

文章编号: 0253-2239(2004)10-1434-3

# 以碳纳米管阵列为场致发射阴极的 X 射线源研究

解 滨<sup>1,2</sup> 陈 波<sup>1</sup> 宋 航<sup>3</sup> 元 光<sup>3</sup> 巩 岩<sup>1</sup> 尼 启 良<sup>1</sup>

- 1 中国科学院长春光学精密机械与物理所应用光学国家重点实验室, 长春 130022  
2 苏州大学现代光学技术研究所, 苏州 215006  
3 中国科学院长春光学精密机械与物理所激发态物理重点实验室, 长春 130022

**摘要:** 碳纳米管具有优异的场发射性能, 是一种很有前景的电子发射源。实验使用印刷方法将碳纳米管制备于玻璃基底, 并作为 X 射线源的阴极。阳极材料为铜, 其顶端为半球形(半径为 2 mm)。高压电源输出在 0~19 kV 之间可调。射线源工作真空度为  $1 \times 10^{-4}$  Pa, 利用流气式正比计数器测到了铜  $k_{\alpha}$  谱线, 并且进行了连续 4 h 的运行。实验结果表明 X 射线源发光稳定, 碳纳米管可以作 X 射线源的阴极。最后提出了改进的 X 射线源结构。

**关键词:** X 射线源; 碳纳米管; 场致发射; 流气式正比计数器; 光谱

中图分类号: O434.1; O462.4 文献标识码: A

## Research of X-Ray Source Using Carbon Nanotubes Based Field-Emission Cathode

Xie Bin<sup>1,2</sup> Chen Bo<sup>1</sup> Song Hang<sup>3</sup> Yuan Guang<sup>3</sup> Gong Yan<sup>1</sup> Ni Qiliang<sup>1</sup>

- 1 Key Lab of Applied Optics, Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, The Chinese Academy of Sciences, Changchun 130022  
2 Research Institute of Modern Optic Technology, Soochow University, Suzhou 215006  
3 Key Lab of Excited State Processes, Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, The Chinese Academy of Sciences, Changchun 130022

(Received 30 October 2003; revised 18 December 2003)

**Abstract:** Carbon nanotubes (CNTs) is a kind of prosperous field-emission material. It can be made as field emission cathode of X-ray source. In experiments, CNTs using as cathode is printed on glass base, the anode was made of Cu and processed to a cylinder with one end made to a hemisphere whose radius is 2 mm. High voltage supply are tunable in the range of 0~19 kV. X-ray source is stably running for four hours at work vacuum of  $1 \times 10^{-4}$  Pa. At last,  $k_{\alpha}$  line spectrum is detected by the flow-gas proportional counter. The experimental results reveal that the emission of X-ray source are stable and CNTs is well fitted to X-ray source cathode. The fitful structure of field emission X-ray source was given out in the end.

**Key words:** X-ray source; carbon nanotube; field emission; flow-gas proportional counter; spectrum

## 1 引 言

近年来碳纳米管材料是场致发射研究的重点。由于碳纳米管比较坚固, 化学性质稳定, 对场发射真

空环境要求低, 且很小的尺寸使其具有很大的场增强因子, 因此场致发射特性良好, 如具有开启电压低, 发射电流密度大等优点<sup>[1]</sup>。

目前对碳纳米管的应用研究主要集中在平面显示器<sup>[2]</sup>。其作为一种优异的场致发射电子源<sup>[3]</sup>, 可用于制造小型或微型 X 射线源<sup>[4]</sup>, 原理是碳纳米管在外加强电场的作用下产生场致发射, 然后在电场

E-mail: thouandi@sina.com

收稿日期: 2003-10-30; 收到修改稿日期: 2003-12-18

的加速下电子轰击阳极产生 X 射线连续谱和线谱。采用碳纳米管后的 X 射线源具有许多优点: 时间响应快, 可以随时开启, 无须加热灯丝电源, 射线源体积减小等。因此研究将碳纳米管用于 X 射线源的可行性, 确定其结构和基本性能, 有重要的应用价值。

## 2 实 验

### 2.1 实验装置

实验中使用碳纳米管作为 X 射线源的阴极。制备过程如下: 在玻璃基底上镀金膜作为电极, 用印刷的方法将碳纳米管印制到电极上; 为去除印刷时留下的石墨, 需将整个样品在 550 °C 下烘烤。

阳极材料为铜, 其顶端加工成半球形(半径为 2 mm)。为调节阳极与碳纳米管阵列的距离, 在阳极上加工细螺纹。实验中阳极与碳纳米管阵列距离在 1 mm 左右调节, 可使碳纳米管表面的电场强度达到场致发射的要求。所用高压电源在 0~19 kV 之间连续可调。为测量场致发射电流, 串联一支微安表, 并将其与地保持绝缘, 以保证测量结果准确。为确保人员及设备安全, 阳极与外壳接地, 负高压通过高压电极引入真空室。

### 2.2 使用流气式正比计数器测量铜靶的谱线

光谱测量系统如图 1 所示。实验测量原理为: 在强外电场作用下, 电子穿透表面势垒; 并在电场加速下以很高的动能撞击阳极产生 X 射线; 产生的 X 射线穿透碳纳米管的基底; 经过衰减后到达流气式正比计数器。信号经过放大及处理后输入计算机进行分析。

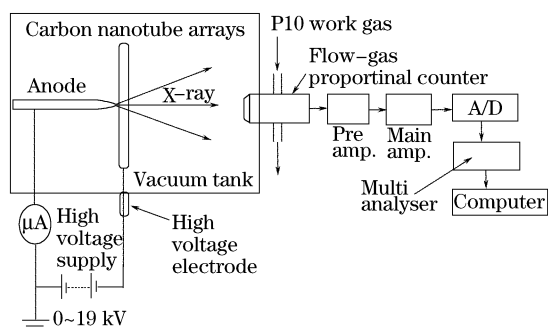


Fig. 1 Sketch of X-ray source spectrum measurement

选择流气式正比计数器探测 Cu 的  $k_{\alpha}$  谱线具有许多优点: 与计算机相配合, 便于显示和处理; 能够对低强度的发光进行测量; 通过调节门限电压, 降低了暗电流等噪声的影响; 较长时间的光子计数可以提高信噪比; 改变填充气体, 可以对不同波段的光子进行有效的计数。

实验中采用美国 Austin 仪器公司 (Austin Instrument, Inc) 制造的 Model PAL-01B 型流气正比计数器, 可对能量为 50~10 keV 的光子进行计数。由于 X 射线源可以产生很强的 X 射线辐射, 且流气式正比计数器每秒最大计数约为几万, 可以利用碳纳米管的玻璃基底作为滤光片, 降低进入流气式正比计数器的光子数来使其正常工作。流气式正比计数器使用 P10(10% 甲烷, 90% 氩气) 工作气体。

经过标定后得到测量系统道数与能量对应关系为

$$E = 11.9224n + 107.5167, \quad (1)$$

其中  $n$  为通道数,  $E$  为第  $n$  道对应的能量, 单位为 eV。通过(1)式可以分析光谱的能量, 判定光谱属于何种元素。

### 2.3 碳纳米管的场致发射试验

碳纳米管的场致发射性能直接关系到实验的成败, 为此, 需测量分析其场致发射电流。对实验样品在  $1 \times 10^{-4}$  Pa 的真空条件下进行了测试, 阴极与阳极间距为 0.7 mm, 电压在 0~3 kV 之间调节, 对数据进行整理, 如图 2 所示。

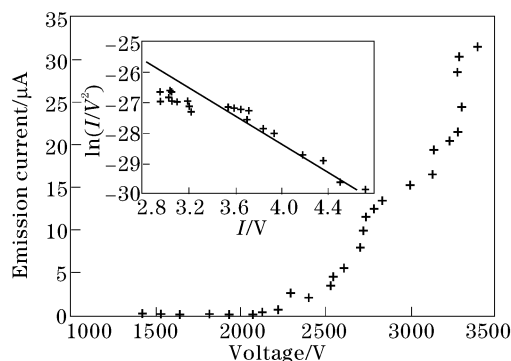


Fig. 2 Field emission current versus voltage

随电压增加, 电流迅速上升, 由图 2 左上角可以看到  $\ln(I/V)$  与  $1/V$  近似成线性关系, 这是场致发射的一个重要标志。利用 Fowler-Nordheim 函数<sup>[5]</sup>可得

$$\ln\left(\frac{I_0}{V^2}\right) = -\frac{b\phi^{3/2}d}{\beta} \cdot \frac{1}{V} + C, \quad (2)$$

其中  $\beta$  为场增强因子,  $V$  为电压,  $d = 0.7$  mm, 为阳极与阴极的间距,  $\phi$  为逸出功,  $b = 6.83 \times 10^7$  为常数,  $C$  为常数。

根据图 2 左上角曲线斜率和(2)式, 取  $\phi = 4$ , 可计算场增强因子约为 1500, 说明实验所用碳纳米管具有很高的场增强因子, 具有很好的场致发射性能。自 2000 V 开始, 碳纳米管产生明显场致发射。最大

电流能达到  $30 \mu\text{A}$ , 考虑到阳极顶端半径为  $2 \text{ mm}$ , 因此实际参与场致发射的阴极面约为  $1 \text{ mm}^2$ , 场致发射电流密度约为  $3 \text{ mA/cm}^2$ 。

## 2.4 X 射线谱线的测量

实验中选择阳极靶材为 Cu, 其  $k_\alpha$  谱线的能量为  $8.0 \text{ keV}$ 。为将场致发射电子加速到足够高的能量以激发铜的  $k_\alpha$  谱线<sup>[6]</sup>, 实际操作时将阴极与阳极间距调至  $1 \text{ mm}$ , 高压电源输出在  $10 \text{ kV}$  以上。测量结果如图 3 所示, 根据测得的谱线, 发现对应于 680 道左右有一较强的峰。将  $n=680$  代入(1)式, 得到  $E=8.2 \text{ keV}$ 。考虑到测量过程中由于温度和气压等引起的能量漂移, 可以判断这是铜的  $k_\alpha$  谱线。

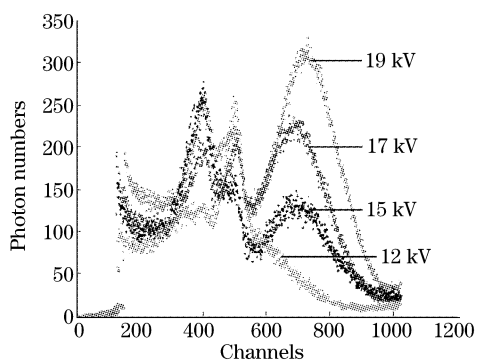


Fig. 3 Spectrum detected by flow gas proportional counter

由于流气式正比计数器的分辨率较低, 无法分辨其  $k_\beta$  谱线 ( $8.9 \text{ keV}$ ), 形成了较大的展宽。Cu 谱线左侧的两峰是石英基底内各种材料的荧光光谱的叠加。可看到 Cu 的  $k_\alpha$  谱线是高斯线形, 这是因为光子产生脉冲高度符合高斯随机分布。

谱线由下到上所加电压依次为:  $12 \text{ kV}$ ,  $15 \text{ kV}$ ,  $17 \text{ kV}$ ,  $19 \text{ kV}$ 。当所加电压为  $12 \text{ kV}$  时, Cu  $k_\alpha$  谱线仍然很微弱, 几乎测量不到。随着电压的升高,  $k_\alpha$  谱线开始出现并不断增强。

在实验中发现, 电压为  $19 \text{ kV}$ , 阴极与阳极之间电流为  $22 \mu\text{A}$  时, X 射线发射在持续  $4 \text{ h}$  内无明显衰减, 反映了碳纳米管场致发射性能具有一定稳定性。

## 3 基于碳纳米管的微型 X 射线源结构设计

使用碳纳米管为阴极产生了 X 射线, 但由于硅基底对 X 射线的吸收, 仅有少量光子到达探测器, 因此需要改进射线源结构以有效利用产生的 X 射线。

由于产生场致发射需要较强的电场, 阴极与阳极间距仅为  $1 \text{ mm}$  左右, 若不加栅极就无法调整角度使 X 射线射出。另外本实验中实际参与场致发

射的碳纳米管面积仅为  $1 \text{ mm}^2$ , 为增强 X 射线辐射, 要增加阳极的面积。考虑这些情况后, 采用透射式结构可以解决这个问题, 既减小了射线源体积又具有很高的效率。射线源结构如图 4 所示。

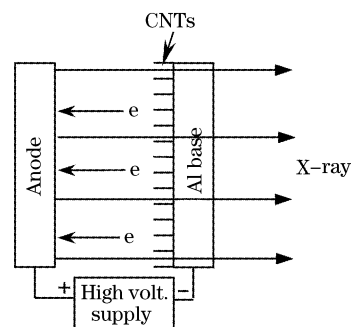


Fig. 4 Structure of improved X-ray source using carbon nanotubes (CNTs)

根据 Al 对 X 射线的吸收可计算出能量为  $8.0 \text{ keV}$  的 X 射线光子可以  $40\%$  的概率穿透  $0.1 \text{ mm}$  厚的 Al 基底, 因此使用 Al 做为碳纳米管的基底是合理的。

**结论** 采用碳纳米管为阴极, 金属铜棒为阳极, 流气式正比计数管为探测器。测得铜的  $k_\alpha$  谱线。证明了碳纳米管可用作微型 X 射线管的场致发射阴极。针对碳纳米管场致发射阴极, 提出了改进的 X 射线源的结构。由于场发射相对于热电子发射的优越性和碳纳米管优异的场致发射性能, 使此类射线源有潜在的广阔应用前景。

## 参 考 文 献

- 1 Wang Chengwei, Li Mengke, Li Hulin. The field emission characteristic of highly-ordered carbon nanotube arrays synthesized by template method. *Science in China A* (中国科学 A), 2000, **30**(11): 1019~1024 (in Chinese)
- 2 Wang Q H, Setlur A A, Lauerhaas J M et al.. A nanotube-based field-emission flat panel display. *Appl. Phys. Lett.*, 1998, **72**(22): 2912~2914
- 3 Jean-Marc Bonard, Mirko Croci, Christian Klinker et al.. Carbon nanotube films as electron field emitters. *Carbon*, 2002, **40**(10): 1715~1728
- 4 Sunny Bains. Miniature X-ray source has potential for medical applications. *OE Reports*, 1999, (190)
- 5 Liu Yuanzhen, Wang Zhongchun, Dong Yaqiang. *Electron Emission and Opto-Electric Cathode* (电子发射与光电阴极). Beijing: Beijing Institute of Technology Press, 1995. 109~119 (in Chinese)
- 6 Bearden J A. X-ray wavelengths. *Review of Modern Physics*, 1967, 86~99