

**Смирнов В.А.<sup>1</sup>, Акимов П.И.<sup>1</sup>, Александров В.Ю.<sup>1</sup>, Иванов В.В.<sup>2</sup>,  
Кудряшов А.В.<sup>2</sup>, Потапов Ю.А.<sup>1</sup>, Чудин В.Г.<sup>1</sup>, Шешин Е.П.<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>АО «НПП «Торий»

<sup>2</sup>Московский физико-технический институт

## **Исследование металлопористых катодов со щелевой структурой пор**

*Исследовано влияние гранулометрического состава W порошков на структуру и газопроницаемость матриц металлопористых катодов, изготовленных по плазменной технологии. Экспериментально подтверждено, что щелевая структура пор матрицы более предпочтительна для экономного расходования эмиссионного вещества, получения большей однородности эмиссии и долговечности катодов*

**Ключевые слова:** Металлопористые катоды, плазменная технология, щелевая структура пор матрицы.

Как показал анализ моделей пористой структуры поверхности пропитанных катодов [1] ( $W+3BaO \cdot 0,5CaO \cdot Al_2O_3$ ) замена «круглых» пор на щелевидные при одинаковой их площади может обеспечить резкое снижение бесполезного Кнудсеновского потока испаряющихся атомов щелочноземельного металла (Ba, Ca) и наоборот, интенсифицировать их полезный миграционный поток на эмитирующую поверхность за счет увеличения параметра пор. На практике получение такой структуры достигается при плазменном методе формирования вольфрамовой матрицы [1,2].

В связи с созданием двухслойных структур для катодов с запасом эмиссионного вещества и резервуарных катодов представляет интерес исследование влияния размера исходных вольфрамовых порошков на проницаемость полученных матриц.

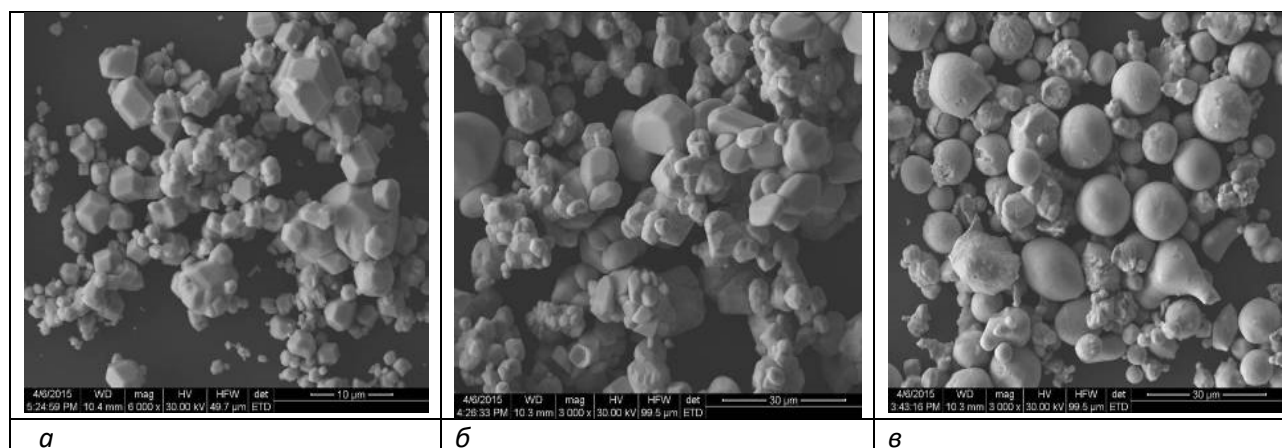
Определение размера частиц производилось с помощью растрового электронного микроскопа FEI Quanta 200 MK2 (США) с приставкой для микроанализа EDAX ECON 6. Из порошков изготавливалась суспензия небольшой концентрации на изопропиловой основе. Суспензия наносилась на кремниевые подложки и высушивалась. В таблице 1 приведены данные для 3-х типов образцов W порошка: исходного марки ВЧДК фракции «А», после операции окисления-восстановления и пропущенного через плазменную струю.

На рис. 1 (а, б, в) показаны выборки их электронно-микроскопических снимков. На рис. 2 приведены логнормальные распределения вольфрамовых частиц по размерам с указанием моды и среднечисленного размера. Из приведенных данных видно, что исходный порошок в виде частиц с характерной огранкой имеет среднечисленный размер 2,3 мкм и содержит значительное количество частиц менее 1,5 мкм, которые в плазменной струе могут полностью расплавляться и образовывать замкнутые поры в матрице. Для устранения этого нежелательного процесса нами был применен метод окисления-восстановления порошков [3], в результате которого среднечисленный размер частиц увеличился до 5,2 мкм, при этом их кристаллическая форма не изменилась, а количество частиц менее 1 мкм значительно уменьшилось. После пропускания через плазменную струю гранулометрический состав порошка мало изменился, и частицы приобрели круглую форму в результате оплавления. Мы предполагаем, что часть вольфрама в этих частицах имеет аморфную структуру из-за быстрого охлаждения.

**Таблица 1. Гранулометрическая характеристика вольфрамовых порошков**

	Среднечисленны й размер частиц, мкм	Мода распределения, мкм	Среднеквадратично е отклонение, мкм
Вольфрамовый порошок, пропущенный через плазменную струю	5,7	3,4	3,3
Вольфрамовый порошок после операции окисления-восстановления	5,2	3,1	2,9
Исходный вольфрамовый порошок марки ВЧДК, фракции «А»	2,3	1,5	1,3

Дополнительно проводились измерения гранулометрического состава порошков методом лазерной дифракции на приборе Malvern Mastersize 3000 (Великобритания) по модели рассеяния Ми. Хорошее диспергирование порошка в воде достигалось 5-минутной циркуляцией и воздействием ультразвука. На рис. 3 приведены результаты интегрального распределения – процентного объемного содержания частиц в зависимости от размера. Так как плотность постоянная – их содержание эквивалентно массовому. По этой методике тоже видно, что после операций окисления-восстановления и пропускания через плазму распределения частиц близки и порошки более крупные, чем в исходном материале.



*Рис. 1 Изображение вольфрамовых частиц порошка: а – исходный; б – после операции окисления-восстановления; в – после прохождения через плазменную струю*

Далее с помощью растрового электронного микроскопа исследовалась морфология поверхности вольфрамовых матриц, изготовленных как по традиционной, так и по плазменной технологии. В таблице 2 представлены усредненные по 5 образцам данные в виде коэффициента К, как отношение периметра пор и щелей к площади исследуемой области матрицы. На рис. 4 даны выборки электронно-микроскопических снимков поверхности различных матриц. Видно, что периметр пор и щелей для матриц, изготовленных по плазменной технологии примерно в 6 раз больше, а их поверхность испещрена мелкими трещинами шириной не более 1 мкм.

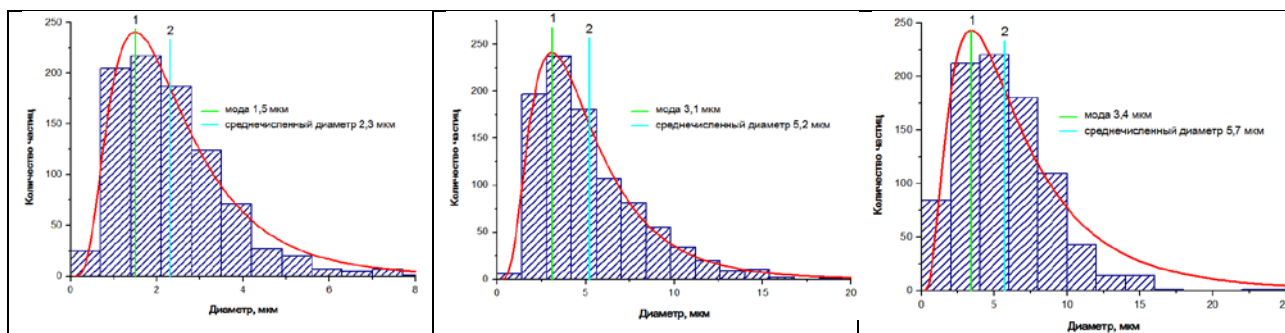


Рис. 2 Логнормальное распределение вольфрамовых частиц по размерам:

1 – исходный порошок;

2 – после операции окисления-восстановления;

3 – после прохождения через плазменную струю

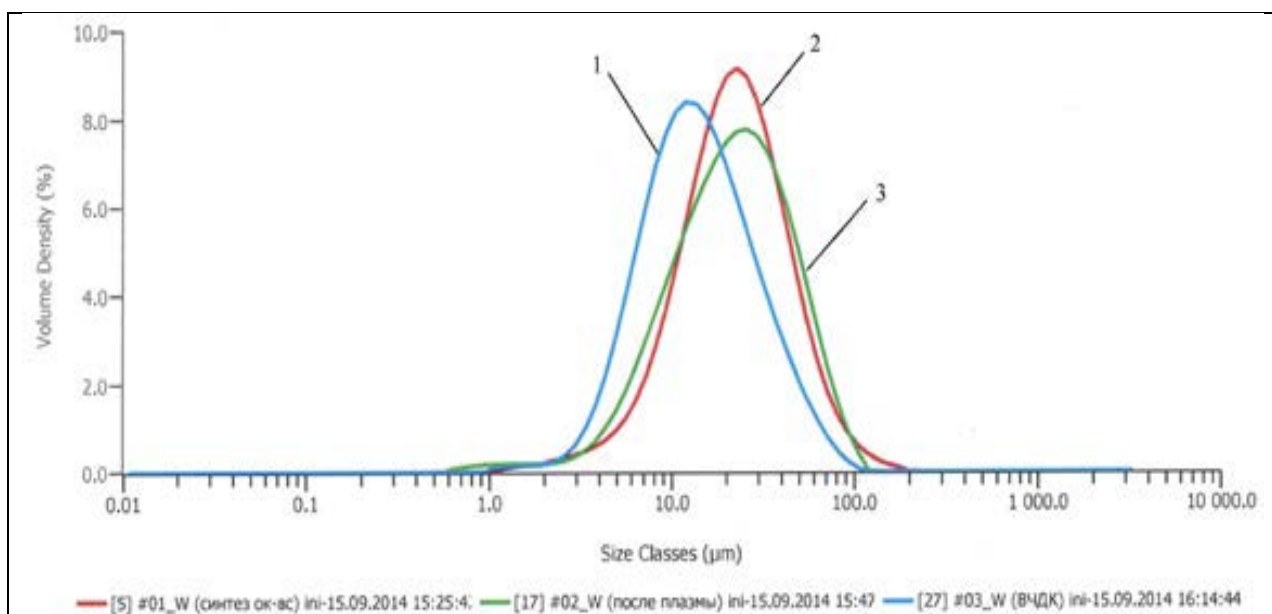


Рис. 3 Распределение частиц по размерам: 1 – исходный порошок; 2 – после окисления-восстановления; 3 – после плазмы

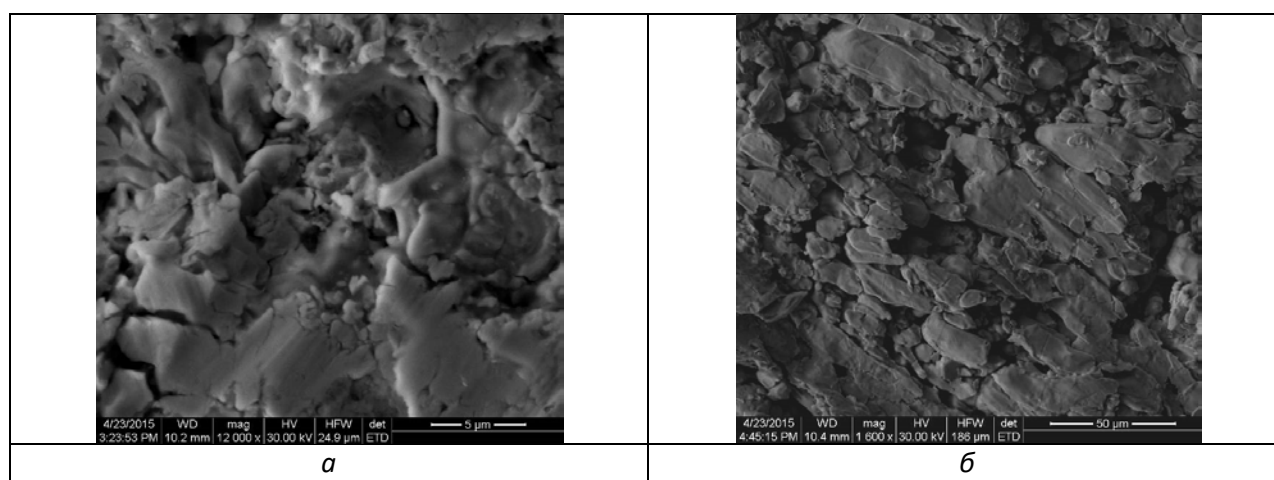
Это имеет большое значение для обеспечения однородности эмиссии катода. Как показано в [4], длина миграции Ва по вольфраму при рабочей температуре катода составляет 30-40 мкм. Для традиционных матриц, даже при меньшем увеличении на порядок, поверхность представляется более пористой и рыхлой. Плотность матриц соответственно равна 80-81% и 73-75% относительно компактного вольфрама.

Далее с помощью растрового электронного микроскопа исследовалась морфология поверхности вольфрамовых матриц, изготовленных по традиционной и по плазменной технологии. В таблице 2 представлены усредненные по 5 образцам данные в виде коэффициента К, как отношение периметра пор и щелей к площади исследуемой области матрицы. На рис. 4 даны выборки электронно-микроскопических снимков поверхности различных матриц. Видно, что периметр пор и щелей для матриц, изготовленных по плазменной технологии примерно в 6 раз больше, а их поверхность испещрена мелкими трещинами шириной не более 1 мкм. Это имеет большое значение для обеспечения однородности эмиссии катода. Как показано в [4], длина миграции Ва по вольфраму при рабочей температуре катода составляет 30-40 мкм. Для традиционных матриц, даже при меньшем увеличении на порядок, поверхность представляется более пористой и рыхлой.

Плотность матриц соответственно равна 80-81% и 73-75% относительно компактного вольфрама.

**Таблица 2. Отношение периметра пор и щелей к площади исследуемой области матрицы.**

	Параметр $K$ , 1/мкм	Минимальное значение $K$ , 1/мкм	Максимальное значение $K$ , 1/мкм	Среднеквадратичное отклонение, 1/мкм
Плазменная технология	1,65	0,87	2,13	0,39
Технология Леви	0,27	0,19	0,35	0,06



*Рис. 4 Электронно-оптические снимки поверхностей матриц: а – плазменная технология; б – технология Леви*

Для количественной оценки влияния этих особенностей на работу катода приведены также исследования сравнительной газопроницаемости матриц с различной структурой, т.е. свойства пропускать пары газообразного вещества, например, бария к эмиттирующей поверхности. Газопроницаемость определялась на матрицах, изготовленных по методу Леви и плазменным методом, которые напылялись на молибденовую подложку и затем вытравливались в азотной кислоте. Полученные образцы зажимались между кольцевыми резиновыми уплотнениями, сверху наливался слой спирта и через матрицу пропускался газ, например, аргон. Пропущенный газ улавливался в пробирку и измерялся его объем. Таким образом, определялся коэффициент газопроницаемости вольфрамовых матриц:

$$K = \frac{V \cdot h}{\tau \cdot \Delta p \cdot S},$$

где  $V$  - объем газа, прошедший через матрицу, см<sup>3</sup>;  $h$  - толщина матрицы, см;  $\tau$  - время, сек;  $\Delta p$  - разница давления по обе стороны матрицы, ат;  $S$  - площадь матрицы, см<sup>2</sup>.

Как видно из таблицы 3 коэффициент газопроницаемости матриц, изготовленных по традиционной технологии имеет величину  $1,2 \div 1,6 \cdot 10^{-2}$  см<sup>2</sup>/с.ат. Для матриц, изготовленных плазменным методом он значительно ниже  $2,5 \div 2,6 \cdot 10^{-4}$  см<sup>2</sup>/с.ат и, поэтому, при измерениях приходилось использовать образцы с меньшей толщиной и давать больший перепад давлений газа 2,4–2,6 ат.

**Таблица 3.**  
**Характеристика газопроницаемости по аргону вольфрамовых матриц с различной структурой**

№ образца	Характеристики образцов	Толщина матриц, мкм	Средний размер частиц порошка, мкм	Перепад давлений ( $\Delta p$ ), ат.	Объем газа (V), см <sup>3</sup>	Время (t), с	Кэфф. газопроницаемости, см <sup>2</sup> /с.ат.
1	Матрица изготовлена по тех. Леви	980	2,3	1,0	7,3	600	$1,6 \cdot 10^{-2}$
2	-"-	980	2,3	1,0	5,8	600	$1,2 \cdot 10^{-2}$
3	Матрица изготовлена плазменным методом	360	8,9	2,4	0,8	600	$2,6 \cdot 10^{-4}$
	-"-	420	8,9	2,6	1,5	1200	$2,5 \cdot 10^{-4}$
4	Матрица комбинированная	30+980	5,6	2,0	3,6	600	$3,8 \cdot 10^{-3}$
5	-"-	80+980	9,8	2,0	2,0	600	$2,2 \cdot 10^{-3}$

Таким образом, обнаруженная щелевая структура пор и большая плотность вольфрамовых матриц, изготовленных плазменным методом, подтверждается сравнительными измерениями коэффициентов газопроницаемости. Запас эмиссионного вещества алюмината  $3\text{BaO} \cdot 0,5\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$  в таких структурах составляет 4÷5 % от веса матрицы. Меньшая газопроницаемость таких матриц снижает скорость испарения эмиссионного вещества более чем на порядок, при одновременном увеличении доли миграционного потока атомов бария на эмитирующую поверхность, что обеспечивает большую однородность эмиссии [1] и долговечность катодов. К настоящему времени получена апробация эмиссионной долговечности катодов, изготовленных по плазменной технологии в серийно выпускаемом мощном 5÷6 МВт многолучевом клистроне КИУ-40 [5]. При плотности тока 4÷5 А/см<sup>2</sup>, длительности импульса 140÷250 мкс и частоте следования импульса 50 Гц приборы с №128012, 128061 и 128032 проработали в динамическом режиме соответственно по 20859, 15527 и 14970 часов. Эксплуатация приборов продолжается.

Для получения большого запаса эмиссионного вещества представляет интерес создание комбинированных структур (см. таблицу 3), в которых основная матрица, изготовленная по технологии Леви, покрыта тонким 20-100 мкм слоем напыленным плазменным методом. Газопроницаемость таких структур  $2,2 \div 3,8 \cdot 10^{-3}$  см<sup>2</sup>/с.ат, а запас эмиссионного вещества составляет 8-9 % вес.

#### Библиографический список

1. Смирнов В.А., Катоды со специальными характеристиками для сверхмощных электровакуумных приборов, «Вакуумная наука и техника», материалы VIII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов, Судак, 2001, с. 208-211.
2. Смирнов В.А., Высокоэффективные металлопористые (импрегнированные) катоды для электровакуумных приборов, «Вакуумная наука и техника», материалы X юбилейной научно-технической конференции, Судак, 2003, с. 436-442.
3. Зеликман А.Н., Металлургия редких металлов, «Металлургия», 1980, с. 328.
4. Дружинин А.В., Миграция Ва по поверхности W, Mo, Re, покрытых адсорбированной газовой пленкой, «Радиотехника и электроника», 1965, т. 10, N3, с. 498-504.
5. Дроздов С.С., Масленников О.Ю., Смирнов В.А., Судаков Ю.С. Многолучевой источник электронов для мощных электровакуумных приборов, «Вакуумная наука и техника», материалы XI научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов, Судак, 2001, с. 208 - 211.