

Применение Pd-Ba покрытия в пеннинговском ионном источнике

А.Г. Садилкин, Н.Н. Щитов*

Всероссийский научно-исследовательский институт Автоматики им. Н.Л. Духова, Москва, Россия

**sadilkin@inbox.ru*

Аннотация. Рассмотрен метод улучшения рабочих характеристик газоразрядного ионного источника пеннинговского типа, основанный на применении палладий-бариевого (Pd-Ba) покрытия его катодов. Покрытие наносилось методом магнетронного распыления, толщина покрытия составляла несколько микрон. Для достижения рабочих параметров ИИ покрытие в составе электровакуумного прибора активировалось методом отбора током в остаточной атмосфере водорода. Температура активации была существенно ниже той, что используется в СВЧ приборах в условиях высокого вакуума. После активации наблюдалось улучшение разрядных характеристик ИИ за счёт снижения потенциала горения разряда (при одинаковом давлении). Также был установлен факт повышения доли атомарных ионов в экстрагируемом из ИИ пучке. Эффект снижения потенциала горения объясняется применением эмиссионно-активной добавки (бария), а повышения доли атомарных ионов в экстрагируемом пучке каталитическим действием палладия.

Ключевые слова: источник ионов Пеннинга (PIGIS), палладий-бариевые катоды, электровакуумный прибор.

1. Введение

Среди газоразрядных ионных источников ИИ (ГИИ) для широкого спектра технологических применений и использования в составе различных электровакуумных приборов (ЭВП) большое распространение получили источники ионов (ИИ) Пеннинга (английская аббревиатура PIGIS) [1]. Их рабочие характеристики в значительной мере определяются электрофизическими свойствами поверхности катодов – коэффициентом вторичной эмиссии σ и работой выхода электронов ϕ . Для увеличения первого и снижения второй используются различные эмиссионно-активные добавки, среди которых доминирующее положение занимает барий. Однако «в чистом виде», т.е. в виде бариевой пленки (зеркала) он используется как сорбент. В качестве эффективной эмиссионной добавки он используется в виде соединений – оксидов [2], интерметаллидов [3] (например, «катод Дюбуа» [8]). В виде гидридов барий не используется в силу своих физико-химических особенностей [4], но используются другие гидриды [5]. При этом оксиды используются для накаливаемых катодов, а интерметаллиды, напротив, в качестве безнакаливаемых катодов СВЧ-приборов [6], в частности магнетронах. В [3] отмечено, что при замене в безнакаливаемых магнетронах металлопористых катодов на палладий-бариевые из сплава ПдБ-2 (Pd ~ 98 %, Ba ~ 2 %) было достигнуто существенное улучшение параметров. Интересно, что в диапазоне температур 500–800 К состав поверхности остается неизменным несмотря на интенсивную электронную бомбардировку. Это обеспечивает сохранение σ и постоянное активирование поверхности катода. Дальнейшее улучшение свойств катодов было достигнуто за счет разработки технологии изготовления прессованных палладий-бариевых катодов [3, 7]. Они изготавливаются из смеси порошков палладия с интерметаллидом Pd₂Ba (Pd ~ 82 %, Ba ~ 18 %) и обладают регулярной пористостью, обеспечивающей непрерывное активирование автоэлектронных катодов. Состав прессованного катода – Pd ~ 98%, Ba ~ 2 %. Наилучшие результаты, однако, были достигнуты при содержании бария 6% и пористости 5%: $\sigma \sim 3.5$ при энергии первичных электронов 1.2 кэВ, $\phi \sim 2.1$ [7] (из текста [7] не совсем понятно, идет ли речь о весовых процентах или же атомных, т.к. на графике зависимости ϕ от содержания бария фигурируют весовые проценты, а значит, из-за «тяжести» бария речь может идти о ~2–3 атомных процентах). Эти значения достигались после примерно 8 часов активации в условиях высокого вакуума ($P \leq 1 \cdot 10^{-6}$ Па) при температуре порядка 800–900 °С_{ярк}. Использование подобных температур не всегда возможно для целого ряда

ЭВП. Поэтому интересно утверждение о возможности снижения температуры активации оксидных катодов при обработке в составе остаточной атмосферы водорода. Препятствием может служить образование нелетучих гидридов [4]. Но, если водород является искомым рабочим газом PIGIS, то это явление неизбежно. Однако, с другой стороны, в [5] на примере металлгидридной композиции $Zr_{50}V_{50}H_x$ показано, что десорбированный водород находится в активированном состоянии. Активация водорода обусловлено колебательным возбуждением молекул H_2 , которые образуются в результате рекомбинации атомов H на поверхности таких соединений, с последующим переходом в газовую фазу разряда в термодинамически неравновесном состоянии. В результате потенциал ионизации десорбируемого водорода снижается на 0.5 эВ, а сечение ионизации возрастает в 1.5 раза, по сравнению с обычным молекулярным водородом. Кроме того, известные высокие каталитические по отношению к водороду свойства палладия позволяют надеяться на десорбцию водорода в виде атомов, а не молекул.

Таким образом, представлялось перспективным исследовать PIGISc катодами, обладающими, хотя бы частично, свойствами прессованных палладий-бариевых катодов, и предназначенных для работы в среде водорода.

2. Экспериментальные результаты

Нанесение покрытий осуществлялось методом магнетронного распыления. В качестве мишени использовалась полоса сплава ПдБ-2 по ЯеО.021.079 ТУ. Известно, что при использовании несбалансированных магнетронов возможно получение пористых покрытий, т.е. приближение по свойствам к прессованным катодам. Однако в силу малой толщины покрытия скорость диффузии бария из глубины не лимитировала «мгновенные» значения σ и ϕ , поэтому покрытие получалось сплошным. В силу нестехиометричности переноса при магнетронном распылении и загрязнения элементами остаточной атмосферы состав покрытия отличался от исходного.

Исследования проводились на изделиях с PIGISc покрытиями на всех электродах – катоде, аноде и антикатоде. Фотография поверхности с покрытием и спектрограмма по данным рентгеновского микроанализа (РМА) – Рис.1, карта распределения элементов (барий на карте специально выделен) и численные результаты исследования – Рис.2. Следует заметить, что приведенное значение атомной концентрации бария (~1%) может свидетельствовать как о нестехиометричности переноса, так и о несовершенстве самого метода РМА.

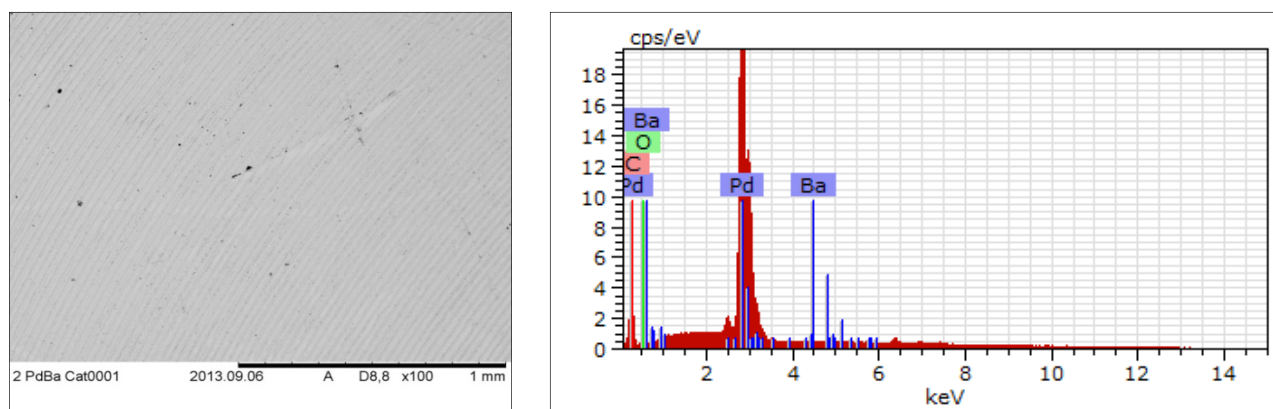


Рис.1. Фотография поверхности катода с Pd-Ва покрытием (x100 – слева) и спектр РМА поверхности (справа).

Из Рис.1 и Рис.2 видно, что покрытие обладает необходимой гладкостью, отсутствуют поры, каверны и глобулы, барий достаточно равномерно распределён по поверхности катода. В то же время наличие на поверхности большого количества углерода и кислорода подтверждает необходимость проведения активации в составе прибора в ходе его подготовки к работе.

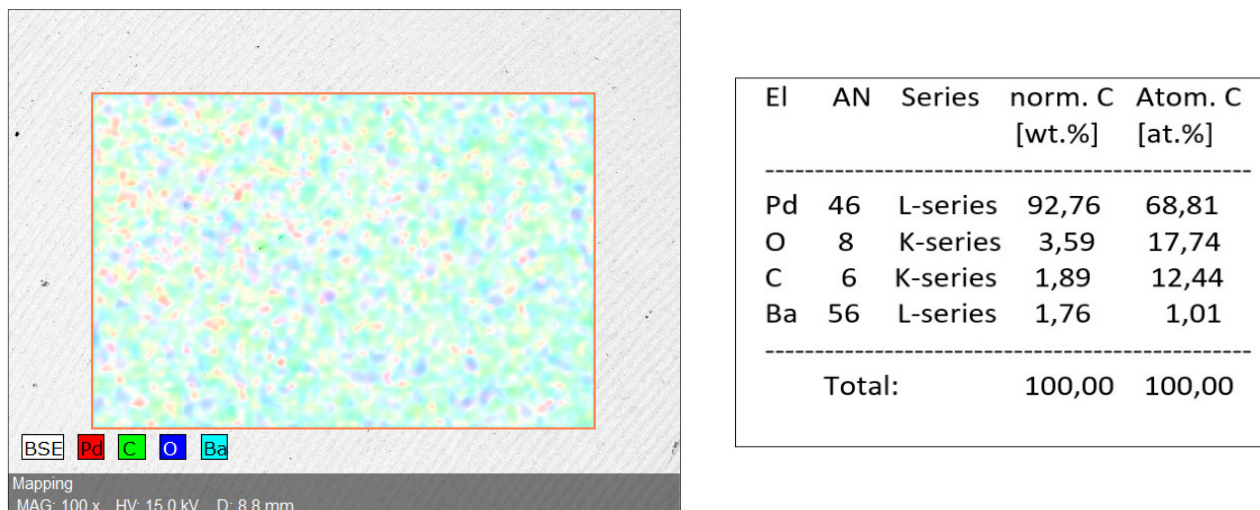


Рис.2. Карта распределения элементов (РМА – слева) и их численные значения (таблица – справа).

При этом длительный прогрев в условиях высокого вакуума было решено заменить обработкой плазмой разряда в остаточной атмосфере H_2 , т.е. просто тренировкой PIGIS с током на уровне несколько сотен мкА при стабилизированном анодном напряжении порядка несколько кВ и фиксированном давлении. Окончание процесса активации определялось достижением установившегося значения тока разряда, соответственно, время активации – есть время достижения установившегося значения разрядного тока. После 3.5 часов активации покрытия плазмой разряда ток разряда увеличился в 4.5 раза и далее оставался неизменным (Рис.3).

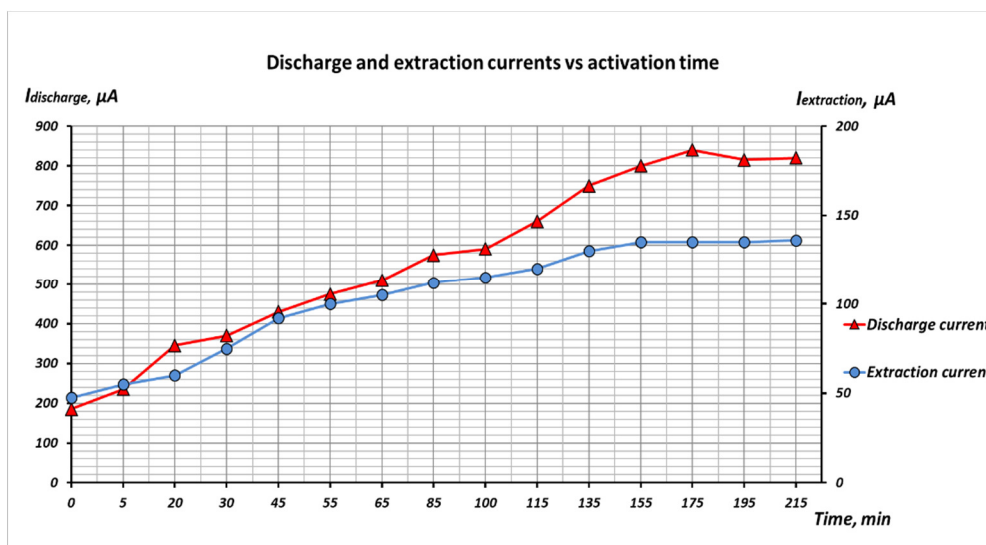


Рис.3. График процесса активации покрытия Pd-Ba в PIGIS.

В результате статистической обработки экспериментальных результатов по всем исследованным PIGIS выбран оптимальный режим активации покрытия. Для сравнения потенциала зажигания разряда представлены типичные BAX PIGIS при различных значениях давления (Рис.4). Из сравнения графиков видно, что напряжение горения разряда на 200–500 В меньше у PIGIS с модифицированными катодами. Исследовались разные комбинации электродов – с покрытиями и без. Исследования показали, что покрытия на аноде практически не влияют на работу прибора. Наибольший вклад вносит покрытие на катоде.

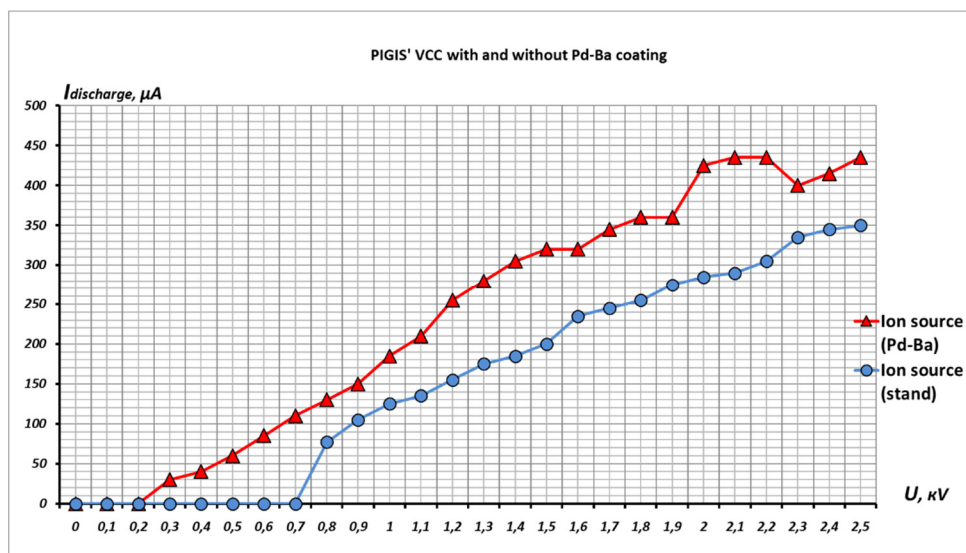


Рис. 4. Сравнение BAX PIGIS с Pd-Ba покрытием и без него в среде водорода (при одинаковом давлении $P = 3 \cdot 10^{-4}$ Тор).

Анализ графиков на Рис.5, показывает, что после проведения активации электродов PIGIS, для достижения требуемых значений разрядного тока необходимо в 2 раза меньшее давление. Снижение давления благоприятным образом сказывается на транспортировке пучка, т.к. давление свыше $(2-3) \cdot 10^{-3}$ Тор является слишком высоким. При таких давлениях длина свободного пробега $\lambda \approx (kT)/(p\sigma) = 10$ см, где $\sigma = A(\ln(D/E^{1/2}))^2 = 10^{-15}$ см² – сечение резонансной перезарядки ионов водорода в собственном нейтральном газе, которое является преобладающим, становится сравнимой с пролётным расстоянием в приборе, либо меньшим указанного расстояния. С ростом давления падает не только ток ионов, но и снижается доля быстрых электронов, участвующих в ионизации.

Экспериментально установлено, что при работе такого PIGIS в частотном режиме наличие дополнительной электронной эмиссии с поверхностей электродной системы PIGIS позволяет улучшить временные характеристики импульсов. Также после применения такого PIGIS в составе конкретного ЭВП установлен факт повышения атомарных ионов в экстрагируемом пучке путем сравнения выходных характеристик прибора с известными расчетными и экспериментальными данными. По проделанным оценкам можно сделать вывод о том, что, если в PIGIS без покрытия доля атомарной составляющей находится на уровне 10%, то в PIGIS с покрытием Pd-Ba атомарная составляющая находится на уровне около 25%. В соответствии с приведенной оценкой прирост атомарной составляющей в пучке ионов составил 15%. Таким образом, можно сделать вывод о существенной роли покрытия Pd-Ba в формировании повышенного содержания атомарных ионов в пучке, как за счет каталитических свойств палладия, так и за счет снижения потенциала горения разряда в силу наличия малой эмиссионной добавки – бария.

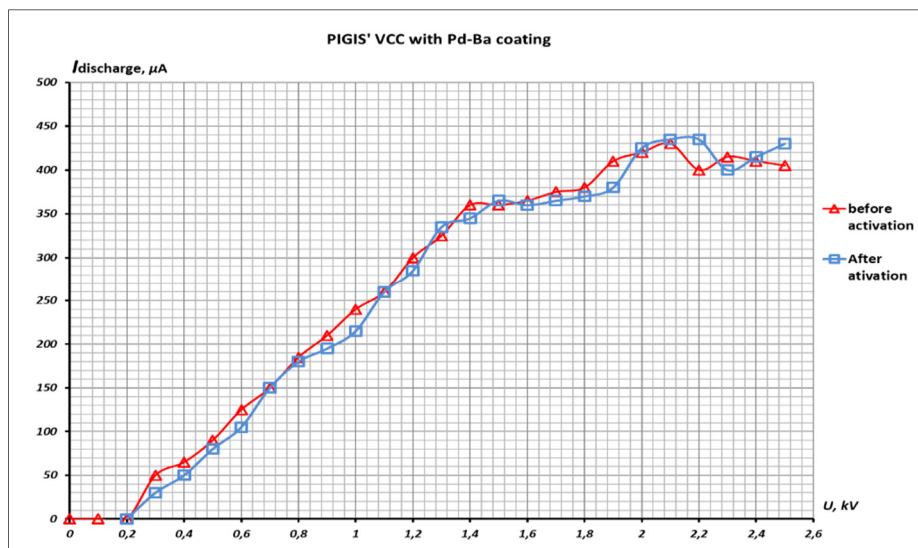


Рис.5. Сравнение ВАХ PIGIS с Pd-Ba покрытием до проведения процесса активации ($P = 6 \cdot 10^{-4}$ Тор) и после ($P = 3 \cdot 10^{-4}$ Тор).

3. Заключение

Для улучшения эксплуатационных характеристик PIGIS, работающих в среде водорода, предложено использовать в качестве материала катодов сплав Pd-Ba с содержанием бария порядка 2 вес.%. Предложение подтверждено исследованиями приборов с PIGIS, на электроды которого методом магнетронного распыления наносился этот сплав. Отработана процедура активации покрытия методом отбора тока.

Улучшение характеристик проявилось в следующем:

- по сравнению со стандартным PIGIS, у PIGIS с модифицированными катодами напряжение горения разряда меньше на величину от 200 до 500 В. Это означает уменьшение энергетическую цену генерируемого иона на величину до 20%;
- покрытие на аноде практически не влияет на работу ЭВП, что вместе с относительной трудностью его нанесения делает нецелесообразной эту операцию;
- требуемое для нормальной работы давление после проведения процесса активации катодов было снижено в 2 раза, что может позволить увеличить ресурс прибора;
- при частотном режиме работы PIGIS улучшились временные параметры;
- путем сравнения выходных характеристик ЭВП с известными данными установлен факт повышения процентного содержания атомарных ионов водорода в пучке до 25%.

По результатам работы получены два патента РФ № 138346 и № 2543053.

4. Список литературы

- [1] Браун Я., *Физика и технология источников ионов*. (Москва: Мир, 1998).
- [2] Киселев А.Б., *Металлооксидные катоды электронных приборов*. (Москва: Издательство МФТИ, 2002).
- [3] Поливникова О.В., Ли И.П., *Электронная техника, сер. 1: СВЧ-техника*, **1**, 21, 2012;
- [4] Мюллер В., Блэкледж Д., Либовиц Дж. (ред.), *Гидриды металлов*, (Москва: Атомиздат, 1973)
- [5] Середа И.Н., Клочко Е.В., Целуйко А.Ф., *Вопросы атомной науки и техники*, **4**, 155, 2008;
- [6] Капустин В.И., Ли И.П., *Теория, электронная структура и физикохимия материалов катодов СВЧ приборов*. (Москва: ИНФРА-М, 2019).

- [7] Поляков В.С., Ли И.П., Силаев А.Д., Харитонов Н.Е., *Материалы 19-й Научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника»*, Москва, Россия, 2012.
- [8] Дюбуа Б.Ч., Ермолаев Л.А., Есаулов Н.П. и др., *Радиотехника и электроника*, **8**, 1523, 1967;