1的步骤E中形成陶瓷掩模的柱状金刚石单晶，并且示出了采用干法蚀刻的情况；

图5是示意性截面图，其示出了在实施方式1的步骤F中形成尖锐末端的柱状金刚石单晶；

图6A是示意性透视图，其示出了在实施方式2的步骤B中形成光滑平面的柱状金刚石单晶，并且示出了仅在步骤B执行削尖的状态；

图6B是示意性透视图，其示出了在实施方式2的步骤B中形成光滑平面的柱状金刚石单晶，并且示出了在步骤B和步骤N执行削尖的状态；

图7A是示意性截面图，其示出了在实施方式2的步骤C中在光滑平面上形成陶瓷层的柱状金刚石单晶，并且示出了仅在步骤C中提供粘合强化层的状态；

图7B是示意性截面图，其示出了在实施方式2的步骤C中在光滑平面上形成陶瓷层的柱状金刚石单晶，并且示出了在步骤C和步骤U中提供粘合强化层的状态；

图8A是示意性截面图，其示出了在实施方式2的步骤G中在陶瓷层上形成铁基金属层或Cr层的柱状金刚石单晶，并且示出了仅在步骤G中提供粘合强化层的状态；

图8B是示意性截面图，其示出了在实施方式2的步骤G中在陶瓷层上形成铁基金属层或Cr层的柱状金刚石单晶，并且示出了在步骤G和步骤U中提供粘合强化层的状态；

图9A是示意性截面图，其示出了在实施方式2的步骤H中在铁基金属层或Cr层上形成薄膜层的柱状金刚石单晶，并且示出了步骤H之后的状态；

图9B是示意性截面图，其示出了在实施方式2的步骤H中在铁基金属层或Cr层上形成薄膜层的柱状金刚石单晶，并且其是图9A的俯视图；

图10是示意性截面图，其示出了在实施方式2的步骤I中形成铁基金属掩模或Cr掩模的柱状金刚石单晶；

图11A是示意性截面图，其示出了在实施方式2的步骤J中形成陶瓷掩模的柱状金刚石单晶，并且示出了湿法蚀刻的情况；

图11B是示意性截面图，其示出了在实施方式2的步骤J中形成陶瓷

掩模的柱状金刚石单晶，并且示出了干法蚀刻的情况；

图12是示意性截面图，其示出了在实施方式2的步骤K中形成尖锐末端的柱状金刚石单晶；

图13A是示意性透视图，其示出了在实施方式3的步骤B中形成光滑平面的柱状金刚石单晶，并且示出了仅在步骤B执行削尖的状态；

图13B是示意性透视图，其示出了在实施方式3的步骤B中形成光滑平面的柱状金刚石单晶，并且示出了在步骤B和步骤N执行削尖的状态；

图14是示意性截面图，其示出了在实施方式3的步骤L中在光滑平面上形成铁基金属层或Cr层的柱状金刚石单晶；

图15A是示意性截面图，其示出了在实施方式3的步骤M中在铁基金属层或Cr层上形成薄膜层的柱状金刚石单晶，并且示出了步骤M之后的状态；

图15B是示意性截面图，其示出了在实施方式3的步骤M中在铁基金属层或Cr层上形成薄膜层的柱状金刚石单晶，并且其是图15A的俯视图；

图16A是示意性截面图，其示出了在实施方式3的步骤N中形成铁基金属掩模或Cr掩模的柱状金刚石单晶，并且示出了采用湿法蚀刻的情况；

图16B是示意性截面图，其示出了在实施方式3的步骤N中形成铁基金属掩模或Cr掩模的柱状金刚石单晶，并且示出了采用干法蚀刻的情况；

图17是示意性截面图，其示出了在实施方式3的步骤O中形成尖锐末端的柱状金刚石单晶；

图18A是示意性透视图，其示出了在实施方式4的步骤B中形成光滑平面的柱状金刚石单晶，并且示出了仅在步骤B执行削尖的状态；

图18B是示意性透视图，其示出了在实施方式4的步骤B中形成光滑平面的柱状金刚石单晶，并且示出了在步骤B和步骤N执行削尖的状态；

图19A是示意性截面图，其示出了在实施方式4的步骤P中在光滑

平面上形成 $\text{SiO}_x$ 层的柱状金刚石单晶，并且示出了仅仅步骤P的柱状 $\text{SiO}_x$ 层的状态；

图19B是示意性截面图，其示出了在实施方式4的步骤P中在光滑平面上形成 $\text{SiO}_x$ 层的柱状金刚石单晶，并且示出了仅仅通过步骤P的柱状 $\text{SiO}_x$ 层提供粘合强化层的状态；

图19C是示意性截面图，其示出了在实施方式4的步骤P中在光滑平面上形成 $\text{SiO}_x$ 层的柱状金刚石单晶，并且示出了通过步骤U和步骤P的柱状 $\text{SiO}_x$ 层提供粘合强化层的状态；

图20是示意性截面图，其示出了在实施方式4的步骤Q中形成尖锐末端的柱状金刚石单晶；

图21A是示意性透视图，其示出了在实施方式5的步骤B中形成光滑平面的柱状金刚石单晶，并且示出仅在步骤B执行削尖的状态；

图21B是示意性透视图，其示出了在实施方式5的步骤B中形成光滑平面的柱状金刚石单晶，并且示出了在步骤B和步骤N执行削尖的状态；

图22A是示意性截面图，其示出了在实施方式5的步骤R中在光滑平面上形成Ni层的柱状金刚石单晶，并且示出了步骤R的柱状Ni层形成的状态；

图22B是示意性截面图，其示出了在实施方式5的步骤R中在光滑平面上形成Ni层的柱状金刚石单晶，并且示出了步骤R的柱状Ni层形成的状态；

图23是示意性截面图，其示出了在实施方式5的步骤S中形成尖锐末端的柱状金刚石单晶；

图24A是在实施例3中制造的本发明的金刚石电子源的500倍放大电子显微照片；以及

图24B是在实施例3中制造的本发明的金刚石电子源的3000倍放大电子显微照片。

附图标索引

10、20、30、40、50

柱状金刚石单晶

11、21、31、41、51	光滑平面
12、22	陶瓷层
13、15、23、25、43	粘合强化层
14、26、34	薄膜层
16、28	陶瓷掩模
17、29、36、44、53	尖锐末端部分
24、32	铁基金属层或 Cr 层
27、35	铁基金属掩模或 Cr 掩模
42	SiO <sub>x</sub> 层
52	Ni 层

### 具体实施方式

将参考附图对根据本发明的制造金刚石电子源的方法的优选实施方式进行详细描述。在附图中使用的相同的附图标记指示相同的元件，并且不进行多余的描述。在附图中的尺寸比例不需要和描述相匹配。本发明并不受限于下文描述的实施方式，基于本发明技术范围的修改和其他实施方式也包含在本发明中。

#### (实施方式 1)

本发明的实施方式 1 将参考图 1-5 进行描述。首先，在步骤 A 中，制备了具有在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的尺寸的柱状金刚石单晶。长方体形状优选用作柱状金刚石单晶的形状。特别地，在组成长方体的六面中，优选的单晶是六面都是 (100) 平面 (7° 以内的切偏角) 的单晶，四面是 (110) 平面 (7° 以内的切偏角) 且两面是 (100) 平面 (7° 以内的切偏角) 的单晶，或两面是 (110) 平面 (7° 以内的切偏角)、两面是 (211) 平面 (7° 以内的切偏角)、且两面是 (111) 平面 (7° 以内的切偏角) 的单晶。

具有在  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  到  $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 5\text{mm}$  的长方体空间之内尺寸的柱状金刚石单晶是适用的。当尺寸小于  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$

$\times 100 \mu\text{m}$  或大于  $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 5\text{mm}$  时, 柱状金刚石单晶难于安放在电子显微镜、电子束曝光装置或其他电子束装置中。为了获得足够的导电性以作为电子源, 至少一部分优选地包括  $1 \times 10^{17} \text{cm}^{-3}$  或更多量的施主或受主杂质。施主杂质优选地为 P (磷), 并且受主杂质优选地为 B (硼)。特别地, 可合适地使用在其中 P-掺杂金刚石薄膜或 B-掺杂金刚石薄膜取向附生地生长在高温高压下合成的金刚石单晶上的金刚石单晶, 或使用气相合成 B-掺杂金刚石单晶, 高温高压合成的含 B 金刚石单晶等。

然后在步骤 B 中研磨金刚石单晶的至少一端, 则在柱状金刚石单晶 10 的一端上形成光滑平面 11, 如图 1 所示。为了在后续步骤中在光滑平面 11 上形成作为电子源的足够大 (高) 的尖锐末端, 光滑平面 11 的尺寸优选地具有  $10 \mu\text{m}$  或更大的直径。光滑平面 11 的表面粗糙度 Ra 优选地为  $100 \text{nm}$  或更低。当表面粗糙度大于  $100 \text{nm}$  时, 在后续步骤中形成的尖锐末端的电子发射点的表面是粗糙的, 并且不能获得作为金刚石电子源的足够亮度。

如图 1A 所示, 光滑平面 11 可被形成在柱状金刚石单晶 10 的一端的整个表面上, 或如图 1B 所示可研磨一端的侧面, 并且在顶点部分上可形成具有光滑表面 11 的锥形末端形状 (大致截棱锥形状)。可在即将开始步骤 B 之前或者紧接其后执行用于形成尖锐末端形状的研磨 (步骤 T)。通过在这种锥形末端形状的顶点处提供光滑平面 11, 在最终获得的尖锐末端处增加电场集中, 并获得具有更高亮度的金刚石电子源。

在步骤 C 中, 在光滑平面 11 上形成陶瓷层 12, 如图 2A 所示。陶瓷层 12 优选地具有性质从而可利用掩模的再处理以在随后使用陶瓷掩模和具体化合物 (可适用的具体化合物包括  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{SiON}$ 、 $\text{SiO}_x$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{AlO}_x$  等) 来蚀刻金刚石时, 有效地将金刚石的端部削尖为满意的形状。当考虑使用陶瓷层 12 作为掩模进行金刚石削尖时, 陶瓷层 12 的厚度

优选地为  $1\ \mu\text{m}$  或更大。当厚度小于  $1\ \mu\text{m}$  时，与传统电子源相比难于形成用于获得高亮度的足够高的尖锐端突出物。溅射、CVD 或其他薄膜形成装置可适用于形成陶瓷层 12。

如图 2B 所示，在陶瓷层 12 和柱状金刚石单晶 10 之间形成粘合强化层 13（步骤 U）。通过粘合强化层 13 加强了光滑平面 11 和陶瓷层 12 之间的粘合，但为了获得加强的粘合，用于粘合强化层 13 的厚度范围在 10 到 100 nm 是合适的。当厚度小于 10 nm 时不能获得粘合加强的效果，并且当厚度超过 100 nm 时，粘合强化层阻止后续使用陶瓷层 12 作为掩模对金刚石的蚀刻。Ti 层适于被用作粘合强化层 13。

如图 3A 所示，然后在步骤 D 中使用聚焦离子束装置(FIB)在陶瓷层 12 上沉积具有指定形状的薄膜层 14。使用 FIB 装置容易被沉积的元素 W(钨)、Pt(铂)以及 C(碳)适于被用作薄膜层 14。在干法蚀刻期间关于陶瓷层 12 具有高蚀刻选择性的 Ni 也可依需要而被使用。由于 Ni 关于陶瓷层 12 具有高蚀刻选择性，可图案化更厚的陶瓷层 12，并且因此可制造金刚石的更高尖锐末端。

薄膜层 14 使用 FIB 装置来沉积，并且可因此具有任何形状，但从电子源的角度来说，在金刚石削尖之后的尖锐末端的形状优选地为旋转对称的，并且因此用作掩模的陶瓷层的形状优选是旋转对称的。特别地，如图 3B 所示，用于图案化陶瓷层 12 的薄膜层 14 的形状优选地为圆形。薄膜层 14 还优选地布置在陶瓷层 12 的表面的中心处。因此，制造后的金刚石尖锐末端被布置在柱状金刚石单晶 10 的大致中轴的位置处，并获得下述优点：当金刚石电子源被安装到电子束装置时，光轴容易对齐。

如图 3C 所示，在薄膜层 14 和陶瓷层 12 之间形成粘合强化层 15（步骤 U）。通过粘合强化层 15 加强了陶瓷层 12 和薄膜层 14 之间的粘合，但为了获得加强的粘合，用于粘合强化层 15 的厚度范围在 10 到 100 nm 是合适的。当粘合强化层 15 的厚度小于 10 nm 时不能获得



粘合加强的效果，并且当厚度超过 100 nm 时，粘合强化层阻止使用薄膜层 14 作为掩模对陶瓷层 12 的蚀刻。例如，Ti 层适于被用作粘合强化层 15。

在接下来的步骤 E 中，使用在步骤 D 中采用 FIB 装置而形成指定形状的薄膜层 14 作为掩模，通过湿法蚀刻或干法蚀刻来蚀刻陶瓷层 12，并且制造图案化的陶瓷掩模 16，如图 4 所示。当此时选择了湿法蚀刻时，由于蚀刻以各向同性方式进行，因此陶瓷层 12 变成了诸如图 4A 中的山峰形状的陶瓷掩模 16。当选择了反应离子蚀刻（RIE）或其他干法蚀刻技术时，由于在薄膜层 14 正下方的区域不易被蚀刻，陶瓷层 12 变成了诸如图 4B 中的圆柱陶瓷掩模 16。可在蚀刻完成后移除金属层 14。

然后，在步骤 F 中，使用陶瓷掩模 16 通过 RIE 或其他干法蚀刻技术削尖柱状金刚石单晶 10 的一端。在步骤 F 中，如图 5 所示，可在柱状金刚石单晶 10 的一端处形成单个尖锐末端 17。尖锐末端 17 优选地具有 10  $\mu$  m 或更高的高度以及 10  $\mu$  m 或更小的远端半径或远端曲率半径。这种远端形状产生了具有作为电子源的实用性能的金金刚石电子源。

此外，如上所述获得的尖锐末端 17 的形状可使用聚焦离子束装置而被调整为旋转对称形状（步骤 V）。由于表面粗糙度等，柱状金刚石单晶蚀刻后的尖锐末端 17 的形状并不必须具有对获得高质量电子束所必须的旋转对称性。因此，当聚焦离子束装置被用来产生所需的旋转对称形状时，制造缺陷可被修复，加工产量极大提高，并因此可获得具有更高亮度的电子源。

由于尖锐末端 17 被由于 RIE、FIB 制造等的离子碰撞损伤，可通过暴露给氢等离子体或高温氢气气氛去除表面上的损伤层（步骤 W）。通过去除尖锐末端的表面损伤层，获得了金刚石的正常电子发射能力，并且可因而获得高亮度电子源。当使用高温氢气气氛时，使用处于

300°C 或更高的氢气气氛使得能有效去除损伤层。

(实施方式 2)

本发明的实施方式 2 将参考图 6-12 进行描述。首先,在步骤 A 中,以与实施方式 1 相同的方式,制备了具有在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的尺寸的柱状金刚石单晶,优选地为矩形柱状金刚石单晶。特别地,在组成长方体的六面中,优选的单晶是六面都是(100)平面(7°以内的切偏角)的单晶,四面是(110)平面(7°以内的切偏角)且两面是(100)平面(7°以内的切偏角)的单晶,或两面是(110)平面(7°以内的切偏角)、两面是(211)平面(7°以内的切偏角)、且两面是(111)平面(7°以内的切偏角)的单晶。

具有在  $50\ \mu\text{m}\times 50\ \mu\text{m}\times 100\ \mu\text{m}$  到  $1\text{mm}\times 1\text{mm}\times 5\text{mm}$  的长方体空间之内尺寸的柱状金刚石单晶是适用的。当尺寸小于  $50\ \mu\text{m}\times 50\ \mu\text{m}\times 100\ \mu\text{m}$  或大于  $1\text{mm}\times 1\text{mm}\times 5\text{mm}$  时,柱状金刚石单晶难于安放在电子显微镜、电子束曝光装置或其他电子束装置中。为了获得足够的导电性以作为电子源,至少一部分优选地包括  $1\times 10^{17}\ \text{cm}^{-3}$  或更多量的施主或受主杂质。施主杂质优选地为 P,并且受主杂质优选地为 B。特别地,可合适地使用在其中 P-掺杂金刚石薄膜或 B-掺杂金刚石薄膜取向附生地生长在高温高压下合成的金刚石单晶上的金刚石单晶,或使用气相合成 B-掺杂金刚石单晶、高温高压合成的含 B 金刚石单晶等。

然后在步骤 B 中研磨金刚石单晶的至少一端,则在柱状金刚石单晶 20 的一端上形成光滑平面 21,如图 6 所示。为了在后续步骤中在光滑平面 21 上形成作为电子源的足够大(高)的尖锐末端,光滑平面 21 的尺寸优选地具有  $10\ \mu\text{m}$  或更大的直径。光滑平面 21 的表面粗糙度 Ra 优选地为  $100\ \text{nm}$  或更低。当表面粗糙度大于  $100\ \text{nm}$  时,在后续步骤中形成的尖锐末端的电子发射点的表面是粗糙的,并且不能获得作为金刚石电子源的足够的亮度。

如图 6A 所示，在柱状金刚石单晶 20 的一端的整个表面上形成光滑平面 21，或者如图 6B 所示可研磨一端的侧面，并且在顶点部分上可形成具有光滑表面 21 的锥形末端形状（大致截棱锥形状）。可在即将开始步骤 B 之前或者紧接其后执行用于形成尖锐末端形状的研磨（步骤 T）。通过在这种锥形末端形状的顶点处提供光滑平面 21，在最终获得的尖锐末端处增加电场集中，并获得具有更高亮度的金刚石电子源。

在步骤 C 中，在光滑平面 21 上形成陶瓷层 22，如图 7A 所示。陶瓷层 22 优选地具有性质从而可利用掩模的再处理以在随后使用陶瓷掩模和具体化合物（可适用的具体化合物包括  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{SiON}$ 、 $\text{SiO}_x$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{AlO}_x$  等）来蚀刻金刚石时，有效地将金刚石的端部削尖为满意的形状。当考虑使用陶瓷层 22 作为掩模进行金刚石削尖时，陶瓷层 22 的厚度优选地为  $1\ \mu\text{m}$  或更大。当厚度小于  $1\ \mu\text{m}$  时，与传统电子源相比难于形成用于获得高亮度的足够高的尖锐端突出物。溅射、CVD 或其他薄膜形成装置可适用于形成陶瓷层 22。

在陶瓷层 22 和柱状金刚石单晶 20 之间可形成粘合强化层 23，如图 7B 所示（步骤 U）。通过粘合强化层 23 加强了光滑平面 21 和陶瓷层 22 之间的粘合，但为了获得加强的粘合，用于粘合强化层 23 的厚度范围在 10 到 100 nm 是合适的。当厚度小于 10 nm 时不能获得粘合加强的效果，并且当厚度超过 100 nm 时，粘合强化层阻止后续使用陶瓷层 22 作为掩模对金刚石的蚀刻。Ti 层适于被用作粘合强化层 23。

然后在步骤 G 中在陶瓷层 22 上形成铁基金属层或 Cr 层 24，如图 8A 所示。适于用作铁基金属层的金属包括 Fe, Ni, Co 以及包括这些金属的合金。为了使尖锐末端足够高以通过使用电场来有效产生电子，有时必须是厚陶瓷层 22。关于陶瓷层 22 具有高蚀刻选择性的金属对于通过干法蚀刻来图案化厚陶瓷层 22 是有用的。由于上述铁基金属或 Cr 具有相对高的选择性，因此通过铁基金属或 Cr 作为掩模来蚀刻陶瓷层

22, 可制造用于尖锐末端的更宽范围的形状。可通过溅射、CVD、气相沉积等来形成铁基金属层或 Cr 层 24。

在陶瓷层 22 和铁基金属层或 Cr 层 24 之间可形成粘合强化层 25, 如图 8B 所示 (步骤 U)。通过粘合强化层 24 加强了陶瓷层 22 和铁基金属层或 Cr 层 24 之间的粘合, 但当粘合强化层 25 的厚度小于 10 nm 时不能获得粘合加强效果。当粘合强化层 25 的厚度超过 100 nm 时, 粘合强化层阻止后续使用铁基金属层或 Cr 层 24 作为掩模对陶瓷层 22 的蚀刻。例如, Ti 层适于被用作粘合强化层 25。

然后如图 9A 所示, 在步骤 H 中使用聚焦离子束装置(FIB)在铁基金属层或 Cr 层 24 上沉积具有指定形状的薄膜层 26。使用 FIB 装置容易被沉积的元素 W(钨)、Pt(铂)以及 C(碳)适于被用作薄膜层 26。薄膜层 26 使用 FIB 装置来沉积, 并且可因此具有任何形状, 但从电子源的角度来说, 在金刚石削尖之后的尖锐末端的形状优选地为旋转对称的, 并且因此用作掩模的陶瓷层和用于图案化陶瓷层的铁基金属层或 Cr 层的形状优选是旋转对称的。

特别地, 用于图案化铁基金属层或 Cr 层 24 的薄膜层 26 的形状优选地为圆形, 如图 9B 所示。薄膜层 26 还优选地布置在铁基金属层或 Cr 层 24 的表面的中心处。因此, 制造后的尖锐末端被布置在柱状金刚石单晶大致中轴的位置处, 并因此当金刚石电子源被安装到电子束装置中时, 光轴容易对齐。

然后, 使用具有指定形状的薄膜层 26 作为掩模通过湿法蚀刻或干法蚀刻来蚀刻铁基金属层或 Cr 层 24, 并且形成如图 10 所示的图案化的铁基金属掩模或 Cr 掩模 27。

然后在步骤 J 中, 使用铁基金属掩模或 Cr 掩模 27 通过湿法蚀刻或干法蚀刻, 来蚀刻陶瓷层 22。此时, 当选择湿法蚀刻时, 由于蚀刻

以各向同性方式进行，因此陶瓷层 22 变成了诸如图 11A 中的山峰形状的陶瓷掩模 28。在这种情况下，不需要选择铁基金属或 Cr，并且可使用例如 Mo、Ta 或其他金属。当选择了 RIE 或其他干法蚀刻技术时，由于在铁基金属掩模或 Cr 掩模 27 正下方的区域不易被蚀刻，陶瓷层 22 变成了诸如图 11B 中的圆柱陶瓷掩模 28。在这种情况下，相对陶瓷层具有高蚀刻选择性的 Ni 或其他铁基技术或 Cr 是优选的。可在蚀刻开始前移除金属层 26，但通常在蚀刻完成后才移除。当蚀刻完成时，还移除铁基金属掩模或 Cr 掩模 27。

在步骤 K 中，使用陶瓷掩模 28 通过 RIE 或其他干法蚀刻技术来削尖柱状金刚石单晶 20 的一端。在步骤 K 中，如图 12 所示，单个尖锐末端 29 可在柱状金刚石单晶 20 的一端处形成。尖锐末端 29 优选具有  $10\ \mu\text{m}$  或更高的高度以及  $10\ \mu\text{m}$  或更小的远端半径或远端曲率半径。这种远端形状产生了具有作为电子源的实用性能的金金刚石电子源。

此外，如上所述获得的尖锐末端 29 的形状可使用聚焦离子束装置而被调整为旋转对称形状（步骤 V）。由于表面粗糙度等，柱状金刚石单晶蚀刻后的尖锐末端 17 的形状并不必须具有对获得高质量电子束所必须的旋转对称性。因此，当聚焦离子束装置被用来产生所需的旋转对称形状时，制造缺陷可被修复，加工产量极大提高，并因此可获得具有更高亮度的电子源。

由于尖锐末端 29 被由于 RIE、FIB 制造等的离子碰撞损伤，可通过暴露到氢等离子体或高温氢气气氛去除表面上的损伤层（步骤 W）。通过去除尖锐末端的表面损伤层，获得了金刚石的正常电子发射能力，并且可因而获得高亮度电子源。当使用高温氢气气氛时，使用处于  $300^\circ\text{C}$  或更高的氢气气氛使得能有效去除损伤层。

### （实施方式 3）

本发明的实施方式 3 将参考图 13-17 进行描述。首先，在步骤 A

中，制备了具有在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的尺寸的柱状金刚石单晶。长方体形状优选用作柱状金刚石单晶的形状。特别地，在组成长方体的六面中，优选的单晶是六面都是(100)平面(7°以内的切偏角)的单晶，四面是(110)平面(7°以内的切偏角)且两面是(100)平面(7°以内的切偏角)的单晶，或两面是(110)平面(7°以内的切偏角)、两面是(211)平面(7°以内的切偏角)、且两面是(111)平面(7°以内的切偏角)的单晶。

具有在  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  到  $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 5\text{mm}$  的长方体空间之内尺寸的柱状金刚石单晶是适用的。当尺寸小于  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  或大于  $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 5\text{mm}$  时，柱状金刚石单晶难于安放在电子显微镜、电子束曝光装置或其他电子束装置中。为了获得足够的导电性以作为电子源，至少一部分优选地包括  $1 \times 10^{17}\ \text{cm}^{-3}$  或更多量的施主或受主杂质。施主杂质优选地为 P，并且受主杂质优选地为 B。特别地，可使用在其中 P-掺杂金刚石薄膜或 B-掺杂金刚石薄膜取向附生地生长在高温高压下合成的金刚石单晶上的金刚石单晶，或使用气相合成 B-掺杂金刚石单晶，高温高压合成的含 B 金刚石单晶等。

然后在步骤 B 中研磨金刚石单晶的至少一端，则在柱状金刚石单晶 30 的一端上形成光滑平面 31，如图 13 所示。为了在后续步骤中在光滑平面 31 上形成作为电子源的足够大(高)的尖锐末端，光滑平面 31 的尺寸优选地具有  $10\ \mu\text{m}$  或更大的直径。光滑平面 11 的表面粗糙度 Ra 优选地为  $100\ \text{nm}$  或更低。当表面粗糙度大于  $100\ \text{nm}$  时，在后续步骤中形成的尖锐末端的电子发射点的表面是粗糙的，并且不能获得作为金刚石电子源的足够的亮度。

如图 13A 所示，在柱状金刚石单晶 30 的一端的整个表面上形成光滑平面 31，或者如图 13B 所示可研磨一端的侧面，并且在顶点部分上可形成具有光滑表面 31 的锥形末端形状(大致截棱锥形状)。可在即将开始步骤 B 之前或者紧接其后执行用于形成尖锐末端形状的研磨(步

骤 T)。通过在这种锥形末端形状的顶点处提供光滑平面 31，在最终获得的尖锐末端处增加电场集中，并获得具有更高亮度的金刚石电子源。

在步骤 L 中，在光滑平面 31 上形成铁基金属层或 Cr 层 32，如图 14 所示。铁基金属层优选地为 Fe、Ni、Co 以及包括这些金属的合金。从而如与 Cr 相同的方式，利用掩模的再处理，以在使用铁基金属掩模蚀刻金刚石时，有效地将金刚石的端部削尖为满意的形状。由于在干法蚀刻中，这些金属与陶瓷掩模相比更高地具有相对于金刚石的蚀刻选择性，因此可更容易地形成更高的尖锐末端，并可获得具有更佳性能的金​​刚石电子源。溅射、CVD 或其他薄膜形成装置可适用于形成铁基金属层或 Cr 层 32。

然后在步骤 M 中使用聚焦离子束装置(FIB)在铁基金属层或 Cr 层 32 上沉积具有指定形状的薄膜层 34，如图 15A 所示。使用 FIB 装置容易被沉积的元素 W(钨)、Pt(铂)以及 C(碳)和  $\text{SiO}_x$  适于被用作薄膜层 34。

薄膜层 34 使用 FIB 装置来沉积，并且可因此具有任何形状，但从电子源的角度来说，在金刚石削尖之后的尖锐末端的形状优选地为旋转对称的，并且因此用作掩模的铁基金属层或 Cr 层的形状优选是旋转对称的。如图 15B 所示，特别地，用于图案化铁基金属层或 Cr 层 32 的薄膜层 34 的形状优选地为圆形。薄膜层 34 还优选地布置在铁基金属层或 Cr 层 32 的表面的中心处。因此，制造后的尖锐末端被布置在柱状金刚石单晶 30 的大致中轴的位置处，并获得如下优点：当金刚石电子源被安装到电子束装置中时，光轴容易对齐。

在接下来的步骤 N 中，使用在步骤 M 中采用 FIB 装置形成为指定形状的薄膜层 34 作为掩模通过湿法蚀刻或干法蚀刻来蚀刻铁基金属层或 Cr 层 32，并且制造图案化的铁基金属掩模或 Cr 掩模 35，如图 16 所示。当此时选择了湿法蚀刻时，由于蚀刻以各向同性方式进行，因

此铁基金属层或 Cr 层 32 变成了诸如图 16A 中的山峰形状的铁基金属掩模或 Cr 掩模 35。当选择了 RIE 或其他干法蚀刻技术时，由于在薄膜 34 正下方的区域不易被蚀刻，铁基金属层或 Cr 层 32 变成了诸如图 16B 中的圆柱铁基金属掩模或 Cr 掩模 35。在蚀刻完成后可去除薄膜层 34。

在步骤 O 中，使用铁基金属掩模或 Cr 掩模 35 通过 RIE 或其他干法蚀刻技术来削尖柱状金刚石单晶 30 的一端。在步骤 O 中，如图 17 所示，单个尖锐末端 36 可在柱状金刚石单晶 30 的一端处形成。尖锐末端 36 优选地具有  $10\ \mu\text{m}$  或更高的高度以及  $10\ \mu\text{m}$  或更小的远端半径或远端曲率半径。这种远端形状产生了具有作为电子源的实用性能的金金刚石电子源。

此外，如上所述获得的尖锐末端 36 的形状可使用聚焦离子束装置而被调整为旋转对称形状（步骤 V）。由于表面粗糙度等，柱状金刚石单晶蚀刻后的尖锐末端 36 的形状并不必须具有对获得高质量电子束所必须的旋转对称性。因此，当聚焦离子束装置被用来产生所需的旋转对称形状时，制造缺陷可被修复，加工产量极大提高，并因此可获得具有更高亮度的电子源。

由于尖锐末端 36 被由于 RIE、FIB 制造等的离子碰撞损伤，可通过暴露到氢等离子体或高温氢气气氛去除表面上的损伤层（步骤 W）。通过去除尖锐末端的表面损伤层，获得了金刚石的正常电子发射能力，并且可因而获得高亮度电子源。当使用高温氢气气氛时，使用处于  $300^\circ\text{C}$  或更高的氢气气氛使得能有效去除损伤层。

#### （实施方式 4）

本发明的实施方式 4 将参考图 18-20 进行描述。首先，在步骤 A 中，以与上文描述的实施方式相同的方式，制备了具有在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的柱状金刚石单晶，优选地为矩形柱状金刚石单晶。特别地，在组成长方体的六面中，优选的单晶是六面都是（100）



平面（7°以内的切偏角）的单晶，四面是（110）平面（7°以内的切偏角）且两面是（100）平面（7°以内的切偏角）的单晶，或两面是（110）平面（7°以内的切偏角）、两面是（211）平面（7°以内的切偏角）、且两面是（111）平面（7°以内的切偏角）的单晶。

具有在  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  到  $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 5\text{mm}$  的长方体空间之内尺寸的柱状金刚石单晶是适用的。当尺寸小于  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  或大于  $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 5\text{mm}$  时，柱状金刚石单晶难于安放在电子显微镜、电子束曝光装置或其他电子束装置中。为了获得足够的导电性以作为电子源，至少一部分优选地包括  $1 \times 10^{17}\ \text{cm}^{-3}$  或更多量的施主或受主杂质。施主杂质优选地为 P，并且受主杂质优选地为 B。特别地，可使用在其中 P-掺杂金刚石薄膜或 B-掺杂金刚石薄膜取向附生地生长在高温高压下合成的金刚石单晶上的金刚石单晶，或使用气相合成 B-掺杂金刚石单晶、高温高压合成的含 B 金刚石单晶等。

然后在步骤 B 中研磨金刚石单晶的至少一端，在柱状金刚石单晶 40 的一端上形成光滑平面 41，如图 18 所示。为了在后续步骤中在光滑平面 41 上形成作为电子源的足够大（高）的尖锐末端，光滑平面 41 的尺寸优选地具有  $10\ \mu\text{m}$  或更大的直径。光滑平面 41 的表面粗糙度 Ra 优选地为  $100\ \text{nm}$  或更低。当表面粗糙度大于  $100\ \text{nm}$  时，在后续步骤中形成的尖锐末端的电子发射点的表面是粗糙的，并且不能获得作为金刚石电子源的足够的亮度。

如图 18A 所示，在柱状金刚石单晶 40 的一端的整个表面上形成光滑平面 41，或者如图 18B 所示可研磨一端的侧面，并且在顶点部分上可形成具有光滑表面 41 的锥形末端形状（大致截棱锥形状）。可在即将开始步骤 B 之前或者紧接其后执行用于形成尖锐末端形状的研磨（步骤 T）。通过在这种锥形末端形状的顶点处提供光滑平面 41，在最终获得的尖锐末端处增加电场集中，并获得具有更高亮度的金刚石电子源。

如图 19 所示，在光滑平面 41 上沉积具有指定形状的  $\text{SiO}_x$  层 42。使用 FIB 装置，可容易地沉积  $\text{SiO}_x$  层 42，并以任何形状沉积在光滑平面 41 上。

$\text{SiO}_x$  层 42 用作用于在后续步骤 Q 中削尖金刚石的端的掩模，并且因此从电子源的角度来说，其优选地为旋转对称的。例如，如图 19A 所示的圆柱  $\text{SiO}_x$  层 42 或如图 19B 所示的圆锥  $\text{SiO}_x$  层 42 可适于被使用。 $\text{SiO}_x$  层 42 还优选地布置在光滑平面 41 的表面的中心处。因此，制造后的金刚石尖锐末端被布置在柱状金刚石单晶大致中轴的位置处，并因此获得如下优点：当金刚石电子源被安装到电子束装置中时，光轴容易对齐。

如图 19C 所示，在  $\text{SiO}_x$  层 42 和柱状金刚石单晶 40 之间形成粘合强化层 43（步骤 U）。通过粘合强化层 43 加强了光滑平面 41 和  $\text{SiO}_x$  层 42 之间的粘合，但为了获得加强的粘合，用于粘合强化层 43 的厚度范围在 10 到 100 nm 是合适的。当厚度小于 10 nm 时不能获得粘合加强效果，并且当厚度超过 100 nm 时，粘合强化层阻止后续以  $\text{SiO}_x$  层 42 作为掩模对金刚石的蚀刻。Ti 层适于被用作粘合强化层 43。

然后在步骤 Q 中，使用  $\text{SiO}_x$  层 42 作为掩模通过 RIE 或其他干法蚀刻技术在柱状金刚石单晶 40 的一端处形成单个尖锐末端 44，如图 20 所示。尖锐末端 44 优选地具有  $10\ \mu\text{m}$  或更高的高度以及  $10\ \mu\text{m}$  或更小的远端半径或远端曲率半径。这种远端形状产生了具有作为电子源的实用性能的金剛石电子源。

此外，如上所述获得的尖锐末端 44 的形状可使用聚焦离子束装置而被调整为旋转对称形状（步骤 V）。由于表面粗糙度等，柱状金刚石单晶蚀刻后的尖锐末端 17 的形状并不必须具有对获得高质量电子束所必须的旋转对称性。因此，当聚焦离子束装置被用来产生所需的旋

转对称形状时，制造缺陷可被修复，加工产量极大提高，并因此可获得具有更高亮度的电子源。

由于尖锐末端 44 被由于 RIE、FIB 制造等的离子碰撞损伤，可通过暴露到氢等离子体或高温氢气气氛去除表面上的损伤层（步骤 W）。通过去除尖锐末端的表面损伤层，获得了金刚石的正常电子发射能力，并且可因而获得高亮度电子源。当使用高温氢气气氛时，使用处于 300°C 或更高的氢气气氛使得能够有效去除损伤层。

#### （实施方式 5）

本发明的实施方式 5 将参考图 21-23 进行描述。首先，在步骤 A 中，以与上文描述的实施方式中相同的方式，制备了具有在微加工工序中难以进行抗蚀剂涂布的尺寸的柱状金刚石单晶，优选地为矩形柱状金刚石单晶。特别地，在组成长方体的六面中，优选的单晶是六面都是（100）平面（7°以内的切偏角）的单晶，四面是（110）平面（7°以内的切偏角）且两面是（100）平面（7°以内的切偏角）的单晶，或两面是（110）平面（7°以内的切偏角）、两面是（211）平面（7°以内的切偏角）、且两面是（111）平面（7°以内的切偏角）的单晶。

具有在  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  到  $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 5\text{mm}$  的长方体空间之内尺寸的柱状金刚石单晶适于被使用。当尺寸小于  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  或大于  $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 5\text{mm}$  时，柱状金刚石单晶难于安放在电子显微镜、电子束曝光装置或其他电子束装置中。为了获得足够的导电性以作为电子源，至少一部分优选地包括  $1 \times 10^{17}\ \text{cm}^{-3}$  或更多量的施主或受主杂质。施主杂质优选地为 P，并且受主杂质优选地为 B。特别地，可合适地使用在其中 P-掺杂金刚石薄膜或 B-掺杂金刚石薄膜取向附生地生长在高温高压下合成的金刚石单晶上的金刚石单晶，或使用气相合成 B-掺杂金刚石单晶、高温高压合成的含 B 金刚石单晶等。

然后在步骤 B 中，研磨金刚石单晶的至少一端，则在柱状金刚石

单晶 50 的一端上形成光滑平面 51，如图 21 所示。为了在后续步骤中在光滑平面 51 上形成作为电子源的足够大（高）的尖锐末端，光滑平面 51 的尺寸优选地具有  $10\ \mu\text{m}$  或更大的直径。光滑平面 51 的表面粗糙度 Ra 优选地为  $100\ \text{nm}$  或更低。当表面粗糙度大于  $100\ \text{nm}$  时，在后续步骤中形成的尖锐末端的电子发射点的表面是粗糙的，并且不能获得作为金刚石电子源的足够的亮度。

如图 21A 所示，在柱状金刚石单晶 50 的一端的整个表面上形成光滑平面 51，或者如图 21B 所示可研磨一端的侧面，并且在顶点部分上可形成具有光滑表面 51 的锥形末端形状（大致截棱锥形状）。可在即将开始步骤 B 之前或者紧接其后执行用于形成尖锐末端形状的研磨（步骤 T）。通过在这种锥形末端形状的顶点处提供光滑平面 51，在最终获得的尖锐末端处增加电场集中，并获得具有更高亮度的金刚石电子源。

如图 22 所示，使用 FIB 在步骤 R 中在光滑平面 51 上沉积具有指定形状的 Ni 层 52。通过使用  $\text{Ni}(\text{Co})_4$  作为原材料，Ni 层 52 可使用 FIB 装置而被沉积。尽管  $\text{Ni}(\text{Co})_4$  是剧毒的并必须被小心处理，但  $\text{Ni}(\text{Co})_4$  能够以任意形状沉积在光滑平面 51 上。

在后续步骤 W 中，Ni 层 52 被用作掩模来削尖金刚石的端，并且因此从电子源的角度来说其优选地为旋转对称的。例如，如图 22A 所示的圆柱 Ni 层 52 或如图 22B 所示的圆锥 Ni 层 52 适于被使用。Ni 层 52 还优选地布置在光滑平面 51 的表面的中心处。因此，制造后的金刚石尖锐末端被布置在柱状金刚石单晶大致中轴的位置处，并因此获得如下优点：当金刚石电子源被安装到电子束装置中时，光轴容易对齐。

在干法蚀刻中由于 Ni 层 52 与陶瓷掩模相比相对于金刚石具有更高的选择性，因此可更容易地形成高尖锐末端，并获得具有更佳性能的金​​刚石电子源。

然后在步骤 S 中，使用 Ni 层 52 作为掩模通过 RIE 或其他干法蚀刻技术在柱状金刚石单晶 50 的一端处形成单个尖锐末端 53，如图 23 所示。尖锐末端 53 优选具有  $10\ \mu\text{m}$  或更高的高度以及  $10\ \mu\text{m}$  或更小的远端半径或远端曲率半径。这种远端形状产生了具有作为电子源的实用性能的金金刚石电子源。

此外，如上所述获得的尖锐末端 53 的形状可使用聚焦离子束装置而被调整为旋转对称形状（步骤 V）。由于表面粗糙度等，柱状金刚石单晶蚀刻后的尖锐末端 17 的形状并不必须具有对获得高质量电子束所必须的旋转对称性。因此，当聚焦离子束装置被用来产生所需的旋转对称形状时，制造缺陷可被修复，加工产量极大提高，并因此可获得具有更高亮度的电子源。

最后，由于尖锐末端 53 被由于 RIE、FIB 制造等的离子碰撞损伤，可通过暴露到氢等离子体或高温氢气气氛去除表面上的损伤层（步骤 W）。通过去除尖锐末端的表面损伤层，获得了金刚石的正常电子发射能力，并且可因而获得高亮度电子源。当使用高温氢气气氛时，使用处于  $300^\circ\text{C}$  或更高的氢气气氛使得能有效去除损伤层。

## 实施例

### (实施例 1)

通过按步骤 A、B、C、D、E 和 F 的顺序来制造金刚石电子源 1a。首先在步骤 A 中制备在高温高压下合成的含 B (B 浓度为  $3 \times 10^{19}\ \text{cm}^{-3}$ ) 的柱状金刚石单晶，并且其是具有  $0.6 \times 0.6 \times 2.5\ \text{mm}$  尺寸的长方体，在其中两面是 (110) 平面 ( $7^\circ$  以内的切偏角)、两面是 (211) 平面 ( $7^\circ$  以内的切偏角)、且两面是 (111) 平面 ( $7^\circ$  以内的切偏角)，并且其中 P-掺杂取向附生金刚石薄膜 (P 浓度为  $1 \times 10^{20}\ \text{cm}^{-3}$ ) 通过气相取向附生而生长在 (111) 平面上。 $0.6 \times 0.6\ \text{mm}$  的面是 (110) 平面。

然后在步骤 B 中，研磨  $0.6 \times 0.6 \text{ mm}$  (110) 平面以形成具有表面粗糙度  $R_a$  为  $30 \text{ nm}$  的光滑平面。在步骤 C 中，通过 CVD 在光滑平面上形成具有  $4 \mu\text{m}$  厚度的作为陶瓷层的  $\text{SiO}_2$  层。然后在步骤 D 中通过 FIB 在  $\text{SiO}_2$  陶瓷层表面的中央形成具有  $20 \mu\text{m}$  直径和  $2 \mu\text{m}$  厚度的作为薄膜层的 W (钨) 层。在步骤 E 中，使用 W 层作为掩模通过 RIE 来蚀刻  $\text{SiO}_2$  层，并且形成具有  $20 \mu\text{m}$  直径和  $4 \mu\text{m}$  厚度的圆柱陶瓷掩模。

然后，在步骤 F，使用上述具有  $20 \mu\text{m}$  直径和  $4 \mu\text{m}$  厚度的圆柱陶瓷掩模通过 RIE 在柱状金刚石单晶的一端处形成了单个尖锐末端。由此获得的尖锐末端是具有  $15 \mu\text{m}$  高度以及  $2 \mu\text{m}$  远端半径的截棱锥形状。使用评估装置来研究作为结果的金剛石电子源 1a 的电子发射特性，该评估装置具有等效于电子显微镜的光电系统。在以下情况下产生的电子束被评估：电子源温度  $600^\circ\text{C}$ ，引出电极孔和尖锐末端的远端之间的距离  $0.4 \text{ mm}$ ，引出电极孔直径  $0.6 \text{ mm}$  并且引出电压  $3 \text{ kV}$ 。获得了满意的结果，即角电流密度  $0.5 \text{ mA/sr}$  并且能量分布  $0.5 \text{ eV}$  (FWHM)。

此外，在步骤 V 中通过 FIB 来调整在步骤 F 中获得的尖锐末端的远端形状，并且产生具有  $1.0 \mu\text{m}$  曲率半径的光滑球面。使用与金剛石电子源 1a 的相同的方式来研究以这种方式获得的金剛石电子源 1b 的电子发射特性，并且获得了  $1.0 \text{ mA/sr}$  的角电流密度和  $0.5 \text{ eV}$  (FWHM) 的能量分布，该结果好于由上述电子源 1a 产生的结果。

然后，在步骤 V 中获得的尖锐末端的远端部分的表面损伤层在步骤 W 中通过氢等离子体处理而被去除。使用与金剛石电子源 1a 的相同的方式来研究以这种方式获得的金剛石电子源 1c 的电子发射特性，并且获得了  $1.2 \text{ mA/sr}$  的角电流密度和  $0.5 \text{ eV}$  (FWHM) 的能量分布，该结果好于由上述电子源 1b 产生的结果。

在步骤 A 和步骤 B 之间插入步骤 T，并在柱状金刚石单晶的一端

处形成具有在其顶点处具有光滑平面的截棱锥尖锐末端形状。在顶点处的光滑平面为  $0.1 \times 0.1$  平方毫米，并且其表面粗糙度 Ra 为 30 nm。另外，通过如金刚石电子源 1a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 1d。使用与金刚石电子源 1a 的相同的方式来研究金刚石电子源 1d 的电子发射特性，并且获得了 0.7 mA/sr 的角电流密度和 0.5 eV (FWHM) 的能量分布，该结果好于由上述金刚石电子源 1a 产生的结果。

在步骤 B 和步骤 C 之间插入步骤 U，并且形成具有 10 nm 厚度的 Ti 层作为粘合强化层。另外，通过如金刚石电子源 1a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 1e。用于金刚石电子源 1a 和金刚石电子源 1e 的制造步骤被重复多次，并且调查加工产量，金刚石电子源 1e 的加工产量较高。还使用与金刚石电子源 1a 情况相同的方式来研究电子发射特性，并且获得了与金刚石电子源 1a 产生的结果等价的满意结果。

在步骤 C 和步骤 D 之间插入步骤 U，并且形成具有 10 nm 厚度的 Ti 层作为粘合强化层。另外，通过如金刚石电子源 1a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 1f。用于金刚石电子源 1a 和金刚石电子源 1f 的制造步骤被重复多次，并且调查加工产量，金刚石电子源 1f 的加工产量较高。还使用与金刚石电子源 1a 情况相同的方式来研究电子发射特性，并且获得了与金刚石电子源 1a 产生的结果等价的满意结果。

通过如金刚石电子源 1a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 1g、1h、1i、和 1j，除了在步骤 C 中使用 SiON 层、 $\text{SiO}_x$  层、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  层和  $\text{AlO}_x$  层代替了  $\text{SiO}_2$  层。金刚石电子源的完成形状与金刚石电子源 1a 的形状相同。当使用与金刚石电子源 1a 情况相同的方式来研究电子发射特性时，获得了与金刚石电子源 1a 的结果等价的满意结果。

通过如金刚石电子源 1a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 1k，除了在步骤 D 中使用  $0.2 \mu\text{m}$  厚的 Ni 层代替了 W 层，并且在步骤 E 中  $\text{SiO}_2$  层被蚀刻以形成具有  $7 \mu\text{m}$  厚度的圆柱陶瓷掩模。完成的形状与金刚石

电子源 1a 的形状相同,除了所获得的截锥形状具有  $25\ \mu\text{m}$  的尖锐末端高度和  $2\ \mu\text{m}$  的远端直径。使用与金刚石电子源 1a 的相同的方式来研究电子发射特性,并且获得了  $0.7\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $0.5\ \text{eV}$  (FWHM) 的能量分布,该结果好于由上述电子源 1a 产生的结果。

通过如金刚石电子源 1a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 1l,除了通过气相取向附生在(111)平面上形成 P-掺杂取向附生金刚石薄膜。当除了将温度设定为  $1000^\circ\text{C}$  以外,使用与金刚石电子源 1a 情况相同的方式来研究电子发射特性时,获得了  $0.5\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $1.0\ \text{eV}$  (FWHM)的能量分布。

通过如金刚石电子源 1a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 1m,除了在步骤 F 中使用不同的蚀刻条件以通过 RIE 在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。因此,获得的尖锐末端是具有  $15\ \mu\text{m}$  高度以及  $10\ \mu\text{m}$  远端半径的截锥形状。当使用与金刚石电子源 1a 情况相同的方式来研究所获得的金刚石电子源 1m 的电子发射特性时,获得了  $0.2\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $1.0\ \text{eV}$  (FWHM)的能量分布。

#### (对比例 1)

通过如金刚石电子源 1a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 1n,除了在步骤 F 中使用不同的蚀刻条件以通过 RIE 在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。因此获得的尖锐末端是具有  $15\ \mu\text{m}$  高度以及  $12\ \mu\text{m}$  远端半径的截锥形状。当使用与金刚石电子源 1a 情况相同的方式来研究所获得的金刚石电子源 1m 的电子发射特性时,获得了  $0.1\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $1.0\ \text{eV}$  (FWHM)的能量分布。

#### (实施例 2)

通过按步骤 A、B、C、G、H、I、J 和 K 的顺序来生产金刚石电子源 2a。首先在步骤 A 中制备在高温高压下合成的含 B (B 浓度为  $4 \times 10^{19}\ \text{cm}^{-3}$ ) 的柱状金刚石单晶,并且其是具有  $0.6 \times 0.6 \times 2.5\ \text{mm}$  尺寸



的长方体，在其中两面是(110)平面(7°以内的切偏角)、两面是(211)平面(7°以内的切偏角)、且两面是(111)平面(7°以内的切偏角)，并且其中P-掺杂取向附生金刚石薄膜(P浓度为 $9 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ )通过气相取向附生而生长在(111)平面上。 $0.6 \times 0.6 \text{ mm}$ 的面是(110)平面。

然后在步骤B中，研磨 $0.6 \times 0.6 \text{ mm}$ (110)平面以形成具有表面粗糙度Ra为30 nm的光滑平面。在步骤C中，通过CVD，在光滑平面上形成具有 $6 \mu\text{m}$ 厚度的作为陶瓷层的 $\text{SiO}_2$ 层。在步骤G中，通过溅射而形成具有 $0.2 \mu\text{m}$ 厚度的作为铁基金属层的Ni层。在步骤H中，通过FIB在铁基金属层表面中心处形成具有 $20 \mu\text{m}$ 直径和 $1 \mu\text{m}$ 厚度的作为薄膜层的W层。

在步骤I中，使用具有 $20 \mu\text{m}$ 直径和 $1 \mu\text{m}$ 厚度的薄膜层作为掩模通过RIE来蚀刻Ni层，并且形成具有 $20 \mu\text{m}$ 直径和 $0.2 \mu\text{m}$ 厚度的图案化的铁基金属掩模。然后，在步骤J中，通过RIE使用铁基金属掩模来蚀刻 $\text{SiO}_2$ 层，并且形成具有 $20 \mu\text{m}$ 直径和 $6 \mu\text{m}$ 厚度的圆柱陶瓷掩模

然后在步骤K中，使用上述具有 $20 \mu\text{m}$ 直径和 $6 \mu\text{m}$ 厚度的圆柱陶瓷掩模通过RIE在柱状金刚石单晶的一端处形成了单个尖锐末端。由此获得的尖锐末端是具有 $23 \mu\text{m}$ 高度以及 $2 \mu\text{m}$ 远端半径的截锥形状。使用评估装置来研究作为结果的金刚石电子源2a的电子发射特性，该评估装置具有等效于电子显微镜的光电系统。在以下情况下产生的电子束被评估：电子源温度 $600^\circ\text{C}$ ，引出电极孔和尖锐末端的远端之间的距离 $0.4 \text{ mm}$ ，引出电极孔直径 $0.6 \text{ mm}$ 并且引出电压 $3 \text{ kV}$ 。获得了满意的结果，即角电流密度 $0.6 \text{ mA/sr}$ 并且能量分布 $0.5 \text{ eV}$  (FWHM)。

在步骤V中通过FIB来调整在步骤K中获得的尖锐末端的远端形状，并且产生具有 $1.0 \mu\text{m}$ 曲率半径的光滑球面。使用与金刚石电子源2a的相同的方式来研究以这种方式所获得的金刚石电子源2b的电子发

射特性，并且获得了 1.1 mA/sr 的角电流密度和 0.5 eV (FWHM)的能量分布，该结果好于由上述电子源 2a 产生的结果。

然后，在步骤 K 中获得的尖锐末端的远端部分的表面损伤层在步骤 W 中通过氢等离子体处理而被去除。使用与金刚石电子源 2a 的相同的方式来研究以这种方式获得的金刚石电子源 2c 的电子发射特性，并且获得了 1.3 mA/sr 的角电流密度和 0.5 eV (FWHM)的能量分布，该结果好于由上述电子源 2b 产生的结果。

在步骤 A 和步骤 B 之间插入步骤 T，并在柱状金刚石单晶的一端处形成具有在其顶点处具有光滑平面的截棱锥尖锐末端形状。在顶点处的光滑平面为  $0.1 \times 0.1$  平方毫米，并且其表面粗糙度 Ra 为 30 nm。另外，通过如金刚石电子源 2a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 2d。使用与金刚石电子源 2a 的相同的方式来研究金刚石电子源 2d 的电子发射特性，并且获得了 0.8 mA/sr 的角电流密度和 0.5 eV (FWHM)的能量分布，该结果好于由上述金刚石电子源 2a 产生的结果。

在步骤 B 和步骤 C 之间插入步骤 U，并且形成具有 10 nm 厚度的 Ti 层作为粘合强化层。另外，通过如金刚石电子源 2a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 2e。用于金刚石电子源 2a 和金刚石电子源 2e 的制造步骤被重复多次，并且调查加工产量，金刚石电子源 2e 的加工产量较高。还使用与金刚石电子源 1a 情况相同的方式来研究电子发射特性，并且获得了与金刚石电子源 1a 产生的结果等价的满意结果。

在步骤 C 和步骤 G 之间插入步骤 U，并且形成具有 10 nm 厚度的 Ti 层作为粘合强化层。另外，通过如金刚石电子源 2a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 2f。用于金刚石电子源 2a 和金刚石电子源 2f 的制造步骤被重复多次，并且调查加工产量，金刚石电子源 2f 的加工产量较高。还使用与金刚石电子源 1a 情况相同的方式来研究电子发射特性，并且获得了与金刚石电子源 1a 产生的结果等价的满意结果。

通过如金刚石电子源 2a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 2g、2h、2i、和 2j，除了在步骤 C 中使用 SiON 层、SiO<sub>x</sub> 层、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 层和 AlO<sub>x</sub> 层代替了 SiO<sub>2</sub> 层。金刚石电子源的完成形状与金刚石电子源 2a 的形状相同。当使用与金刚石电子源 2a 情况相同的方式来研究电子发射特性时，获得了与金刚石电子源 2a 的结果等价的满意结果。

通过如金刚石电子源 2a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 2k、2l、2m、和 2n，除了步骤 G 中：形成具有 0.1 μm 或更大厚度的 Fe 层、Co 层或 Ni 合金层代替了 Ni 层作为铁基金属层，或形成 Cr 层代替铁基金属层。完成形状与金刚石电子源 2a 的形状相同。当使用与金刚石电子源 2a 情况相同的方式来研究电子发射特性时，获得了与金刚石电子源 2a 产生的结果等价的满意结果。

通过如金刚石电子源 2a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 2o，除了通过气相取向附生在 (111) 平面上形成 P-掺杂取向附生金刚石薄膜。当除了将温度设定为 1000°C 以外，使用与金刚石电子源 2a 情况相同的方式来研究电子发射特性时，获得了 0.6 mA/sr 的角电流密度和 1.0 eV (FWHM) 的能量分布。

通过如金刚石电子源 2a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 2p，除了在步骤 K 中使用不同的蚀刻条件以通过 RIE 在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。因此，获得的尖锐末端是具有 23 μm 高度以及 10 μm 远端半径的截锥形状。当使用与金刚石电子源 2a 情况相同的方式来研究所获得的金刚石电子源 2p 的电子发射特性时，获得了 0.3 mA/sr 的角电流密度和 1.0 eV (FWHM) 的能量分布。

(对比例 2)

通过如金刚石电子源 2a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 2q，除了在步骤 K 中使用不同的蚀刻条件以通过 RIE 在柱状金刚石单晶的一

端处形成单个尖锐末端。因此获得的尖锐末端是具有  $23\ \mu\text{m}$  高度以及  $15\ \mu\text{m}$  远端半径的截锥形状。当使用与金刚石电子源 2a 情况相同的方式来研究所获得的金刚石电子源 2q 的电子发射特性时, 获得了  $0.1\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $1.0\ \text{eV}$  (FWHM) 的能量分布。

(实施例 3)

通过按步骤 A、B、L、M、N 和 O 的顺序来生产金刚石电子源 3a。首先在步骤 A 中制备在高温高压下合成的含 B (B 浓度为  $2 \times 10^{19}\ \text{cm}^{-3}$ ) 的柱状金刚石单晶, 并且其是具有  $0.6 \times 0.6 \times 2.5\ \text{mm}$  尺寸的长方体, 在其中两面是 (110) 平面 ( $7^\circ$  以内的切偏角)、两面是 (211) 平面 ( $7^\circ$  以内的切偏角)、且两面是 (111) 平面 ( $7^\circ$  以内的切偏角), 并且其中 P-掺杂取向附生金刚石薄膜 (P 浓度为  $8 \times 10^{19}\ \text{cm}^{-3}$ ) 通过气相取向附生而生长在 (111) 平面上。 $0.6 \times 0.6\ \text{mm}$  的面是 (110) 平面。

然后在步骤 B 中, 研磨  $0.6 \times 0.6\ \text{mm}$  (110) 平面以形成具有平面粗糙度 Ra 为  $30\ \text{nm}$  的光滑平面。在步骤 L 中, 通过溅射而在光滑平面上形成具有  $1\ \mu\text{m}$  厚度的作为铁基金属层的 Ni 层。在步骤 M 中, 使用 FIB 在 Ni 铁基金属层的中心处形成具有  $20\ \mu\text{m}$  直径和  $0.3\ \mu\text{m}$  厚度的作为薄膜层的 W 层。然后在步骤 N 中, 使用 W 层作为掩模通过 RIE 来蚀刻 Ni 层, 并且形成具有  $20\ \mu\text{m}$  直径和  $1\ \mu\text{m}$  厚度的圆形铁基金属掩模。

然后在步骤 O 中, 使用上述具有  $20\ \mu\text{m}$  直径和  $1\ \mu\text{m}$  厚度的圆形铁基金属掩模通过 RIE 形成了单个尖锐末端。因此获得的尖锐末端是具有  $27\ \mu\text{m}$  高度以及  $0.3\ \mu\text{m}$  远端半径的截锥形状。使用评估装置来研究作为结果的金刚石电子源 3a 的电子发射特性, 该评估装置具有等效于电子显微镜的光电系统。在以下情况下产生的电子束被评估: 电子源温度  $600^\circ\text{C}$ , 引出电极孔和尖锐末端的远端之间的距离  $0.4\ \text{mm}$ , 引出电极孔直径  $0.6\ \text{mm}$  并且引出电压  $3\ \text{kV}$ 。获得了满意的结果, 即角电流密度  $1.2\ \text{mA/sr}$  并且能量分布  $0.5\ \text{eV}$  (FWHM)。

在步骤 V 中通过 FIB 来进一步调整在步骤 O 中获得的尖锐末端的远端形状，并且产生具有  $0.1\ \mu\text{m}$  曲率半径的光滑球面。使用与金刚石电子源 3a 的那些相同的方式来研究以这种方式所获得的金刚石电子源 3b 的电子发射特性，并且获得了  $1.8\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $0.5\ \text{eV}$  (FWHM) 的能量分布，该结果好于由上述电子源 3a 产生的结果。

然后，在步骤 V 中获得的尖锐末端的远端部分的表面损伤层在步骤 W 中通过氢等离子体处理而被去除。使用与金刚石电子源 3a 的相同的方式来研究以这种方式获得的金刚石电子源 3c 的电子发射特性，并且获得了  $2.1\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $0.5\ \text{eV}$  (FWHM) 的能量分布，该结果好于由上述电子源 3b 产生的结果。

在步骤 A 和步骤 B 之间插入步骤 T，并在柱状金刚石单晶的一端处形成具有在其顶点处具有光滑平面的截棱锥尖锐末端形状。在顶点处的光滑平面为  $0.1 \times 0.1$  平方毫米，并且其表面粗糙度 Ra 为  $30\ \text{nm}$ 。另外，通过如金刚石电子源 3a 情况相同的步骤制造如图 24A 和 24B 所示的金刚石电子源 3d。使用与金刚石电子源 3a 的相同的方式来研究金刚石电子源 3d 的电子发射特性，并且获得了  $1.6\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $0.5\ \text{eV}$  (FWHM) 的能量分布，该结果好于由上述金刚石电子源 3a 产生的结果。

通过如金刚石电子源 3a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 3e、3f、3g、和 3h，除了步骤 L 中形成具有  $0.1\text{-}1.5\ \mu\text{m}$  厚度的 Fe 层、Co 层或 Ni 合金层代替了 Ni 层作为铁基金属层，或形成 Cr 层代替铁基金属层。完成形状与金刚石电子源 3a 的形状相同。当使用与金刚石电子源 3a 情况相同的方式来研究电子发射特性时，获得了与金刚石电子源 3a 产生的结果等价的满意结果。

通过如金刚石电子源 3a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 3i，除

了在步骤 O 中使用了不同的蚀刻条件以通过 RIE 在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。因此,获得的尖锐末端是具有  $27\ \mu\text{m}$  高度以及  $10\ \mu\text{m}$  远端半径的截锥形状。当使用与金刚石电子源 3a 的那些相同的方式来研究所获得的金刚石电子源 3i 的电子发射特性时,获得了  $0.4\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $1.0\ \text{eV}$  (FWHM)的能量分布。

#### (对比例 3)

通过如金刚石电子源 3a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 3j,除了在步骤 O 中使用了不同的蚀刻条件以通过 RIE 在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。因此获得的尖锐末端是具有  $27\ \mu\text{m}$  高度以及  $15\ \mu\text{m}$  远端半径的截锥形状。当使用与金刚石电子源 3a 的相同的方式来研究所获得的金刚石电子源 3j 的电子发射特性时,获得了  $0.1\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $1.0\ \text{eV}$  (FWHM)的能量分布。

#### (实施例 4)

通过按步骤 A、B、P 和 Q 的顺序来生产金刚石电子源 4a。首先在步骤 A 中制备在高温高压下合成的含 B (B 浓度为  $3\times 10^{19}\ \text{cm}^{-3}$ ) 的柱状金刚石单晶,并且其是具有  $0.6\times 0.6\times 2.5\ \text{mm}$  尺寸的长方体,在其中两面是 (110) 平面 ( $7^\circ$  以内的切偏角)、两面是 (211) 平面 ( $7^\circ$  以内的切偏角)、且两面是 (111) 平面 ( $7^\circ$  以内的切偏角),并且其中 P-掺杂取向附生金刚石薄膜 (P 浓度为  $1\times 10^{20}\ \text{cm}^{-3}$ ) 通过气相取向附生而生长在 (111) 平面上。 $0.6\times 0.6\ \text{mm}$  的面是 (110) 平面。

然后在步骤 B 中,研磨  $0.6\times 0.6\ \text{mm}$  (110) 平面以形成具有表面粗糙度 Ra 为  $30\ \text{nm}$  的光滑平面。在步骤 P 中,使用 FIB 形成具有  $20\ \mu\text{m}$  直径和  $5\ \mu\text{m}$  厚度的圆柱  $\text{SiO}_x$  层。

然后在步骤 Q 中,使用上述具有  $20\ \mu\text{m}$  直径和  $5\ \mu\text{m}$  厚度的圆柱  $\text{SiO}_x$  层通过 RIE 在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。因此获得的尖锐末端是具有  $18\ \mu\text{m}$  高度以及  $2\ \mu\text{m}$  远端半径的截锥形状。

使用评估装置来研究作为结果的金刚石电子源 4a 的电子发射特性，该评估装置具有等效于电子显微镜的光电系统。在以下情况下产生的电子束被评估：电子源温度 600°C，引出电极孔和尖锐末端的远端之间的距离 0.4 mm，引出电极孔直径 0.6 mm 并且引出电压 3 kV。获得了满意的结果，即角电流密度 0.6 mA/sr 和能量分布 0.5 eV (FWHM)。

在步骤 V 中通过 FIB 来进一步调整在步骤 Q 中获得的尖锐末端的远端形状，并且产生具有 1.0 μm 曲率半径的光滑球面。使用与金刚石电子源 4a 的相同的方式来研究以这种方式所获得的金刚石电子源 4b 的电子发射特性，并且获得了 1.8 mA/sr 的角电流密度和 0.5 eV (FWHM) 的能量分布，该结果好于由上述电子源 4a 产生的结果。

然后，在步骤 Q 中获得的尖锐末端的远端部分的表面损伤层在步骤 W 中通过氢等离子体处理而被去除。使用与金刚石电子源 4a 的相同的方式来研究以这种方式获得的金刚石电子源 4c 的电子发射特性，并且获得了 1.3 mA/sr 的角电流密度和 0.5 eV (FWHM) 的能量分布，该结果好于由上述电子源 4a 产生的结果。

在步骤 A 和步骤 B 之间插入步骤 T，并在柱状金刚石单晶的一端处形成具有在其顶点处具有光滑平面的截棱锥尖锐末端形状。在顶点处的光滑平面为 0.1×0.1 平方毫米，并且其表面粗糙度 Ra 为 30 nm。另外，通过如金刚石电子源 4a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 4d。使用与金刚石电子源 4a 的相同的方式来研究金刚石电子源 4d 的电子发射特性，并且获得了 0.8 mA/sr 的角电流密度和 0.5 eV (FWHM) 的能量分布，该结果好于由上述金刚石电子源 4a 产生的结果。

在步骤 B 和步骤 P 之间插入步骤 U，并形成具有 10 nm 厚度的 Ti 层作为粘合强化层。另外，通过如金刚石电子源 4a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 4e。用于金刚石电子源 4a 和金刚石电子源 4e 的制造步骤被重复多次，并且调查加工产量，金刚石电子源 4e 的加工产量较

高。使用与金刚石电子源 1a 情况相同的方式来研究电子发射特性，并且获得了与金刚石电子源 1a 产生的结果等价的满意结果。

通过如金刚石电子源 4a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 4f，除了在步骤 Q 中使用了不同的蚀刻条件以通过 RIE 在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。因此，获得的尖锐末端是具有  $18\ \mu\text{m}$  高度以及  $10\ \mu\text{m}$  远端半径的截锥形状。当使用与金刚石电子源 4a 的相同的方式来研究所获得的金刚石电子源 4f 的电子发射特性时，获得了  $0.3\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $1.0\ \text{eV}$  (FWHM) 的能量分布。

#### (对比例 4)

通过如金刚石电子源 4a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 4g，除了在步骤 Q 中使用了不同的蚀刻条件以通过 RIE 在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。因此获得的尖锐末端是具有  $18\ \mu\text{m}$  高度以及  $11\ \mu\text{m}$  远端半径的截锥形状。当使用与金刚石电子源 4a 的情况相同的方式来研究所获得的金刚石电子源 4g 的电子发射特性时，获得了  $0.1\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $1.0\ \text{eV}$  (FWHM) 的能量分布。

#### (实施例 5)

通过按步骤 A、B、R 和 S 的顺序来生产金刚石电子源 5a。首先在步骤 A 中制备在高温高压下合成的含 B (B 浓度为  $2 \times 10^{19}\ \text{cm}^{-3}$ ) 的柱状金刚石单晶，并且其是具有  $0.6 \times 0.6 \times 2.5\ \text{mm}$  尺寸的长方体，在其中两面是 (110) 平面 ( $7^\circ$  以内的切偏角)、两面是 (211) 平面 ( $7^\circ$  以内的切偏角)、且两面是 (111) 平面 ( $7^\circ$  以内的切偏角)，并且其中 P-掺杂取向附生金刚石薄膜 (P 浓度为  $9 \times 10^{19}\ \text{cm}^{-3}$ ) 通过气相取向附生而生长在 (111) 平面上。 $0.6 \times 0.6\ \text{mm}$  的面是 (110) 平面。

然后在步骤 B 中，研磨  $0.6 \times 0.6\ \text{mm}$  (110) 平面以形成具有表面粗糙度  $R_a$  为  $30\ \text{nm}$  的光滑平面。在步骤 R 中，使用 FIB 形成具有  $20\ \mu\text{m}$  直径和  $0.8\ \mu\text{m}$  厚度的圆柱 Ni 层。



然后在步骤 S 中，使用上述具有  $20\ \mu\text{m}$  直径和  $0.8\ \mu\text{m}$  厚度的圆柱 Ni 层通过 RIE 在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。因此获得的尖锐末端是具有  $21\ \mu\text{m}$  高度以及  $0.3\ \mu\text{m}$  远端半径的截锥形状。使用评估装置来研究作为结果的金刚石电子源 5a 的电子发射特性，该评估装置具有等效于电子显微镜的光电系统。在以下情况下产生的电子束被评估：电子源温度  $600\ ^\circ\text{C}$ ，引出电极孔和尖锐末端的远端之间的距离  $0.4\ \text{mm}$ ，引出电极孔直径  $0.6\ \text{mm}$  并且引出电压  $3\ \text{kV}$ 。获得了满意的结果，即角电流密度  $1.0\ \text{mA/sr}$  并且能量分布  $0.5\ \text{eV}(\text{FWHM})$ 。

在步骤 V 中通过 FIB 来进一步调整在步骤 S 中获得的尖锐末端的远端形状，并且产生具有  $0.2\ \mu\text{m}$  曲率半径的光滑球面。使用与金刚石电子源 5a 的相同的方式来研究以这种方式所获得的金刚石电子源 5b 的电子发射特性，并且获得了  $1.4\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $0.5\ \text{eV}(\text{FWHM})$  的能量分布，该结果好于由上述电子源 5a 产生的结果。

然后，在步骤 S 中获得的尖锐末端的远端部分的表面损伤层在步骤 W 中通过氢等离子体处理而被去除。使用与金刚石电子源 5a 的相同的方式来研究以这种方式所获得的金刚石电子源 5c 的电子发射特性，并且获得了  $1.7\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $0.5\ \text{eV}(\text{FWHM})$  的能量分布，该结果好于由上述电子源 5a 产生的结果。

在步骤 A 和步骤 B 之间插入步骤 T，并在柱状金刚石单晶的一端处形成具有在其顶点处具有光滑平面的截棱锥尖锐末端形状。在顶点处的光滑平面为  $0.1\times 0.1$  平方毫米，并且其表面粗糙度 Ra 为  $30\ \text{nm}$ 。另外，通过如金刚石电子源 5a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 5d。使用与金刚石电子源 5a 的相同的方式来研究金刚石电子源 5d 的电子发射特性，并且获得了  $1.3\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $0.5\ \text{eV}(\text{FWHM})$  的能量分布，该结果好于由上述金刚石电子源 5a 产生的结果。

通过如金刚石电子源 5a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 5e, 除了在步骤 S 中使用了不同的蚀刻条件以通过 RIE 在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。因此, 获得的尖锐末端是具有  $21\ \mu\text{m}$  高度以及  $9\ \mu\text{m}$  远端半径的截锥形状。当使用与金刚石电子源 5a 的情况相同的方式来研究所获得的金刚石电子源 5e 的电子发射特性时, 获得了  $0.3\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $1.0\ \text{eV}$  (FWHM) 的能量分布。

(对比例 5)

通过如金刚石电子源 5a 情况相同的步骤制造金刚石电子源 5f, 除了在步骤 S 中使用了不同的蚀刻条件以通过 RIE 在柱状金刚石单晶的一端处形成单个尖锐末端。因此获得的尖锐末端是具有  $21\ \mu\text{m}$  高度以及  $11\ \mu\text{m}$  远端半径的截锥形状。当使用与金刚石电子源 5a 的相同的方式来研究所获得的金刚石电子源 5f 的电子发射特性时, 获得了  $0.1\ \text{mA/sr}$  的角电流密度和  $1.0\ \text{eV}$  (FWHM) 的能量分布。

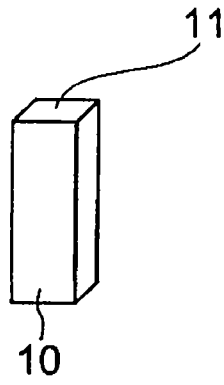


图1A

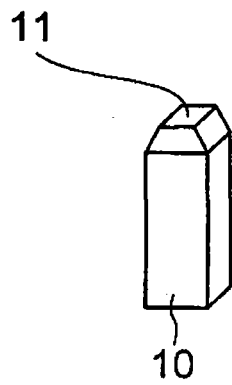


图1B

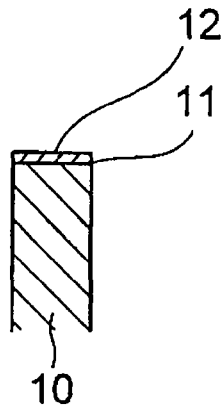


图2A

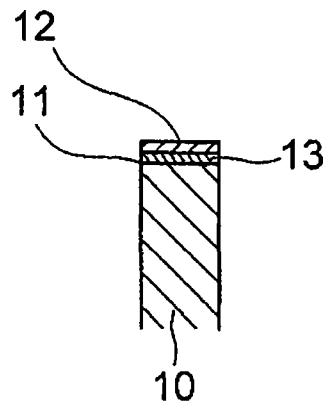


图2B

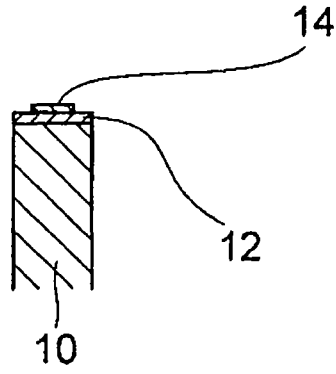


图3A

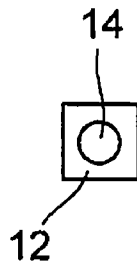


图3B

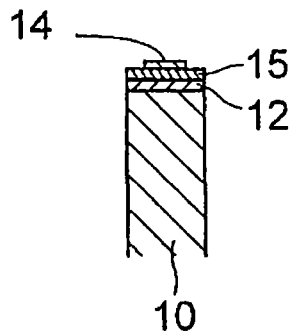


图3C

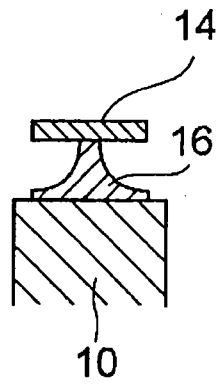


图4A

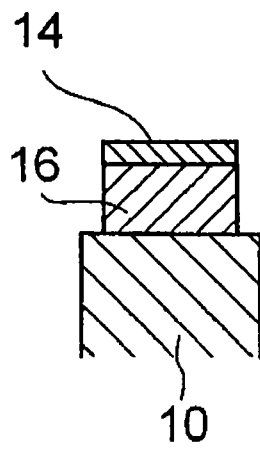


图4B

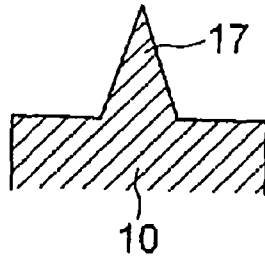


图5

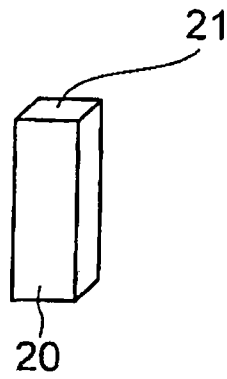


图6A

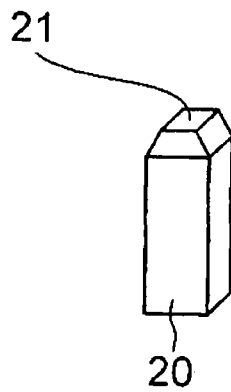


图6B

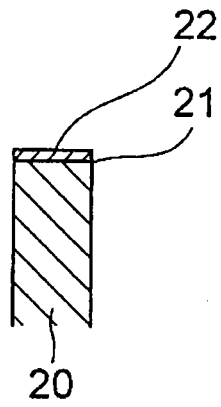


图7A

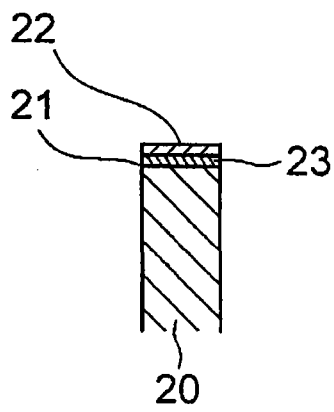


图7B



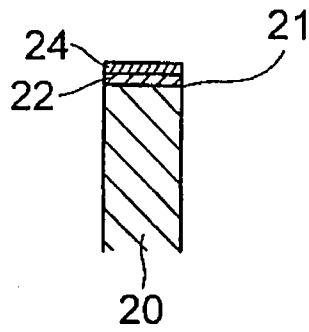


图8A

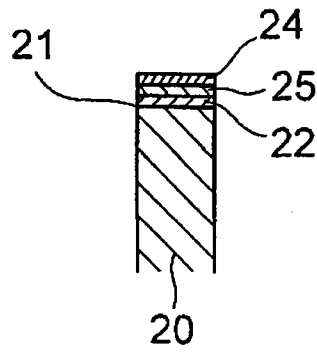


图8B

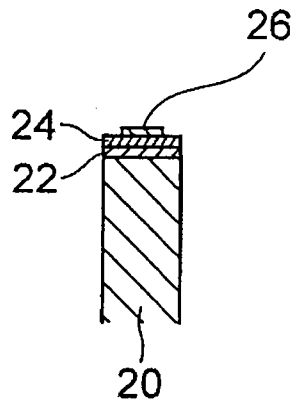


图9A

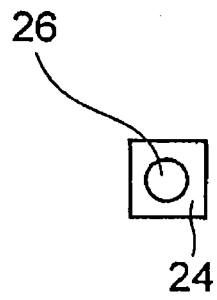


图9B

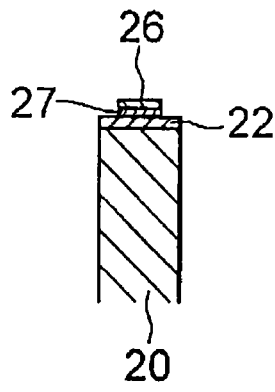


图10

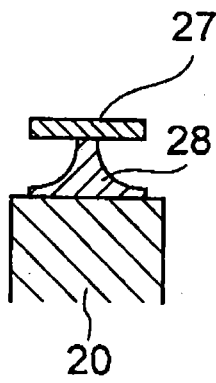


图11A

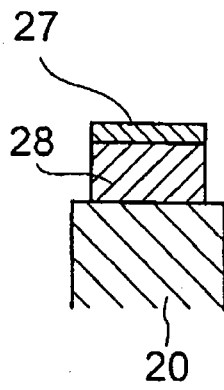


图11B

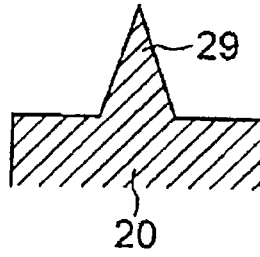


图12

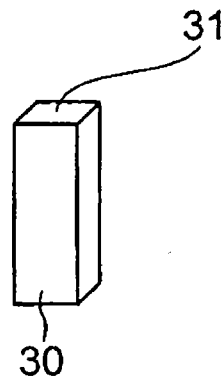


图13A

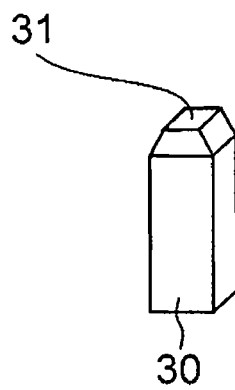


图13B

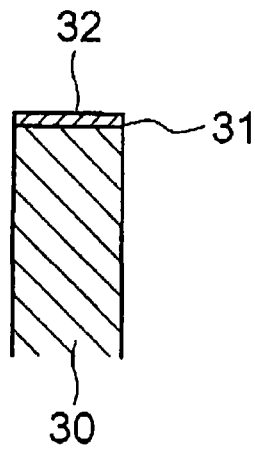


图14

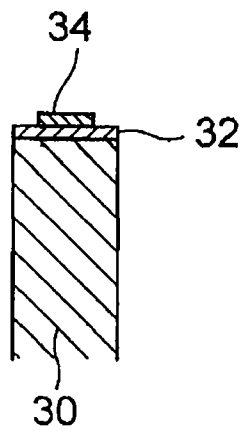


图15A

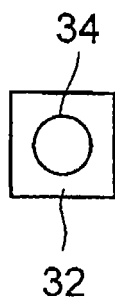


图15B

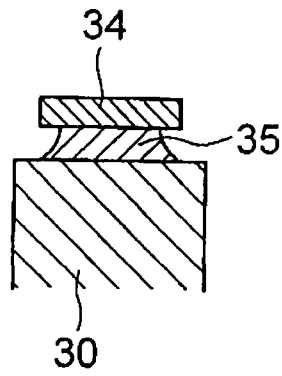


图16A

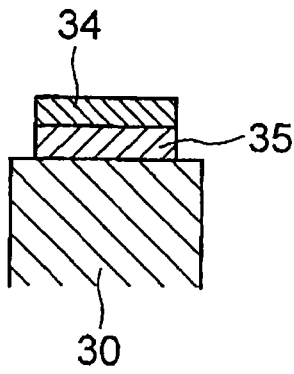


图16B

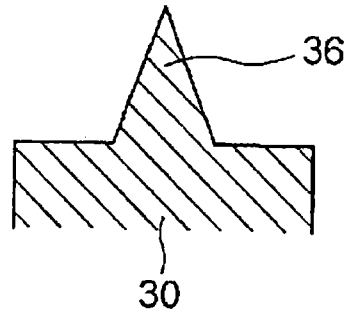


图17

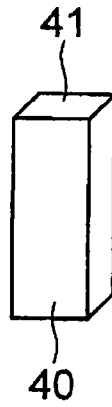


图18A

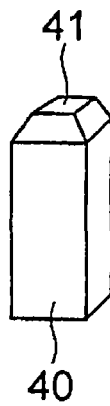


图18B

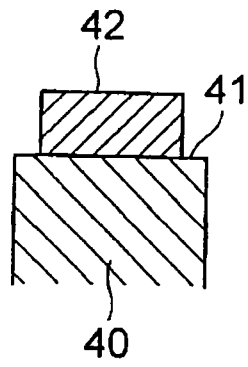


图19A

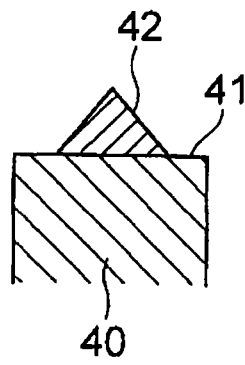


图19B

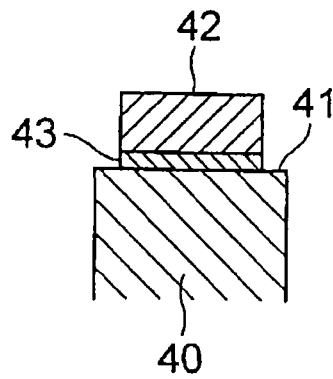


图19C



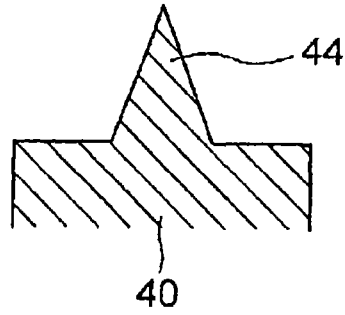


图20



图21A



图21B

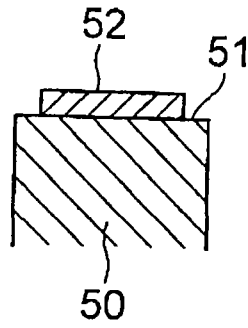


图22A

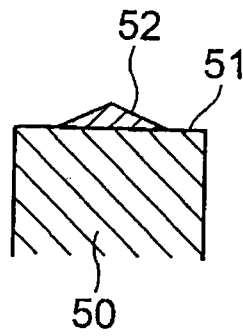


图22B

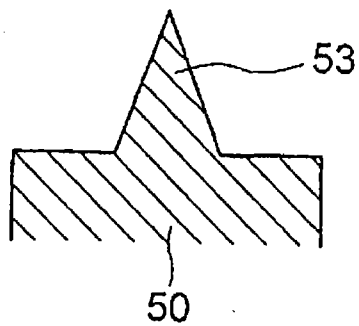


图23

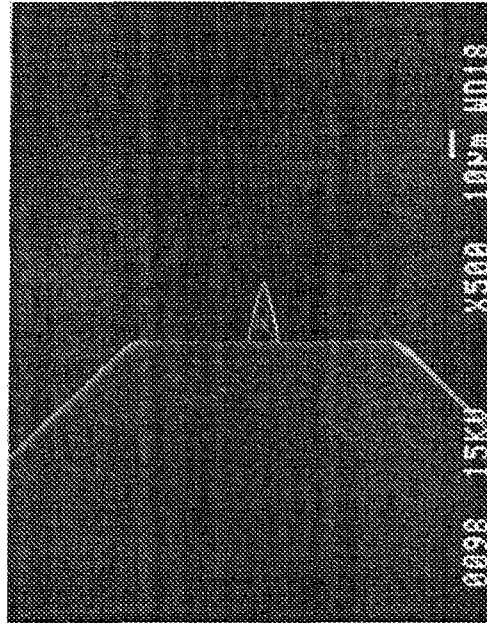


图24A

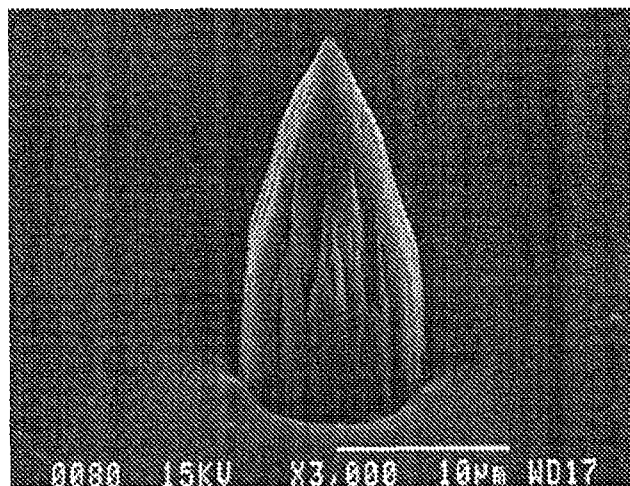


图24B