

АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО «НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ  
ПРЕДПРИЯТИЕ «ИСТОК» ИМЕНИ А.И. ШОКИНА»

*На правах рукописи*



УДК: 621.385.69

ЖАБИН ГЕННАДИЙ АНАТОЛЬЕВИЧ

**СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ЭМИССИОННЫХ И ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ  
СВОЙСТВ МОЛЕКУЛЯРНО-НАПЫЛЕННЫХ ОКСИДНЫХ КАТОДОВ  
ДЛЯ ЦИКЛОТРОННЫХ ЗАЩИТНЫХ УСТРОЙСТВ**

Специальность 2.2.1. Вакуумная и плазменная электроника

**Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата технических наук**

Научный руководитель:  
кандидат физико - математических наук  
**Галдецкий Анатолий Васильевич**

Фрязино – 2021

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ГЛАВА 1. СОВРЕМЕННЫЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ ОБ ОКСИДНЫХ КАТОДАХ.....	13
1.1 Модель оксидного катода.....	13
1.2 Механизм проводимости оксидных катодов.....	18
1.3 Электропроводность оксидных катодов.....	19
1.4 Активирование оксидных катодов.....	19
1.5 Ионно-плазменное осаждение покрытий и механизмы роста пленок.....	22
1.6 Тонкопленочные и молекулярно-напыленные термоэмиссионные катоде.....	28
1.7 Применение молекулярно-напыленных оксидных катодов в циклотронных защитных устройствах.....	37
1.8 Методы исследования физико-химических и эмиссионных свойств МНОК.....	39
1.9 Выводы по 1-й главе.....	39
ГЛАВА 2. ФАЗОВЫЙ, ЭЛЕМЕНТНЫЙ СОСТАВ И МОРФОЛОГИЯ ЭМИССИОННОЙ ПОВЕРХНОСТИ МНОК.....	41
2.1 Влияние высокотемпературного водородного отжига зерна на состав поверхности и эмиссионные свойства МНОК.....	41
2.2 Исследование фазового, элементного состава и морфологии эмиссионных покрытий МНОК.....	48
2.2.1 Влияние морфологии поверхности и состава на эмиссионные свойства.....	52
2.3 Исследование возможности отбора тока повышенной плотности с МНОК.....	55
2.4 Исследование влияния отбора тока повышенной плотности на состав по- верхности и эмиссионные свойства МНОК.....	57

2.5 Долговечность МНОК.....	69
2.6 Выводы по 2-й главе.....	77
ГЛАВА 3. ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ОСАЖДЕНИЯ М-ПОКРЫТИЙ И СВЧ-МОЩНОСТИ В ЦЗУ НА ЭМИССИОННЫЕ СВОЙСТВА МНОК.....	79
3.1 Влияние режимов осаждения на микроструктуру и эмиссионные свойства МНОК.....	79
3.2 Влияние воздействия СВЧ-мощности в ЦЗУ на стабилизацию тока МНОК.....	92
3.3 Выводы по 3-й главе.....	98
ГЛАВА 4. ОСОБЕННОСТИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ, ЭМИССИОННЫЕ И ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НОВЫХ КОНСТРУКЦИЙ МНОК.....	100
4.1 Применение лазера на парах меди в изготовлении МНОК из фольги.....	100
4.2 Применение фемтосекундного лазера в изготовлении МНОК из фольги.....	109
4.3 Сравнительный анализ эмиссионных свойств МНОК из фольги.....	115
4.4 Выводы по 4-й главе.....	118
ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ.....	120
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	122
СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ.....	134
ПРИЛОЖЕНИЕ.....	135

## ВВЕДЕНИЕ

**Актуальность работы.** На современном этапе развития вакуумной и плазменной электроники повышаются требования к электровакуумным приборам сверхвысоких частот (ЭВП СВЧ), в том числе к циклотронным защитным устройствам (ЦЗУ) [1], связанные с необходимостью уменьшения массогабаритных параметров, снижения шумов, увеличением надёжности и срока службы. Преимуществом ЦЗУ перед другими типами защитных устройств является сверхмалое время восстановления их чувствительности после воздействия СВЧ-перегрузки, что обеспечивает их успешное применение в радиолокационных станциях (РЛС) с высокой частотой повторения импульсов и длительностью импульсов от единиц наносекунд до миллисекунд.

Важнейшим функциональным узлом циклотронного защитного устройства является катодно-подогревательный узел с молекулярно-напыленным оксидным катодом (МНОК) [2].

Оксидные катоды (ОК) [3] до настоящего времени остаются наиболее распространёнными и востребованными эмиттерами в ЭВП СВЧ при плотности тока менее  $\sim 0,3 \text{ А/см}^2$  в непрерывном режиме и долговечности более 10000 часов.

МНОК, являясь одним из типов ОК, в настоящее время эффективно применяются в ЦЗУ в сантиметровом и миллиметровом диапазонах длин волн при рабочей температуре катодов не выше  $650^\circ\text{C}$ . При ионно-плазменном нанесении эмиссионных покрытий происходит прецизионное осаждение молекул с карбонатной мишени на керн МНОК с микронными размерами эмиссионной поверхности. При активировании МНОК в эмиссионном слое покрытия формируются кристаллы оксидов (бария, стронция, кальция) составляющие эмиссионно-активную фазу [2, 4, 5].

Большой вклад в исследование термоэмиссионных катодов внесли зарубежные и отечественные ученые: Г. Герман, С. Вагенер, Дж. Метсон, Л. Спроул, П. Зальм, Г. Гартнер, Б. М. Царев, Б. П. Никонов, Б. Ч. Дюбуа, О. В. Поливникова, А.

Б. Киселев, Ю. А. Кондрашенков, А. Я. Князев, А. М. Соколов, В. А. Смирнов, О. Ю. Масленников, И. П. Ли, В. И. Капустин и многие другие.

Несмотря на достаточно большое количество теоретических и экспериментальных работ, связанных с исследованием МНОК, ряд задач на момент постановки диссертационной работы оставался малоизученным.

Так, например, продвижение в область мм диапазона, потребовало миниатюризации катодно-подогревательного узла (КПУ), а также уменьшения ширины эмиссионной зоны ленточных МНОК с 30 мкм до 18 – 20 мкм при одновременном увеличении долговечности до 10000 часов с плотностью тока до 2 – 3 А/см<sup>2</sup>. Кроме того, потребовались дальнейшие исследования по возможности применения в ЦЗУ миниатюрных МНОК с более тонким эмиссионным покрытием 0,8 – 1 мкм на керне с пленкой иридия, обеспечивающих лучшие эмиссионные свойства.

Проведение необходимых научно-технических работ должно включать в себя как физико-химические методы исследования структуры эмиссионной поверхности, так и совершенствование существующих технологий изготовления, и разработку новых конструкций термоэлектронных катодов.

Помимо этого, процесс изготовления МНОК с керном микронных размеров и толщиной покрытия менее 1 мкм требует дальнейших исследований физико-химических процессов в эмиссионном слое, на границе с керном, а также разработки технологий, улучшающих эмиссионные и эксплуатационные параметры катодов.

В последнее время МНОК с именно такими характеристиками находят наибольшее применение при разработке новых поколений ЦЗУ.

С учетом отмеченных требований разработка МНОК с повышенной плотностью отбора тока при низкой температуре, повышенной стабильностью тока и увеличенной долговечностью МНОК в ЦЗУ при малой толщине эмиссионного покрытия, является актуальной задачей.

**Степень разработанности темы исследования.** К началу исследований при производстве МНОК не было повторяемости их эмиссионных свойств, изго-

товление МНОК проводилось в 2 этапа, при этом напыляемые катоды имели толщину эмиссионного покрытия 2 – 3 мкм.

Проведенные исследования позволили сделать вывод о влиянии параметров осаждения молекулярно-напыленных оксидных покрытий (МНОП, М-покрытий) на микроструктуру, состав, эмиссионные и эксплуатационные свойства МНОК. Результаты исследований позволили усовершенствовать режимы напыления как в смеси газов  $\text{Ag} + \text{CO}_2$ , так и в смеси  $\text{Xe} + \text{CO}_2$ . В настоящее время долговечность МНОК с эмиссионной поверхностью  $1,4 \cdot 10^{-4} \text{ см}^2$  и толщиной покрытия 0,8 – 1,0 мкм в ЦЗУ составляет 10000 часов и более при плотности тока 2 – 3  $\text{A}/\text{см}^2$ .

На основании исследования эмиссионных свойств катодов с подогревателем из проволоки ВР-27ВП, были разработаны и прошли испытания МНОК с подогревателями и кернами из фольги ВР-27ВП, с применением наносекундного лазера на парах меди и фемтосекундного волоконного лазера, позволившие улучшить эмиссионные и эксплуатационные параметры катодов.

**Научная проблема** – повышение плотности тока, стабильности эмиссионных параметров и долговечности низкотемпературных тонкопленочных термоэмиссионных миниатюрных катодов вакуумных СВЧ-приборов сантиметрового и миллиметрового диапазона длин волн.

**Целью диссертационной работы** является исследование физико-химических свойств, состава, структуры и морфологии эмиссионной поверхности МНОК с толщиной покрытия 0,8 – 1 мкм, оптимизация режимов осаждения, а также разработка новых конструкций катодов с улучшенными эмиссионными и эксплуатационными параметрами для ЦЗУ.

Для достижения поставленной цели были решены следующие научно-технические задачи:

1. Исследование влияния на характеристики МНОК:

- высокотемпературного отжига керна в водороде на эмиссионные свойства МНОК;
- технологических параметров ионно-плазменного напыления на микроструктуру, фазовый состав и эмиссионные свойства МНОК;

– отбора тока повышенной плотности на элементный состав и долговечность МНОК;

– воздействия СВЧ-мощности в ЦЗУ на стабилизацию эмиссионного тока МНОК;

2. Разработка конструкций МНОК с повышенной механической устойчивостью и улучшенными эмиссионными и эксплуатационными параметрами для ЦЗУ.

3. Разработка промышленной технологии изготовления МНОК, обеспечивающей повышение стабильности эмиссионных параметров МНОК, а также надежности и долговечности их работы в ЦЗУ.

**Предметом исследования** являлись микроструктура, фазовый и элементный состав, морфология поверхности, а также физико-химические свойства МНОК, включая влияние на указанные характеристики покрытия параметров осаждения и технологических режимов, используемых при изготовлении катодов.

**Объектом исследования** в работе являлись: эмиссионные покрытия (М-покрытия) и экспериментальные образцы МНОК полученные при распылении мишени состава  $(Ba, Sr, Ca)CO_3$  с соотношением элементов щелочно-земельных металлов (ЩЗМ) 47:45:8. Если специально не оговорено, используемые в работе МНОК имели размеры эмиссионной площади 0,02 x 0,7 мм. Подогреватель изготовлялся из проволоки ВР-27 ВП диаметром 50 мкм. КERN катода диаметром 50 мкм из материала ВР-20 приваривался к подогревателю лазерной сваркой. При разработке новых конструкций МНОК с применением лазера на парах меди (ЛПМ) и фемтосекундного волоконного лазера для изготовления катодов использовалась 50 мкм вольфрамрениевая фольга ВР-27 ВП.

**Методы исследований.** Основными методами исследований являлись: рентгеноструктурный и рентгенофазовый анализы; растровая электронная и атомно-силовая микроскопия; оже-электронная спектроскопия (ОЭС) и рентгено-спектральный микроанализ (РСМА); рамановская спектроскопия; исследования и испытания термоэмиссионных свойств МНОК.

**Научная новизна диссертационной работы** определяется следующими полученными в работе результатами:

1. Введение в технологию изготовления МНОК повторного отжига в водороде керна с пленкой иридия при температуре 1050 °С обеспечило возможность снижения на 40 – 80°С рабочей температуры МНОК и повысило срок его службы.

2. Исследован механизм воздействия высокого уровня СВЧ-мощности на входе ЦЗУ на стабилизацию тока эмиссии МНОК. Показано, что при воздействии СВЧ-мощности во входном резонаторе ЦЗУ происходит очистка электронным пучком поверхности резонатора от сорбированных атомов, что приводит к последующему уменьшению флуктуаций тока МНОК во время эксплуатации с 4 – 10 % до 1 – 3 %.

3. Совершенствование технологических режимов изготовления МНОК позволило в экспериментальных макетах ЦЗУ получить с катодов ток плотностью более 10 А/см<sup>2</sup> в непрерывном режиме при долговечности более 1400 часов.

4. Разработаны и исследованы новые конструкции МНОК, изготовленных с помощью лазерной микрообработки, которые имеют повышенную жесткость и виброустойчивость, что обеспечило понижение уровня паразитных компонент выходного сигнала в ЦЗУ на 25 – 30 дБ.

**Научная значимость работы** состоит в том, что представленные результаты, научные положения и выводы диссертации, полученные при исследовании и разработке новых технологий и конструкций МНОК раскрывают детали химического состава активного слоя МНОК и параметров диффузии атомов металлов при высоких температурах. Указанные исследования способствуют выявлению новых знаний в области вакуумной и плазменной электроники и служат базой для проектирования миниатюрных эффективных источников электронов для использования в аппаратуре применения гражданской и военной техники.

**Практическая значимость работы** заключается в разработке новых технических решений, улучшающих эмиссионные и эксплуатационные характеристики МНОК в ЦЗУ:

1. Рабочая температура разработанных МНОК уменьшена на 40 – 80 °С, что



привело к увеличению долговечности и ресурса работы катодов в ЦЗУ в 1,5 – 2 раза.

2. Найдены режимы осаждения (состава газа, давления, температуры мишени и катодов), обеспечившие повышение повторяемости эмиссионных свойств МНОК в ЦЗУ.

3. Разработана промышленная технология изготовления катодов с нанесением эмиссионного покрытия МНОК толщиной 0,8 – 1 мкм в едином вакуумном цикле напыления, обеспечившая долговечность работы катодов в ЦЗУ до 7000 – 10000 часов в непрерывном режиме при плотности тока 2 – 3 А/см<sup>2</sup> и до 16000 часов при плотности тока 1,5 – 2 А/см<sup>2</sup>.

4. Полученное в макетах ЦЗУ значение плотности тока катода более 10 А/см<sup>2</sup> в непрерывном режиме при долговечности более 1400 часов позволяет применять МНОК в других электровакуумных приборах.

5. Результаты исследований и разработки новых конструкций МНОК из вольфрамрениевой фольги внедрены в производственный процесс изготовления ЦЗУ с улучшенными эмиссионными и эксплуатационными характеристиками в АО «НПП «Исток».

В диссертационную работу вошел цикл теоретических и экспериментальных исследований, проведенных в период с 2014 г. по настоящее время в рамках выполнения опытно-конструкторских работ (ОКР): «Фрегат», «Штырь-2», «Шлюз-М», «Штамп-2М», «Шпинат» и планов поставок изделий ЦЗУ.

**Достоверность и обоснованность результатов** диссертационной работы обеспечивалась использованием комплекса современных физических и химических методов исследования материалов и образцов пленок, содержащих карбонаты ЩЗМ, воспроизводимостью результатов исследований, соответствием предложенных моделей работы МНОК экспериментальным результатам, полученным с использованием аттестованных методик испытания АО «НПП «Исток», поверенного измерительного оборудования, сопоставимостью полученных результатов с данными других авторов.

Проведенные исследования позволили теоретически обосновать и практи-

чески реализовать основные **положения и результаты**, полученные автором и выносимые на защиту.

### **Научные положения, выносимые на защиту:**

1. Введение в технологию изготовления МНОК повторного отжига в водороде при температуре  $1050^{\circ}\text{C}$  в течение 30 минут вольфрамениевого керна, покрытого иридиевой пленкой толщиной  $0,25 - 0,3$  мкм, изменяет морфологию пленки, увеличивает содержание в ней активирующей примеси вольфрама до  $3 - 4$  %, что обеспечивает в ЦЗУ повышение срока службы катода в  $1,5 - 2$  раза за счет снижения на  $40 - 80^{\circ}\text{C}$  рабочей температуры МНОК.

2. Предложенные параметры ионно-плазменного напыления в едином вакуумном цикле эмиссионного покрытия МНОК толщиной  $0,8 - 1$  мкм, в температурном диапазоне распыляемой мишени  $(\text{Ba}, \text{Sr}, \text{Ca})\text{CO}_3$   $750 - 780^{\circ}\text{C}$ , подложки с катодами – не более  $260^{\circ}\text{C}$ , при давлении рабочего газа  $0,075 - 0,13$  Па, обеспечивают получение в ЦЗУ тока катода плотностью  $2 - 3$  А/см<sup>2</sup> в непрерывном режиме и повышение срока службы до  $7 - 10$  тыс. часов.

3. Очистка внутренней поверхности входного резонатора ЦЗУ подачей на него СВЧ-мощности  $4 - 10$  Вт в течение  $1 - 3$  часов приводит к уменьшению флуктуаций тока МНОК во время эксплуатации с  $4 - 10$  % до  $1 - 3$  %, при этом скорость восстановления эмиссии в период такого воздействия возрастает с увеличением рабочей температуры катода.

4. Применение лазерной прецизионной микрообработки при изготовлении подогревателя в форме меандра из фольги сплава ВР-27 ВП толщиной  $50$  мкм с уменьшенными размерами обеспечивает понижение уровня паразитных компонент выходного сигнала в ЦЗУ на  $25 - 30$  дБ, за счет улучшения механической устойчивости катода.

**Личный вклад автора** заключался в формулировке целей и постановке задач исследований, выполнении большей части экспериментов, анализе и интерпретации их результатов, подготовке научных публикаций и докладов по результатам проведенных исследований. Автором усовершенствована технология изготовления МНОК и проведены исследования эмиссионных свойств. При его непосредственном уча-

ствии проведены исследования влияния параметров осаждения на микроструктуру, состав и эмиссионные свойства МНОК. Совместно с соавторами исследовано распределение элементов и фаз эмиссионных покрытий МНОК, разработаны конструкции и изготовлены образцы МНОК для их испытания в макетах и приборах ЦЗУ. Соавторы, принимавшие участие в проведении исследований указаны в списке публикаций по теме диссертации.

**Апробация работы.** Работа выполнена в соответствии с планами работ АО «НПП «Исток» им. Шокина в период 2014 – 2021 г. г.

ЦЗУ с МНОК, изготовленными с разной площадью эмиссионной поверхности на основе усовершенствованной технологии осаждения покрытий и применения лазерной микрообработки, прошли успешные испытания на специализированных стендах.

Результаты работы неоднократно докладывались и обсуждались на отечественных и международных конференциях:

- VI, VII и VIII Всероссийская научно-техническая конференция «Электроника и микроэлектроника СВЧ» (Санкт-Петербург, СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2017 – 2019 г.);

- международная научно-техническая конференция «INTERMATIC» (Москва, 2017 г.);

- XXVII, XXVIII и XXIX Международная Крымская конференция «СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии» КрыМиКо (Севастополь, 2017 – 2019 г.);

- научно-техническая конференция АО «НПП «Исток» им. Шокина» (Фрязино, 2018 г.);

- научно-техническая конференция АО «НПП «Торий» (Москва, 2019 г.), и получили одобрение ведущих специалистов отрасли.

**Соответствие паспорту научной специальности.** Область исследования соответствует паспорту специальности 2.2.1. Вакуумная и плазменная электроника.

**Публикации.** По материалам диссертации опубликовано 21 печатная работа, в том числе 11 статей в рецензируемых научных журналах, входящих в перечень ВАК РФ (одна без соавторов), 3 статьи в научных изданиях, входящих в международную реферативную базу данных Web of Science (3) и Scopus (3). Список публикаций приведён в конце диссертации.

**Структура и объем диссертации.** Диссертация состоит из введения, 4 глав, основных результатов и выводов, списка литературы. Общий объем диссертации составляет 139 страниц, включая список литературы из 103 наименований, 17 таблиц и 64 рисунков.

Автор выражает искреннюю признательность научному руководителю Анатолию Васильевичу Галдецкому, заместителю начальника НПК-8 по научной работе Юрию Афанасьевичу Будзинскому, начальнику отдела НПК-8 Сергею Васильевичу Быковскому, коллегам и соавторам за полезные обсуждения результатов, поддержку и сотрудничество.

# ГЛАВА 1. СОВРЕМЕННЫЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ ОБ ОКСИДНЫХ КАТОДАХ

## 1.1. Модель оксидного катода

Оксидный катод (ОК) [3 – 5] до настоящего времени применяется в электровакуумных приборах (ЭВП) и является самым распространенным типом эффективных термокатодов. Он состоит из металлического ядра и пористого слоя кристаллов, в состав которого входят два или три окисла (Ba, Sr, Ca) щелочноземельных металлов (ЩЗМ). Как известно, твердые тела имеют приповерхностный слой, отличающийся по своим свойствам от их объемных свойств (например, по постоянной решетки и энергии электронов). В окислах ЩЗМ это проявляется в наличии поверхностных уровней и низкой работе выхода электронов. Оксидный катод – полупроводник с донорными уровнями, которые появляются из-за избытка бария в результате химической реакции окислов ЩЗМ с ядром или электролитического разложения оксидного слоя.

Согласно Б. П. Никонову [5] химические реакции с присадками в ядре оказывают влияние на эмиссионные свойства ОК в том случае, когда их скорость превышает скорость термической диссоциации и испарения ЩЗМ оксидного слоя.

В ОК основной процесс образования свободного бария происходит за счет восстановления окиси бария входящими в ядро примесями. Примеси из ядра диффундируют в покрытие и реагируя с окислами ЩЗМ восстанавливают их до свободного металла. Атомы восстановленного ЩЗМ мигрируют по порам оксидного слоя и взаимодействуя с окислами образуют донорные уровни [6].

В работе [7] показано, что поверхность активированных кристаллов ЩЗМ в вакууме такова, что ионы ЩЗМ находятся на своих местах кристаллической решетки, а в их ближайшем окружении отсутствуют ионы кислорода (F-центры). В такой структуре уход с поверхности кристалла при испарении двух ионов – ме-

талла и кислорода не изменяет структуру поверхности и физические свойства кристалла.

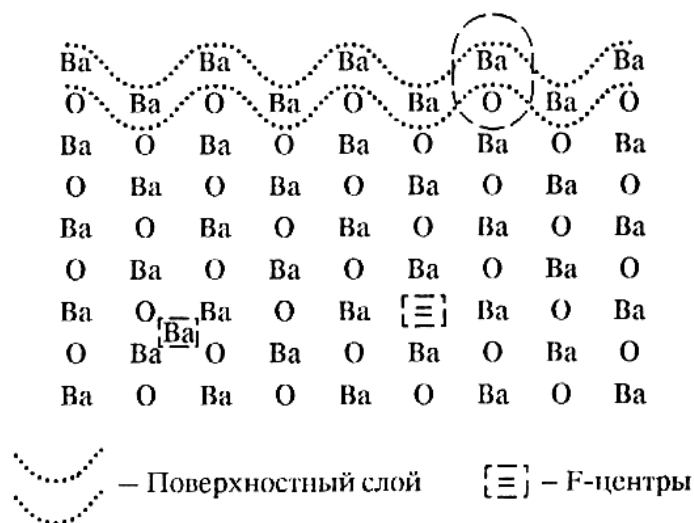


Рисунок 1.1 – схема кристалла BaO [7]

В работе [8] утверждается, что эмиссионные параметры ОК от материала керна не зависят. Это проверялось на кернах из электролитического никеля и никеля с присадками кальция, стронция, магния, вольфрама, кремния и циркония. Наибольшая скорость активирования наблюдалась у никеля с присадкой стронция, наименьшая – на керне из электролитического никеля.

Исследования поверхностного слоя методами адсорбции щелочноземельных металлов [9 – 11] и ионного рассеяния [12] показали, что поверхность кристаллов активированного слоя окислов покрыта ЩЗМ, а избыточный металл находится на поверхности кристаллов.

В работе [13] методом масс-спектропии исследовалось испарение компонентов из оксидного слоя. Показано, что испарение окислов происходит в виде молекул.

Методом радиоактивных индикаторов [14] установлено, что основное изменение состава оксидного слоя происходит на первых этапах обработки катода при разложении карбонатного покрытия.

В. А. Смирновым [15] установлено, что в ОК поверхностный слой кристаллов тройного окисла имеет определенную структуру связей в решетке, отличающуюся от структуры одиночных окислов. Долговечность работы оксидного катода состава (Ba,Sr,Ca)O можно объяснить конгруэнтностью испарения компонент катода. Свойства поверхностного слоя кристаллов ЩЗМ определяют эмиссионные и эксплуатационные свойства катода. ОК – электронный полупроводник, основной зоной которого является зона кислорода, а зоной проводимости – зона бария.

В работе [16] исследованы фазовые превращения в карбонате бария при его нагреве на воздухе, в аргоне и в углекислом газе. Установлены температуры полиморфных превращений в карбонате бария для атмосферы аргона,  $\text{CO}_2$ , воздуха, которые совпадают для этих газовых сред:  $\alpha$ - $\beta$ -переход –  $808 \pm 7$  °С;  $\beta$ - $\gamma$ -переход –  $971 \pm 7$  °С. Диссоциация карбоната бария в вакууме начинается при температуре 850 – 1000 °С. Количество оксида бария, образовавшегося при диссоциации карбоната бария в вакууме, с учётом его испарения, максимально при температуре 1100 – 1150 °С.

На рисунке 1.2 [5] изображена зонная схема BaO с поверхностными и объемными уровнями.

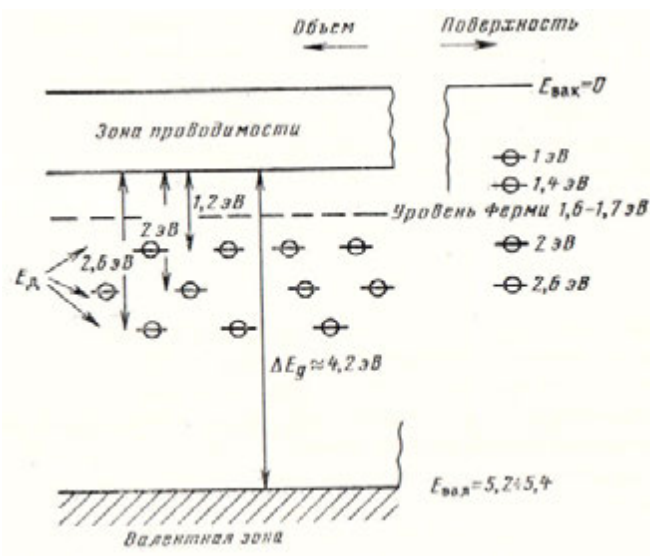


Рисунок 1.2 – Зонная схема BaO с поверхностными и объемными уровнями [5]

На данной схеме видно, что край валентной зоны окиси бария находится на 5,4 эВ ниже уровня вакуума, ширина запрещенной зоны равна 4,2 эВ. Край зоны проводимости ниже уровня вакуума на 1,2 эВ. Локальные центры ниже зоны проводимости на 1,2; 2,0; 2,6 эВ. Поверхностные локальные уровни находятся на 1; 1,4; 2 и 2,6 эВ ниже уровня вакуума.

Авторы [17] в своей работе на основе модели ОК предложенной Никоновым Б. П. и Князевым А. Я. предложили математическую модель его работы выхода. С учетом объемных, поверхностных донорных уровней и изгиба зон полупроводника приведены алгоритм и методика расчета работы выхода в диапазоне температур 500 – 1000 °К. Расхождение между расчетными и экспериментальными данными по работе выхода составило менее 12 % при  $T = 500$  °К.

В работе [18] методами электронной спектроскопии исследована электронная структура окисно-никелевых катодных материалов. Показано, что диспергированный никель катализирует процессы разложения карбонатов ЩЗМ при термообработке катодов и влияет на работу выхода путем образования дополнительных электронных поверхностных состояний, формируемых растворенными атомами никеля в оксиде бария. Утверждается, что атомы никеля, растворенные в оксиде бария, создают цепочки «вакансия бария – кислородная вакансия – атом никеля», обладающие значительным дипольным моментом, что приводит к снижению работы выхода ОК.

В работах [19–21] авторы приводят теоретическую модель влияния кислородных вакансий на величину работы выхода оксида бария с учетом воздействия поверхностных кислородных вакансий на направление изгиба энергетических зон у поверхности оксида. Методом оптического поглощения исследованы параметры электронной структуры кислородных вакансий, определяющие работу выхода оксида бария. Установлено, что расщепление электронного уровня кислородных вакансий растет при увеличении ионного радиуса легирующего элемента. Ионный радиус и валентность легирующих компонентов (скандия, вольфрама, алюминия) также влияют на эффективный



заряд вакансий. Авторы [19, 21] экспериментально показали и теоретически обосновали влияние микропримесей в оксиде бария на параметры его электронной структуры и на величину работы выхода. Установлено, что микропримеси скандия в кристаллитах оксида бария в наноразмерной области приводят к формированию на их поверхности доменов, обогащенных атомами скандия с пониженной работой выхода. Предложенная физическая модель и проведенные расчеты показали зависимость работы выхода доменов от температуры и концентрации кислородных вакансий оксиде бария, легированном атомами скандия.

На рисунке 1.3 приведена энергетическая схема оксида бария, содержащего кислородные вакансии, основной уровень которых расщепляется на две подзоны [21].

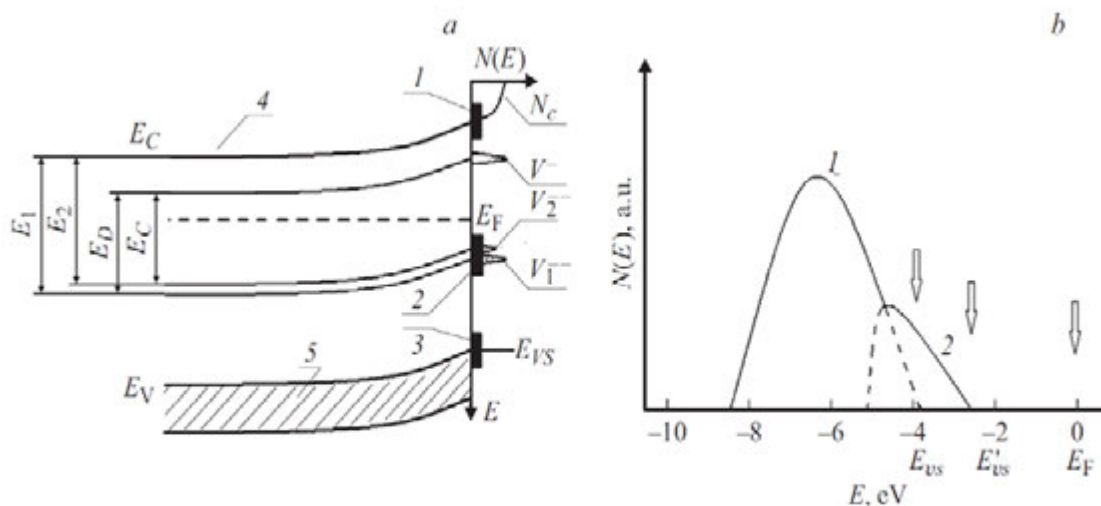


Рисунок 1.3 – Структура верхних зон оксида бария (а) и плотности состояний валентной зоны (б) [21]

На рисунке 1.3, а показано: 1 и 3 – собственные поверхностные состояния; 2 – поверхностные состояния, связанные с кислородными вакансиями; 4 – зона проводимости; 5 – валентная зона;  $E_C$  – уровень дна зоны проводимости;  $E_V$ ,  $E_{VS}$  – уровень валентной зоны в объеме и на поверхности;  $N_C$  – плотность состояний в зоне проводимости;  $V_1^-$  и  $V_2^-$  – плотности состояний в нижней и верхней подзонах двузарядной кислородной вакансии;  $V^-$  – плотность состояний

однозарядной кислородной вакансии;  $E_F$  – уровень Ферми;  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $E_D$  и  $E_C$  – энергии переходов между электронными уровнями. Микропримеси в оксиде бария влияют на величину расщепления уровня кислородных вакансий и смещение валентной зоны из-за появления в ней дополнительной зоны, как показано на рисунке 1.3, б: 1 – основная валентная зона, 2 – область дополнительной зоны, созданная электронами микропримесей;  $E_{vs}$  – положение верхнего края дополнительной области валентной зоны.

## 1.2. Механизм проводимости оксидных катодов

Оксидные катоды технологически совершенствовались от катодов с рыхлым покрытием плотностью  $0,8 \text{ г/см}^3$  до катодов с плотностью покрытия  $2,8 \text{ г/см}^3$ . С повышением плотности покрытия повышаются и значения теплопроводности и электропроводности, что способствует повышению уровня отбираемого тока. Катоды, изготовленные методами плазменной технологии [22] и молекулярно-напыленные [2] по своей структуре непористые. При одной и той же температуре плотность тока активированных катодов с плотным покрытием и рыхлым сравнима, так как физико-химические процессы, происходящие на поверхности одинаковы. Пористость играет большую роль при термовакуумной обработке ОК, когда происходит разложению карбонатного покрытия и образование окислов. Во время разложения карбонатов в вакууме протекают реакции типа:  $\text{BaCO}_3 \rightarrow \text{BaO} + \text{CO}_2$  (газ) [5, 7]. С увеличением пористости покрытия ОК разложение карбонатов происходит быстрее. У катодов с плотным покрытием разложение карбонатов происходит более медленно, поэтому форсировать этот процесс нельзя во избежание трещин [23]. Оптимизация технологии обработки катодов в СВЧ-приборе на откачном посту должна способствовать увеличению скорости эвакуации продуктов разложения.

В [24] был предложен механизм проводимости ОК. Полное сопротивление оксидного слоя определяется суммой сопротивлений по порам, объему и поверхности кристаллов. При увеличении плотности оксидного слоя возрастает поверхностное соприкосновение кристаллов и уменьшается контактное сопротивление.

Уменьшение полного сопротивления эмиссионного слоя позволяет увеличить ток через покрытие без его разрушения.

### 1.3. Электропроводность оксидных катодов

Кривая температурной зависимости электропроводности имеет высокотемпературную и низкотемпературную ветви с разной энергией активации. Излом кривой происходит при температуре около 850 °К. В работах [25, 26] предполагается, что при высоких температурах более 1070 °К, проводимость через оксидный слой осуществляется в виде электронного газа в порах, а при низких – по поверхности покрытия. С увеличением плотности покрытия в области высоких температур проводимость уменьшается [27]. Низкотемпературная проводимость ОК увеличивается с уменьшением пористости покрытия, что связано с увеличением контактов между кристаллами покрытия. У более плотных покрытий точка излома кривой проводимости находится при более высокой температуре и шире интервал температуры, в котором происходит проводимость по поверхности кристаллов. На тепловой режим работы ОК влияет теплопроводность оксидного слоя. При повышении теплопроводности покрытия отвод тепла к керну становится эффективней, уменьшается перепад температуры по покрытию и разогрев его джоулевым теплом. В работе [28] показано, что при увеличении плотности покрытия с 1,3 г/см<sup>3</sup> до 2 г/см<sup>3</sup> теплопроводность увеличивается с  $5 \cdot 10^{-6}$  до  $2 \cdot 10^{-5}$  Вт/см град.

Повышение плотности покрытия ОК позволяет увеличить долговечность катода при отборе повышенной плотности тока в непрерывном режиме и при уменьшении скважности в импульсном режиме. Ионно-плазменный способ нанесения эмиссионного состава позволяет увеличить плотность и гладкость покрытия катодов.

### 1.4. Активирование оксидных катодов

Слой окислов, образованный после разложения карбонатов неактивен, с низкой электропроводностью и эмиссией. Процесс активирования превращает его из диэлектрика в активный полупроводник с донорными центрами на поверхно-

сти кристаллов. На катоде образуется поверхность, с которой удалены ионы кислорода и формируется кристаллическая структура с избытком бария в приповерхностном слое.

В работе [29] исследовалось химическое активирование ОК. В качестве активаторов распространены Mg, Ca, Zr, W, которые вводятся в долях процента, достаточных для образования поверхностного слоя. В результате химической реакции с вышеуказанными активаторами образуется барий, мигрирующий по поверхности кристаллов до образования стационарной структуры оксидного катода.

В работе [30] исследовалась роль материала керна из никеля марки НЭ в процессе активирования ОК из тройного карбоната с толщиной 50 мкм. Исследования показали, что в процессе активирования квазисвободные ионы кислорода удаляются из оксидного покрытия под действием электрического поля в результате реакции взаимодействия с материалом керна. Образование бария в результате химического взаимодействия окиси бария с материалом керна, по мнению авторов, не играет существенной роли в механизме активирования оксидного катода. Установлено, что при активировании ОК значительная роль принадлежит процессам удаления ионов кислорода, независимо от того, связываются они у керна или удаляются из покрытия в вакуум.

В работе [31] проводилось активирование катодов на никелевом керне с различными присадками максимальным током при минимальной температуре. Установлено, что при одинаковых условиях различие в материалах керна сказывается на скорости активирования, т. е. времени достижения равновесия в ОК (таблица 1.1).

Таблица 1.1

Активирование оксидных катодов керна с различными присадками [31]

Материал керна: Ni с присадками	Sr (0,15%)	Ca (0,07 %)	Mg (0,1 %)	W (3%)	Без присадок
Время активирования, ч	3 – 4	5 – 6	8 – 9	16 – 18	35 – 40

На рисунке 1.4. представлена зависимость давления кислорода от температуры катода в приборе [5]. В области выше линии графика скорость поступления кислорода на катод больше скорости его испарения. В этом случае активировать катод невозможно, поскольку скорость отравления больше скорости активирования. В области под линией графика скорость удаления кислорода с поверхности катода больше скорости его поступления, поэтому катод может быть активирован.

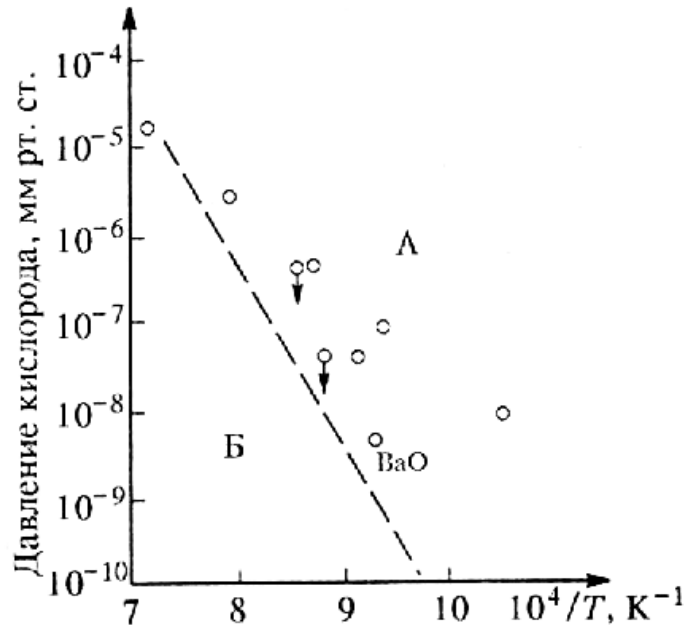


Рисунок 1.4 – Зависимость давления кислорода от температуры ОК [5]

Авторы работы [32] исследовали эмиссионные свойства окислов Ba, Sr, Ca и ОК на нейтральном и активных ядрах в потоках атомов Ba и Sr при постоянной температуре 400 – 800 °К и при резком ее повышении до 970 – 1250 °К после напыления на поверхность атомов Ba и Sr при температуре 300 – 800 °К. Показано, что на получение оптимальных эмиссионных свойств поверхности ОК значительное влияние оказывают миграционные процессы и образование поверхностных донорных центров сложной структуры, в состав которых входят атомы ЩЗМ и кислорода при концентрации последнего менее 1% на поверхности. Термическое и токовое активирование не обеспечивают формирование ОК с максимальной эмиссионной активностью из-за миграции атомов кислорода под действием электрического поля из глубины напыленного слоя. Введение активатора в ядро

позволяет эффективно связывать кислород из оксидного слоя, изменяя состав донорных центров на поверхности и улучшить эмиссионные свойства. Авторы предлагают проводить активирование ОК при пониженной температуре, когда испарение бария незначительно, но активно происходят миграционные процессы с участием кислорода. В этом случае активирование отбором тока повышенной плотности способствует более полному удалению кислорода и уменьшает время активирования.

### **1.5. Ионно-плазменное осаждение покрытий и механизмы роста пленок**

В ионно-плазменных методах нанесения покрытий и пленок распыление материала мишени происходит при ионной бомбардировке ее поверхности частицами, имеющими энергию, превышающую энергию сублимации твердого тела (4 – 10 эВ). В процессе такого взаимодействия могут происходить явления разрушения облучаемого материала, эмиссии атомов, электронов, ионов и фотонов, а также разогрев и модификация поверхностных слоев мишени. Для бомбардировки мишеней обычно используются ионы, разгоняемые с помощью электрических полей до требуемых значений энергии. Распыленные с поверхности мишени атомы летят на подложку и конденсируются на ней, образуя покрытие.

Ионное распыление поверхности твердого тела является результатом каскада упругих столкновений, вызванных передачей кинетической энергии от бомбардирующих частиц атомам мишени. Если передаваемая энергия частиц больше энергии связи атома в кристаллической решетке, он выбивается из своего равновесного положения. Происходит каскад столкновений в твердом теле, в результате которого часть атомов движется к поверхности и переходит в газовую фазу. Ионное распыление характеризуется коэффициентом распыления ( $Y$ ), равным отношению числа выбитых атомов ( $n_a$ ) к числу бомбардирующих ионов ( $n_i$ ). Теория распыления представлена в работах П. Зигмунда [33].

Согласно [33] возможны три режима распыления, которые определяются энергией, потоком бомбардирующих ионов и массой сталкивающихся частиц. Режим прямого выбивания характеризуется малым числом каскадов из-за бом-

бардировки твердого тела легкими ионами с низкими энергиями. Поэтому основной вклад вносят первичные выбитые атомы. В режиме линейных каскадов происходит распыление неподвижных атомов твердого тела в каскаде соударений. При бомбардировке ионами с большими массами реализуется режим теплового пика. В этом случае большинство атомов в определенном объеме облучаемой поверхности находится в движении, поэтому плотность выбитых атомов высока.

При взаимодействии потока ионов с поверхностью твердого тела происходит эмиссия вторичных электронов. Количество эмитированных электронов на каждый прилетающий ион является коэффициентом вторичной электронной эмиссии. Он зависит от свойств материала мишени, энергии и типа бомбардирующих частиц.

Микроструктура покрытий определяется механизмами роста и зависит от условий осаждения. Кинетика процессов конденсации включает процессы адсорбции, зародышеобразования, роста и коалесценции новой фазы.

Первым этапом конденсации, предшествующим образованию и росту пленок, является адсорбция. Летящий на поверхность подложки атом попадает в область действия сил притяжения Ван-дер-Ваальса и силы отталкивания от поверхности подложки. Адсорбция атома происходит при его приближении к поверхности конденсации на критическое расстояние, при котором его потенциальная энергия минимальна. Физическая адсорбция обусловлена силами межмолекулярного взаимодействия и не сопровождается существенным изменением электронной структуры молекул адсорбата, адсорбируемые атомы (адатомы) обладают поверхностной подвижностью. При хемосорбции между атомами адсорбента и адсорбата образуется химическая связь. При хемосорбции химические реакции ограничены поверхностным слоем. Возможно одновременное протекание физической и химической адсорбции [34].

Второй этап роста пленок – зародышеобразование. При напылении адсорбируемые атомы взаимодействуют с подложкой и между собой. В результате диффузии адатомов по поверхности происходит их объединение в группы. Часть кинетической энергии адатомов переходит в потенциальную энергию их взаимо-

действия, делая их более устойчивыми к испарению. При достижении критического размера происходит образование зародыша, размер которого определяется температурой подложки и скоростью осаждения.

В работе [35] авторы, в зависимости от лимитирующей стадии, различают несколько механизмов роста.

Послойный или двумерный рост происходит в условиях, когда связь адсорбированных атомов с подложкой сильнее, чем между ближайшими атомами в слое (механизм Франка-Ван дер Марве). В этом случае формирование следующего слоя пленки не начинается до завершения формирования предыдущего.

Если атомы осаждаемой пленки сильнее связаны между собой, чем с атомами подложки, происходит образование трехмерных островков по механизму Вольмера-Вебера.

При послойно-островковом росте по механизму Странского – Крастанова, после образования двумерного слоя происходит разрастание трехмерных островков. Этот механизм происходит при рассогласовании параметров решетки подложки и пленки.

В работе [36] исследованы начальные стадии роста пленок титаната бария-стронция  $BaSrTiO_3$ , осажденных на подложки карбида кремния. Установлено, что температура подложки определяет механизмы зарождения и формирования пленок. При низких температурах осаждения на подложке формируются зародыши малой высотой 3,1 нм за счет механизма диффузии. Повышение температуры на начальном этапе конденсации приводит к образованию «столбчатой» островковой структуры с малым процентом покрытия подложки и большей высотой островков – 10,3 нм, что свидетельствует о механизме массопереноса атомов через газовую фазу.

В соответствии с моделью Б.А. Мовчана и А.Б. Демчишина [37] микроструктура осаждаемых металлических пленок имеет три структурных зоны в зависимости от отношения температуры подложки к температуре плавления напыляемого материала ( $T/T_m$ ). При  $T/T_m < 0,3$  диффузия атомов на подложке ограничена и формируется столбчатая структура с пористыми границами зерен – зона 1.



При  $0,3 < T / T_m < 0,5$  столбчатая микроструктура мелкозернистая с параллельными границами перпендикулярно поверхности подложки – зона 2. С повышением температуры подложки ( $T/T_m > 0,5$ ) микроструктура пленки состоит из равноосных зерен – зона 3.

Дж. А. Торнтон в работе [38] развил трехзонную структурную модель с учетом влияния давления газа на формирование покрытий при напылении. На рисунке 1.5 изображена схема модели Торнтона, показывающая зависимость микроструктуры напыляемого ионно-плазменным методом покрытия от температуры подложки и парциального давления рабочего газа в камере установки.

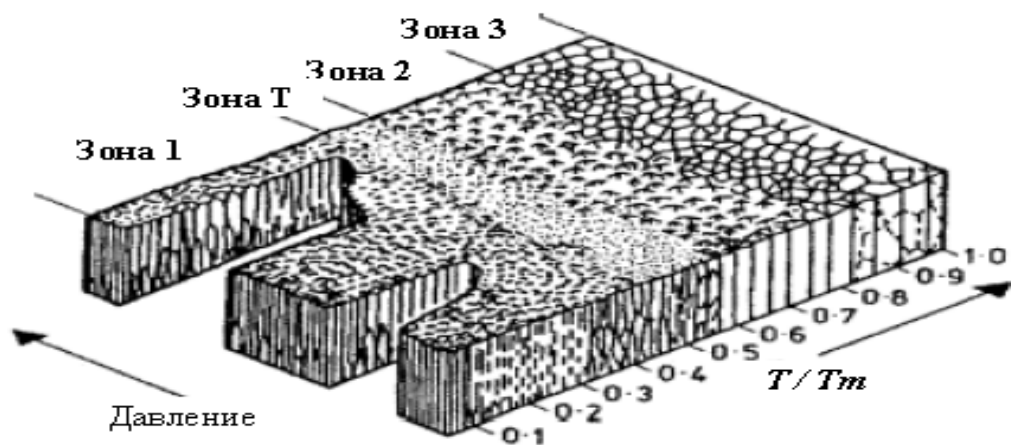


Рисунок 1.5 – Схематическое представление структурной зонной модели, предложенной Дж. А. Торнтоном [38]

Переходная зона – зона Т имеет также столбчатую структуру, однако, в отличие от зоны 1 имеет более мелкие кристаллы, плотные границы и хорошие механические свойства. В работе [39] на основе исследования микроструктуры тонких покрытий TiN, осажденных методом магнетронного распыления, была предложена расширенная зонная структурная модель, включающая температуру подложки, кинетическую энергию адатомов, процессы диффузии, зародышеобразования и рекристаллизации (рисунок 1.6).

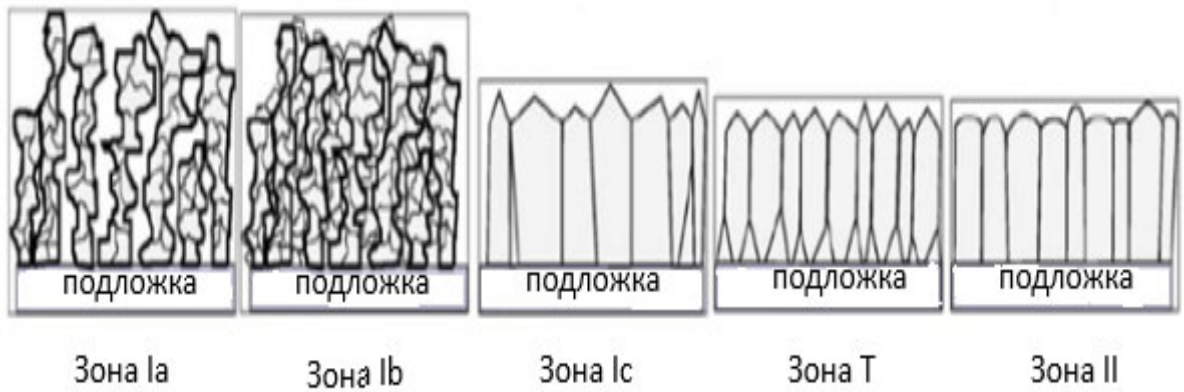


Рис 1.6 – Схема расширенной зонной структурной модели [39]

Согласно расширенной зонной структурной модели, при увеличении энергии и мощности потока, подводимого к поверхности роста на подложке, подвижность адатомов возрастает и в соответствии с ней происходит формирование микроструктуры тонкой пленки. Зона *1a* и *1b* демонстрируют микроструктуру покрытий, образованных при малой тепловой мощности потока плазмы. Подвижность адатомов отсутствует или мала. Формируемая в таких условиях пленка имеет аморфную структуру. Зона *1a* имеет крупнопористую структуру. С повышением мощности осаждаемых частиц с мишени на подложку, пористость аморфной пленки уменьшается - зона *1b*. При дальнейшем повышении мощности плазмы, подводимой к поверхности роста пленки, образуется текстурированная пленка, зерна которой находятся в разной ориентации относительно друг друга - зона *1c*. Зона *T* образуется, когда подвижность атомов является достаточной для межзеренной диффузии. Увеличение зерен покрытия будет осуществляться в направлении наибольшей скорости роста. Микроструктура покрытия имеет ориентированные перпендикулярно подложке V-образные кристаллические блоки. Если дальше продолжается повышение потока энергии плазмы к поверхности конденсации, структура пленки будет определяться процессами миграции межзеренных границ и рекристаллизации. Происходит рост покрытия с текстурированными плоскостями с наименьшей поверхностной энергией – зона *II*.

При получении эмиссионных покрытий (М-покрытий) методом ионно-плазменного и магнетронного напыления существует локальная неустойчивость (пробой), связанная с переходом магнетронного разряда в локальный дуговой разряд. На мишени появляется эрозия, нормальный процесс роста пленки прекращается из-за образования в ней дефектов.

Пробой при ионно-плазменном напылении – быстроразвивающееся неконтролируемое увеличение тока, сопровождающееся падением напряжения тлеющего газового разряда. Особенно актуальна проблема пробоя при реактивном напылении. Накопление электрического заряда на поверхности при напылении также приводит к пробую мишени.

В работе [40] проведен обзор причин возникновения пробоев при ионно-плазменном напылении мишеней различного состава. В тлеющем разряде или дуге у поверхности катода находится слой положительного пространственного заряда, в котором действует сильное электрическое поле. Основная часть разности потенциалов падает в зазоре между катодом и плазмой. Из-за неоднородности поверхности катода, на ней появляются места с высокой напряженностью электрического поля, из которых идет повышенная эмиссия электронов. Ток эмиссии, проходя по материалу катода, вызывает образование горячих пятен в местах с повышенной напряженностью поля. Плотность тока эмиссии пятен зависит экспоненциально от температуры. С локального участка катода идет лавинообразное нарастание эмиссии электронов. Температура этого места эмиссии резко растет и превосходит температуру плавления материала катода, при этом микрочастицы с его поверхности вылетают в виде микрокапель. На поверхности катода в месте эмиссии остается кратер. Величина минимального электрического поля, необходимого для возникновения пятна эмиссии зависит от материала катода и пропорциональна энергии связи атомов.

При реактивном распылении на поверхности мишени может образовываться слой диэлектрика из-за взаимодействия поверхности мишени с атомами реактивного газа [41]. Во время бомбардировки мишени положительно заряженными ионами газа, на поверхности мишени скапливается положительный заряд, кото-

рый притягивает к поверхности раздела электроны мишени и образует в диэлектрике сильное электрическое поле. Если напряженность поля в диэлектрике превышает пробивную напряженность диэлектрика, происходят пробои поверхности мишени. Уменьшение плотности тока позволяет снизить количество микропробоев мишени.

### **1.6. Тонкопленочные и молекулярно-напыленные термоэмиссионные катоды**

В работе [2] исследован молекулярно-напыленный оксидный катод (М-катод) на никелевом керне, изготовленный ионно-плазменным методом. Показано, что осажденное в вакууме оксидное покрытие представляет собой устойчивую на воздухе смесь карбонатов и окислов со стандартным процентным соотношением атомов ЩЗМ (бария – 47, стронция – 43, кальция – 10). Разброс значений работы выхода поверхности М-катада не превышает 0,01 эВ, в то время как у ОК эта величина составляет 0,2 эВ.

Эмиссия и структура тонких пленок окиси бария, нанесенных на никелевую подложку исследовалась в работе [42]. Испарение окиси бария производилось с платинового керна. Максимальная толщина пленки составляла 51 монослой. Установлено, что напыление на никель нескольких монослоев окиси бария резко увеличивало эмиссию. При дальнейшем напылении она увеличивалась медленнее, а после нанесения 27 монослоев уровень эмиссии не изменялся. Исследования структуры пленок показали, что она зависела от температуры при которой происходило осаждение. До температуры 450 °К, пленка была в аморфном состоянии. При повышении температуры образца до 800 °К, ее структура перешла в кристаллическую. Кристаллы окиси бария имели определенную ориентацию в соответствии с ориентацией подложки, а размер кристаллов не превысил 10 атомных слоев.

В работе [43] проводились исследования термоэмиссионных характеристик тонких пленок. Осаждение ВаО проводилось с платиновой спирали на подложку из вольфрама. Работа выхода пленок измерялась методом контактной разности

потенциалов. При напылении 1,5 – 2 монослоев окиси бария работа выхода подложки уменьшалась до 1,7 – 1,9 эВ. Повышение температуры пленок до 1000 °К снижало работу выхода на 0,2 – 0,3 эВ. При длительном прогреве подложки ее работа выхода повышалась из-за испарения окиси бария.

При изготовлении покрытия ОК необходимо обеспечить стехиометрический состав оксидного слоя. В катодной технике наиболее часто применяют тройной оксид в составе: BaO – 47%, SrO – 43%, CaO – 10%. Поскольку упругость паров окислов ЩЗМ различна, получить пленку с заданным соотношением компонентов методом испарения смеси из одного источника невозможно.

Для изготовления пленок сложного состава хорошо подходит метод ионно-плазменного (катодного распыления) [44]. Этот способ обеспечивает схожесть состава напыленной пленки и состава распыляемой мишени, при этом обеспечивается высокая скорость нанесения и воспроизводимость пленок по толщине и составу. М-покрытия, получаемые при катодном распылении обладают лучшими свойствами по сравнению с термическим испарением, имеют хорошее сцепление с подложкой и однородную структуру, так как в этом процессе энергия распыленных частиц на 1 – 2 порядка больше, чем при испарении (0,2 – 0,3 эВ).

В отличие от стандартного оксидного катода, получаемого пульверизацией, катафорезом и другими способами со средним размером частиц в несколько микрометров и плотностью не более 2,8 г/см<sup>3</sup>, эмиссионное покрытие, получаемое ионно-плазменным методом, имеет плотность 3,9 – 4,5 г/см<sup>3</sup> [2]. Молекулярно-напыленное оксидное покрытие (МНОП) толщиной 0,8 – 1 мкм обладает оптической гладкостью поверхности, высокой эмиссионной однородностью, хорошим сцеплением покрытия с керном и отсутствием в покрытии вещества связи. Эти характеристики покрытия позволяют использовать его в малошумящих приборах СВЧ – ЦЗУ. К недостаткам МНОП некоторые авторы относят малый запас активного вещества и ограничение рабочей температуры 600 – 650 °С. При температурах более 700 – 750 °С продолжительность работы таких катодов существенно сокращается из-за испарения покрытия. При повышенных температурах для про-

должительной работы МНОК необходимая толщина покрытия должна быть более 1 мкм.

В работе [25] показано, что при высоких температурах электропроводность ОК определяется проводимостью по порам, а при низких – по зернам и поверхности зерен. Для увеличения электропроводности оксидного покрытия в ОК необходимо создавать беспористую структуру окислов ЩЗМ, которая формируется в МНОК при ионно-плазменном напылении.

Авторы работы [45] провели исследование эмиссионных свойств оксидного катода на кернях из различных марок никеля, платины и на пленочных кернях, состоящих из подложки (тантал, сплав вольфрам-рений) с нанесенной на нее пленкой никеля или платины. Установлено, что оксидные катоды на кернях из никеля и платины обладают значительным разбросом эмиссионных параметров и низким средним уровнем эмиссии. Наличие в керне катода сотых долей процента активных примесей (керн из сплава НВ) позволило получить эмиссионные параметры схожие с катодами на керне из сплава НИКА. Оксидные катоды на пленочных кернях показали высокие эмиссионные параметры. Подложка катода была изготовлена из тонкой фольги ВР-27, на которую наносилась пленка платины толщиной 0,3 мкм. Оксидное покрытие на керн наносилось из молекулярного пучка в вакууме. Катоды с пленочным платиновым кернем показали долговечность более 3000 часов при температуре 900 – 920 °К и отборе тока плотностью 100 ма/см<sup>2</sup>. В режиме пространственного заряда с катода отбирался ток плотностью 0,5 А/см<sup>2</sup> при температуре катода 970 – 1000 °К.

В работе [46] исследована долговечность МНОК на пассивных и активных (с присадкой кальция и бария) никелевых кернях в зависимости от толщины покрытия, температуры катода и плотности отбираемого тока. Долговечность МНОК увеличивается пропорционально квадрату толщины покрытия и уменьшается при увеличении температуры катода. В ходе исследования авторы не обнаружили влияния на долговечность катода примеси активатора в керне и плотности отбираемого тока в диапазоне 0,1 – 1,0 А/см<sup>2</sup>.

В работе [47] показано, что при отборе эмиссионного тока до  $2,5 \text{ A/cm}^2$  с молекулярно-напыленного катода (МНОК) на никелевом керне с толщиной покрытия  $2,5 \text{ мкм}$  происходит охлаждение катода. На основании этих данных проведен расчет электропроводности МНОК, которая оказалась при  $850 \text{ }^\circ\text{C}$  равной  $2 \cdot 10^{-3} \text{ ом}^{-1} \text{ см}^{-1}$ , что на порядок выше чем у покрытия пористого ОК.

В работе [48] проводилось исследование процесса испарения М-покрытия на катодах с кернами из никеля легированными барием и цезием. Внедрение ионов бария и цезия в керн производилось с помощью установки ионного легирования с энергией ионов от  $10$  до  $45 \text{ кэВ}$  и дозой облучения  $0,1 - 10 \text{ мКл см}^{-2}$ . Керна изготовлялись из никеля марки НО. Толщина оксидного покрытия, наносимого ионно-плазменным напылением, составляла от  $0,8$  до  $2,7 \text{ мкм}$ . Установлено, что ионное легирование керна МНОК барием и цезием сокращает время активирования, уменьшает разброс параметров эмиссии и увеличивает эмиссионную активность. Лучшие эмиссионные параметры в приборах с вакуумом не хуже  $10^{-8}$  мм рт. ст. показали катоды, легированные цезием (работа выхода равна  $1,37 \text{ эВ}$  при  $623 \text{ }^\circ\text{K}$ , время активирования  $0,5 - 1,5 \text{ ч}$  при  $T=1073 \text{ }^\circ\text{K}$ ). При масс-спектрометрических измерениях активирование катодов отбором тока не проводилось с целью исключения влияния электрического поля и тока на характер испарения. При измерении скорости испарения установлено, что основной компонентой испарения на пассивном и ионно-легированном керне МНОК является окись бария, а на кернах с восстанавливающей присадкой кальция (НИКА) преобладает испарение бария (при температуре катода около  $1000 \text{ }^\circ\text{K}$ , скорость испарения Ва превысила скорость испарения ВаО в  $10$  раз). Однако данный метод изготовления МНОК не нашел применения в производстве из-за сложностей изготовления, технологических трудностей и плохой повторяемости эмиссионных результатов.

Согласно [49], с помощью масс-спектрометрической методики исследовано испарение компонентов М-покрытий на кернах из НО (содержание углерода и магния  $0,01 \text{ вес. \%}$ , а остальных примесей меньше  $0,003 \text{ вес. \%}$ ) и НИКА (содержание кальция  $0,05 \text{ вес. \%}$ ). Толщины напыленных покрытий составляли  $0,8; 1,9$  и

2,7 мкм. Показано, что скорость испарения Ba и Sr с катодов на активных и пассивных кернах зависит от толщины М-покрытия, уменьшаясь с увеличением толщины пленки, а испарение из пленки гидратов окиси бария не зависит от толщины покрытия.

В работе [50] исследованы эмиссионные свойства торцевого МНОК с диаметром эмиссионной поверхности 1 мм с толщиной покрытия 0,5 – 6 мкм на кернах из пассивного (НО) и активного (НИКА, НО легированного барием) никеля. Авторы утверждают, что в экспериментальных диодах в режиме, близком к насыщению МНОК (М-катод) позволяет отбирать токи плотностью 100 – 200 мА/см<sup>2</sup> при температуре 870 – 920 °К. Экспериментально измеренная долговечность катода составила несколько тысяч часов. При толщине покрытия превышающей 2,5 – 3 мкм адгезия покрытия к керну снижалась, поэтому эмиссионный слой толщиной 3 – 5 мкм наносился на керны, покрытые тонким слоем щавелокислого никеля, отожженные затем в водороде при 1270 °К. Шероховатость поверхности керна составляла 2 – 3 мкм. Установлено, что М-катод по эмиссионным свойствам близок к стандартному ОК, однако имеет ряд особенностей. МНОК имеет более высокую эмиссионную активность в низкотемпературной области (менее 900 °К) и меньшую активность в высокотемпературной области. Данный факт объясняется тем, что покрытие МНОК в меньшей степени разогревается проходящим током, что обуславливает меньшую величину эмиссии в высокотемпературной области и линейную температурную зависимость работы выхода. МНОК имеет близкий к нормальному коэффициент Шоттки. Изменение толщины М-катода существенно влияет на скорость активирования. Катоды с толстым покрытием 3 – 6 мкм по времени активируются в 2 раза дольше (15 – 20 часов). На скорость активирования влияет и материал керна. На ионнолегированном барием керне марки НО скорость активирования была наибольшей, наименьшей – на керне марки НО без легирования. Температурная зависимость работы выхода МНОК линейна в диапазоне температур (300 – 1100 °К) и описывается уравнением, эВ:



$$\varphi_T = (1,12 \pm 0,02) + (4,4 \pm 0,3)10^{-4} \cdot T \quad (1.1)$$

Авторы работы [51] провели масс-спектрометрические исследования продуктов испарения МНОК с помощью масс-спектрометра МИ-1201 с диапазоном регистрируемых масс 2 – 720 а. е. м. и предельным вакуумом в камере  $10^{-6}$  Па, которые подтвердили, что основными продуктами испарения МНОК являются ВаО, Ва и Sr. При формовке катода наблюдалось испарение небольшого количества ВаСl. Показано, что применение хлор- и фторсодержащих соединений в технологии изготовления катода приводит к значительному увеличению испарения бариевого компонента в виде ВаСl и ВаF.

Авторы работы [52] исследовали влияние температуры подложки на микроструктуру и эмиссионные свойства пленок (ВаSr)О при совместном магнетронном распылении двух мишеней из бария и стронция в среде аргона и кислорода. Показано, что наилучшими эмиссионными свойствами обладают покрытия, осажденные при температуре подложки 700 °С. Тонкие пленки оксида бария-стронция (ВаSr)О толщиной около 1 мкм наносились на вольфрамовые подложки с использованием ВЧ магнетронного напыления для применения в термоэлектронных катодах. В процессах осаждения использовались температуры подложки в диапазоне от 25 до 700 °С для создания оксидных пленок с различной морфологией поверхности и кристаллическими структурами. Пленки исследовались методом СЭМ, морфология их поверхности коррелировала с их термоэмиссионными свойствами. Полученные результаты показали, что морфология поверхности и кристаллическая структура оксидных пленок сильно влияют на эмиссионные свойства. Оксидная пленка, нанесенная при низкой температуре подложки 25 °С, имела шероховатую поверхность и кристаллическую структуру, состоящую из нанозерен. При более высоких температурах подложки оксидные пленки демонстрировали гладкую поверхность и плотно упакованные кристаллические структуры с более крупными зернами. С увеличением температуры осаждения эмиссионных пленок работа выхода оксидных пленок снижалась, а плотность эмиссионного то-

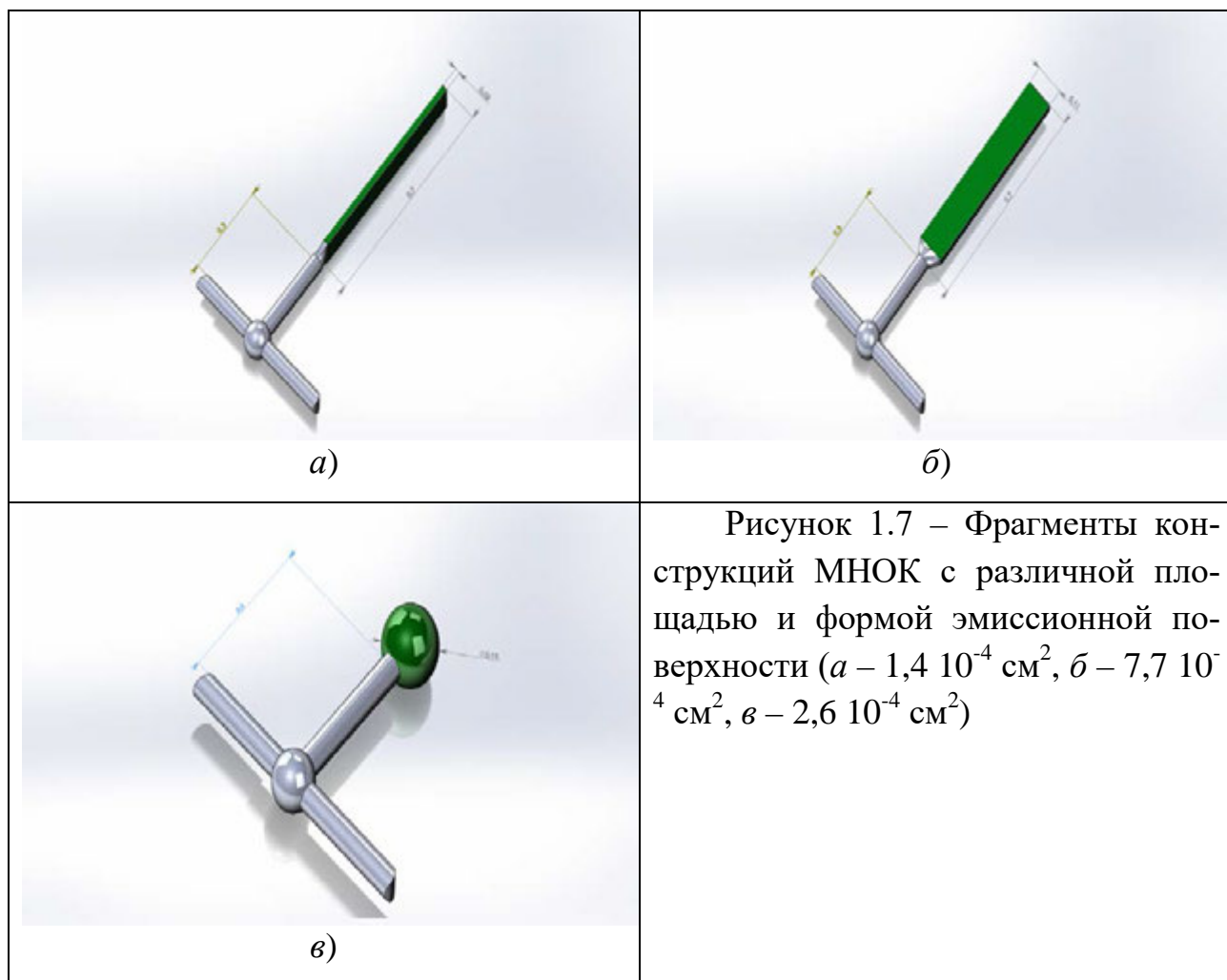
ка увеличивалась. Катоды с пленкой (BaSr)O, напыленной при 700 °С показали наименьшую работу выхода 1,57 эВ и наибольшую плотность эмиссионного тока 1,60 А/см<sup>2</sup> при 1198 °К в электрическом поле 0,88 В /мкм. Однако долговечность катодов была низкой, плотность эмиссионного тока и работа выхода тонкопленочных катодов (BaSr)O были стабильны в течение времени испытаний 8 ч.

В работе [53] исследовалась эмиссионная способность термоэлектронного катода, состоящего из вольфрамовой ленты и осажденных на нее вертикально ориентированных углеродных нанотрубках (УНТ) диаметром 100–200 нм и высотой 3 – 5 мкм, с последующим напылением на поверхность тонкой пленки оксидных материалов с низкой работой выхода. Для выращивания УНТ использован метод химического осаждения из паровой фазы, для напыления оксидного покрытия толщиной около 50 нм применялся метод магнетронного распыления. По мнению авторов, покрытие из оксида бария-стронция в сочетании с большим эффектом Шоттки индуцированным УНТ приводит к резкому увеличению термоэлектронной эмиссии. Ток катода величиной до 325 мА получался с эмиссионной поверхности площадью 0,0727 см<sup>2</sup> при 1380 °К, что эквивалентно плотности тока эмиссии 4,5 А/см<sup>2</sup>.

Авторы исследования [54] описали работу термоэмиссионных тонкопленочных катодов на основе (Ba,Sr,Ca)O и Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, изготовленных ВЧ распылением. Испытанные диоды с тонкопленочным катодом на подложке Si с нанесенной пленкой Ti и Ta при рабочей температуре катода от 900 до 1100 °К позволили получить ток 0,1 мА/см<sup>2</sup>. При этом работа выхода исследуемого эмиссионного покрытия составила 1,8 эВ.

В работе [55] рассмотрена технология синтеза методом резистивного испарения тонких пленок оксидов калия и цезия, обеспечившая работу выхода менее 2 эВ. Авторами проведена количественная оценка плотности тока, испускаемого нагретыми оксидами, в зависимости от температуры. Показано, что работа выхода подложки из кремния с нанесенными пленками оксидов снизилась почти на 3 эВ, максимальная плотность тока составила 3,6 мА/см<sup>2</sup> при 799 °К для пленок K<sub>2</sub>O<sub>2</sub> и 12,8 мА/см<sup>2</sup> при 698 °К для пленок Cs<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

В настоящей работе для осаждения эмиссионного покрытия (М-покрытия) на керны катодов по замкнутой поверхности (рисунок 1.7), применялась модернизированная установка напыления УВН УРМ 3279 (рисунок 1.8).



При напылении катоды вращались со скоростью 2 – 4 оборота в минуту. Схема установки показана на рисунке 1.8. Установка позволяет производить напыление в смеси газов аргона/ксенона и диоксида углерода.

Прототип конструкций катодов, изображенных на рисунке 1.7 впервые был предложен авторами в патенте [56].

В работе [57] приведены результаты испытаний МНОК на срок службы в зависимости от температуры катода, плотности токоотбора и толщины эмиссионного покрытия. Проведен тепловой расчет вышеуказанной конструкции. Показано, что долговечность работы МНОК с ленточным электронным потоком шириной 30 – 50 мкм, толщиной МНОП 1 – 4 мкм, с плотностью тока до  $3 \text{ А/см}^2$  в не-

прерывном режиме составила 1000 – 1200 часов. Отмечена неповторяемость эмиссионных свойств таких катодов.



Рисунок 1.8 – Установка ионно-плазменного напыления эмиссионного покрытия МНОК

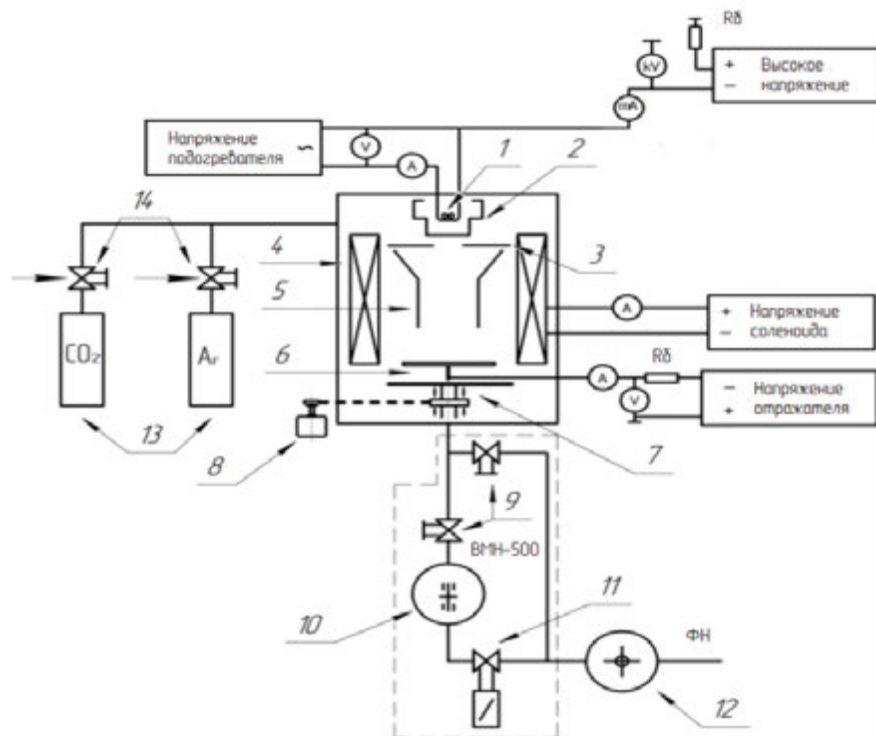


Рисунок 1.9 – Схема установки нанесения эмиссионного покрытия катодов: 1 – подогреватель; 2 – мишень; 3 – защитный экран; 4 – соленоид; 5 – подложка с катодами; 6 – отражатель; 7 – редуктор; 8 – электродвигатель; 9 – кран; 10 – турбомолекулярный насос; 11 – электромагнитный кран; 12 – форвакуумный насос; 13 – баллоны с газом; 14 – натекатели

## 1.7. Применение молекулярно-напыленных оксидных катодов в циклотронных защитных устройствах

В настоящее время МНОК применяется в ЦЗУ различных типов. На рисунке 1.9 показана функциональная схема работы ЦЗУ [1, 56].

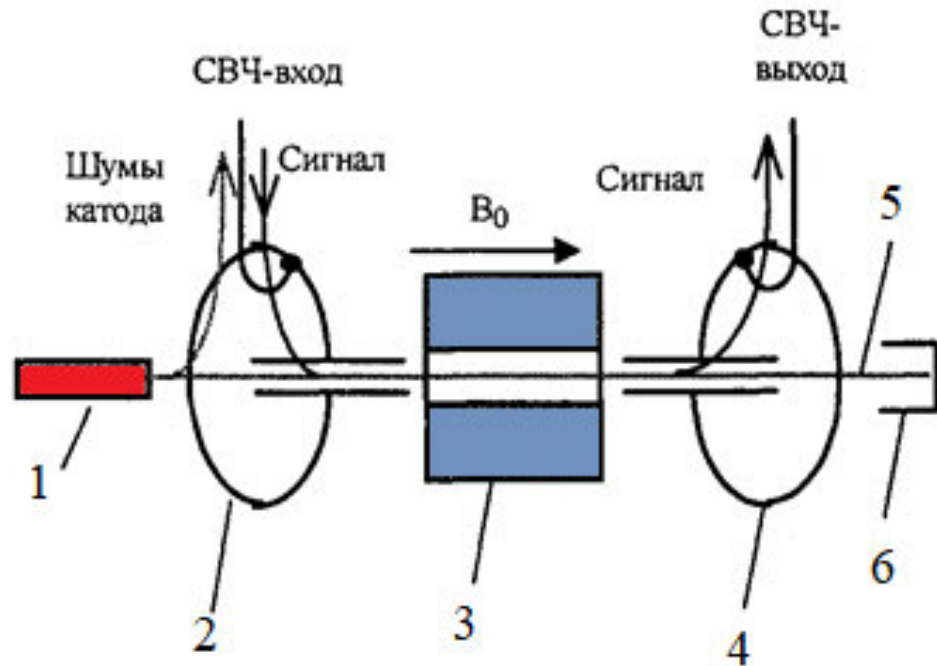


Рисунок 1.10 – Функциональная схема ЦЗУ: 1 – катодно-подогревательный узел; 2 – входной резонатор; 3 – разделительная секция; 4 – выходной резонатор; 5 – электронный луч; 6 – коллектор;  $B_0$  – вектор индукции магнитного поля [1, 58]

В электронной пушке ЦЗУ с помощью МНОК формируется тонкий ленточный электронный поток. Он проходит через входной резонатор, разделительную секцию, выходной резонатор и оседает в коллекторе. С целью снижения шумовой температуры в области катода повышается индукция магнитного поля. ЦЗУ устанавливаются во входных каскадах приемников РЛС в качестве устройств, которые обеспечивают защиту от СВЧ-перегрузок и усиливают сигнал с малым коэффициентом шума. Преимуществом данных вакуумных СВЧ-приборов является сверхмалое время восстановления их чувствительности после воздействия СВЧ-перегрузки, что позволяет создавать РЛС с высокой частотой повторения импуль-

сов и длительностью импульсов от единиц наносекунд до миллисекунд [1]. По сравнению с газоразрядными и полупроводниковыми защитными устройствами в ЦЗУ отсутствует пик просачивающейся мощности, поскольку в нем конструктивно разнесены входной и выходной резонаторы, а передача СВЧ-сигнала осуществляется посредством электронного луча в вакууме [58].

В настоящее время применению МНОК в ЦЗУ нет альтернативы, поскольку они имеют низкую рабочую температуру, микронные размеры эмиссионной поверхности (0,02 x 0,7 мм), четко очерченную границу покрытия толщиной до 1 мкм с током электронного луча 150 – 300 мкА.

Применяемый в ЦЗУ МНОК является наиболее эффективным из ОК с минимальной работой выхода (1,3 – 1,4 эВ), малым временем готовности (1 – 1,5 сек.), имеет малую массу (0,34 мг), минимальную мощность потребления (0,1 Вт), минимальный разогрев оболочки СВЧ-прибора при рабочей температуре до 650 °С.

Однако МНОК также имеет недостатки и особенности эксплуатации. Для хорошей работы МНОК в ЦЗУ необходим вакуум не хуже  $10^{-8}$  –  $10^{-9}$  мм рт.ст. МНОК недостаточно стоек к электронной бомбардировке, так как при этом происходит распыление активного покрытия. Его невозможно использовать повторно при возникновении течи в приборе, так как эмиссионные свойства МНОК необратимо ухудшаются из-за гидратации покрытия.

Для улучшения параметров ЦЗУ и эмиссионных свойств МНОК необходимо повышение плотности отбираемого тока с катода, долговечности, надежности катодного узла. Для этого необходимо дальнейшее снижение электрического сопротивления оксидного слоя, повышение теплопроводности и оптимизации запаса активного вещества в катоде. Необходимо совершенствовать технологию откачки, обезгаживания, активирования и конструкцию МНОК.

Для дальнейшего совершенствования работы МНОК необходимо улучшение его эмиссионных, поверхностных, объемных и прочностных свойств.

## **1.8. Методы исследования физико-химических и эмиссионных свойств МНОК**

При выполнении экспериментальных исследований применялись известные и специально разработанные методики и аппаратура. Для исследования структуры и свойств материалов использовались следующие методы: элементный состав эмиссионных покрытий определялся методом рентгеновского спектрального микроанализа (РСМА) с использованием микроанализатора INCA Penta FETx3 Oxford Instruments в качестве приставки к РЭМ; исследование элементного состава поверхности напыленных пленок проводилось методом Оже-электронной спектроскопии (ОЭС) на установке 09ИОС-10-005 (АО «НПП «ИСТОК»). Морфологию поверхности исследовали на растровом электронном микроскопе (РЭМ), производство JEOL и атомно-силовом микроскопе (АСМ) фирмы АИСТ-НТ (ФИРЭ им. В.А. Котельникова РАН). Для исследования фазового состава М-покрытий проводился анализ спектров комбинационного рассеяния (КР) записанных на приборе «Bruker Senterra micro-Raman system» (ИПТМ РАН, г. Черноголовка). Дифракционные измерения структуры образцов проводились на установке ДРОН-8 (АО «НПП «Исток») и ДРОН-6 (СПбГЭТУ, «ЛЭТИ»). Измерения толщины пленок осуществлялись с помощью микроинтерферометра МИИ-4. Измерения и исследование проводились при непосредственном участии в экспериментах автора диссертации.

## **1.9. Выводы по главе 1**

Из аналитического обзора следует, что на сегодняшний день в ЦЗУ актуальной является проблема повышения долговечности и надежности МНОК, а основными причинами, влияющими на долговечность МНОК являются: влияние материала и поверхности керна на эмиссионные свойства катода, влияние режимов осаждения эмиссионных покрытий на эмиссионные свойства, влияние материала и конструкции подогревателя на эксплуатационные и эмиссионные свой-

ства МНОК, рабочая температура катода, состав, скорость испарения активного вещества и вакуумные условия в ЦЗУ.

В результате проведенного научно-технического анализа, выявлено, что основными задачами, которые решают поставленную в диссертации цель являются следующие:

1. Исследование влияния на характеристики МНОК:

- повторного высокотемпературного отжига в водороде керна с пленкой иридия на эмиссионные свойства МНОК;
- технологических параметров ионно-плазменного напыления на микроструктуру, фазовый состав и эмиссионные свойства МНОК;
- отбора тока повышенной плотности на элементный состав и долговечность МНОК;
- воздействия СВЧ-мощности в резонаторе ЦЗУ на стабилизацию эмиссионного тока МНОК;

2. Разработка конструкций МНОК с повышенной механической устойчивостью и улучшенными эмиссионными и эксплуатационными параметрами для ЦЗУ.

3. Разработка промышленной технологии изготовления МНОК, обеспечивающей повышение стабильности эмиссионных параметров, надежности и долговечности работы МНОК в ЦЗУ.

Поэтому дальнейшие исследования по улучшению эмиссионных и эксплуатационных характеристик МОК были направлены на исследование вышеприведенных задач.



## ГЛАВА 2. ФАЗОВЫЙ, ЭЛЕМЕНТНЫЙ СОСТАВ И МОРФОЛОГИЯ ЭМИССИОННОЙ ПОВЕРХНОСТИ МНОК

### 2.1. Влияние высокотемпературного отжига керна на состав поверхности и эмиссионные свойства МНОК

Перед нанесением эмиссионного покрытия керны катодов из вольфрам-рениевого сплава ВР-27ВП были химически обработаны в трихлорэтилене, в растворе на основе перекиси водорода и отожжены в водороде при 1050 °С в течение 30 минут. После отжига на керны катодов была напылена пленка иридия толщиной 250 – 300 нм методом магнетронного напыления в атмосфере ксенона при давлении  $5 - 8 \cdot 10^{-4}$  мм рт.ст. Методом ионно-плазменного напыления в атмосфере аргона и  $\text{CO}_2$  на пленку иридия наносилось эмиссионное покрытие из карбонатной мишени  $(\text{Ba}, \text{Sr}, \text{Ca})\text{CO}_3$ , имеющей состав щелочно-земельных металлов соответственно 47, 45 и 8 %.

Были изготовлены две партии катодов и контрольные образцы в виде пластин толщиной 50 мкм размером  $12 \times 12$  мм из материала ВР-27ВП (WRe). В первой партии отжиг кернов катодов и пластин после нанесения пленки иридия не проводился. Во второй партии после напыления пленки иридия толщиной 0,25 – 0,30 мкм осуществлялся повторный отжиг при 1050 °С в течение 30 минут в остро осушенном водороде с точкой росы не выше –60 °С. Обе партии катодов устанавливались в макеты приборов с расстоянием анод – катод 0,1 мм и после технологических операций монтажа, заварки, откачки поступали на стенд термоэмиссионной тренировки. Каких-либо других различий при режимах напыления и проведения технологических операций в ходе монтажа, отжига деталей и откачки приборов не было, или они были минимизированы.

Эмиссионные характеристики получены для 6 катодов с отжигом после напыления Ir и без отжига (рисунок 2.1). Микронные размеры эмиссионной поверхности миниатюрных МНОК не позволили провести рентгеновское дифракци-

онное исследование и изучение поверхности с помощью оже-электронной спектроскопии непосредственно на катодах.

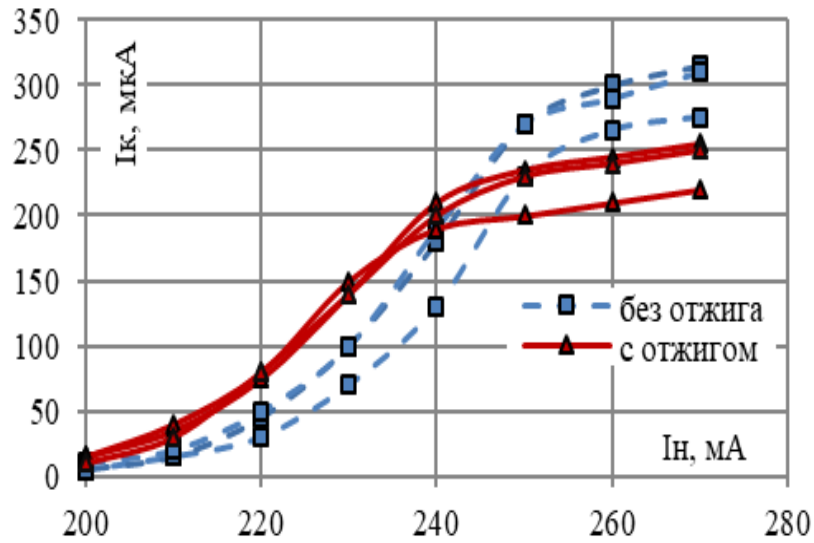


Рисунок 2.1 Неодкальные характеристики МНОК: красным цветом показаны МНОК с отжигом после нанесения на керн пленки иридия, синим пунктирным цветом – без отжига

Поэтому исследования проводились на образцах пластин, прошедших все перечисленные операции химической обработки, напыления иридия и отжига вместе с партиями катодов. Дифракционные измерения структуры образцов проводились на установке ДРОН-8 (рисунок 2.2, 2.3).

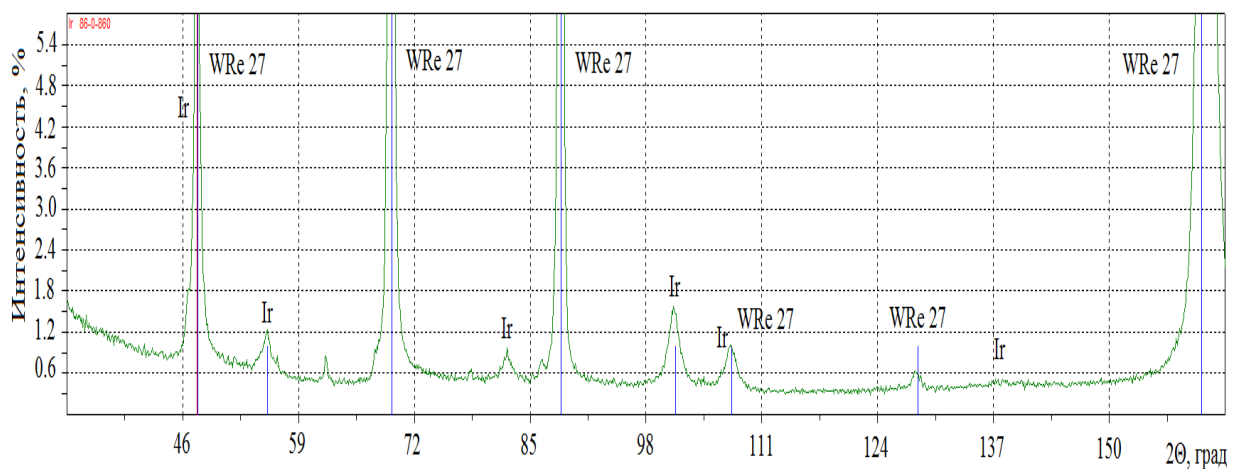


Рисунок 2.2 Дифрактограмма образца сплава WRe 27ВП с напыленной пленкой Ir без отжига

При измерениях использовалась рентгеновская трубка с материалом анода из Co, напряжение анода рентгеновской трубки  $U = 40$  кВ, ток анода рентгеновской трубки  $I = 20$  мА. Углы сканирования от  $33$  до  $164^\circ 2\theta$ . Рентгеновские дифрактограммы фиксировались в трех разных точках на каждом образце.

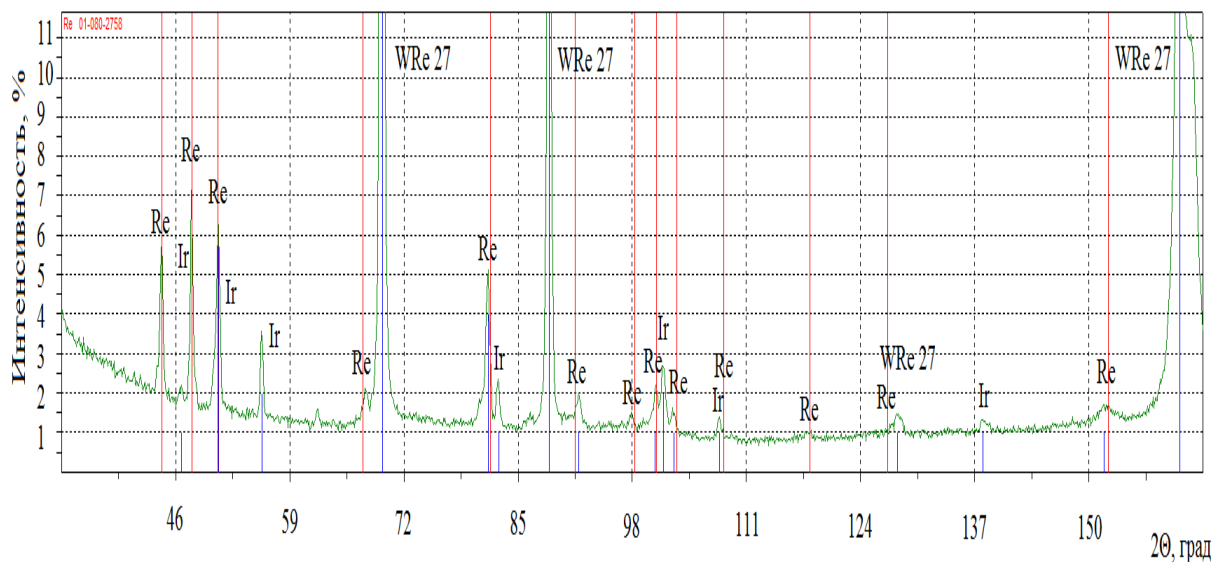


Рисунок 2.3 Дифрактограмма образца сплава ВР-27ВП с напыленной пленкой Ir после отжига при температуре  $1050^\circ\text{C}$  в течение 30 минут

Измерения оже-спектров образцов пластин ВР-27ВП были сделаны на установке 09ИОС-10-005. Основные преимущества оже-электронной спектроскопии (ОЭС) – высокая чувствительность при проведении элементного анализа приповерхностной области толщиной  $0,5 - 2$  нм, быстрота получения информации и возможность обнаружения всех элементов, следующих за гелием в таблице Менделеева. Оже-спектр дает надежную количественную информацию о составе приповерхностного слоя, а во многих случаях и сведения о химических связях.

Оже-анализ поверхности проводился при комнатной температуре с использованием первичного пучка электронов с энергией  $3$  кэВ и диаметром около  $20$  мкм. Для послойного анализа поверхности образцов использовался пучок ионов аргона с энергией  $3$  кэВ и диаметром  $400$  мкм. Оже-спектры и кривые распределения элементов W, Re, Ir в образцах показаны на рисунках 2.4 – 2.7.

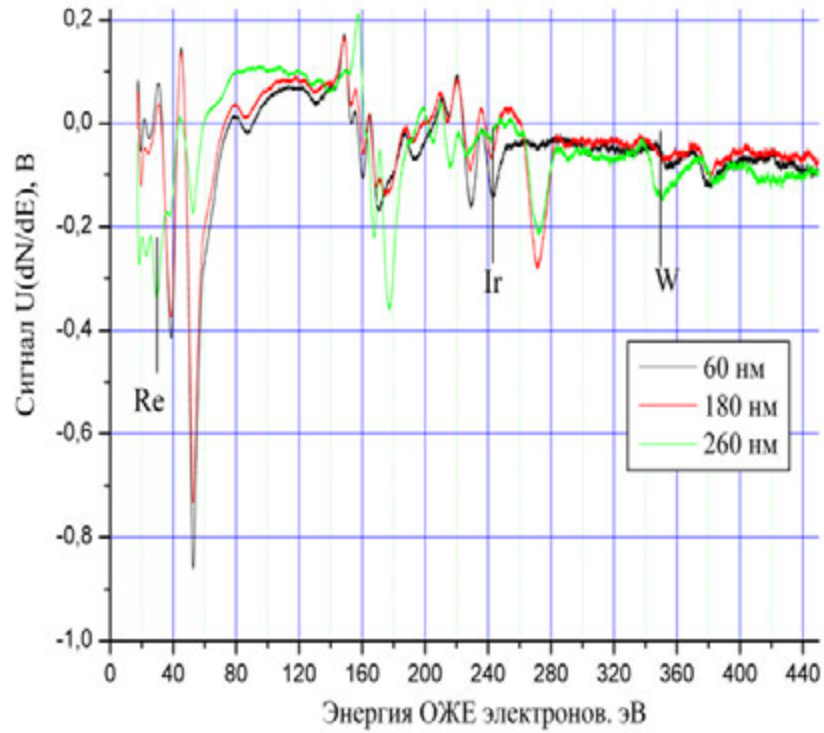


Рисунок 2.4 Оже-спектры контрольных образцов без отжига в зависимости от глубины травления поверхности пленки иридия

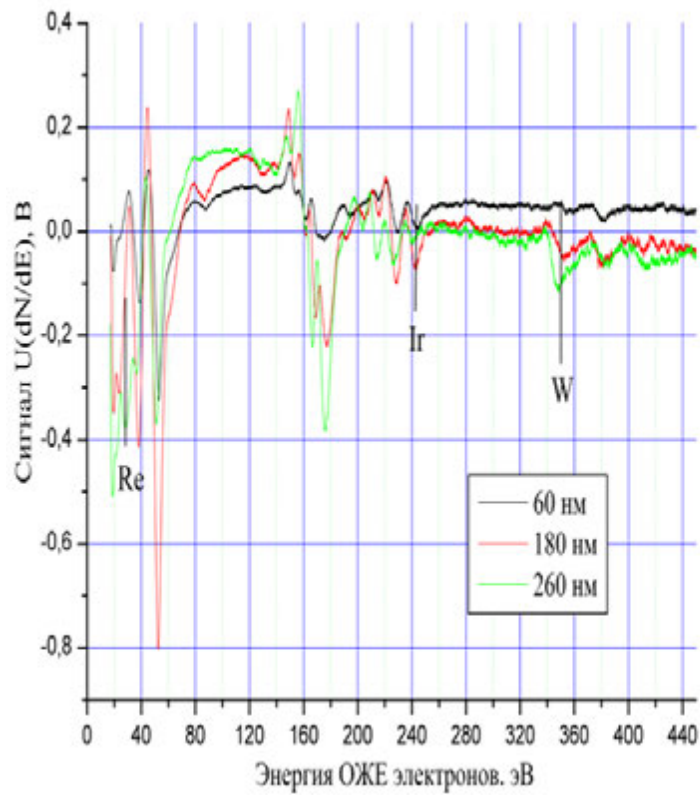


Рисунок 2.5 Оже-спектры контрольных образцов с отжигом в зависимости от глубины травления пленки иридия

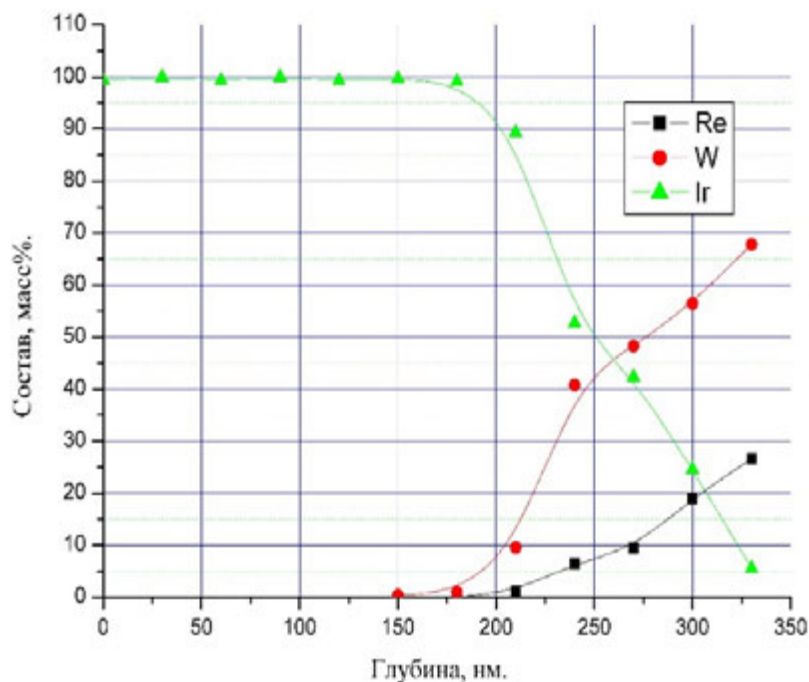


Рисунок 2.6 Профили концентрации образцов сплава ВР-27ВП, покрытых пленкой иридия, полученные из оже-спектров до отжига

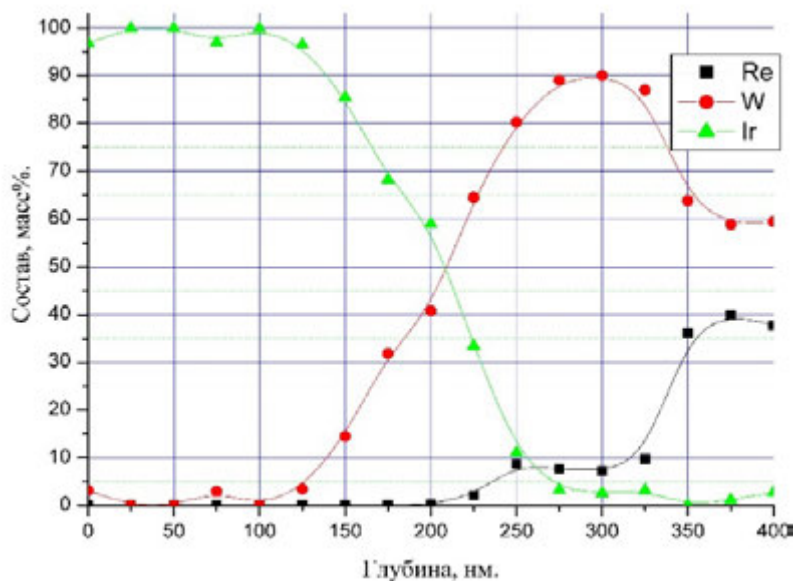


Рисунок 2.7 Профили концентрации образцов сплава ВР-27ВП, покрытых пленкой иридия, полученные из оже-спектров после отжига

Анализ графиков оже-спектроскопии и рентгеновской дифрактометрии образцов с пленкой иридия показал, что после температурного отжига в водороде в результате взаимной диффузии в слое иридия изменился состав. В сплаве ВР-27ВП произошло выделение фазы рения. В результате диффузионных процессов в

слое иридия возросла концентрация атомов вольфрама и рения. Концентрация W на поверхности Ir составила 3 – 4 %, атомов Re – 0,5 – 1 %.

В работе [59] показано, что в катодах рений замедляет процессы диффузии, не образует промежуточных соединений и поддерживает катод в активном состоянии в течение нескольких тысяч часов. Положительное влияние рения заключается также в том, что скорость испарения стронция из окиси стронция на рениевом керне почти на 2 порядка меньше чем на вольфрамовом керне [60].

Вольфрам активно реагирует с окислами ЩЗМ, что увеличивает генерацию атомов бария. Это приводит к усиленному испарению активного вещества из катода, снижает долговечность и эмиссионные свойства. В ходе восстановления окиси бария на границе керн катод-оксид может образовываться промежуточный слой вольфраматов  $BaWO_4$ , который является барьером и повышает сопротивление эмиссионного слоя [3].

Покрытие пленкой иридия керна в МНОК уменьшает отрицательное воздействие вольфрама на эмиссионный слой для обеспечения долговечности.

Анализ эмиссионных характеристик (рисунок 2.1) показал, что рабочая точка недокальных характеристик катодов с пленкой иридия без отжига составила 260 мА, что соответствует температуре 600 – 620 °С, а для катодов с отжигом – 245 – 250 мА (540 – 560 °С). Разность рабочих температур катодов с отжигом пленки иридия и без отжига составила 40 – 80 °С.

Характеристические точки недокальных характеристик МНОК с отжигом после нанесения Ir смещается в низкотемпературную область по сравнению с неотожженным керном, что связано с уменьшением работы выхода катодов.

На рисунке 2.8 изображена поверхность вольфрамрениевой пластины с покрытием пленки иридия без отжига в водороде. Поверхность пленки иридия пор не имела. При отжиге пластины с пленкой иридия и керна МНОК произошла взаимная диффузия атомов W, Re, Ir с образованием новой трехкомпонентной системы на поверхности, в которой часть атомов рения выделилась в виде отдельной фазы. После отжига поверхность пленки Ir приобрела мозаичность и пористость с диаметром пор 100 – 250 нм (рисунок 2.9).

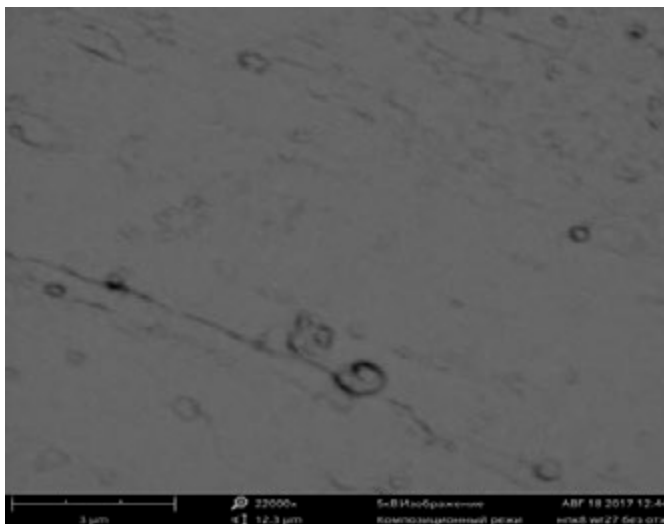


Рисунок 2.8 Изображения поверхности пленки Ir напыленной на пластину VR-27ВП до отжига, полученное методом РЭМ

При последующем напылении на такую пленку эмиссионного слоя МНОК показали улучшенные эмиссионные свойства и более быстрое время активирования (25 – 30 минут), чем катоды с пленкой иридия без отжига (45 – 50 минут). Время термоэмиссионной тренировки катодов составило соответственно 50 и 70 часов.

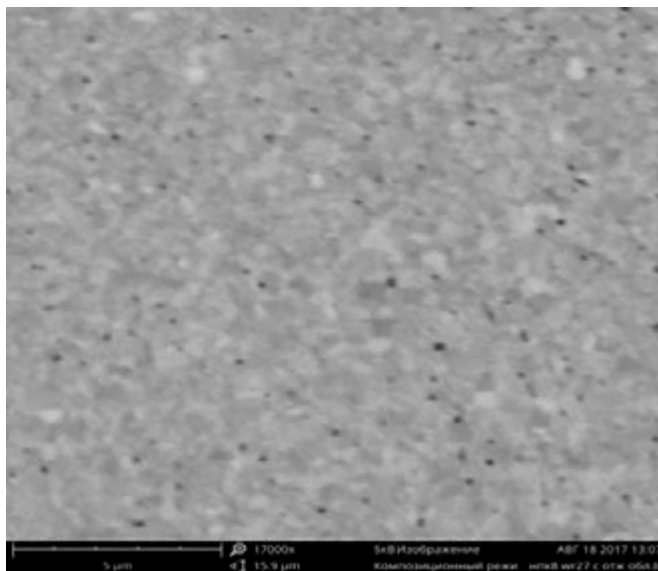


Рисунок 2.9 Изображения поверхности пленки Ir, напыленной на пластину VR-27ВП после отжига, полученное методом РЭМ

Уменьшение работы выхода МНОК, повышение эмиссионных и эксплуатационных характеристик связано также с изменениями в кристаллической структуре и морфологии поверхности (рисунок 2.9). Скорость

активирования МНОК зависит от толщины пленки иридия, температуры отжига и продолжительности отжига. Многочисленные натурные испытания показали, что оптимальными эмиссионными свойствами обладают катоды, температура отжига которых после нанесения пленки иридия составляет 1050 °С в течение 30 минут. Для получения оптимальных эксплуатационных и эмиссионных характеристик МНОК, толщина иридиевой пленки должна быть 250 – 300 нм. При напылении более толстых пленок иридия для получения необходимых эмиссионных свойств потребуются большие значения времени и температуры отжига. При меньших значениях толщины пленки иридия на керне МНОК долговечность катода будет уменьшаться из-за увеличения скорости диффузии атомов вольфрама в слой иридия и последующего его взаимодействия с оксидным слоем, увеличения концентрации свободного бария в ОС и повышения испарения активного вещества с поверхности катода.

Вышеуказанные изменения в морфологии и химическом составе пленки иридия способствовали ускоренному активированию и улучшению эмиссионных свойств МНОК. По сути, высокотемпературный отжиг пленки иридия подобранной толщины обеспечил последующий транспорт активной присадки (атомов вольфрама) от керна к оксиду (как и при технологии без отжига более тонкой пленки), но при этом позволил отказаться от длительной активировки и термоэмиссионной тренировки катода при повышенной температуре, удорожающей технологию и расходующей ресурс катода.

## **2.2. Исследование фазового, элементного состава и морфологии эмиссионных покрытий МНОК**

Образцы (пластины) из металлической фольги - сплава ВР-27ВП (WRe) толщиной 50 мкм, сапфира толщиной 0,5 мкм, кремния КЭФ-20 размером 6×6 мм предварительно были химически очищены, промыты деионизованной водой. После очистки образцы из вольфрамрениевой фольги отжигались в вакууме при



температуре 1050 °С в течение 30 минут. На два отожженных образца методом магнетронного напыления наносилась пленка иридия толщиной 0,25 – 0,3 мкм.

После нанесения пленки иридия образцы из WRe вновь отжигались при температуре 1050 °С в течение 30 минут. Эмиссионное покрытие (М-покрытие) на образцах из фольги WRe, Ir/WRe, сапфире и кремнии получали в смеси газов аргона и CO<sub>2</sub> ионно-плазменным методом при распылении мишени КТА-1 стандартного состава (Ba,Sr,Ca)CO<sub>3</sub> с соотношением элементов ШЗМ 47:45:8. Рабочее давление газа во время нанесения М-покрытия на образцы составляло 0,11 – 0,10 Па, время напыления покрытия – 3 часа. Температура медной подложки, на которой находились образцы при напылении, измерялась термопарой хромель-капель с погрешностью 3 – 5 % и составляла в конце процесса напыления 220 – 230 °С. Перед распылением мишени в установке напыления происходило термическое разложение карбонатов мишени в вакууме до окислов в течение 90 минут при ступенчатом повышении температуры мишени с 25 до 850 °С [61 – 63].

Потенциал мишени во время проведения напыления покрытия был равен 800 В, ток разряда 200 мА, ток соленоида составлял 0,4 А. Температура мишени, определяемая пирометром в течение процесса осаждения покрытия, равнялась 750 – 780 °С. При ионно-плазменном напылении эмиссионного покрытия (М-покрытия) металлические пластины и одна из пластин кремния находились на медной подложке на радиальном расстоянии 33 – 36 мм от центра подложки, пластина из сапфира и вторая пластина кремния находились на расстоянии 26 – 28 мм.

Фазовый состав М-покрытий на пластинах из металла и сапфира (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) исследовался методом рентгеновской дифракции с помощью установки ДРОН-6 на спектральной линии CuK $\alpha$ 1 ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ). Шаг сканирования составлял 0,02 градуса. На рисунке 2.10, а, б представлены данные измерений рентгенофазового состава образцов М-покрытия на сапфире без отжига и с отжигом в вакууме при температуре 650 °С и 800 °С. При рентгенофазовом исследовании установлено, что на подложке из сапфира формируется сложная система (Ba,Sr,Ca)CO<sub>3</sub>. Пленки

являются поликристаллическими, состоят из различных фаз как соединений, так и политипных модификаций одного и того же соединения.

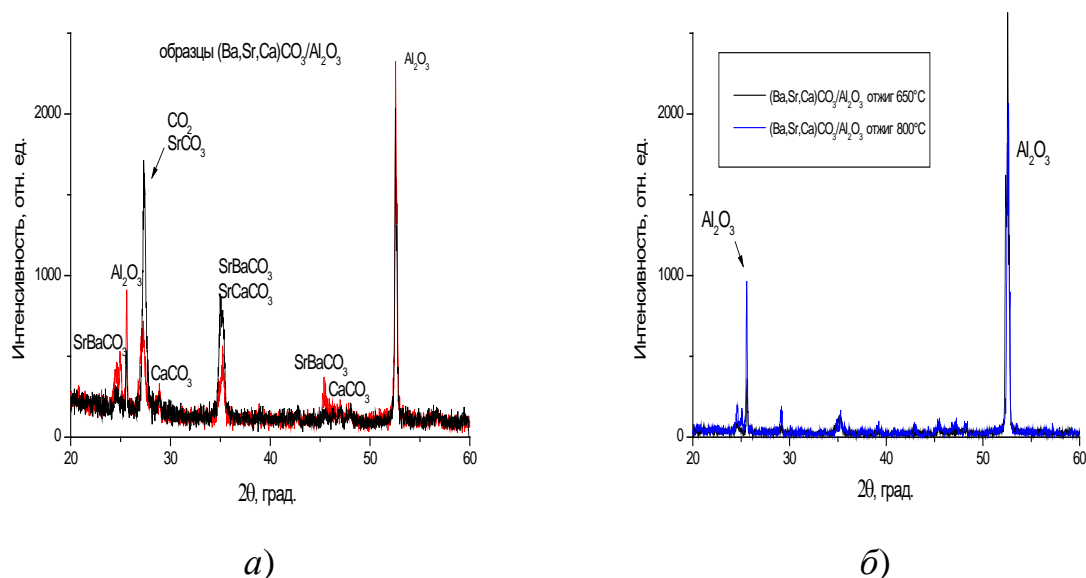


Рисунок 2.10 Рентгенофазовый состав образцов М-покрытия на сапфире: без отжига (а); с отжигом (б)

Полный фазовый состав установить не представляется возможным. В образцах присутствовали фазы (SrBa)CO<sub>3</sub> и (SrCa)CO<sub>3</sub> в арагонитовой модификации, фаза кальцита CaCO<sub>3</sub>, а также наличие простых оксидов Sr, Ba и Ca. Текстурированность пленки отсутствовала. Из анализа рисунка 2.10 следует, что после отжига изменились интенсивности пиков карбонатных фаз, что свидетельствует о незначительном перераспределении компонентов между фазами в образцах. Для М-покрытия на сапфире не обнаружено структурных и фазовых изменений в кристаллитах покрытия (рисунок 2.10, б).

На рисунке 2.11, а, б представлены данные измерений рентгенофазового состава образцов М-покрытия на подложках WRe и Ir/WRe. Было исследовано 2 образца эмиссионного покрытия (М-покрытия) на пластине Ir/WRe и 2 образца М-покрытия на WRe. Образцы с поликристаллической структурой без присутствия выделенной текстуры. Формирующийся состав пленок во многом аналогичен составу М-покрытия на подложке Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с некоторым количественным изменением компонентов между фазами. В отличие от пленок на сапфире, в М-покрытии выявлена кристаллическая фаза BaCa(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (рисунок 2.11, а). Отмеченные звездоч-

ками рефлексы на рисунке 2.11 обнаружены только на образцах с пленкой Ir. Их происхождение идентифицировать не удалось [64 – 65].

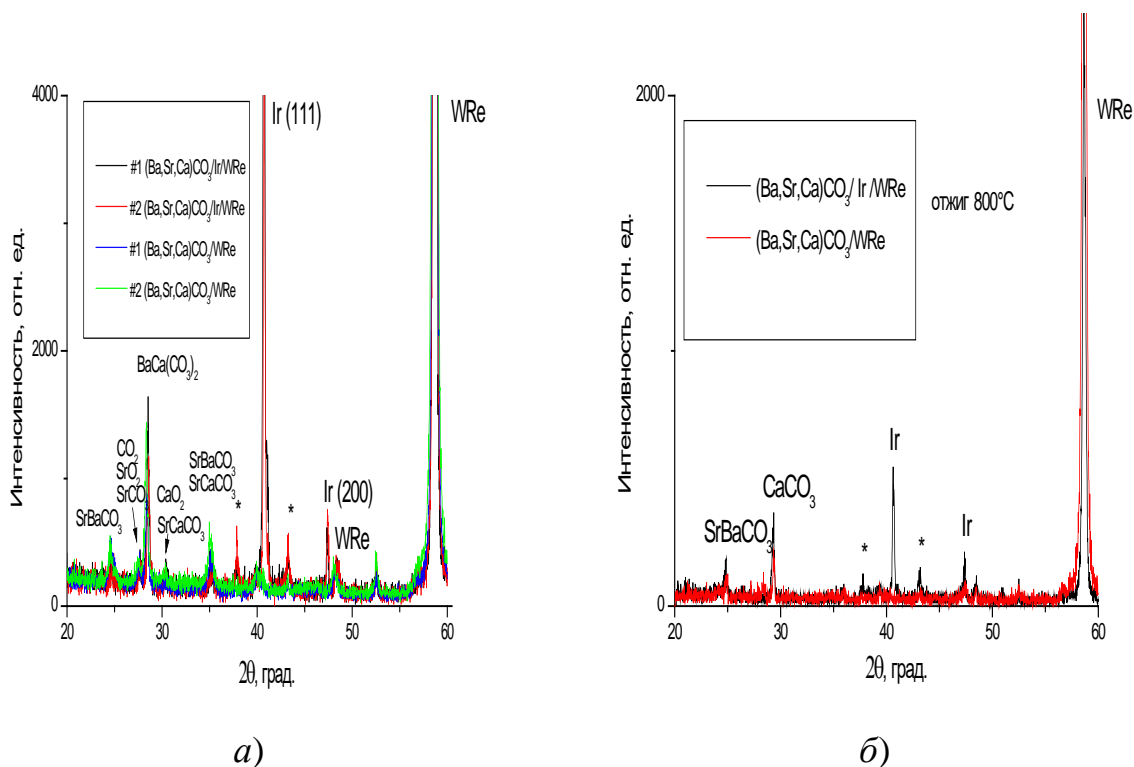


Рисунок 2.11 Рентгенофазовый состав образцов М-покрытия на подложках WRe и Ir/WRe: без отжига (а); с отжигом (б)

С целью исследования изменения структуры был проведен отжиг образцов М-покрытия на пластинах WRe, Ir/WRe и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в вакууме  $1 \cdot 10^{-6}$  Па. Образцы были нагреты до температуры 650 °С и 800 °С с выдержкой при данных температурах в течение 20 и 5 минут, соответственно. После охлаждения образцов со скоростью  $\sim 2$  °С/мин до комнатной температуры снова проводились измерения рентгенофазового состава. Кристалличность М-покрытия на WRe и Ir/WRe снизилась после отжига при 650 °С. Увеличение температуры отжига до 800 °С привело к изменению компонентного и фазового состава покрытий на WRe и Ir/WRe. В объеме М-покрытия (рисунок 2.11, б) отсутствовала фаза  $\text{BaCa}(\text{CO}_3)_2$ , ее компоненты перераспределились между фазами в кристаллических модификациях арагонита и кальцита. Фаза кальцита  $\text{CaCO}_3$  отсутствовала в М-покрытиях на WRe и Ir/WRe без отжига. В соответствии с этим можно заключить, что доля арагонитовой фазы в М-покрытии на сапфировой подложке, находившейся ближе к электронно-

оптической оси вакуумной камеры увеличилась по сравнению с М-покрытием на подложке Ir/WRe на радиальном расстоянии 33 – 36 мм.

### 2.2.1 Влияние морфологии поверхности и состава на эмиссионные свойства

Морфология поверхности образцов исследовалась на СЭМ S-3400N Hitachi (Япония) и АСМ фирмы АИСТ-НТ (Россия). Используя энергодисперсионную приставку Thermo к СЭМ S-3400N Hitachi исследован состав М-покрытий на 2-х пластинах кремния, расположенных на расстоянии 26 – 28 мм (№ 16S) и 33 – 36 мм (№ 16) от центра подложки (таблица 2.1, рисунок 2.12). При микроанализе покрытия на образце № 16 обнаружены атомы кремния из-за малой толщины эмиссионной пленки.

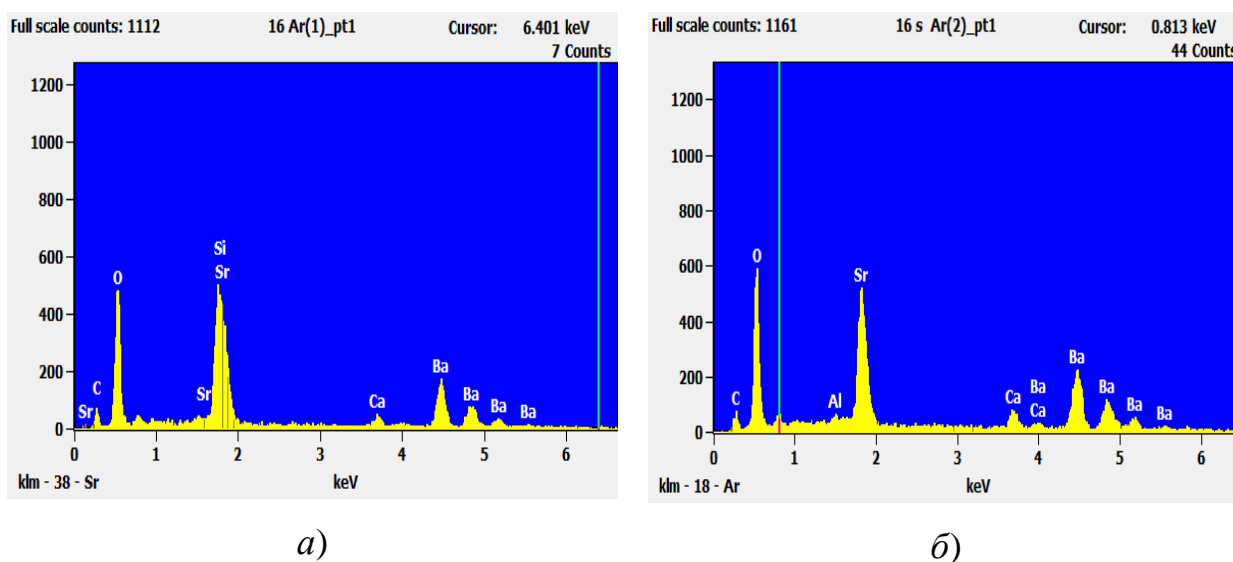


Рисунок 2.12 Элементный анализ М-покрытий на пластинах: № 16 (а) и № 16 S (б), на радиальных расстояниях 33 – 36 мм и 26 – 28 мм соответственно

Таблица 2.1

Элементный анализ М-покрытия

№16	C-K	O-K	Si-K	Ca-K	Sr-L	Ba-L
Weight %	8,2	25,7	10,4	2,1	18,9	34,7
Atom %	21,4	50,5	11,7	1,7	6,8	8,0
№16 S	C-K	O-K	Al-K	Ca-K	Sr-L	Ba-L
Weight %	6,1	24,7	0,4	2,5	23,2	43,1
Atom %	18,9	57,0	0,6	2,3	9,8	11,6

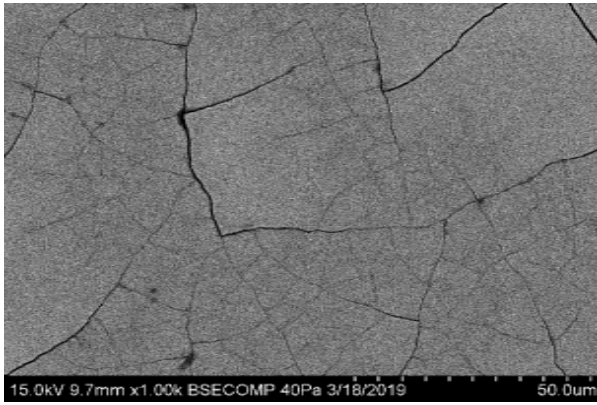
Из анализа рисунка 2.12 и таблицы 2.1 следует, что в покрытии на образце 16 отношение Ва/С (ат. %) и Ва/О составляет 0,37 и 0,16, соответственно. В покрытии на образце 16S отношение (ат. %) Ва/С и Ва/О составляет 0,61 и 0,20, соответственно. Известно, что осажденное (непрокаленное в вакууме) М-покрытие представляет собой смесь окислов и карбонатов ЩЗМ [5].

Медная подложка вакуумной камеры, на которой располагались образцы, показала максимальную температуру вблизи электронно-оптической оси (280 – 300 °С) из-за ее разогрева плазмой и электронной бомбардировки. При воздействии высокой температуры в зоне осаждения, ближайшей к центру, происходило разложение карбонатов М-покрытия с увеличением в нем доли оксидов. Энергодисперсионный микроанализ (рисунок 2.12, таблица 2.1) элементного состава образцов 16s и 16 показал, что с возрастанием расстояния от центра молекулярного потока возросло содержание атомов углерода. С увеличением радиального расстояния температура подложки и скорость напыления уменьшились. На радиальном расстоянии 26 – 28 мм скорость равна 14 – 17 нм/мин, а на расстоянии 33 – 36 мм – 4 – 8 нм/мин.

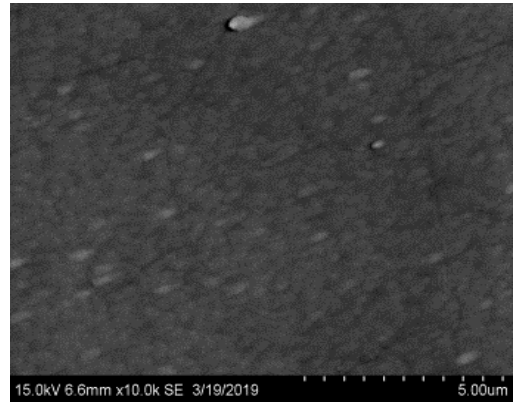
Известно, что тройной карбонат ЩЗМ может находиться в кристаллической модификации арагонита, кальцита и ватерита [66]. При рентгенофазовом исследовании образцов установлено, что М-покрытие состоит из фазы кальцита и арагонита.

Методами СЭМ и АСМ установлено, что М-покрытие на полированных образцах кремния, расположенных на расстоянии 33 – 36 мм от центра подложки имеет плотную мелкозернистую структуру толщиной 724 – 734 нм (рисунок 2.13, б, в), без пор, со среднеквадратичной шероховатостью 12,6 нм и средним размером зерен 78 нм (рисунок 2.13, б и 2.14, б).

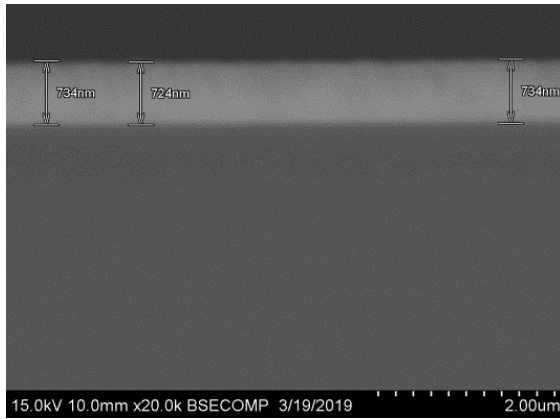
М-покрытия на образцах кремния, расположенных при напылении на расстоянии 26 – 28 мм от центра имели трещины на поверхности (рисунок 2.13, а). Толщина покрытия составила 2,7 мкм. Среднеквадратичная шероховатость покрытия равна 71 нм, средний размер зерен 226 нм (рисунок 2.14, а).



а)

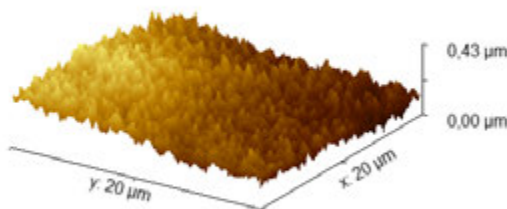


б)

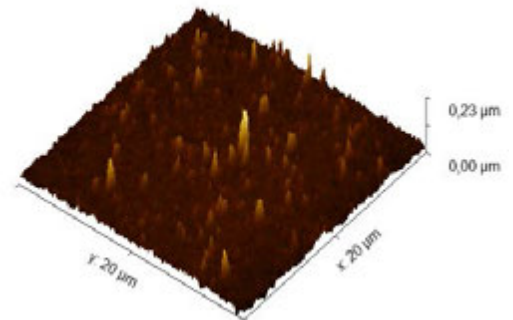


в)

Рисунок 2.13 СЭМ-изображения поверхностей М-покрытий на пластинах кремния, расположенных на расстояниях от центра подложки: 26 – 28 мм (а), 33 – 36 мм (б); поперечный скол М-покрытия б (в)



а)



б)

Рисунок 2.14 АСМ-изображения поверхностей М-покрытия на пластинах кремния, расположенных на расстояниях от центра подложки: 26 – 28 мм (а); 33 – 36 мм (б)

МНОК расположенные при осаждении М-покрытий на радиальном расстоянии 26 – 28 мм показали неудовлетворительную эмиссию (рисунок 2.15). Распо-

ложение МНОК при напылении на радиальном расстоянии 33 – 36 мм позволило изготавливать катоды, работающие с повышенной плотностью тока [67].

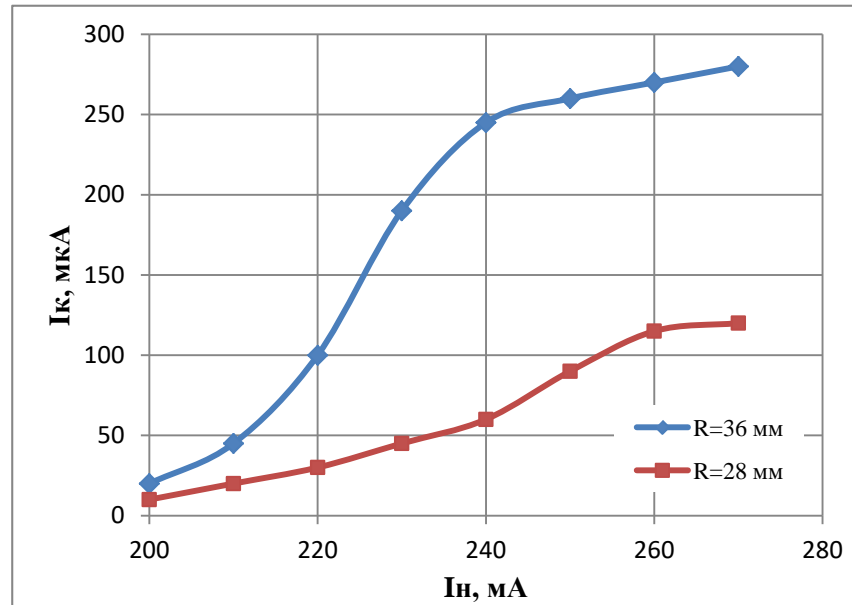


Рисунок 2.15 Недокальные характеристики МНОК на кернах Ir/WRe в зависимости от радиального расстояния во время осаждения М-покрытия

Для получения МНОК с высокими эмиссионными и эксплуатационными свойствами в описанной установке ионно-плазменного напыления, необходимо осуществлять осаждение М-покрытия на радиальном расстоянии 33 – 36 мм от центра подложки при температуре в данной зоне не более 260 °С.

### 2.3 Исследование возможности отбора тока повышенной плотности с МНОК

Испытания МНОК проводились в макетах ЦЗУ с медной оболочкой с отбором тока в непрерывном режиме. Расстояние анод-катод составляло 0,1 мм. Ток накала и анодное напряжение выбирались для каждого катода индивидуально. Контроль накала, анодного напряжения и катодного тока во время срока службы осуществлялся при помощи прибора В7-27. Температура катодов определялась по шкале пирометрирования с помощью прибора ВИМП-015 в инфракрасном диапазоне. На рисунке 2.16, а изображены недокальные характеристики катода с толщиной эмиссионного покрытия 0,35 мкм. Площадь эмиссионной поверхности 1,4

$10^{-4} \text{ см}^2$ . После 765 часов работы катода при температуре  $650^\circ\text{C}$  был осуществлен отбор тока  $700 \text{ мкА}$  при напряжении на управляющем электроде  $34,5 \text{ В}$ , на аноде  $50 \text{ В}$ . Ток катода в режиме  $5/22 \text{ В}$  ( $U_{\text{упр}}/U_a$ ) не изменился. После 2145 часов работы катода в режиме  $5/22$ , был отобран ток  $1000 \text{ мкА}$ , плотность тока составила  $7 \text{ А/см}^2$ . На рисунке 2.16, б изображены снятые при разных напряжениях на аноде недокальные характеристики катода со сферической эмиссионной поверхностью.

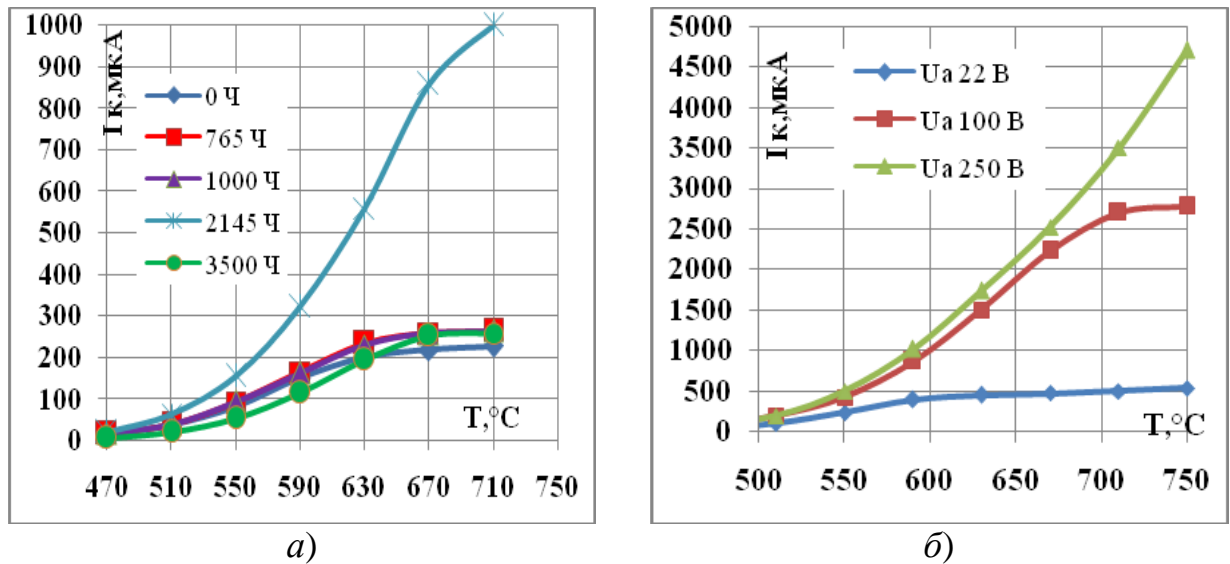


Рисунок 2.16 Недокальные характеристики стандартного МНОК с толщиной покрытия  $0,35 \text{ мкм}$  (а); МНОК с полусферической эмиссионной поверхностью радиусом  $65 \text{ мкм}$  толщиной покрытия  $2,7 \text{ мкм}$  (б)

Толщина М-покрытия  $2,7 \text{ мкм}$ , размер площади полусферической эмиссионной поверхности составляет  $2,65 \cdot 10^{-4} \text{ см}^2$ . Катодный блок без управляющего электрода. При температуре катода  $670^\circ\text{C}$  и анодном напряжении  $250 \text{ В}$  плотность тока составила  $9,4 \text{ А/см}^2$ . При температуре катода  $750^\circ\text{C}$  плотность тока составила  $17 \text{ А/см}^2$ .

На рисунке 2.17, а изображена недокальная характеристика катода с толщиной М-покрытия  $0,8 \text{ мкм}$  и эмиссионной площадью  $1,4 \cdot 10^{-4} \text{ см}^2$ . С токоотбором  $1400 \text{ мкА}$  катод работал  $1050$  часов при накале  $250 \text{ мА}$ , соответствующем температуре  $670^\circ\text{C}$  и анодном напряжении  $U_a = 26 \text{ В}$  при плотности тока  $10 \text{ А/см}^2$ . На рисунке 2.17, б изображена недокальная характеристика другого МНОК с толщиной покрытия  $0,8 \text{ мкм}$  и эмиссионной площадью  $1,4 \cdot 10^{-4} \text{ см}^2$ .



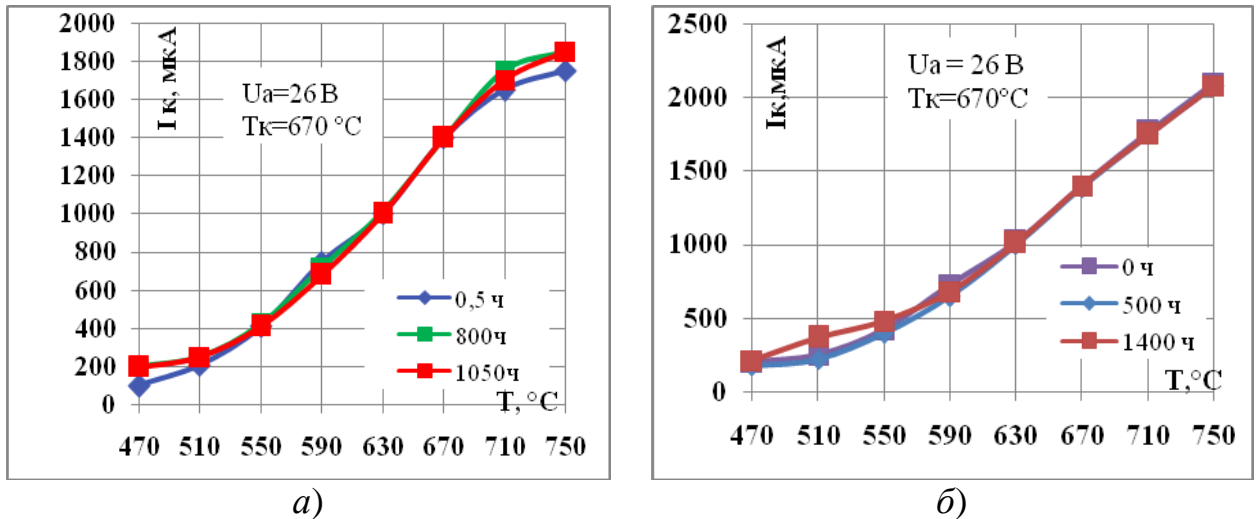


Рисунок 2.17 Неподающие характеристики МНОК толщиной покрытия 0,8 мкм: в макете (а); в ЦЗУ после воздействия СВЧ-мощности на входной резонатор (б)

После 400 часов работы при температуре 610 °С, температура катода была увеличена до 670 °С для отбора тока при  $U_a = 26$  В. Долговечность данного МНОК составила более 1400 часов при плотности тока 10 А/см<sup>2</sup>.

#### 2.4 Исследование влияния отбора тока повышенной плотности на состав поверхности и эмиссионные свойства МНОК

Исследованы МНОК изготовленные на ядрах из сплава ВР-20 ВП с нанесенной пленкой иридия с М-покрытием толщиной 0,8 – 1 мкм. Ядро крепилось к подогревателю из 50 мкм проволоки лазерной сваркой (рисунок 2.18).

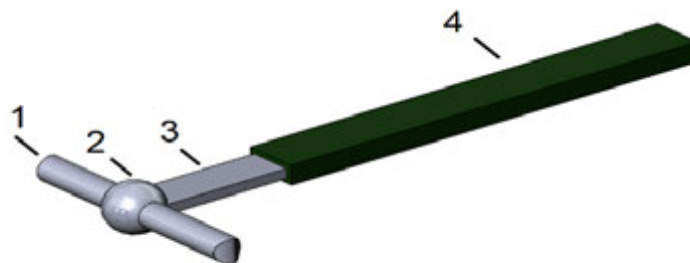


Рисунок 2.18 Фрагмент конструкции МНОК № 3: 1 - подогреватель; 2 - место сварки; 3 – непокрытая часть ядра; 4 - эмиссионное покрытие ядра

Осаждение М-покрытий проводилось в смеси газов Ar и CO<sub>2</sub> при давлении

0,11 – 0,13 Па из мишени состава  $(Ba,Sr,Ca)CO_3$  с соотношением элементов ЦЗМ 47:45:8. Конструкция ионно-плазменной установки и методика токоотбора с МНОК описаны в работах [67 – 69].

Определение элементного состава поверхности МНОК проводилось оже-спектрометром типа 09ИОСЗ при комнатной температуре в диапазоне энергии оже-электронов до 2000 эВ. Погрешность определения концентраций составляла 30 %. Энергетическое разрешение при снятии оже-спектров составляло 1 %, диаметр электронного луча на поверхности образца около 20 мкм. Параметры первичного пучка электронов выбирались равными 3 кВ и 2 мкА. Регистрация энергетического распределения электронов  $N(E)$  проводилась в дифференциальной форме, напряжение модуляции было равно 1 и 7 В. Оже-анализ поверхности осуществлялся при остаточном давлении в камере не хуже  $4 \cdot 10^{-6}$  Па.

Проведено исследование поверхности трех МНОК по всей длине покрытия кернов. Длина кернов катодов составляла 1 мм, длина покрытой части керна – 0,7 мм. М-покрытие представляло собой замкнутую поверхность по всей площади керна. По сравнению с серийными образцами катодов № 1 и № 2, катод № 3 имел увеличенную площадь эмиссионной поверхности –  $7,7 \cdot 10^{-4} \text{ см}^2$ . Катод № 1 – с непрокаленным М-покрытием, катод № 2 – после работы в макете ЦЗУ 1300 часов, катод № 3 – после срока службы 3530 часов. В установке ОЭС исследование поверхности МНОК № 3 проводили без травления и с травлением поверхностного слоя атомами аргона на глубину 50 и 100 нм.

Катод № 2 работал с отбором тока небольшой плотности ( $0,2 \text{ А/см}^2$ ) в непрерывном режиме в течении 1300 часов. За время его работы в макете прибора ухудшений по эмиссионным параметрам не выявлено. МНОК № 3 показал хорошие эмиссионные свойства в непрерывном режиме с начальной плотностью тока  $0,6 \text{ А/см}^2$ . После 500 часов работы с данного катода отбирался ток до  $14 \text{ А/см}^2$ . После повышенного отбора тока у катода № 3 произошло значительное падение эмиссии на сроке службы 1000 ч., однако он не снимался с испытаний до срока службы 3530 часов. После работы 3530 и 1300 часов оба катода были демонтированы из макетов для проведения исследований состава эмиссионной поверхности.

На рисунке 2.19, *а* показано распределение элементов на поверхности М-покрытия МНОК № 1, непосредственно после напыления, рассчитанное по ожэ-спектрам (рисунок 2.20, *а*). Исследовалась покрытая часть керна длиной 700 мкм, так как при нанесении М-покрытия часть керна от сварной точки (подогревателя) протяженностью около 300 мкм скрыта под маской оправки. Наибольшую концентрацию на эмиссионной поверхности имели активные элементы Ва, Sr, С и О. Среднее содержание атомов Са составило 5,2 % (масс.), таблица 2.2. Отношение средних значений концентраций элементов Ва:Sr:Са на эмиссионной поверхности составило 59:17:5. Среднее значение атомов железа на поверхности М-покрытия МНОК № 1 составило 3,2 % (масс.). Менее 1 % (масс.) составили концентрации Ni, N, Cu. На поверхности выявлено незначительное количество вредных для МНОК примесей – Cl, S в количестве 0,6 и 0,1 масс. %. Соотношение активных элементов МНОК № 1 вдоль поверхности керна постоянно в пределах точности измерений.

На рисунке 2.19, *б* показано рассчитанное по ожэ-спектрам (см. рисунок 2.20, *б*) распределение концентрации элементов на поверхности МНОК № 2 после срока службы 1300 часов при отборе тока плотностью 0,2 А/см<sup>2</sup>.

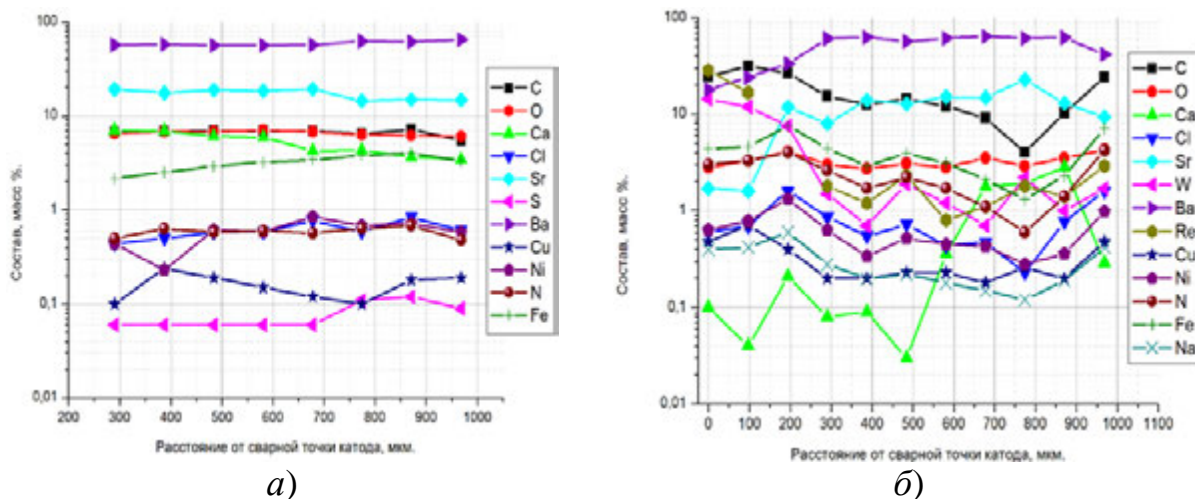
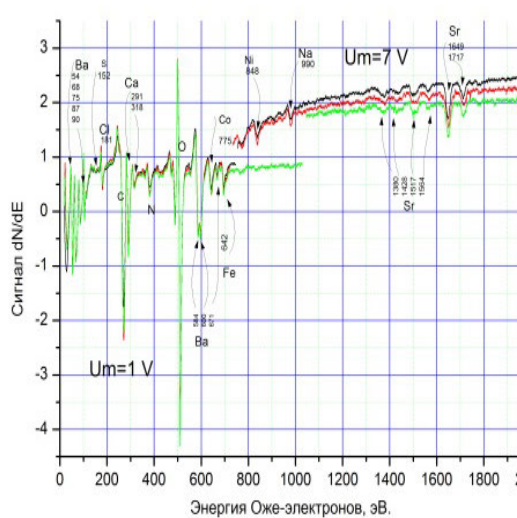


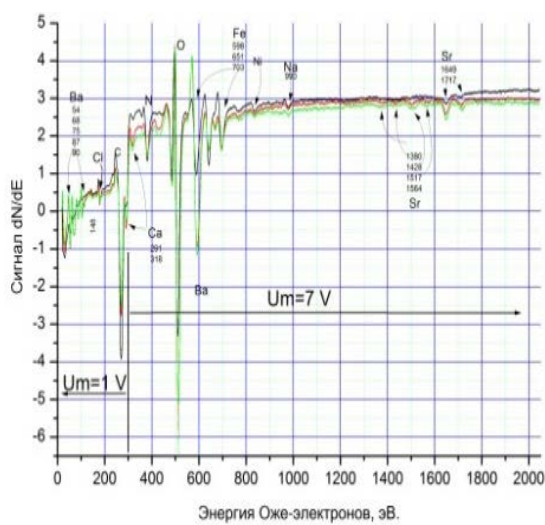
Рисунок 2.19 Концентрация элементов на эмиссионной поверхности: неотформованного МНОК № 1 (*а*); МНОК № 2 после срока службы 1300 часов (*б*)

Усредненный состав, % (масс.), эмиссионной поверхности после осаждения М-покрытия и работы МНОК с отбором тока

Элементы	На поверхности МНОК			На глубине 50 нм	На глубине 100 нм
	№ 1	№ 2	№ 3	МНОК № 3	МНОК № 3
C	6,6	12,7	8,7	7,6	5,4
O	6,5	3,2	1,7	6,9	8,8
Ca	5,2	0,9	2,9	9,7	12,0
Cl	0,6	0,7	-	-	-
Sr	17,1	13,7	27,3	20,9	16,6
W	<0,3	1,4	2,2	2,0	3,9
Ba	59,1	58,9	45,6	46,1	46,9
Re	<0,4	1,7	8,9	2,5	3,0
Cu	0,1	0,2	-	-	-
Ni	0,6	0,5	-	-	-
N	0,6	1,6	-	-	-
Fe	3,2	3,4	-	-	-
Na	0,2	0,2	-	-	-
S	0,1	-	-	-	-
Ir	-	-	2,3	3,6	3,6



а)



б)

Рисунок 2.20 Ожэ-спектры поверхности: неотформованного МНОК с осажденным М-покрытием (а), после срока службы 1300 часов (б)

Анализ рисунка 2.19, б показал, что на непокрытой части керна на длине 300 мкм от сварной точки после 1300 часов появляется пленка М-покрытия. Возможно, произошло осаждение элементов М-покрытия на участок керна при испарении покрытия или их миграция в процессе работы катода. На длине покрытия от 300 до 900 мкм от подогревателя концентрации Ва, Sr и других активных элементов, кроме Са (активатора) изменились незначительно.

Отношение средних значений концентраций элементов Ва:Sr:Са на катоде № 2 составило 59:14:1. Концентрация Ва и Sr возросла при удалении от подогревателя вдоль эмиссионного покрытия керна на протяжении 300 мкм. Около сварной точки подогревателя керны МНОК имели максимальную температуру (750 – 800 °С при отборе большой плотности тока, 550 – 600 °С при работе катода с небольшой плотностью).

В процессе работы МНОК с небольшой плотностью тока 1 – 3 А/см<sup>2</sup> температура на конце керна примерно на 20 – 30 °С меньше, чем в области сварной точки, что установлено пирометрированием катодов в стеклянной лампе. Ближе к подогревателю наибольшую концентрацию имеют атомы W, Re, С, Ва, наименьшую – атомы Са, Cu, Na, Cl (менее 1% (масс.)). Атомов Ir на поверхности М-покрытия МНОК № 2 не обнаружено. Концентрация кислорода на поверхности керна данного катода составила около 3,2 % (масс.), что меньше, чем у неотформованного МНОК № 1. В М-покрытии катода № 2 обнаружена концентрация атомов Fe (3,4 % (масс.)), что может быть связано с электронной бомбардировкой и распылением поверхности стального отражателя. Присутствие в М-покрытии незначительных концентраций Cu и Ni связано с распылением катода-мишени на никелевом керне и электронной бомбардировкой медной подложки во время ионно-плазменного напыления. Наличие атомов железа с концентрацией до 3,4 % (масс.) в М-покрытии не ухудшило эмиссионных свойств МНОК.

На рисунке 2.21, а показаны недокальные характеристики МНОК № 2 со сроком службы 1300 часов. После первых 50 часов работы произошло небольшое уменьшение эмиссии в низкотемпературной области, из-за выключения геттера. В течение 1300 часов работы МНОК происходил незначительный рост эмиссии. По-

сле 1300 часов работы катод был демонтирован из макета ЦЗУ для исследования элементного состава поверхности.

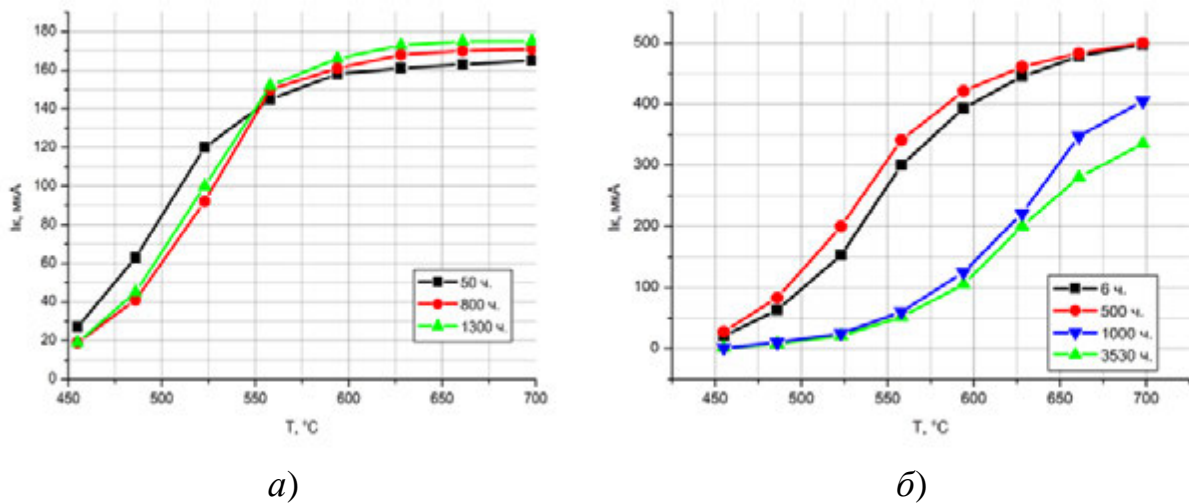


Рисунок 2.21 Эмиссионные характеристики: МНОК № 2 со сроком службы 1300 ч при отборе тока плотностью  $0,2 \text{ A/cm}^2$  (а), МНОК № 3 (3530 ч) после отбора тока плотностью  $14 \text{ A/cm}^2$  (б)

На рисунке 2.21, б представлены недокальные характеристики и результаты испытания на долговечность МНОК № 3 со сроком службы 3530 часов, которые свидетельствуют о падении тока эмиссии после 500 часов работы после отбора с катода тока плотностью более  $14 \text{ A/cm}^2$ .

На рисунке 2.22 показано изображение М-покрытия сразу после осаждения на МНОК, полученное с использованием СЭМ JEOL (Япония). Нанесение покрытия проводилось при давлении рабочего газа  $0,10 - 0,13 \text{ Па}$ . При большом увеличении ( $\times 300000$ ) выявлено, что зерна М-покрытия округлой формы имеют размеры около 10 нм. Шероховатость поверхности и размер зерен М-покрытия зависят от условий осаждения М-покрытия и степени полировки подложки. Однородная плотная структура М-покрытия с увеличенным размером контактирующей площади между кристаллами способствует лучшему перемешиванию фаз твердого раствора ЩЗМ, улучшает взаимодействие металл-оксид, транспортировку Ва и электронную проводимость. Эти свойства М-покрытия способствуют меньшей работе выхода и рабочей температуре МНОК, чем у ОК с пористым покрытием и позволяют отбирать токи большей плотности [67-68].



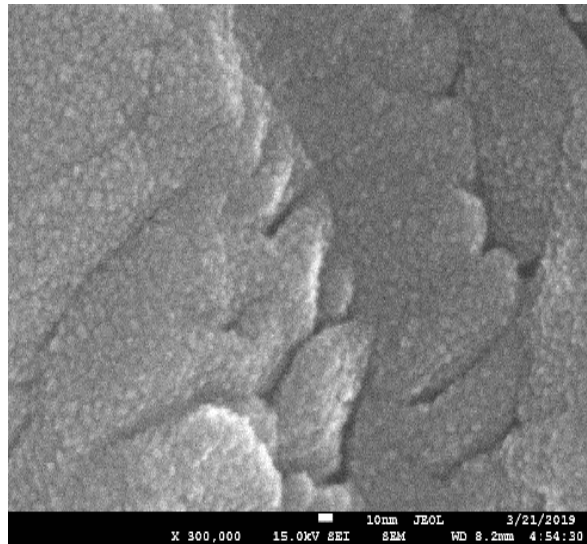
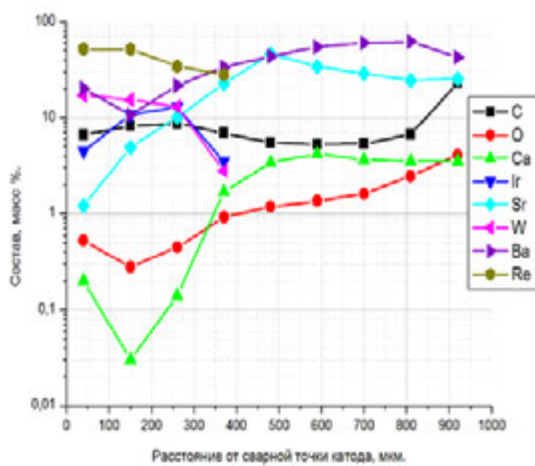
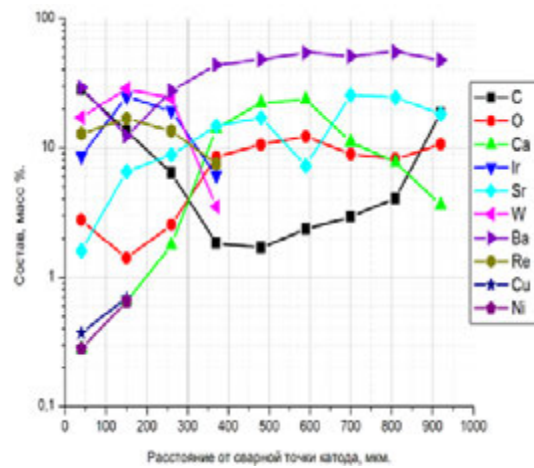


Рисунок 2.22 СЭМ-изображение напыленного на керн МНОК покрытия

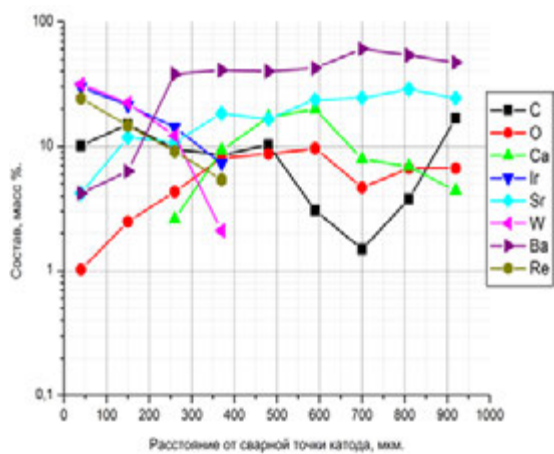
На рисунке 2.23, *а* показано распределение концентрации элементов на поверхности МНОК № 3, рассчитанное по Оже-спектрам.



*а)*



*б)*



*в)*

Рисунок 2.23 Распределение элементов на поверхности МНОК № 3: без травления поверхности (*а*); с травлением на глубину ~50 нм (*б*); с травлением на глубину ~100 нм (*в*)

В период времени с 500 до 1000 часов работы МНОК, когда с катода отбирался ток повышенной плотности, из-за процессов миграции и испарения М-покрытия катод сильно деградировал (рисунок 2.21, б). Атомы Ва и Sr на поверхности МНОК № 3 имеют наибольшую концентрацию, которая возрастает при удалении от подогревателя. На расстоянии 470 мкм от подогревателя концентрация Sr на поверхности М-покрытия превышает концентрацию Ва, а затем убывает (рисунок 2.23, а). Вблизи подогревателя на поверхности М-покрытия обнаружены атомы W, Ir, Re. На расстоянии до 370 мкм от подогревателя концентрация примеси атомов Re превышает концентрацию W и Ir.

На всей длине поверхности М-покрытия МНОК № 3 концентрация атомов С превышает концентрацию О и Са. Наиболее значительное изменение концентрации элементов М-покрытия произошло на расстоянии до 450 мкм от подогревателя. Отношение средних значений концентраций элементов Ва:Sr:Са на эмиссионной поверхности катода составляет 46:27:3. Анализ эмиссионной поверхности МНОК № 3 после травления верхнего эмиссионного слоя аргоном в вакууме на глубину 50 нм (рисунок 2.23, б) показал, что на длине поверхности протяженностью до 260 мкм от подогревателя концентрация W превышает концентрацию атомов Ir и Re. Концентрация атомов Са в М-покрытии постепенно возрастает и на расстоянии от 350 мкм до 650 мкм от подогревателя превышает концентрацию Sr, О и С. В ОК из всех ЩЗМ эмиссионного покрытия Са имеет наименьшую скорость испарения [5]. Возможно, увеличение концентрации атомов Са в центральной части покрытия керна происходит за счет их диффузии под действием градиента температуры. Отношение средних значений концентраций ЩЗМ Ва:Sr:Са после травления эмиссионной поверхности на глубину 50 нм составляет 46:21:10. Наблюдается различие в распределении атомов О и С на глубине 50 нм и на поверхности М-покрытия МНОК №3 в центральной части керна. Концентрация атомов С уменьшилась по сравнению с покрытием без травления. В средней части керна концентрация атомов О превысила концентрацию атомов С. Вблизи подогревателя и на конце покрытия керна концентрация атомов кислорода меньше концентрации углерода. На поверхности М-покрытия без травления концентрация



атомов О меньше чем в объеме покрытия. В данном катоде на поверхности и на глубине слоя 50 нм от поверхности атомов Fe не обнаружено. После травления слоя поверхности толщиной 50 нм усредненная концентрация элементов О, Са, Ir в М-покрытии МНОК возросла, в то время как концентрация атомов Sr и С значительно уменьшилась (таблица 2.2). Травление поверхности катода № 3 на глубину 100 нм (рисунок 2.23, в) не изменило общий характер кривых распределения концентраций ЩЗМ и других элементов. В покрытии увеличилась средняя концентрация атомов О, Са, уменьшилась концентрация С и Sr. Отношение средних значений концентраций ЩЗМ Ва:Sr:Са после травления эмиссионной поверхности на глубину 100 нм составило – 47:17:12.

В работах [5, 70] показано, что в пористом покрытии ОК отбор тока термоэлектронной эмиссии при наложении электрического поля изменяет скорость испарения бария, стронция и кислорода.

Известно, что величина эмиссии плотных оксидных покрытий определяется количеством избыточного ЩЗМ в слое и соотношением концентраций Ва и Sr на поверхности покрытия [5,71]. Вследствие уменьшения содержания Ва эмиссионная способность ОК падает.

Анализ рисунка 2.23 показал, что при наложении электрического поля и отборе тока повышенной плотности до  $14 \text{ A/cm}^2$  на эмиссионной поверхности МНОК № 3 резко уменьшилась концентрация активных элементов – Ва, Sr и О, что привело к деградации эмиссионных свойств и сокращению срока службы МНОК. Наибольшее обеднение эмиссионной поверхности МНОК произошло в области границы М-покрытия шириной 150 – 200 мкм.

В работе [51] при масс-спектрометрическом исследовании было показано, что основными продуктами испарения МНОК на никелевом керне являются ВаО, Ва, Sr, а во время формовки катода –  $\text{CO}_2$ , углеводороды различного состава, Na, небольшое количество ВаСl. Присутствие ионов Cl и S связано со следами их выделения из откачной системы установки напыления в процессе нанесения покрытия.

В процессе испытания МНОК на долговечность наблюдалась связь эмисси-

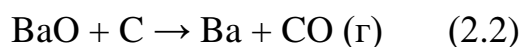
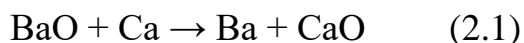
онных свойств катодов и изменения состава поверхности. Из расчетных концентраций таблицы 2.2 следует, что после отбора с МНОК № 3 тока до  $14 \text{ А/см}^2$  и ухудшения его эмиссионных свойств средняя концентрация Ва на поверхности М-покрытия уменьшилась по сравнению с МНОК № 2, работавшим в «мягком режиме» на 13,3 % (масс.), после чего осталась примерно на одном уровне с изменением глубины. Средняя концентрация Sr наоборот, на эмиссионной поверхности образца 3 повысилась на 13,6 % (масс.) по сравнению со вторым образцом, а на глубине слоя 50 и 100 нм уменьшилась до 20,9 и 16,6 % (масс.). Концентрация атомов Са растет гораздо сильнее, после повышенного отбора тока на поверхности образца 3 она возрастает на 2% по сравнению с образцом 2. На глубине слоя 50 и 100 нм концентрация Са возрастает до 9,7 и 12 % (масс.), соответственно. Для МНОК № 2, имеющего стабильные эмиссионные свойства, величина отношения концентраций Ва / Sr на эмиссионной поверхности составляет 4,3. Отношение концентраций Ва / Sr на эмиссионной поверхности МНОК № 3 составляет 1,7.

Таким образом, после отбора с МНОК тока большой плотности и деградации эмиссионных свойств отношение концентраций Ва / Sr (масс. %) на эмиссионной поверхности уменьшается в 2,5 раза.

Из таблицы 2.2 видно, что в М-покрытии образца 2 не обнаружено элементов: Cu, Ni, S, Na, N, Fe. Возможно, они не выявлены из-за сигнала на уровне шума. Некоторые из элементов (Cu и Ni) обнаружены на керне катода № 3.

При исследовании распределения концентрации элементов на глубине 50 и 100 нм от поверхности М-покрытия установлено, что в центральной области концентрация Са имеет максимальное значение. Концентрация С в области М-покрытия имеет минимум, повышаясь в области границы и конца покрытия. Известно, что атомы Са и С являются активаторами в ОК. Повышенный отбор тока с ОК ускоряет процессы активирования и испарения Ва и кислорода, разогревает ОС джоулевым теплом, увеличивает распыление слоя, оказывая неблагоприятное влияние на долговечность. Срок службы реального ОК определяется по существу испарением небольшой части окиси бария из поверхностного слоя [5]. Восстанов-

ление Ва в прикернаой области и объеме М-покрытия возможно посредством следующих механизмов [7]:



При восстановлении Ва по первому механизму в процессе работы МНОК после испарения Ва с поверхности происходит увеличение доли Са в объеме М-покрытия. Под действием градиента температур атомы Са из приграничной области, ближайшей к подогревателю (см. рисунок 2.23), диффундируют к центру эмиссионного покрытия. Поэтому концентрация Са на глубине 50 нм и 100 нм в центральной области М-покрытия возрастает.

Содержание С на поверхности керна и в М-покрытии связано с особенностями технологического процесса напыления в смеси газа ( $\text{Ar} + \text{CO}_2$ ), при котором атомы углерода осаждаются по толщине ОС и на керна. Наибольшая концентрация Ва и Sr содержится в центральной области М-покрытия. В процессе работы катода с повышенной плотностью, часть атомов С уходит из М-покрытия в виде газа СО за счет диссоциации и реакции восстановления. На конце МНОК концентрация атомов С внутри М-покрытия возрастает из-за пониженной температуры в этой области (недостаточно активного расхода С в процессе восстановления Ва). В области границы М-покрытия рост концентрации С на глубине 50 нм и 100 нм связан с резким уменьшением концентрации ЩЗМ из-за повышенной температуры и возможной миграции атомов углерода с поверхности керна.

В работе [72] при исследовании изменения состава по глубине ОС для ОК с толстым пористым покрытием показано, что распределение концентрации ВаО / СаО происходит неравномерно по глубине и определяется перепадом температур от керна к поверхности при различных условиях и времени работы катода. В тонком М-покрытии МНОК перепад температуры от керна к поверхности мал. Поэтому, скорее всего, влияние на неоднородность по длине керна при распределении ЩЗМ по глубине М-покрытия оказывает градиент температуры, возникающий в процессе повышенного отбора тока.

Таким образом, несмотря на особенности микроструктуры, электрофизических и эмиссионных свойств, деградация МНОК приведенной конструкции при повышенном отборе тока происходит, как и в стандартном ОК, за счет преимущественного испарения бариевой компоненты. Наибольшее обеднение атомами Ва и Sr на эмиссионной поверхности МНОК происходит в области границы М-покрытия, обращенной в сторону подогревателя, шириной 150 – 200 мкм, что объясняется как повышенным испарением этих элементов покрытия в данной части катода, так и их миграцией по замкнутому покрытию и в область непокрытого керна.

После отбора с МНОК № 3 тока повышенной плотности  $14 \text{ А/см}^2$  в непрерывном режиме по сравнению с образцом № 2, работавшим 1300 часов со стабильной эмиссией, средняя концентрация на поверхности М-покрытия образца № 3 изменилась. Концентрация Ва уменьшилась на 13,3%, концентрация Sr возросла на 13,6%, Са возросла на 2%. Возросла неоднородность в распределении элементного состава на поверхности и в глубине М-покрытия вдоль керна. Соотношение средних концентраций атомов Ва:Sr:Са на поверхности и глубине 50 нм и 100 нм составило соответственно 46:27:3, 46:21:10 и 47:17:12. Отношение средних концентраций Ва/Sr на эмиссионной поверхности по сравнению с составом поверхности МНОК со стабильной эмиссией уменьшилось в 2,5 раза. С увеличением глубины слоя до 100 нм от поверхности концентрация Са в М-покрытии возросла с 3 до 12%. Повышение концентрации Са в центральной области в объеме М-покрытия возможно произошло вследствие его диффузии из области с более высокой температурой. Снижение концентрации атомов С в центральной области в объеме М-покрытия по-видимому связано с его удалением в виде газа в процессе восстановления Ва.

Одной из причин уменьшения срока службы при повышенном токоотборе является неравномерность потери компонент М-покрытия по длине керна, связанная с градиентом температуры. Поэтому при работе МНОК с повышенным отбором тока необходимо конструктивно уменьшать перепад температуры по длине

керна для повышения срока службы, сохранения запаса активного вещества и уменьшения неоднородности в распределении ЦЗМ в М-покрытии [73, 74].

## 2.5 Долговечность МНОК

Объектом изучения являлись три МНОК, изготовленные по единой технологии. На керны с пленкой иридия размером  $0,9 \times 0,07 \times 0,02$  мм и эмиссионной поверхностью  $1,4 \cdot 10^{-4}$  см<sup>2</sup> ионно-плазменным методом в среде Ar и CO<sub>2</sub> наносили термоэмиссионное покрытие. Для осаждения эмиссионного покрытия на МНОК использовали мишень на никелевом керне, с толщиной слоя тройного карбоната КТА-1-6-СП состава (BaSrCa)CO<sub>3</sub>, равной 125 мкм. Во время ионно-плазменного напыления мишень нагревалась вольфрам-рениевой спиралью. Давление рабочего газа в камере составляло 0,11 Па, напряжение разряда 800 В, ток разряда 200 мА. В результате на катодах получено эмиссионное покрытие толщиной 0,8 – 1 мкм.

После осаждения эмиссионного покрытия, два катода – МНОК № 1 и № 2, установили в ЦЗУ с расстоянием катод-анод 0,1 мм. На откачном посту в вакууме ( $10^{-9}$  мм рт. ст.) проводили термическое разложение карбонатов ЦЗМ до формирования оксидного покрытия (BaSrCa)O на кернах. Третий катод не устанавливали в ЦЗУ, а использовали для сравнения состава покрытия. Испытания МНОК на долговечность проводились на стенде термоэмиссионной тренировки. В ЦЗУ с МНОК № 1 подавался ток накала 245 мА (температура катода  $T_k = 600$  °С), при этом ток катода составил 200 мкА. В режиме постоянного тока катод работал с напряжением анода  $U_a = 6$  В, напряжением коллектора  $U_k = 250$  В и напряжением корпуса  $U_k=30$  В. В течение 9300 часов испытаний ток катода снизился с 200 мкА до 181 мкА, то есть на 9,5 %. В ходе дальнейших исследований с МНОК № 1 при накале 245 мА осуществлялся отбор тока 428 мкА в постоянном режиме с напряжением  $U_a=12$  В,  $U_k = 50$  В,  $U_k = 250$  В. При достижении срока службы в указанном режиме 1328 часов, напряжение на аноде было увеличено до 18 В и исследованы эмиссионные характеристики с максимальным током катода 940 мкА при токе накала 260 мА ( $T_k=690$  °С). После работы в этом режиме 3112 часов с нака-

лом 250 мА ( $T_k = 645^\circ\text{C}$ ), с катода получили ток 4500 мкА (плотность тока составила  $32 \text{ A/cm}^2$ ) при  $U_a = 180 \text{ В}$ . В режиме  $U_a=32 \text{ В}$ ,  $T_k=645^\circ\text{C}$  катод работал в течение 4040 часов, после чего накал увеличили до 270 мА ( $T_k = 738^\circ\text{C}$ ) и получили ток 4400 мкА ( $31 \text{ A/cm}^2$ ) при  $U_a = 180 \text{ В}$ .

После работы 16200 часов, прибор с катодом № 1 был вскрыт для исследования морфологии и состава эмиссионной поверхности, и сравнения с катодом № 3. Эмиссионную поверхность катода исследовали с помощью АСМ марки АИСТ-НТ и РЭМ марки JEOL, элементный анализ поверхности – на энергодисперсионном рентгеновском анализаторе (ЭДРА) марки EDAX Octane Elect.

Общая продолжительность термического разложения карбонатов мишени и ее распыления при температуре около  $800^\circ\text{C}$  составила более 4 часов, за это время атомы никеля диффундировали из ядра катода-мишени в твердый раствор  $(\text{BaSrCa})\text{O}$ . В процессе распыления произошел сьем с мишени слоя толщиной 90 – 100 мкм.

На рисунке 2.24, а, б показаны результаты исследования долговечности МНОК № 1 и его эмиссионные характеристики при напряжении на аноде  $U_a=44 \text{ В}$ , и катода № 2 ( $U_a = 44 \text{ В}$  и  $U_a = 25 \text{ В}$ ).

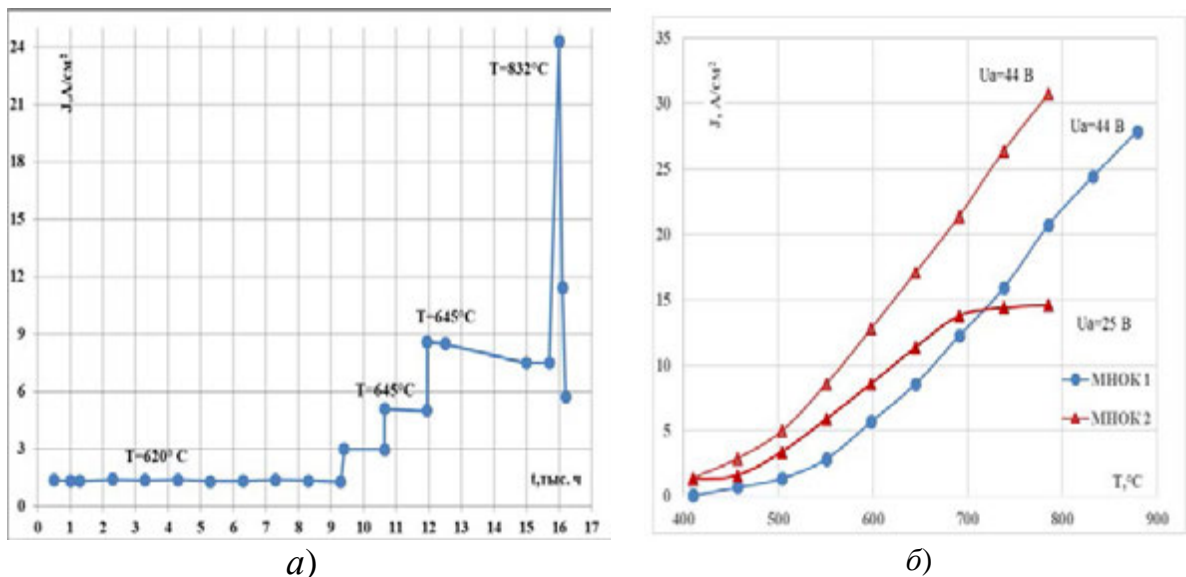


Рисунок 2.24 Срок службы МНОК № 1 (а); эмиссионные характеристики МНОК № 1 и 2 (б)

Из анализа рисунка 2.24, *а* следует, что отбор тока с плотностью 1,4 А/см<sup>2</sup> при температуре 600 – 620 °С не оказывал отрицательного воздействия на работу катода № 1 на протяжении 12000 часов. При температуре катода 645 °С и плотности тока 8,5 А/см<sup>2</sup> начинались процессы деградации и за 3700 часов работы ток уменьшился на 13 %. Когда температуру МНОК увеличили до 832 °С, а плотность тока – до 24,4 А/см<sup>2</sup>, деградация покрытия катода резко усилилась. В таком режиме за период около 100 часов ток катода упал вдвое, а при увеличении времени работы до 200 часов уменьшился в 4 раза.

Из анализа рисунка 2.24, *б* следует, что наибольшая плотность тока, полученная с катода № 1 при 880 °С, составила 28 А/см<sup>2</sup>, а второго катода – 31 А/см<sup>2</sup> при температуре 785 °С. При  $U_a = 25$  В, эмиссионная характеристика катода № 2 имеет перегиб в области 700 °С.

Эмиссионные характеристики МНОК № 1 и № 2 при отборе большой плотности тока не имели четко выраженного насыщения. Известно [5, 47], что вольт-амперные характеристики МНОК имеют отклонения от закона Шоттки. Применяв уравнение Ричардсона:

$$J = AT^2 \exp\left(-\frac{e\varphi}{kT}\right) \quad (2.1)$$

где  $J$  – плотность тока в режиме насыщения эмиссии, (А/см<sup>2</sup>),  $e\varphi$  – работа выхода электронов из данного эмиттера (эВ),  $T$  – температура эмиттера (К),  $k$  – постоянная Больцмана (эВ/К),  $A = 120,4$  А К<sup>2</sup>/см<sup>2</sup> – универсальная постоянная, из некоальной характеристики при  $U_a=25$  В вычислена работа выхода МНОК № 2, которая равна 1,33 эВ при  $T_k = 691$  °С.

На рисунке 2.25 показаны результаты исследования микроструктуры поверхности методами АСМ и РЭМ: напыленного МНОК № 3 (*а*) и испытанного на долговечность МНОК № 1(*б*).

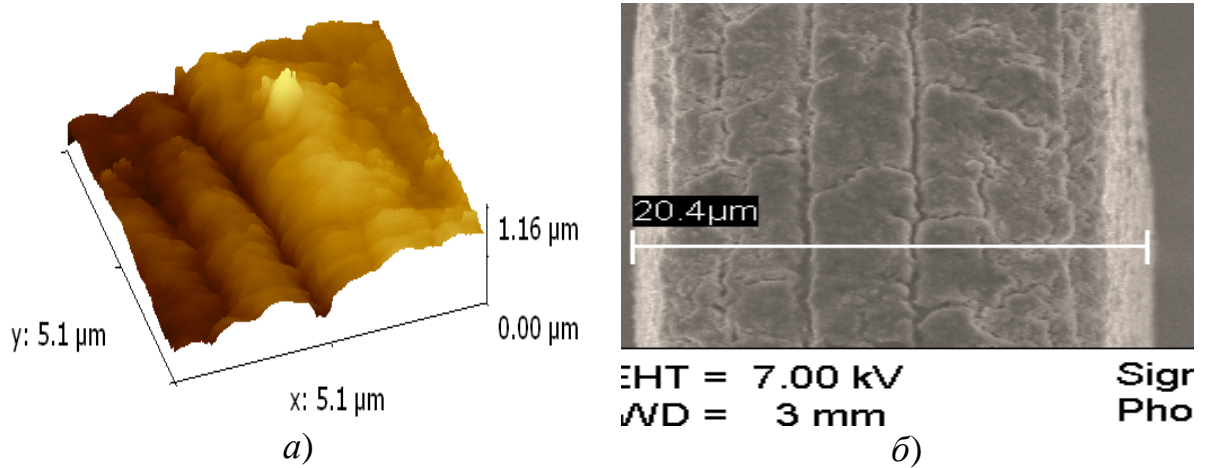


Рисунок 2.25 Морфология поверхности МНОК: АСМ напыленного МНОК № 3 (а), РЭМ испытанного на долговечность МНОК № 1 (б)

При исследовании непрокаленного МНОК методом АСМ (рисунок 2.25, а), установлено, что на поверхности М-покрытия катода расположены продольные щелевые поры, которые образуются в результате плющения под давлением проволочного керна из сплава ВР-20 диаметром 50 мкм. Эмиссионная сторона после плющения имеет толщину 20 мкм, боковые стороны имеют размер 90 x 900 мкм. Ширина продольных пор составила около 0,4 – 0,5 мкм, длина пор – 800 мкм, глубина 0,5 – 0,8 мкм. Таким образом, на микроуровне реальная эффективная поверхность МНОК с которой получен ток, составила  $1,5 - 1,6 \cdot 10^{-4} \text{ см}^2$ . Щелевые поры также вносят вклад в термоэлектронную эмиссию катода благодаря наличию кнудсеновского потока. В работе [75] утверждается, что щелевая структура матрицы более предпочтительна для экономичного расходования эмиссионного вещества, получения большой однородности эмиссии и долговечности катодов. При исследовании поверхности образцов методами РЭМ выявлено, что после работы катода № 1 с температурой  $T_k = 830 - 840 \text{ }^\circ\text{C}$  и начальной плотностью тока  $24,4 \text{ А/см}^2$  в течение 200 часов, на эмиссионной поверхности образовались трещины.

В ОК перенос активного вещества в низкотемпературной области определяется миграцией по поверхности, энергия активации которой равна 0,4 – 0,5 эВ, в высокотемпературной области идут процессы испарения, энергия активации ко-



торых 3,7 – 4,1 эВ [5]. В данной конструкции МНОК с замкнутым по керну эмиссионным покрытием при рабочей температуре до 645-650 °С свободный барий мигрирует по поверхности. И только при температурах близких к 700 °С ускоряются процессы испарения Ва. Основными компонентами испарения МНОК являются свободные Ва, Sr и ВаО [49].

Количественным рентгеновским анализом определен элементный состав эмиссионной поверхности МНОК № 3 и катода № 1 (таблица 2.3, 2.4).

Таблица 2.3

Элементный состав эмиссионного покрытия МНОК № 1 со сроком службы 16,2 тыс. часов

Элемент	Весовой %	Атомный %
С - К	10,5	48,4
О - К	5,8	20,1
Al - К	0,5	1
Sr - L	9,4	6,0
Y - L	0,1	0,0
Ar - К	0,0	0,0
Ca - К	1,5	2,1
Ba - L	6,6	2,7
Fe - К	0,2	0,2
Ni - К	0,3	0,3
W - L	14,9	14,5
Re - L	5,8	1,7
Ir - L	44,3	12,8

## Элементный состав эмиссионного покрытия МНОК № 3 без срока службы

Элемент	Весовой %	Атомный %
C - K	6,0	18,0
O - K	27,4	61,7
Al - K	0,5	0,7
Sr - L	15,4	6,4
Y - L	0,1	0,0
Ar - K	0,1	0,0
Ca - K	2,2	2,0
Ba - L	24,4	6,4
Fe - K	0,1	0,1
Ni - K	0,2	0,1
W - L	6,4	1,3
Re - L	1,9	0,4
Ir - L	15,3	2,9

Анализ полученных результатов показал, что у катода с длительным сроком службы значительно уменьшена концентрация Ba, а Sr и Ca изменилась незначительно. М-покрытие представляет собой смесь окислов и карбонатов ЩЗМ, что находится в соответствии с исследованием покрытия методом рамановской спектроскопии, проведенным в работе [76]. В покрытии МНОК, полученном при распылении мишени тройного карбоната, не содержится примеси Al, что неоднократно подтверждалось с помощью метода ОЭС [73, 74]. Наличие атомов Al в спектре объясняется воздействием электронного луча на алюминиевый столик при проведении измерений.

В эмиссионном покрытии также обнаружены микропримеси атомов железа и никеля, составляющие 0,1 – 0,2 масс. % для напыленного МНОК № 3 и 0,2 – 0,3 масс. % для катода № 1 с длительным сроком службы.

На рисунке 2.26 изображен график зависимости времени работы МНОК № 2 от плотности тока при рабочей температуре катода 645 °С.

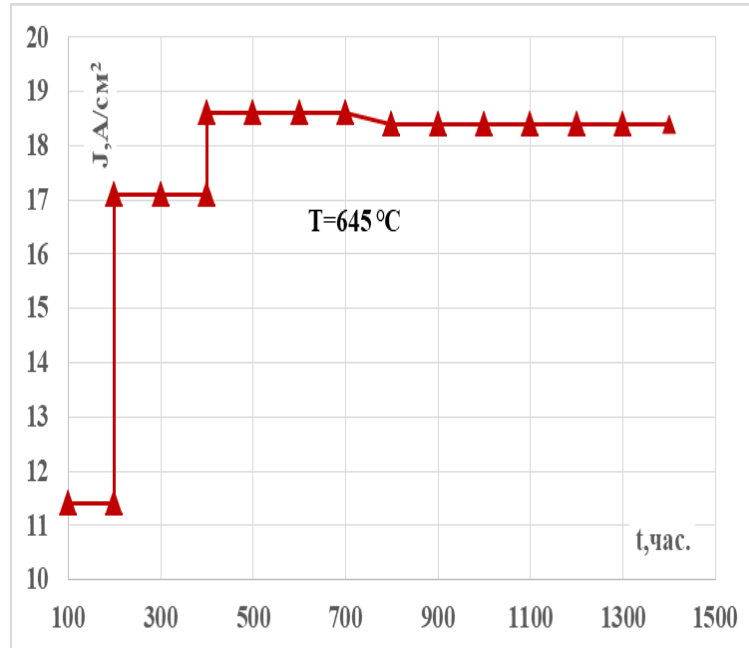


Рисунок 2.26 Зависимость срока службы МНОК № 2 от плотности тока при температуре 645°С

Как видно из эмиссионной характеристики катода № 2, он имеет более высокие эмиссионные свойства по сравнению с МНОК № 1, что можно объяснить более лучшими вакуумными условиями в ЦЗУ. Общая продолжительность работы МНОК при плотности более 11,3 А/см<sup>2</sup> составила более 1400 часов, из них при плотности 18,3 А/см<sup>2</sup> – более 1000 часов.

В работе [47] утверждается, что при отборе тока с МНОК происходит изменение температуры покрытия вследствие процесса уноса тепла электронами и выделения тепла посредством джоулева нагрева. При отборе тока до 2,5 А/см<sup>2</sup> с МНОК на никелевом керне с толщиной покрытия 2,5 мкм происходит только охлаждение катода. Проведенный в работе расчет электропроводности МНОК

при 850 °С показал, что она равна  $2 \cdot 10^{-3} \text{ ом}^{-1} \text{ см}^{-1}$ , что на порядок выше, чем у покрытия пористого ОК.

Долговечность МНОК на никелевом керне, согласно [46], составила 3 – 5 тысяч часов при малой плотности тока  $0,1 \text{ А/см}^2$ . В нашем случае долговечность МНОК на керне ВР-20 с иридиевой пленкой составила 16200 часов при рабочей температуре 600 – 620 °С и плотности тока  $1,5 – 2 \text{ А/см}^2$  [77].

На величину отбора тока большой плотности влияет электрическое сопротивление слоя и связанный с ним тепловой разогрев. Плотность покрытия ОК влияет на его тепло- и электропроводность. С увеличением температуры плотного покрытия его проводимость уменьшается. В работе [28] показано, что плотность отбираемого тока, при которой начинает проявляться тепловая нестабильность и разогрев тем выше, чем меньше удельное сопротивление оксидного слоя и его толщина. В МНОК, в отличие от пористого ОК, площадь контактов между кристаллитами эмиссионного покрытия сравнима с площадью поверхности кристаллитов. Поэтому проводимость МНОК является, по существу, поверхностной проводимостью из-за малой толщины покрытия. Представляется, что при повышенных температурах для продолжительной работы МНОК необходимая толщина эмиссионного покрытия должна составлять  $1,2 – 1,5 \text{ мкм}$ .

При отборе тока большой плотности с МНОК, возможно происходит усиление поля на краях щелевых пор, и учитывая увеличение эффективной эмиссионной поверхности на  $0,1 – 0,2 \text{ см}^2$ , дает вклад в более высокую эмиссионную способность [75].

На основании работ [28, 46 – 47] можно заключить, что наличие микропримесей (Ni, Fe)  $0,1 – 0,2 \text{ масс. \%}$  в твердом растворе (BaSrCa)O эмиссионного покрытия повышает его плотность, тепло- и электропроводность. Возможно, микропримеси Ni и Fe дополнительно влияют на снижение работы выхода МНОК, за счет расщепления электронных уровней и изменение эффективного заряда кислородных вакансий [16, 18 – 21]. При распылении слоя (BaSrCa)O с примесью Ni, атомы и молекулы осаждались на кернах катодов в виде пленки. Микропримеси

железа, поступали в плазму в ходе воздействия электронного луча с катода-мишени на отражатель из нержавеющей стали 40Х13.

## 2.6 Выводы по 2-й главе

Проведенные исследования процессов влияния отжига керна на эмиссионные свойства, позволили выработать первое научное положение:

**Введение в технологию изготовления МНОК повторного отжига в водороде при температуре 1050°С в течение 30 минут вольфрамениевого керна, покрытого иридиевой пленкой толщиной 0,25 – 0,3 мкм, изменяет морфологию пленки, увеличивает содержание в ней активирующей примеси вольфрама до 3 – 4 %, что обеспечивает в ЦЗУ повышение срока службы катода в 1,5 – 2 раза за счет снижения на 40 – 80°С рабочей температуры МНОК.**

Применяя методы рентгенофазового и энергодисперсионного анализа показано, что на фазовый и элементный состав М-покрытий катодов при постоянной температуре мишени влияет радиальное расстояние МНОК от центра молекулярного потока в установке напыления. При исследовании морфологии поверхности образцов методами СЭМ и АСМ установлено, что с увеличением радиального расстояния размер зерен и шероховатость поверхности М-покрытия уменьшаются. Из-за воздействия плазмы и высокой температуры в центре молекулярного потока при напылении покрытия, происходит его отжиг с разложением карбонатной группы  $\text{CO}_3$  и увеличением доли арагонитовой фазы. При экспозиции такого покрытия на воздухе происходит его гидратация и растрескивание и поэтому МНОК с таким покрытием имеют неудовлетворительную эмиссию. Увеличение содержания карбонат-ионов в М-покрытии при напылении улучшает его стойкость к гидратации и эмиссионные свойства МНОК.

С повышением отбора тока, наибольшее обеднение атомами Ва и Sr на эмиссионной поверхности МНОК происходит в области границы М-покрытия, обращенной в сторону подогревателя, шириной 150 – 200 мкм, что объясняется как повышенным испарением этих элементов покрытия в данной части катода

(при повышенном токоотборе температура и температурный градиент увеличиваются), так и их миграцией по замкнутому покрытию и в область непокрытого керна.

В матрице керна МНОК обнаружены продольные щелевые поры, увеличивающие его эффективную эмиссионную поверхность.

Легирование эмиссионного слоя МНОК микропримесями Ni и Fe – 0,1-0,2 масс. % во время ионно-плазменного напыления позволило увеличить эмиссионный ток и долговечность. При толщине эмиссионного покрытия 0,8 – 1 мкм, плотности тока 1,5 – 2 А/см<sup>2</sup> и рабочей температуре 600 – 620 °С, долговечность современного МНОК в ЦЗУ достигает 12 – 16 тыс. часов.

При оптимальных вакуумных условиях в ЦЗУ ( $10^{-8}$  –  $10^{-9}$  мм рт. ст.) и рабочей температуре катода 645 – 650 °С, с МНОК возможен отбор тока 18 А/см<sup>2</sup> со сроком службы более 1000 часов.

Отбор тока с МНОК более 24 А/см<sup>2</sup> при температуре 830 – 850 °С резко сократил время его работы до 200 часов из-за интенсивного испарения Ва и деградации эмиссионного покрытия.

## ГЛАВА 3. ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ОСАЖДЕНИЯ М-ПОКРЫТИЙ И СВЧ-МОЩНОСТИ В ЦЗУ НА ЭМИССИОННЫЕ СВОЙСТВА МНОК

### 3.1. Влияние режимов осаждения на микроструктуру и эмиссионные свойства МНОК

**Исследование влияния давления газа на эмиссионные свойства.** Объектами исследований являлись образцы кремния КЭФ-18 и фольги из сплава ВР-27ВП толщиной 50 мкм размерами  $5 \times 5$  мм, предварительно химически очищенные от органических загрязнений и катоды. В установке напыления на исследуемые образцы и катоды, расположенные на расстоянии 33 – 36 мм от центра электронно-оптической оси, проводилось осаждение М-покрытий с мишени на никелевом керне диаметром 42 мм, стандартного состава  $(\text{BaSrCa})\text{CO}_3$  по методике, описанной в [61, 62]. Давление в установке напыления перед напуском рабочего газа равнялось  $4,2 \cdot 10^{-4}$  Па. Скорость откачки газа из вакуумной системы составляла 300 – 500 л/с. Напыление М-покрытий толщиной 0,8 – 1 мкм проводилось на образцы и катоды при трех различных диапазонах давления рабочего газа (смесь  $\text{Ar}/\text{CO}_2$  или  $\text{Xe}/\text{CO}_2$ ) в магнитном поле при постоянном токе на мишени с «заземленной» подложкой. Содержание  $\text{CO}_2$  в рабочей смеси газа составляло 45 – 50 %. Мощность разряда при напылении в режиме постоянного тока составляла около 160 Вт. Расстояние между распыляемой мишенью и образцами равнялось 24 мм. Температура мишени измерялась оптическим пирометром, поднималась при напылении до 750 – 780 °С. Температура подложки во время напыления составляла 175 – 220 °С. Измерение температуры подложки осуществлялось с помощью термопары.

Рабочее давление смеси газов  $\text{Xe}/\text{CO}_2$  при напылении покрытий составляло 0,11 – 0,13 Па и 0,075 – 0,08 Па. Рабочее давление смеси газов  $\text{Ar}/\text{CO}_2$  составляло 0,1 Па.

Элементный состав М-покрытий определялся методом рентгеновского спектрального микроанализа (РСМА), с использованием микроанализатора INCA

Penta FET×3 Oxford Instruments в качестве приставки к РЭМ. Морфологию поверхности исследовали на РЭМ, производство JEOL и АСМ фирмы АИСТ-НТ.

**Исследование влияния температуры мишени и расстояния до мишени на эмиссионные свойства.** При напылении М-покрытия на образцы и катод № 1 температура мишени составляла 750 – 780 °С. При напылении М-покрытия на образцы и катод № 2 температура мишени равнялась 720 – 740 °С. Мишени имели одинаковый состав, КТА-1 6 СП, толщина карбонатного покрытия мишени составляла 125 – 130 мкм. Предварительное разложение карбонатов мишени проводилось в течение 90 минут. На образцы фольги, кремния, сапфира и керны катодов производилось напыление М-покрытия толщиной 0,8 – 1 мкм при давлении газа Ar/CO<sub>2</sub> равном 0,1 Па и температуре медной подложки 175 – 200 °С. Варьируемым параметром была температура мишени. Для определения элементного состава М-покрытия образцов применяли ожэ-электронную спектроскопию, используя методику, описанную в работах [64, 65].

Подложки из сапфира диаметром 6 мм располагали на расстояниях: 24 мм и 20 мм от распыляемой мишени. После напыления пленок толщиной около 2,2 мкм данные образцы исследовали на РЭМ марки Phenom с энергодисперсионным детектором для микроанализа. Разрешение микроскопа – до 8 нм, ускоряющее напряжение – 4,8 – 20 кВ, увеличение – до ×150000. Подложки из сапфира располагали на расстоянии 27 мм от электронно-оптической оси. Подложки из ВР-27ВП размером 5х5 мм находились на расстоянии 33 – 36 мм от электронно-оптической оси. Поверхность напыленных образцов исследовали на АСМ. Для исследования фазового состава М-покрытий, напыленных на разных радиальных расстояниях и при разных давлениях газа, проведен анализ спектров комбинационного рассеяния (КР) записанных на приборе «Bruker Senterra micro-Raman system» на длине волны лазерного излучения 532 нм. Диаметр пучка 50 мкм, мощность 20 мВт.

Измерения толщины пленок осуществлялись с помощью интерференционного микроскопа МИИ-4.



Эмиссионные свойства МНОК исследовали на макетах СВЧ приборов на стенде термоэмиссионной тренировки по стандартной методике [62 – 64].

На рисунках 3.1 – 3.2 показаны результаты исследования морфологии поверхности М-покрытий и поперечного скола методами АСМ и РЭМ.

Сравнительный анализ полученных результатов показал, что с изменением давления рабочего газа морфология поверхности М-покрытий и микроструктура в поперечном сколе изменяются.

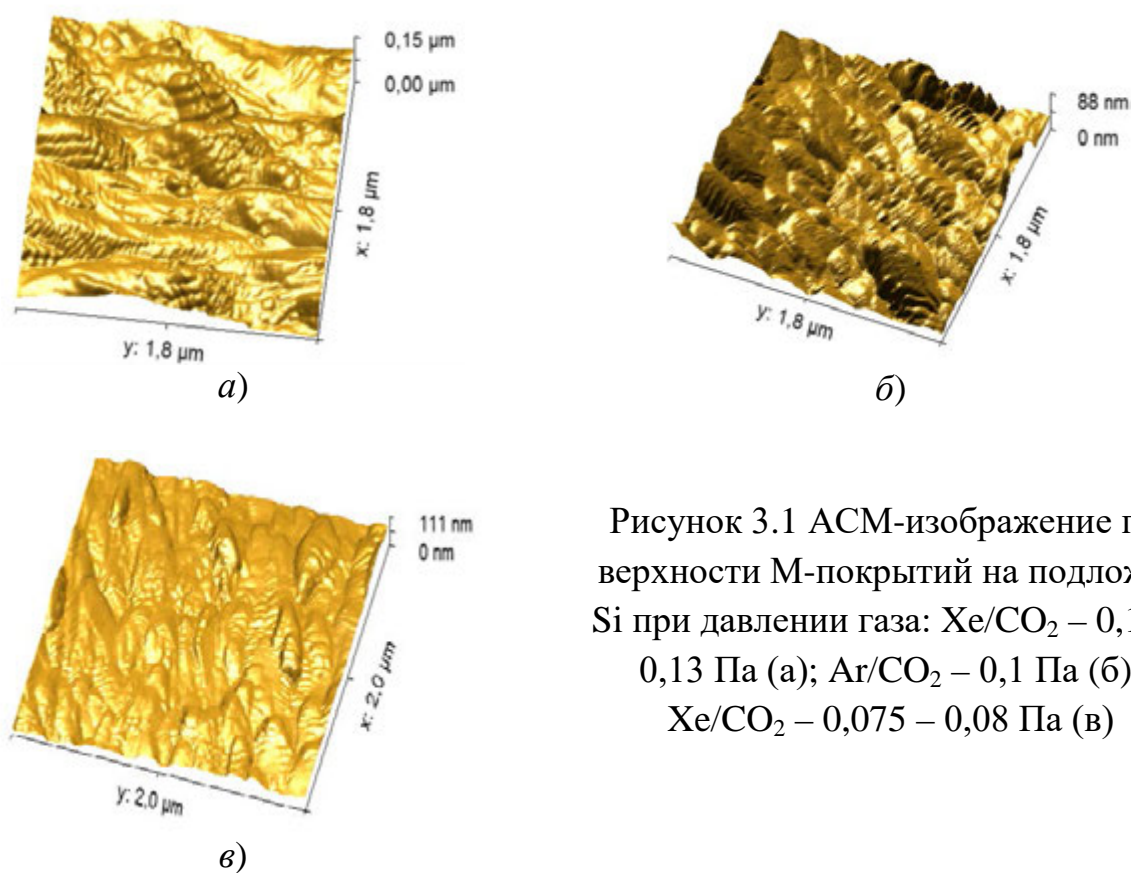
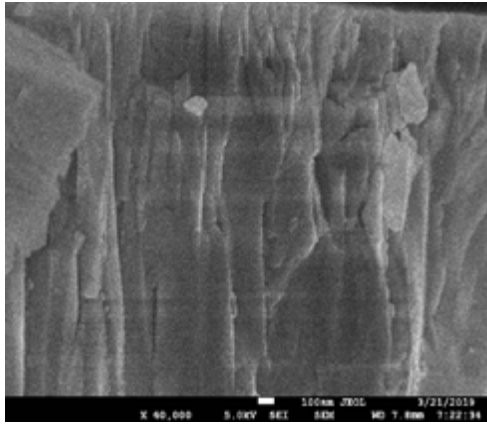
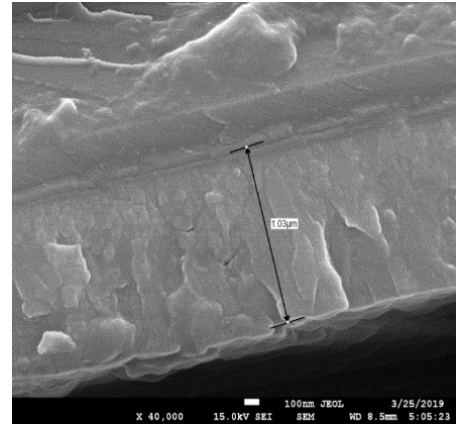


Рисунок 3.1 АСМ-изображение поверхности М-покрытий на подложке Si при давлении газа: Xe/CO<sub>2</sub> – 0,11 – 0,13 Па (а); Ar/CO<sub>2</sub> – 0,1 Па (б); Xe/CO<sub>2</sub> – 0,075 – 0,08 Па (в)

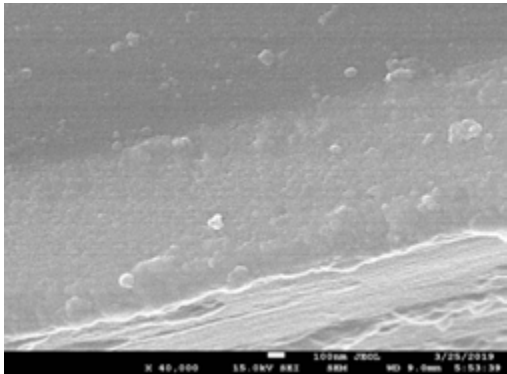
Покрытие образца № 1, рисунок 3.1, а при напылении с давлением 0,13 Па является более шероховатым, чем поверхность образца № 2 (рисунок 3.1, б) с давлением 0,1 Па, поперечный скол образца № 1 (рисунок 3.2, а) имеет «столбчатую» структуру. Поперечный скол М-покрытия образца № 2 (рисунок 3.2, б) имеет «переходную» структуру. Наиболее плотным является покрытие образца № 3 (3.1, в; 3.2, в). При АСМ-исследовании морфологии М-покрытий выявлено, что с понижением давления газа шероховатость уменьшается (рисунок 3.1, 3.2) [76, 78–79].



а)



б)



в)

Рисунок 3.2 РЭМ-изображения поперечного сечения М-покрытий на подложке ВР-27 ВП (а) и Si (б, в); рабочее давление смеси газов Xe/CO<sub>2</sub> – 0,11 – 0,13 Па (а), Ar/CO<sub>2</sub> – 0,1 Па (б), Xe/CO<sub>2</sub> – 0,075–0,08 Па (в)

Элементный состав М-покрытий, определенный методом РСМА (таблица 3.1 – 3.3), показал, что процентное отношение (масс.) Ва/Sr для образца № 1 составило 1,7; для образца № 2 – 3,7; для образца № 3 – 1,9.

Таблица 3.1

Элементный состав М-покрытия при давлении газа Xe/CO<sub>2</sub> – 0,11 – 0,13 Па

Элемент	Весовой %	Атомный %
C	10,55	31,40
O	20,41	45,62
Ca	2,26	2,02
Fe	0,34	0,22
Cu	0,43	0,24
Sr	23,43	9,57
Ba	40,21	10,47
Re	2,36	0,45

С помощью программы анализа [80] АСМ-изображений были получены данные о размере зерен (Q) и среднеквадратичной шероховатости (Rq) М-

покрытий, осажденных при различных давлениях. По полученным данным (таблица 3.4 – 3.5) построены графики зависимостей шероховатости и размера зерен от давления (рисунок 3.3, а, б).

Таблица 3.2

Элементный состав М-покрытия при давлении газа  $\text{Ar}/\text{CO}_2 - 0,1 \text{ Па}$

Элемент	Весовой %	Атомный %
С	18,55	37,47
О	34,59	52,44
Ca	1,95	1,18
Sr	9,60	2,66
Ba	35,31	6,24

Таблица 3.3

Элементный состав М-покрытия при давлении газа  $\text{Xe}/\text{CO}_2 - 0,075 - 0,08 \text{ Па}$

Элемент	Весовой %	Атомный %
С	21,55	42,49
О	31,91	47,24
Ca	1,75	1,04
Sr	15,41	4,16
Ba	29,38	5,07

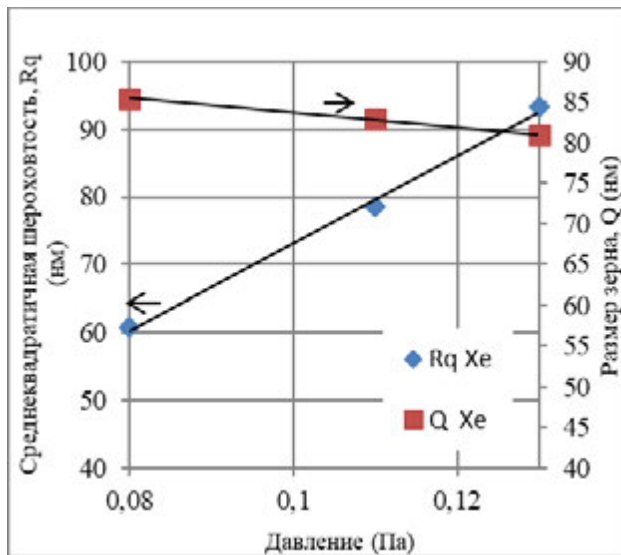
Таблица 3.4

Влияние давления газа  $\text{Xe}/\text{CO}_2$  и температуры подложки на шероховатость и размер зерен М-покрытия

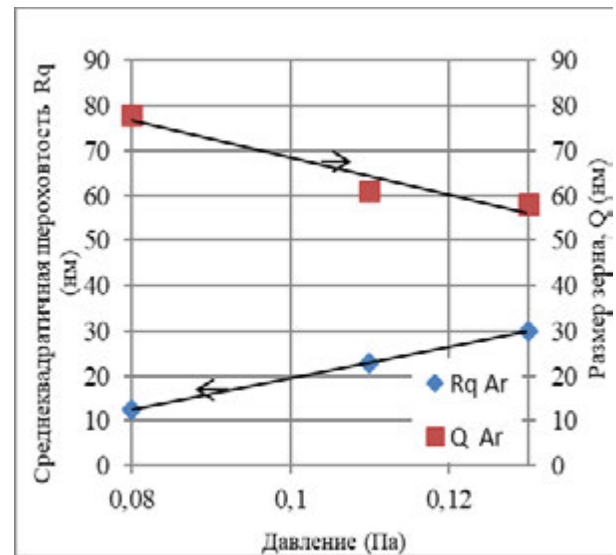
Давление, Па	Среднеквадратичная шероховатость, нм	Средний размер зерна, нм	Температура подложки, °С
0,065 – 0,075	60,79	85,47	170
0,11 – 0,13	78,45	82,98	175
0,13	93,25	80,92	188

Влияние давления газа Ar/CO<sub>2</sub> и температуры подложки на шероховатость и размер зерен М-покрытия

Давление, Па	Среднеквадратичная шероховатость, нм	Средний размер зерна, нм	Температура подложки, °С
0,087 – 0,10	12,67	78,04	220
0,11	23	61,1	185
0,13	30,8	58	180



а)



б)

Рисунок 3.3 Графики изменения шероховатости ( $R_q$ ) и размера зерен ( $Q$ ) от давления рабочего газа: Xe/CO<sub>2</sub> (а), Ar/CO<sub>2</sub> (б)

Анализ рисунка 3.3 показал, что с уменьшением давления газа шероховатость М-покрытия уменьшилась. Это связано с возрастанием длины свободного пробега и энергии осаждаемых на подложку частиц. Увеличение кинетической энергии частиц привело к увеличению размера зерен и плотности М-покрытия. Изменение давления при ионно-плазменном напылении привело к изменению длины свободного пробега, механизма адсорбции и коалесценции на поверхности

[81]. Среднеквадратичная шероховатость М-покрытия составила 78 – 93 нм для смеси Xe/CO<sub>2</sub> и 30 нм для смеси Ar/CO<sub>2</sub>.

При низкой скорости осаждения М-покрытия ( $P = 0,13 - 0,15$  Па) возросло рассеяние распыляемых атомов на атомах газа, что уменьшило миграционную подвижность осаждаемых частиц и привело к понижению плотности пленки. Поперечный скол пленки имеет столбчатую микроструктуру, что согласуется с моделью структурных зон [82].

При более высокой подвижности частиц ( $P=0,11 - 0,13$  Па) микроструктура покрытия состоит из колонн, разделенных границами зерен. Размер зерен М-покрытия составил 50 – 58 нм для смеси Ar/CO<sub>2</sub> и более 80 нм для смеси газов Xe/CO<sub>2</sub>.

При средней скорости осаждения ( $P = 0,87 - 0,1$  Па), М-покрытие имеет «переходную» структуру (рисунок 3.1, б и 3.2, б).

При высокой скорости осаждения ( $P = 0,065 - 0,087$  Па) М-покрытие обладает более плотной структурой (рисунок 3.1, в и 3.2, в). Размер зерен увеличился до 78 нм при напылении в смеси Ar/CO<sub>2</sub> и до 85 нм – в смеси с ксеноном. Среднеквадратичная шероховатость покрытия составила 60 нм для смеси Xe/CO<sub>2</sub> и 12 нм для Ar/CO<sub>2</sub>. С увеличением скорости осаждения концентрация атомов углерода в М-покрытии повысилась. Анализ М-покрытий методами СЭМ и АСМ показал, что при напылении в атмосфере с аргоном покрытие имеет более мелкие зерна по сравнению с напылением в атмосфере Хе. Отношение атомных концентраций Ва/Sr для образцов № 1 – 3, равно 1,1; 2,3 и 1,2 соответственно. На эмиссионные свойства МНОК, кроме активных ЩЗМ, влияет содержание в покрытии соединений углерода. В работах [83, 84] было показано, что с увеличением микропримесей углерода в М-покрытии, эмиссионная активность МНОК возрастает.

При дальнейших исследованиях установлено, что катоды с эмиссионным покрытием, нанесенным в среде Хе/CO<sub>2</sub>, показали большую эмиссионную активность по сравнению с покрытием, осажденным в среде Ar/CO<sub>2</sub> (рисунок 3.4).

Следует отметить, что повышение давления газа в процессе напыления более 0,13 – 0,15 Па приводит к более частым пробоям мишени. Понижение давле-

ния реактивного газа менее 0,07 – 0,06 Па приводит к нестационарным процессам распыления мишени и ухудшению эмиссионных свойств покрытий.

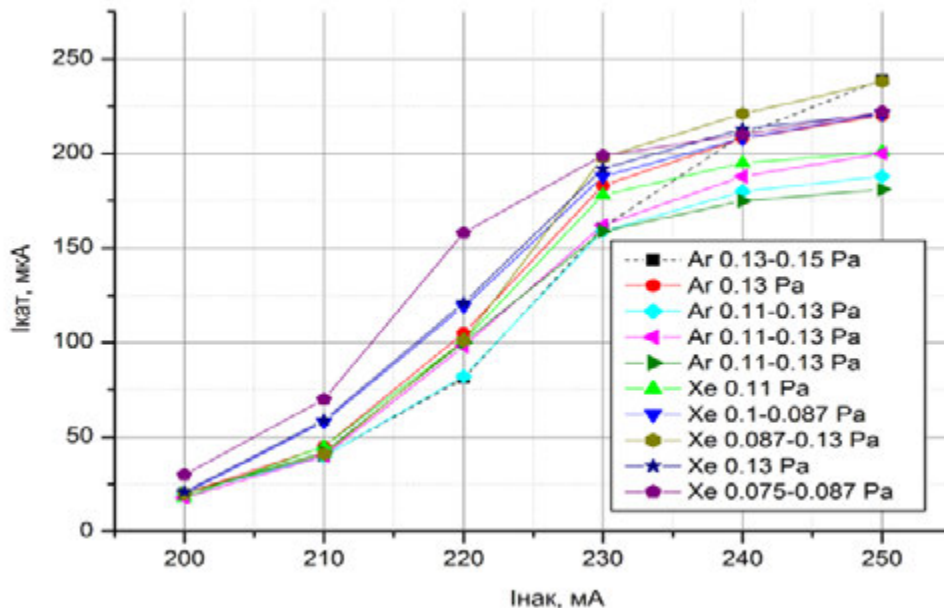


Рисунок 3.4 Эмиссионные характеристики МНОК с покрытием, осажденным при разных давлениях рабочего газа: Xe/CO<sub>2</sub> и Ar/CO<sub>2</sub>

Испытания на долговечность МНОК с покрытием толщиной около 1 мкм, осажденным при давлении рабочего газа (Xe/CO<sub>2</sub>) – 0,075 – 0,08 Па показали, что срок службы катода с плотностью тока 3 А/см<sup>2</sup> в непрерывном режиме при рабочей температуре 661 – 732 °С составил более 7000 часов (рисунок 3.5).

На рисунке 3.6, а изображены спектры комбинационного рассеяния М-покрытий, осажденных на подложках ВР-27, расположенных на радиальном расстоянии 33 – 36 мм, при изменении давления газов Xe/CO<sub>2</sub> и Ar/CO<sub>2</sub> в диапазоне 0,04 – 0,13 Па. Пики спектров ок. 691,5 и 1064,5 см<sup>-1</sup> относятся к карбонат-иону (CO<sub>3</sub><sup>-2</sup>). Широкие полосы ок. 233,5 см<sup>-1</sup>, 163,5 см<sup>-1</sup> и 138 см<sup>-1</sup> (две последние перекрываются) – «коллективные» моды смеси (Ba,Sr,Ca)CO<sub>3</sub> [85]. На графиках видно небольшое различие в относительных интенсивностях полос ок. 163 и 138 см<sup>-1</sup>. Положения полос в спектрах приблизительно одинаковые, следовательно, состав и кристаллическая структура плёнок в исследуемом диапазоне давлений изменились незначительно.

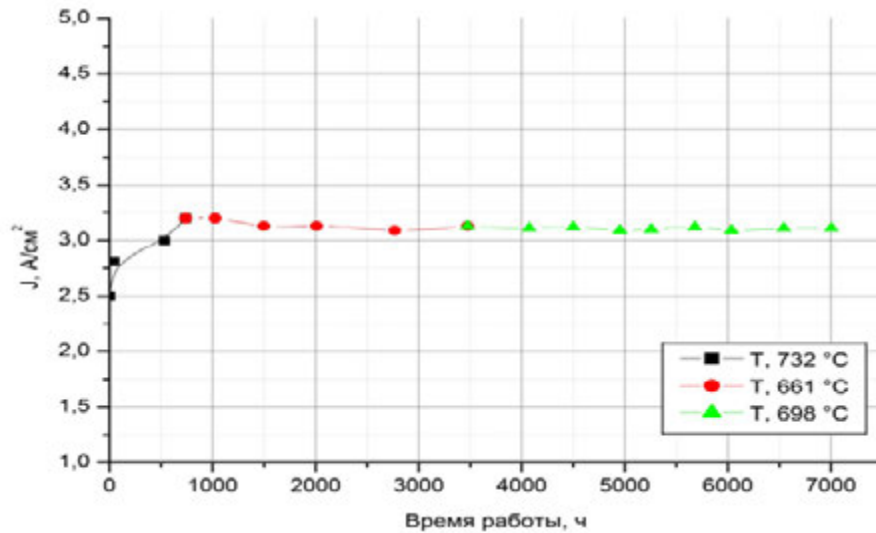


Рисунок 3.5 График зависимости плотности тока  $J$  ( $\text{А/см}^2$ ) от времени работы  $t$  (ч) МНОК с покрытием, напыленным при давлении газа ( $\text{Xe} / \text{CO}_2$ ) –  $0,075 - 0,08$  Па;  $T$  – температура МНОК,  $^{\circ}\text{C}$

На рисунке 3.6, б показаны КР-спектры М-покрытия, осажденного на подложках из сапфира, на радиальном расстоянии 26 – 28 мм.

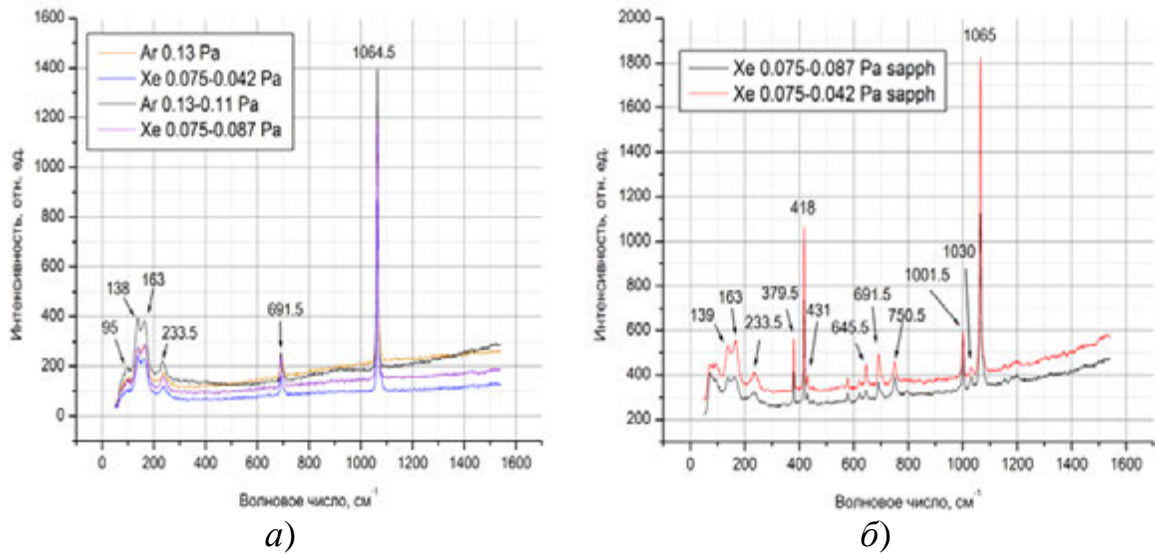


Рисунок 3.6 КР-спектры М-покрытий: на подложках ВР-27 ВП (а); на подложках сапфира (б) при разном давлении газов  $\text{Xe}/\text{CO}_2$  и  $\text{Ar}/\text{CO}_2$

В работе [83] показано, что М-покрытия, напыленные на данном расстоянии имеют дефекты (микротрещины). Поэтому спектры пленок включают сигналы от подложки сапфира. Пики ок.  $379,5$ ;  $418$ ;  $431$ ;  $645,5$ ;  $750,5$   $\text{см}^{-1}$  относятся к подложке сапфира ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) (см. рисунок 3.7, а) [86]. Смещение пика  $1064,5$   $\text{см}^{-1}$  в



высокочастотную область на подложке сапфира, видимо, связано с изменением содержания в пленке карбонат-ионов.

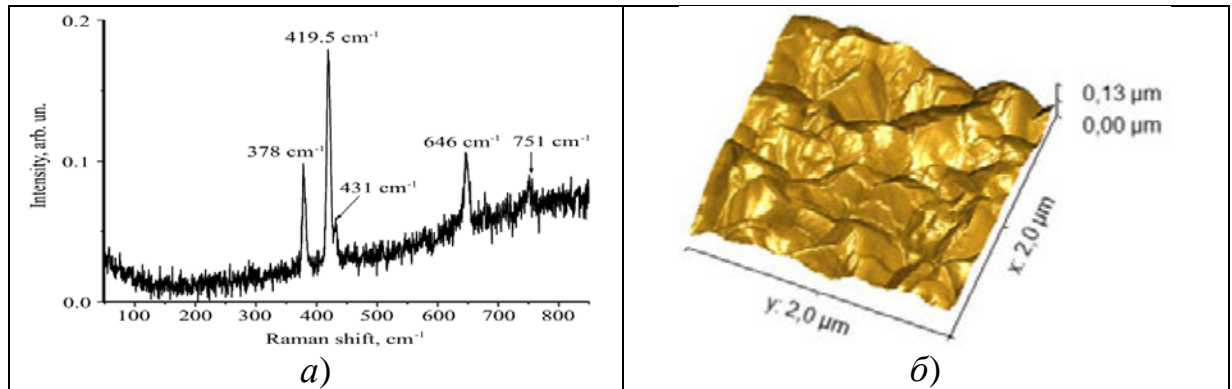


Рисунок 3.7 КР-спектры сапфира ( $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) [86] (а); АСМ-изображение поверхности М-покрытия на сапфире на расстоянии 26 – 28 мм от электронно-оптической оси (б)

При АСМ-анализе изображения установлено, что среднеквадратичная шероховатость пленки составляет 20,3 нм, размер зерен покрытия на сапфире 117,4 нм (рисунок 3.7, б). Покрытия, осажденные на расстоянии 26 – 28 мм от электронно-оптической оси, показали неудовлетворительные эмиссионные характеристики.

С увеличением температуры мишени в процессе ионно-плазменного напыления происходило увеличение в М-покрытии концентрации атомов Ва и уменьшение концентрации атомов Са, а концентрация атомов Sr изменилась незначительно (17,9 и 16,8 масс. %). Коэффициент распыления возрастает с увеличением массы распыляемых атомов. В то же время, для исключения пробоя оксидной мишени в процессе ионно-плазменного распыления, ее поверхность должна иметь хорошую проводимость и достаточно высокую температуру.

При реактивном распылении мишени с повышением ее температуры степень ее покрытия диэлектрическим слоем понижается, что увеличивает скорость распыления [87]. В таблице 3.6 показан элементный состав М-покрытия рассчитанный из ожэ-спектров.



## Элементный состав М-покрытия катодов

Элементный состав М-покрытия катодов, масс. %									
№ катода	Ar	C	O	Cu	Ni	Ca	Sr	Ba	Na
1	0,12	2,43	4,93	0,19	0,10	3,54	17,9	67,4	0,058
2	-	9,21	26,75	0,10	0,05	10,89	16,78	31,65	0,045

На рисунке 3.8 изображены недокальные характеристики МНОК № 1 и № 2. При напылении М-покрытия на образцы и катод № 1 температура мишени составляла 750 – 780 °С. При напылении М-покрытия на образцы и катод № 2 температура мишени составляла 720 – 740 °С.

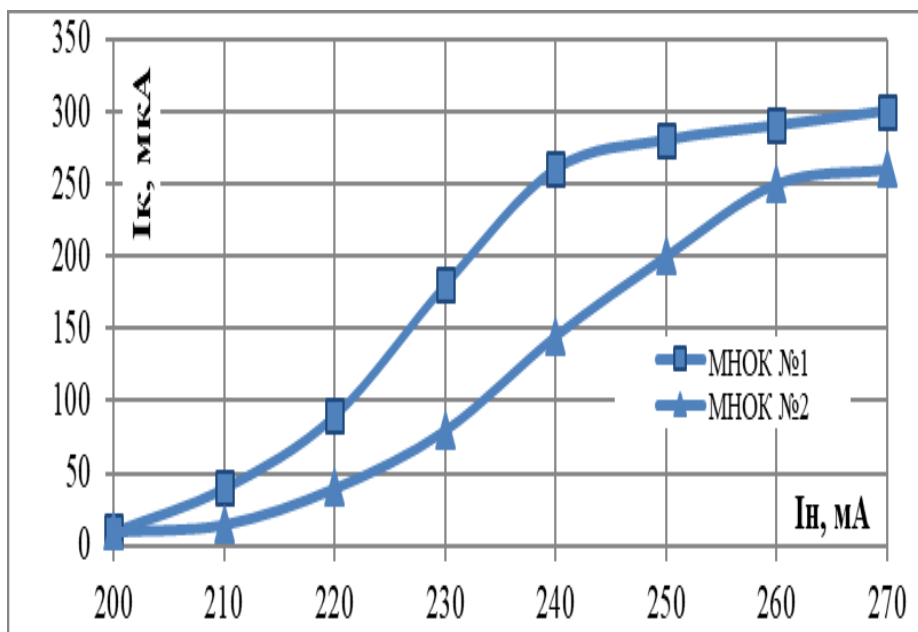


Рисунок 3.8 Недокальные характеристики катодов с покрытием, осажденным при температурах мишени: МНОК 1 – T=750 – 780° С; МНОК 2 – T=720 – 740° С

На рисунках 3.9, 3.10 и таблицах 3.7 – 3.8 показаны морфология и состав М-покрытий, осажденных на образцы сапфира на разных расстояниях от мишени.

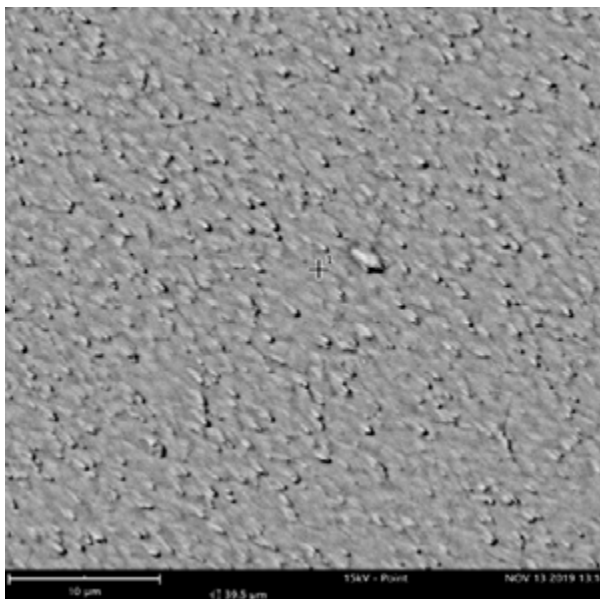


Рисунок 3.9 РЭМ-изображение поверхности М-покрытия на образце сапфира на расстоянии 24 мм от мишени

Таблица 3.7

Элементный состав М-покрытия на расстоянии 24 мм от мишени

Элемент	Концентрация ат.%	Концентрация масс.%
O	81,57	42,29
Ba	7,45	33,15
Sr	7,76	22,03
Ca	1,41	1,83
C	1,81	0,71

Анализ РЭМ-изображений (рисунок 3.9, 3.10) показал, что образцы находившиеся на расстоянии 20 мм от мишени имеют микротрещины на поверхности покрытия. Элементный анализ показал, что данные образцы имеют более высокое содержание по ЩЗМ и меньшее содержание по углероду и кислороду по сравнению с образцами, находившимися на расстоянии 24 мм. Катоды с морфологией покрытия образца на рисунке 3.9, показали высокие эмиссионные свойства, а на рисунке 3.10 – низкие. Возможной причиной является уменьшение содержания карбонат-ионов в покрытии во время напыления при

уменьшении расстояния, из-за температурного влияния мишени, и последующая гидратация покрытия на воздухе.

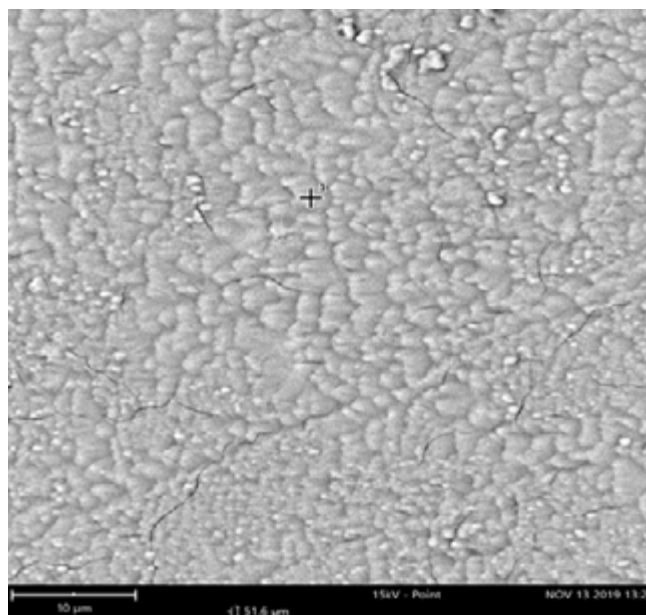


Рисунок 3.10 РЭМ-изображение поверхности М-покрытия на образце сапфира на расстоянии 20 мм от мишени

Таблица 3.8

Элементный состав М-покрытия на расстоянии 20 мм от мишени

Элемент	Концентрация ат. %	Концентрация масс. %
O	77,56	36,09
Ba	9,17	36,64
Sr	9,56	24,35
Ca	1,98	2,31
C	1,73	0,60

Состав, микроструктура, толщина и эмиссионные свойства М-покрытий изменяются в зависимости от условий осаждения покрытий (температуры подложки и мишени, давления и состава газа, расстояния напыляемых образцов до мишени и до центра электронно-оптической оси).

Показано, что изменение давления рабочего газа в диапазоне 0,075 – 0,13 Па при осаждении М-покрытий влияет на морфологию и микроструктуру поверхности и эмиссионные свойства МНОК. Получены зависимости шероховатости и размера зерен М-покрытия от давления и состава газа. Плотность М-покрытия и латеральный размер зерен возрастают с уменьшением давления газа, а шерохова-

тость поверхности уменьшается. М-покрытие, синтезированное в смеси  $\text{Ar}/\text{CO}_2$ , имеет более мелкие зерна по сравнению с напыленным в смеси  $\text{Xe}/\text{CO}_2$ . Катоды с более плотным М-покрытием, осажденные в атмосфере  $\text{Xe}/\text{CO}_2$  при давлении 0,075 – 0,08 Па, имели повышенное содержание карбонат-ионов и показали повышенную эмиссионную активность.

Применение АСМ, РЭМ, РСМА и измерения температуры термопарой в разных точках подложки показало, что в процессе распыления мишени размером 42 мм на расстоянии от центра подложки менее 26 – 28 мм, температура подложки превышает 270 °С, что приводит к укрупнению зерен покрытия, появлению дефектов и изменению состава поверхности [83-84]. Поэтому М-покрытия, осажденные в данной зоне, имеют неудовлетворительные эмиссионные характеристики.

Для получения МНОК с оптимальными эмиссионными и эксплуатационными характеристиками необходимо чтобы: в процессе осаждения покрытия температура катодов не превышала 260 °С; температура мишени при осаждении в смеси газов  $\text{Ar}/\text{CO}_2$  ( $\text{Xe}/\text{CO}_2$ ) и давлении 0,075 – 0,13 Па должна находиться в диапазоне 750 – 780 °С. При этих условиях радиальное расстояние от кернов катодов до центра подложки должно составлять 33 – 36 мм, расстояние до мишени – не менее 21 – 24 мм.

### **3.2 Влияние воздействия СВЧ-мощности в ЦЗУ на стабилизацию тока МНОК**

Катоды с нанесенными эмиссионными покрытиями устанавливались в катодно-подогревательные узлы (КПУ) ЦЗУ и после операции заварки корпуса аргоно-дуговой сваркой поступали на откачной пост.

Процесс откачки длился около 10 часов и предусматривал ступенчатый прогрев прибора в течении нескольких часов до температуры 400 °С, выдержку при данной температуре в течении 4-х часов, последующее снижение температуры до 200 °С, обезгаживание геттера и катода. Вакуум в откачной системе при

этом был не хуже  $1 \cdot 10^{-9}$  мм рт.ст. После откачки ЦЗУ поступали на стенд термоэмиссионной тренировки, где в статическом режиме снимались недокальные характеристики (рисунок 3.11), по которым, с учетом рабочей температуры катода, устанавливались токи накала ( $I_{н. раб.}$ ).

На рисунке 3.11 приведены зависимости тока катодов от тока накала, снятые до и после воздействия СВЧ-мощности на входной резонатор ЦЗУ.

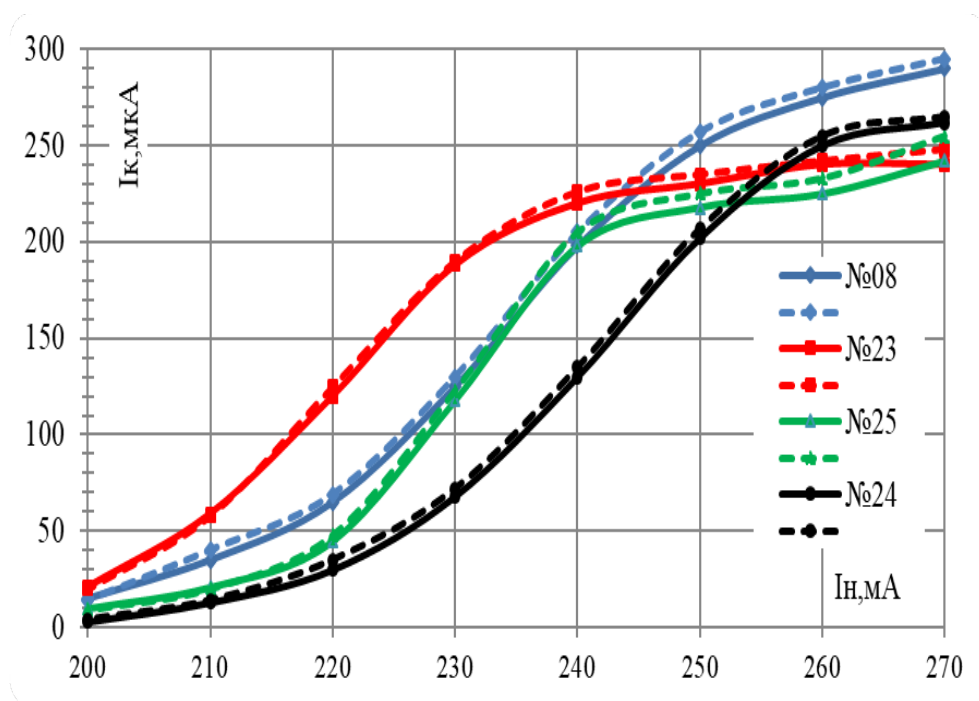


Рисунок 3.11 Недокальные характеристики: сплошные линии – до воздействия СВЧ-мощности на вход прибора, пунктирные – после воздействия СВЧ-мощности; 08, 23, 24, 25 – номера ЦЗУ с МНОК

Значения рабочих токов накала при соответствующих температурах МНОК для четырех характеристик приведены в таблице 3.9.

После тренировки приборов в течение 50 часов, на вход ЦЗУ подавалась СВЧ-мощность при включенном рабочем режиме.

На рисунке 3.12 приведены зависимости тока катодов от времени воздействия СВЧ-мощности на входной резонатор.

## Рабочие температуры катодов

№ ЦЗУ	$I_{\text{нраб}}$ , мА	$T_{\text{к}}$ , °С
08	250	586
23	240	554
25	250	590
24	255	604

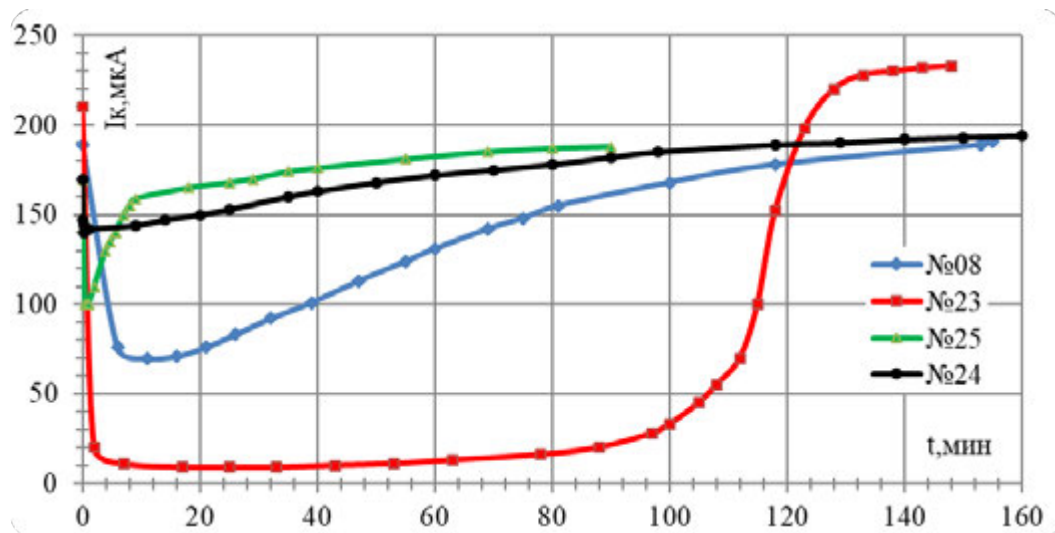


Рисунок 3.12 Зависимость тока катода ЦЗУ от времени при воздействии входной СВЧ-мощности: 08, 23, 24, 25 – номера приборов с МНОК

В ЦЗУ № 08 и № 23 СВЧ-мощность подавалась в импульсном режиме; мощность  $P_{\text{и}} = 32$  Вт, скважность  $Q = 20$ , длительность импульса  $t_{\text{имп.}} = 40$  мкс. В приборах № 24 и № 25 на вход резонатора подавалась СВЧ-мощность 10 Вт в непрерывном режиме [61, 62].

Анализ рисунка 3.12 показал, что при подаче СВЧ-мощности на вход резонаторов в ЦЗУ произошло резкое падение тока катода, который восстанавливался в течение 160 – 180 минут. Повышение тока накала катода ускорило процесс восстановления эмиссии, после чего вновь измерялись недокальные характеристики МНОК. В эмиссионных характеристиках после воздействия СВЧ-мощности име-

ется сдвиг в низкотемпературную область по отношению к первоначальным значениям, падения тока не произошло (рисунок 3.11).

На рисунке 3.13 показаны зависимости тока катодов 1 – 3 от времени работы в ЦЗУ без воздействия на входной резонатор СВЧ-мощности.

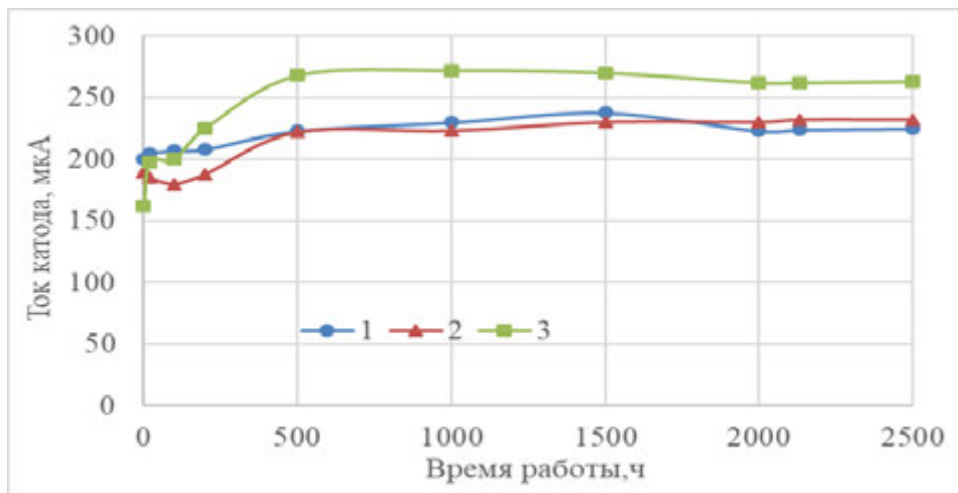


Рисунок 3.13 Зависимость тока катода ЦЗУ от времени работы без воздействия СВЧ-мощности

В ЦЗУ с катодами 4 – 8 после работы 50 часов осуществлялось воздействие СВЧ-мощности 4 – 10 Вт. После воздействия СВЧ-мощности стабильность тока катодов повысилась (рисунок 3.14).

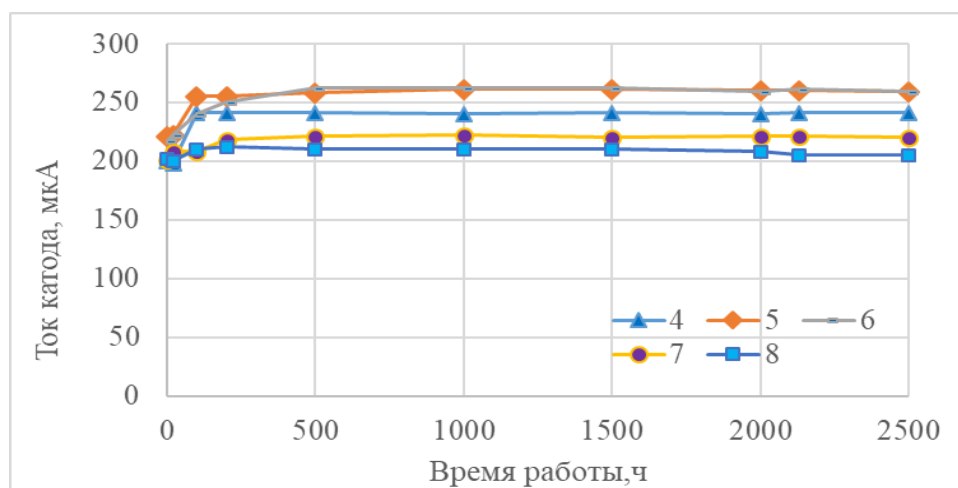


Рисунок 3.14 Зависимость тока катода ЦЗУ от времени работы после воздействия СВЧ-мощности

В таблицах 3.10 и 3.11 показаны флуктуации тока катодов 1 – 3 без воздействия СВЧ-мощности и 4 – 8 – с воздействием СВЧ-мощности на входной

резонатор ЦЗУ, вычислена дисперсия флуктуаций тока в интервале начиная со 100 часов.

Таблица 3.10

Флуктуации тока МНОК без воздействия СВЧ-мощности на входной резонатор ЦЗУ

Время работы, час	Ток катода образцов, мкА		
	№1	№2	№3
0,5	200	190	162
20	205	185	198
100	207	180	200
200	208	188	225
500	223	222	268
1000	230	223	272
1500	238	230	270
2000	223	230	262
2132	224	232	262
2500	225	232	263
Дисперсия тока начиная со 100 часов:	9,7	19,5	24,3
Дисперсия тока в %	4,37	9,00	9,62

Начальная активировка катода в ЦЗУ происходит уже на этапе окончания откачки прибора, когда катод кратковременно нагревается до температуры около 950 °К. Во время процесса откачки ЦЗУ происходит удаление газов – CO, CO<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> [88]. В [89] показано, что на этапах активирования оксидного катода в покрытии находятся ионы кислорода, которые перемещаются по поверхности зерен оксида за счет диффузии с энергией активации около 0,6 эВ при воздействии электрического поля.



Флуктуации тока катодов после воздействия СВЧ-мощности на входной резонатор

Время работы, час	Ток катода образцов, мкА				
	№4	№5	№6	№7	№8
0,5	200	221	217	201	202
20	198	222	222	208	200
100	241	255	240	208	210
200	241	255	250	218	212
500	241	258	262	221	210
1000	240	261	262	222	210
1500	241	261	262	220	210
2000	240	260	259	221	208
2132	241	260	261	221	205
2500	241	259	259	220	205
Дисперсия тока в начиная со 100 часов:	0,43	2,28	7,38	4,25	2,38
Дисперсия тока в %	0,18	0,88	2,88	1,94	1,14

При активировке МНОК в отпаяном ЦЗУ большая часть ионов кислорода удалась из оксидного покрытия. Часть из них сорбировалась стенками внутренней оболочки прибора, электродами, геттером.

При подаче СВЧ-мощности во входной резонатор ЦЗУ произошла электронная бомбардировка внутренней оболочки прибора, десорбция молекул кислорода и других газов, и их ионизация. Положительные ионы с внутренней оболочки и электродов осаждались на химически активную поверхность МНОК и вызывали изменение поверхностных доноров, ответственных за эмиссию, вследствие чего произошло резкое падение эмиссии. При работе МНОК происходит восста-

новление барьера на поверхности катода, уход сорбированных ионов из слоя. С увеличением СВЧ-мощности интенсивность электронной бомбардировки и соответственно отравления катода возросли. Это коррелирует с глубиной падения тока при подаче СВЧ-мощности величиной 32 Вт и 10 Вт. На скорость отравления катода повлияла также степень предварительной термической обработки и очистки поверхностей внутри ЦЗУ, и вакуумные условия в приборе. Из таблицы 3.9 и рисунка 3.12 следует, что скорость восстановления эмиссии возрастает с температурой. В то же время, известно, что с увеличением температуры катода в ЭВП уменьшается его долговечность.

Из представленных таблиц 3.10 и 3.11 можно заключить, что воздействие на входной резонатор ЦЗУ СВЧ-мощности привело к уменьшению флуктуаций тока катода с 4 – 10 % до 1 – 3 % в результате очистки внутренней поверхности от окислов. После тренировки ЦЗУ СВЧ-мощностью и стабилизации тока МНОК, последующее воздействие повышенной СВЧ-мощности не приводило к ухудшению эмиссионных характеристик катодов.

Полученные экспериментальные результаты позволили предложить способ дополнительной очистки внутренней поверхности ЦЗУ и стабилизации эмиссии путем подачи СВЧ-мощности в процессе тренировки. При этом в ЦЗУ необходимо использовать магнитный электроразрядный насос (НЭМ) для удаления из прибора десорбированных ионов. Результаты исследования влияния СВЧ-мощности внедрены в технологию производства ЦЗУ.

### **3.3 Выводы по 3-й главе**

Состав, микроструктура, толщина и эмиссионные свойства синтезируемых М-покрытий изменяются в зависимости от условий осаждения покрытий (температуры подложки, температуры мишени, давления и состава газа, расстояния до мишени и электронно-оптической оси).

Изменение давления рабочего газа в диапазоне 0,075 – 0,13 Па при осаждении М-покрытий влияет на морфологию и микроструктуру поверхности и эмиссионные свойства МНОК.

Получены зависимости шероховатости и размера зерен М-покрытия от давления и состава газа при ионно-плазменном напылении. Плотность М-покрытия и диаметр зерен возрастают с уменьшением давления газа, а шероховатость поверхности уменьшается. М-покрытие, синтезированное в смеси Ar/CO<sub>2</sub>, имеет более мелкие зерна по сравнению с напыленным в смеси с Хе/CO<sub>2</sub>. Катоды с более плотным М-покрытием, осажденные в атмосфере Хе/CO<sub>2</sub> при давлении 0,075 – 0,08 Па, имели повышенное содержание карбонат-ионов и показали повышенную эмиссионную активность.

Проведенные исследования процессов напыления эмиссионных покрытий позволили выработать **второе научное положение:**

**Предложенные параметры ионно-плазменного напыления в едином вакуумном цикле эмиссионного покрытия МНОК толщиной 0,8 – 1 мкм, в температурном диапазоне распыляемой мишени (Ba,Sr,Ca)CO<sub>3</sub> 750 – 780°С, подложки с катодами – не более 260°С, при давлении рабочего газа 0,075 – 0,13 Па, обеспечивают получение в ЦЗУ тока катода плотностью 2 – 3 А/см<sup>2</sup> в непрерывном режиме и повышение срока службы до 7 – 10 тыс. часов.**

Исследования десорбционных процессов в ЦЗУ при воздействии СВЧ-мощности на входной резонатор позволили выработать **третье научное положение:**

**Очистка внутренней поверхности входного резонатора ЦЗУ подачей на него СВЧ-мощности 4 – 10 Вт в течение 1 – 3 часов приводит к уменьшению флуктуаций тока МНОК во время эксплуатации с 4 – 10 % до 1 – 3 %, при этом скорость восстановления эмиссии в период такого воздействия возрастает с увеличением рабочей температуры катода.**

## ГЛАВА 4. ОСОБЕННОСТИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ, ЭМИССИОННЫЕ И ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НОВЫХ КОНСТРУКЦИЙ МНОК

### 4.1. Применение лазера на парах меди в изготовлении МНОК из фольги

Для создания новых СВЧ-приборов с улучшенными массогабаритными и эксплуатационными характеристиками требуются новые подходы и способы в изготовлении термоэмиссионных катодов. Одним из подходов является внедрение прецизионных и высокопроизводительных способов лазерной микрообработки материалов изделий электронной техники (ИЭТ) [90].

До настоящего времени в ЦЗУ применялся МНОК, подогреватель и керн которого изготавливались из вольфрамрениевой проволоки диаметром 50 мкм (П-образный подогреватель из сплава ВР-27, присоединяемый к нему лазерной сваркой керн ВР-20). На керн наносилась пленка иридия толщиной 0,25 мкм и термоэмиссионное вещество состава  $(\text{Ba}, \text{Sr}, \text{Ca})\text{CO}_3$  [68, 69]. Выбор в качестве материала керна вольфрамрениевого сплава обусловлен его физико-химическими и оптимальными механическими свойствами (жесткостью, твердостью и пластичностью). Термоэмиссионные катоды с керном из сплава вольфрам-рений обладают устойчивостью к отравлению кислородом благодаря наличию б-фазы [91, 92]. Недостатками конструкции из проволоки являются: низкая технологичность и производительность изготовления из-за ручного труда и необходимости применения большого количества сложных прецизионных оправок.

При разработке новой конструкции катода стояли задачи повышения производительности изготовления, улучшения его эмиссионных свойств и увеличения устойчивости к механическим воздействиям, не изменяя при этом параметры по питанию ЦЗУ.

В настоящей работе предлагается усовершенствованный процесс изготовления новой конструкции МНОК с применением созданной на предприятии АО «НПП «Исток» им А. И. Шокина» автоматизированной лазерной технологической

установки (АЛТУ) «Каравелла-2М» на основе импульсного лазера на парах меди (ЛПМ). АЛТУ позволяет с высокой производительностью и качеством производить прецизионную микрообработку любых металлических, в частности, тугоплавких материалов из фольги толщиной 0,01–0,2 мм с шероховатостью поверхности реза не более 1 – 2 мкм и зоной термического воздействия не более 2 – 5 мкм [93, 94].

С этой целью, заготовка из 50 мкм фольги сплава ВР-27 размером 30 x 40 мм после химической обработки подвергалась отжигу в водороде при температуре 850 °С в течение 30 минут в специальной оправке для обеспечения плоскостности ее поверхности. Отожженная заготовка устанавливалась на координатном столе АЛТУ «Каравелла-2М», где в соответствии с рабочим чертежом изготавливался катодный узел, состоящий из подогревателя в форме меандра и керна.

На рисунке 4.1 представлены конструкции МНОК с подогревателем в форме меандра и керном прямоугольного сечения изготовленные в виде цельной детали из 50-мкм фольги ВР-27 лазерной резкой (а), а также с отдельно изготавливаемыми подогревателем из фольги и керном из проволоки сплава ВР-20, который приваривается к подогревателю лазерной сваркой (б).

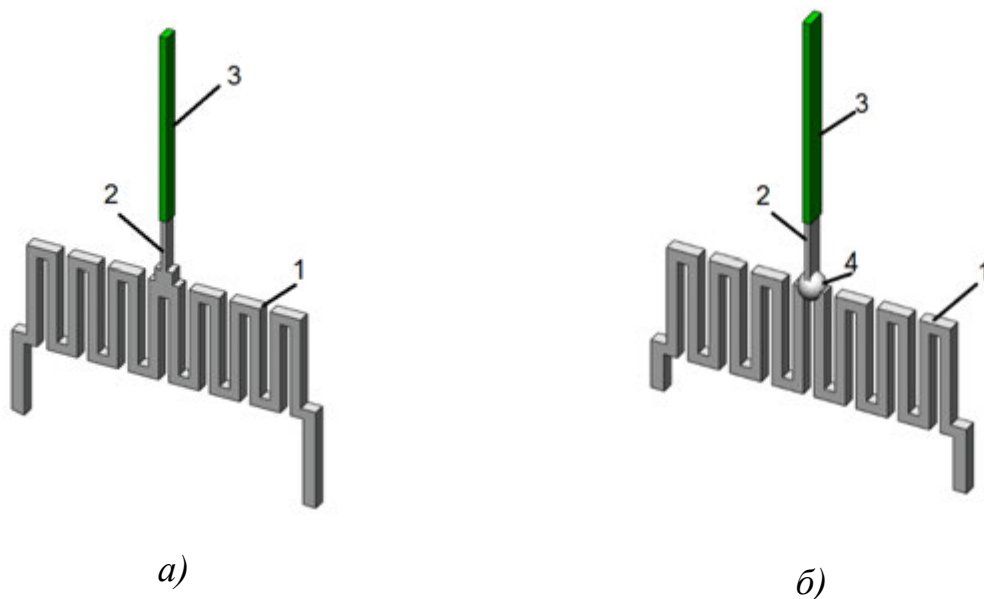


Рисунок 4.1 Изображения МНОК изготовленных из фольги сплава ВР-27: в виде цельной детали (а); с присоединением к подогревателю керна лазерной свар-

кой (б). На рисунке обозначено: 1 – подогреватель; 2 – керн катода; 3 – термоэмиссионное покрытие; 4 – место сварки керна с подогревателем

Конструкция катода, изображенная на рисунке 4.1, б позволяет использовать керны из проволоки различного диаметра, а также из материалов, отличающихся по составу от подогревателя.

Технологические параметры АЛТУ «Каравелла-2М», применяемой при изготовлении катодов, приведены в таблице 4.1.

Таблица 4.1

## Технологические параметры АЛТУ «Каравелла-2М»

Параметр	Значение
Длина волны излучения, нм	510,6
Частота повторения импульсов, кГц	14
Длительность импульса излучения (по уровню 0,5), нс	10 – 12
Импульсная энергия, мДж	0,2 – 0,5
Расходимость пучка излучения, мрад	0,1
Фокусное расстояние объектива, мм	100
Диаметр рабочего пятна излучения, мкм	10 – 12
Плотность пиковой мощности излучения, Вт/см <sup>2</sup>	$3 \cdot 10^{10}$
Средняя мощность излучения, Вт	1,6
Скорость резки, мм/с	0,8 – 1
Транспортная скорость перемещения, мм/с	0,8 – 1
Количество проходов (повторов)	5

Катоды, изготовленные на АЛТУ «Каравелла-2М», подвергались химической очистке от нагара и грата при условии сохранения структуры поверхности и соответствия размеров рабочему чертежу. После химической обработки в трихлорэтилене проводили разрыхление грата с использованием водного раствора кипящей щелочи NaOH. Для финишной очистки использовался раствор перекиси

водорода, с последующей промывкой в деионизованной воде с ультразвуком (25 – 30 кГц). Затем катод подвергался отжигу в водороде при 1050 °С в течение 30 минут и уменьшению толщины керна методом прессования до номинального размера 18 – 20 мкм. Последнее обеспечивает узкий ленточный электронный луч в ЦЗУ. Контроль внешнего вида катода после каждой операции осуществлялся с помощью оптического микроскопа марки Olympus с увеличением  $\times 200 - 500$ .

На керн размером 0,9 x 0,08 x 0,02 мм магнетронным распылением наносилась пленка иридия толщиной 0,25 мкм с последующим высокотемпературным отжигом в водороде и напылением в среде аргона и CO<sub>2</sub> термоэмиссионного покрытия (BaSrCa)CO<sub>3</sub> толщиной 0,8 – 1 мкм. Параметры ионно-плазменного напыления: давление рабочего газа – 0,11 Па, напряжение разряда – 800 В, ток разряда – 200 мА [76].

Катод монтировался в ЦЗУ с расстоянием катод – анод 120 мкм. СВЧ-прибор откачивался до уровня вакуума 10<sup>-9</sup> мм рт. ст. и проводилось термическое разложение карбонатов до формирования оксидного покрытия на керне. Эмиссионные свойства МНОК исследовали на стенде термоэмиссионной тренировки ЦЗУ по стандартной методике [67 – 69].

После термоэмиссионной тренировки продолжительностью 50 часов при напряжении  $U_a = 14$  В, на вход резонатора ЦЗУ подавалась в непрерывном режиме СВЧ-мощность 4 Вт для дополнительной тренировки параметров ЦЗУ [61]. Структурная схема технологического стенда ЦЗУ на воздействие СВЧ-мощности высокого уровня (рисунок 4.2), состояла из задающего генератора СВЧ-сигналов, широкополосного усилителя мощности (УМШ) [95], вентиля, коаксиально-волноводного перехода. Она обеспечивала стабилизацию эмиссионных характеристик МНОК в ЦЗУ. Нагрузкой являлся блок ЦЗУ, подключаемый к выходному разъему стенда входным СВЧ-трактом. Задающий генератор определял рабочую частоту стенда, уровень СВЧ-сигнала, поступающего на УМШ и модуляцию СВЧ-мощности в импульсном режиме. Усиленная СВЧ-мощность поступала на ферритовый вентиль, обеспечивающий развязку выхода усилителя и отражающей

нагрузки ЦЗУ. Отраженная от нагрузки СВЧ-мощность рассеивалась в нагрузке вентилля.

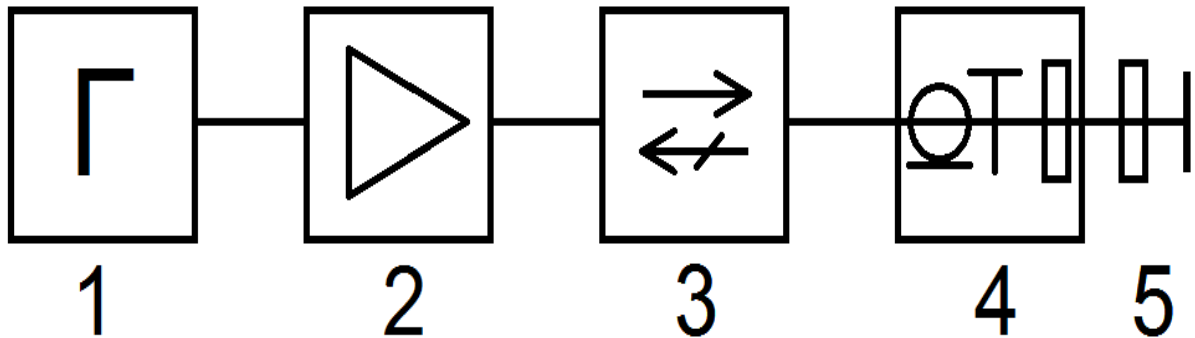


Рисунок 4.2 Структурная схема технологического стенда воздействия на катод СВЧ-мощностью: 1 – СВЧ-генератор; 2 – усилитель мощности; 3 – ферритовый вентиль; 4 – коаксиально-волноводный переход; 5 – входной тракт ЦЗУ

Известно, что с увеличением содержания рения в вольфраме, уменьшается хрупкость, возрастает пластичность и повышается температура начала его рекристаллизации (рениевый эффект), что важно для работы термоэмиссионных катодов. Так, при введении в вольфрам 1% Re температура рекристаллизации сплава составляет 1300 °С. Для листового вольфрама с содержанием 30 % примеси Re, она составляет 1550 °С, для проволоки ВР-27ВП – 1300 – 1400 °С [96]. Проволока сплава ВР-27ВП изготавливается из порошкового металла и является по структуре менее плотной, чем фольга.

На рисунке 4.3 изображены фрагменты изготовленного катода из фольги ВР-27ВП. На поверхностях реза видны участки в виде остывших капель металла (рисунок 4.3, а). На рисунке 4.3, б показан изготовленный из фольги катод после химической очистки и нанесения на керн эмиссионного покрытия.

Известно, что при увеличении средней мощности излучения ЛПМ возрастает ширина зоны термического воздействия (ЗТВ) и ширина реза металлической фольги. Поэтому, для минимизации ЗТВ и шероховатости поверхности применялся метод многопроходного прохождения луча при минимальной мощности излучения. Количество проходов при изготовлении катодов составляло более 5. При этом достигалась шероховатость поверхности реза менее 1 мкм.



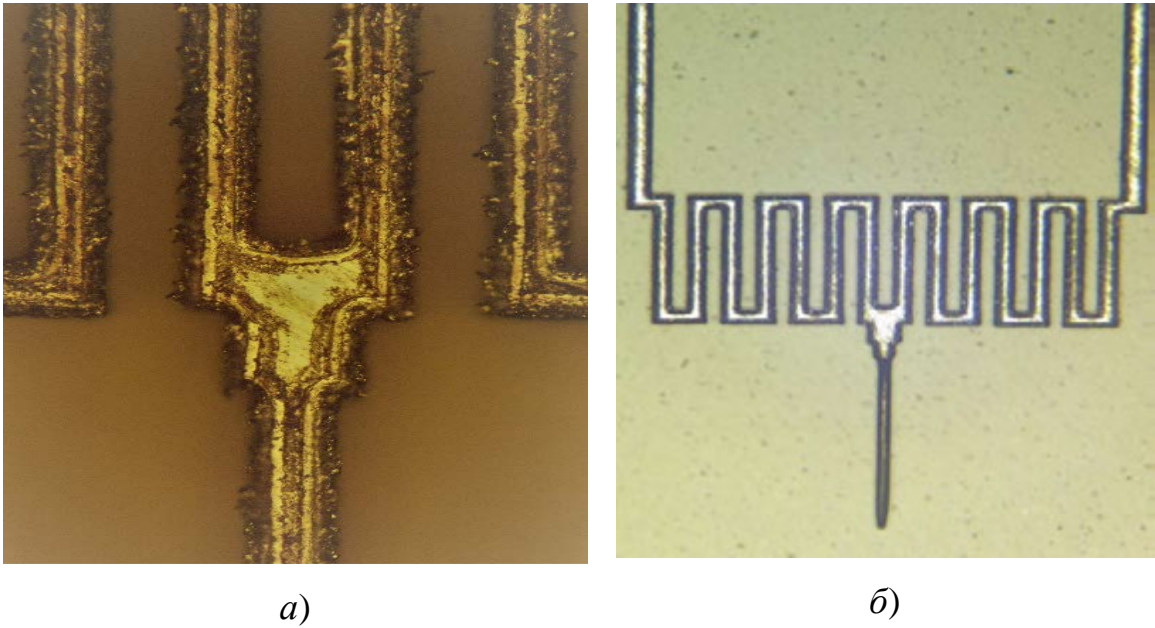


Рисунок 4.3 Изображения фрагментов катода из фольги ВР-27ВП: после лазерной резки (а); после химической очистки и нанесения эмиссионного покрытия на керн (б). Увеличение  $\times 100 \dots 200$

Подогреватель катода, с сечением  $0,05 \times 0,04$  мм и общей длиной 5 мм, выполненный из вольфрамниевой фольги в форме меандра, придавал жесткость конструкции и обеспечивал равномерную теплопередачу керну длиной 0,9 мм. Общая длина меандра рассчитывалась в зависимости от необходимого сопротивления подогревателя по формуле:  $R = \rho \cdot L/S$ , где  $R$  – сопротивление подогревателя, Ом;  $\rho$  – удельное сопротивление материала, Ом  $\cdot$  м;  $L$  – длина проводника меандра, мм;  $S$  – площадь сечения проводника, мм<sup>2</sup>. Керн катода изготовлялся с прямоугольным или круглым сечением.

На рисунке 4.4 представлены недокальные характеристики МНОК с подогревателем в форме меандра из вольфрамниевой фольги – 1 и проволоки – 2.

Анализ полученных недокальных характеристик показал, что характеристическая точка катода из фольги (кривая 1) соответствует накалу 230 мА, а катода из проволоки (кривая 2) – 250 мА. Работа выхода, рассчитанная по уравнению Ричардсона при постоянной  $A = 120,4 \text{ А К}^{-2}/\text{см}^2$  для катодов из проволоки и фольги в диапазоне рабочих температур 620 – 650 °С, имеет близкие значения и составляет 1,38 – 1,43 эВ соответственно.

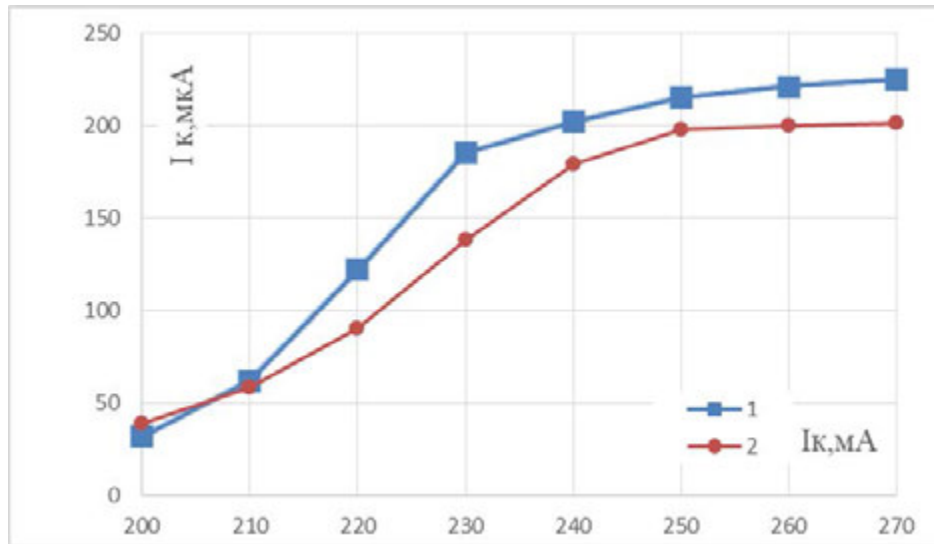


Рисунок 4.4 Недокальные характеристики МНОК: 1 – подогреватель и керн из фольги сплава ВР-27 ВП; 2 – подогреватель из проволоки ВР-27 ВП и керн из проволоки ВР-20

Нечеткий, «размытый» участок перехода характеристик от режима пространственного заряда к режиму насыщения показывает неоднородность распределения отбираемого тока и может быть связан с неоднородностью поля и работы выхода по эмитирующей поверхности катода [7]. Катод из фольги показал лучшую эмиссионную однородность и активность, возможно, за счет плоской геометрии эмиссионной поверхности и повышения в керне концентрации атомов рения, диффундирующих в пленку иридия при отжиге в водороде [64 – 65].

На рисунке 4.5 показаны кривые скорости восстановления эмиссии катодов из фольги (1, 2) и из проволоки (3, 4) во время воздействия на вход ЦЗУ СВЧ-мощности. Восстановление эмиссии МНОК в ЦЗУ после воздействия СВЧ-мощности может длиться 1 – 3 часа, в зависимости от первоначального состояния активности катода, его рабочей температуры и вакуумных условий в ЦЗУ. Катоды № 1 и 2 после воздействия СВЧ-мощности продемонстрировали меньшее падение тока, чем катоды 3 и 4, что свидетельствует о меньшем отравлении эмиссионного слоя под действием бомбардировки ионами остаточных газов десорбированных с внутренней поверхности ЦЗУ [59, 60]. Дополнительным фактором, оказавшим влияние на улучшение эмиссионных характеристик и меньшее отравление катода

из фольги ВР-27 остаточными газами, может являться более высокая температура керна (см. рисунок 4.6) и однородность ее распределения по поверхности.

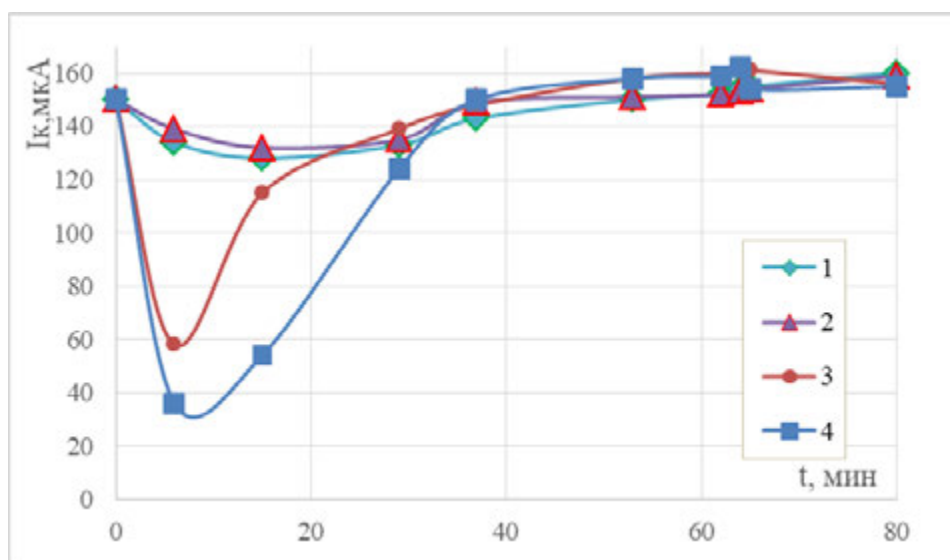


Рисунок 4.5 Скорость восстановления эмиссии МНОК: 1, 2 – катод из фольги ВР-27; 3, 4 – катод с проволочным подогревателем ВР-27 и керном ВР-20

В [97] показано положительное влияние повышения температуры катода с молекулярным напылением до 650 – 680 °С и увеличения плотности оксидного покрытия на скорость восстановления эмиссии после отравления остаточными газами ЭВП.

Пирометрирование катодов из фольги и проволоки, смонтированных в колбы из стекла марки С-49-2 и откачанных до степени вакуума  $10^{-7}$  мм рт.ст., осуществлялось на инфракрасном пирометре ВИМП-015 (рисунок 4.6). Пирометрирование показало, что kern катода из фольги в диапазоне рабочих накалов имеет температуру на 25 – 30 °С выше, чем из проволоки.

Испытания катода, проведенные в режиме циклического включения накала (4 секунды включено, 4 секунды выключено) при рабочей температуре 650 °С показали, что после 1385100 циклов формоустойчивость катода не ухудшилась.

При исследовании катодов из проволоки и фольги, установленных в ЦЗУ, на устойчивость к акустическим шумам, использовался анализатор сигналов Keysight PXA Signal Analyzer N 9030A. В качестве генератора сигналов использовался Agilent Technologies E8257D 250kHz-20GHz PSG.

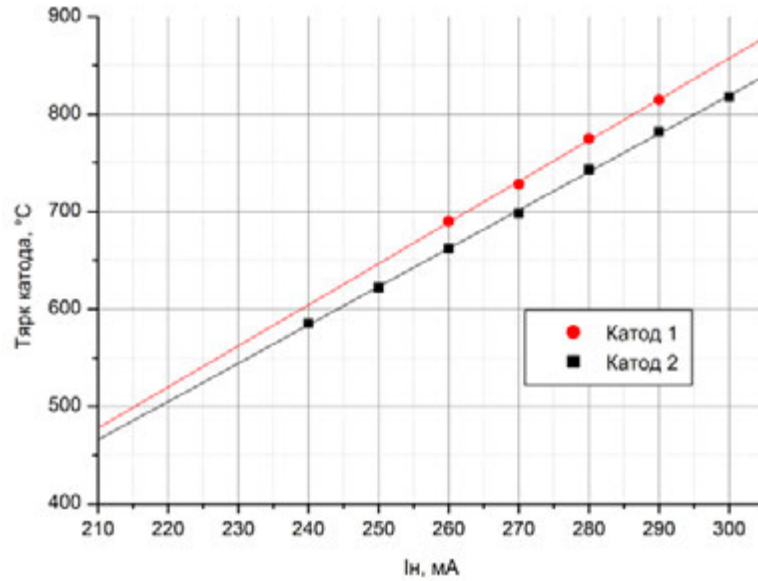


Рисунок 4.6 График пирометрирования катодов: 1 — подогреватель и керн из фольги ВР-27, 2— подогреватель из проволоки ВР-27, керн из проволоки ВР-20

Исследование проводилось по следующей методике. На вход ЦЗУ с генератора поступал сигнал. Выходной сигнал с ЦЗУ поступал в анализатор сигналов. При воздействии на ЦЗУ механических колебаний, выходные сигналы имели спектры с дополнительными компонентами, сдвинутыми на частоты механических резонансов, показанные на рисунке 4.7.

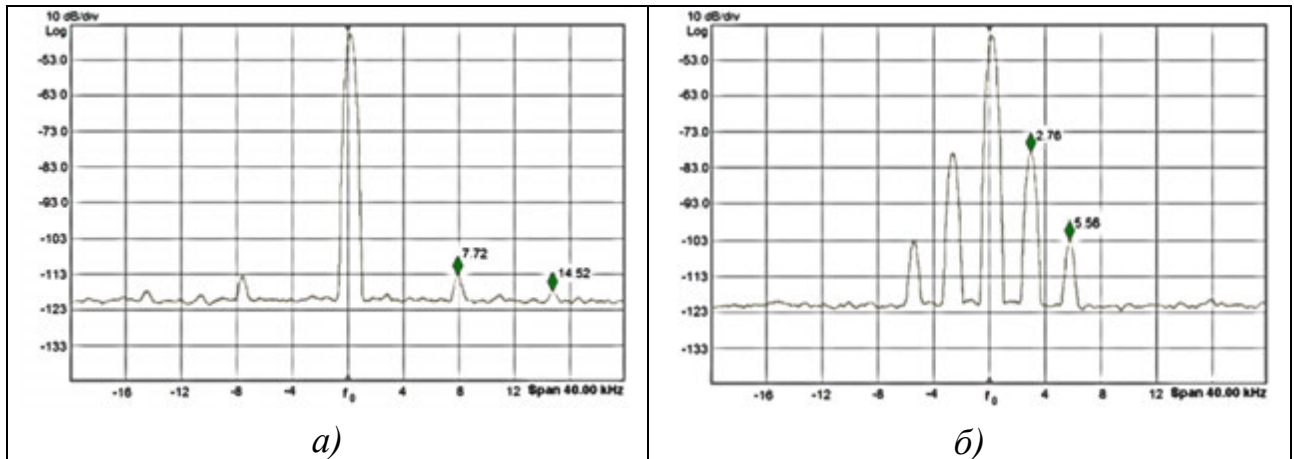


Рисунок 4.7 Спектры выходного сигнала ЦЗУ: катод из фольги ВР-27 (а); катод из проволоки ВР-27, ВР-20 (б)

Анализ рисунка 4.7 показал, что резонансные частоты катода новой конструкции из фольги ВР-27ВП равны 7,72 кГц и 14,52 кГц. Для катода с подогревателем из проволоки резонансные частоты равны 2,76 и 5,56 кГц.

Таким образом, у конструкции из фольги паразитные компоненты выходного спектра на 25 dB меньше, а резонансные частоты в 2,8 раза выше, чем у катода из проволоки. Катод с подогревателем из фольги продемонстрировал повышенную жесткость и виброустойчивость в диапазоне внешних воздействующих частот ЦЗУ [98].

Показано, что применение АЛТУ «Каравелла-2М» автоматизировало процесс изготовления миниатюрных МНОК из фольги и позволило интегрировать его с современными групповыми технологиями изготовления ИЭТ.

Оптимизация технологии лазерной прецизионной микрообработки вольфрамиевой фольги ВР-27, режимов последующей химической очистки и нанесения эмиссионного покрытия позволили изготовить МНОК с улучшенными эмиссионными и эксплуатационными параметрами.

Катода из фольги показал стабильную работу в непрерывном режиме с плотностью тока 2 – 3 А/см<sup>2</sup> и рабочей температурой 600 – 650 °С в течение 5000 часов при повышенной жесткости и виброустойчивости конструкции.

Результаты проведенной работы применяются в производстве экспериментальных образцов ЦЗУ.

#### **4.2. Применение фемтосекундного лазера в изготовлении МНОК из фольги**

Внедрение прецизионных и высокопроизводительных способов лазерной микрообработки материалов ИЭТ позволило создавать новые конструкции молекулярно-напыленных оксидных катодов (МНОК) с улучшенными эмиссионными и эксплуатационными свойствами, применяемых в современных циклотронных защитных устройствах (ЦЗУ) [56, 95].

В работе [99] показано, что применение АЛТУ «Каравелла-2М» с лазером на парах меди (ЛПМ) с длиной волны 510,6 нм для изготовления МНОК из вольфрамиевой фольги позволило уменьшить его паразитные резонансные колебания, увеличить жесткость и виброустойчивость по сравнению с конструкцией из

50 мкм проволоки, изготовленной методом механообработки. ЛПМ с наносекундной длительностью импульсов обеспечивают прецизионную микрообработку вольфрамрениевой фольги толщиной 0,01...0,2 мм с шероховатостью поверхности реза 2...3 мкм и зоной термического воздействия 2...5 мкм.

Однако, при микрообработке ЛПМ, на поверхности материала со стороны реза (входа луча) остаются выплески металла (грат), что требует последующей химической обработки в растворе щелочи с наложением ультразвукового поля. Для МНОК повторная химическая обработка может отрицательно сказаться на параметрах катода из-за уменьшения размеров при травлении металла на 2-3 мкм.

Дальнейшая миниатюризация СВЧ-приборов выдвигает более жесткие требования к качеству поверхности, размерам и параметрам изделий. Существующая технология ЛПМ не позволила изготовить МНОК с шириной зерна менее 25 мкм и шероховатостью поверхности реза менее 1 мкм. Повышенная шероховатость МНОК препятствует получению высоких параметров ЦЗУ по уровню шума.

Фемтосекундные лазеры, из-за малого времени воздействия излучения на материал, позволяют получать высокое качество микрообработки: с субмикронной ЗТВ и без образования расплава [100, 101].

В настоящей работе для изготовления цельной конструкции катода применялась созданная на предприятии ООО «НПЦ «Лазеры и аппаратура ТМ» (г. Зеленоград) машина лазерная прецизионная «МЛП1-Фемто» на основе твердотельного волоконного лазера (Yb:YAG) с фемтосекундной длительностью импульсов излучения и длиной волны  $\lambda = 1030 \pm 5$  нм. В результате оптимизации режимов микрообработки были изготовлены из фольги сплава ВР-27ВП экспериментальные образцы МНОК и исследованы их эмиссионные свойства.

Предварительно заготовка из 50 мкм фольги сплава ВР-27 ВП размером 30 x 40 мм после химической обработки подвергалась отжигу в водороде. Последующее изготовление из заготовки катодов (рисунок 4.8) осуществлялось с использованием координатной системы, обеспечивающей автоматическое перемещение фемтосекундного лазерного луча по заданной программе в плоскости координат



X–Y и фокусировки светового пятна в направлении оси Z. Точность позиционирования координатной системы и обработки составляла  $\pm 5$  мкм. Диапазон изменения скорости 0–1000 мм/с. Исследование поверхности катодов проводилось на электронном микроскопе «Nirox KH-7700», производство Японии. На рисунке 4.8 представлен катод, изготовленный ЛПМ в виде цельной детали, поверхность которого вдоль лазерного реза имеет шероховатость  $\sim 2$  мкм.

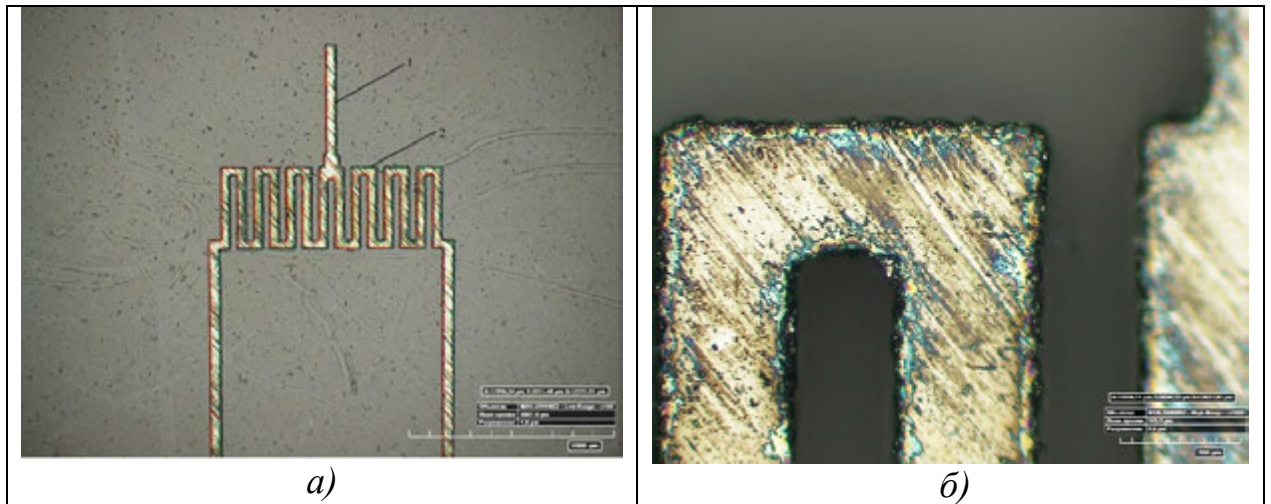


Рисунок 4.8 Изображения катода, изготовленного с применением ЛПМ из фольги ВР-27 ВП: а – общий вид катода, где 1 – керн; 2 – подогреватель в форме меандра; б – фрагмент подогревателя. Увеличение  $\times 200$ –1500

С целью уменьшения ширины керна до 20 – 25 мкм и уменьшения шероховатости, ЗТВ и грата, проводились экспериментальные исследования с фемтосекундным лазером по определению оптимальных режимов прецизионной микрообработки. Оптимизация проводилась по следующим параметрам: энергии в импульсе лазерного излучения, скорости обработки и числу проходов лазерного луча. Фокусное расстояние, частота импульсов и длина волны фемтосекундного лазера оставались постоянными. После оптимизации параметров микрообработки, на керн катода размером  $0,9 \times 0,05 \times 0,025$  мм магнетронным распылением наносилась пленка иридия толщиной 0,25 мкм с последующим высокотемпературным отжигом в водороде и напылением в среде аргона и  $\text{CO}_2$  М-покрытия толщиной 0,8 мкм. Параметры ионно-плазменного напыления: давление рабочего газа 0,11 Па, напряжение разряда 800 В, ток разряда 200 мА [76, 102].

Эмиссионные свойства МНОК в ЦЗУ с расстоянием катод-анод 120 мкм исследовали на стенде термоэмиссионной тренировки по стандартной методике [68, 69].

Оптимизация технологии микрообработки проводилась на вышеуказанной фольге в нескольких режимах. Пороговая (минимальная) плотность мощности испарения вольфрама для импульсного излучения определялась по формуле [93]:

$$q_{\text{н}} = \frac{kT}{2A} \sqrt{\frac{\pi}{\tau\delta}} \quad (4.1)$$

где  $k=162,8$  Вт/(м·К) – коэффициент теплопроводности,  $T = 5828$  К – температура испарения вольфрама,  $A=0,484$  – коэффициент поглощения,  $\delta=0,64$  – коэффициент температуропроводности,  $\text{см}^2/\text{с}$ ,  $\tau = 250 \cdot 10^{-15}$  с – длительность импульса лазерного излучения.

Подставляя данные в формулу (4.1), получаем значение расчетной пороговой пиковой (импульсной) плотности мощности для вольфрама:  $q_{\text{н}} = 0,43 \cdot 10^{11}$  Вт/см<sup>2</sup>.

Экспериментальное значение пиковой плотности мощности излучения определялись по формуле [93, 94]:

$$q_{\text{н}} = \frac{P_{\text{ср}}}{f\tau S} \quad (4.2)$$

где  $P_{\text{ср}}$  – средняя мощность лазерного излучения;  $f$  – частота следования импульсов,  $\tau$  – длительность импульсного излучения,  $S=(\pi d^2)/4$  – площадь светового пятна сфокусированного пучка излучения,  $d$  – диаметр светового пятна, мкм ( $f = 25 \cdot 10^3$  Гц,  $\tau = 250 \cdot 10^{-15}$  с,  $d = 15$  мкм). Зная пороговую пиковую плотность мощности излучения, определили минимальную среднюю мощность излучения фемтосекундного лазера, необходимую для микрообработки вольфрамениевой пластины  $\approx P_{\text{ср.}} = 0,47$  мВт.



Отработку технологии проводили при мощности лазерного излучения выше этого значения с целью обеспечения эффективной и производительной микрообработки заготовки из сплава ВР-27 ВП. В качестве фокусирующего элемента использовался F-theta объектив с фокусным расстоянием  $F = 70$  мм для получения обрабатываемого пятна излучения диаметром 15 мкм. При этом диапазон средней мощности излучения составлял 0,5 – 6 Вт при скорости обработки до 1000 мм/с и числе проходов от 1 до 300. Энергия в импульсе изменялась от 40 мкДж до 400 мкДж. Частота следования импульсов была постоянной и составляла  $f = 25 \cdot 10^3$  Гц.

На рисунке 4.9 показан фрагмент изображения катода, изготовленного из фольги ВР-27 ВП фемтосекундным лазером при неоптимальном режиме обработки.

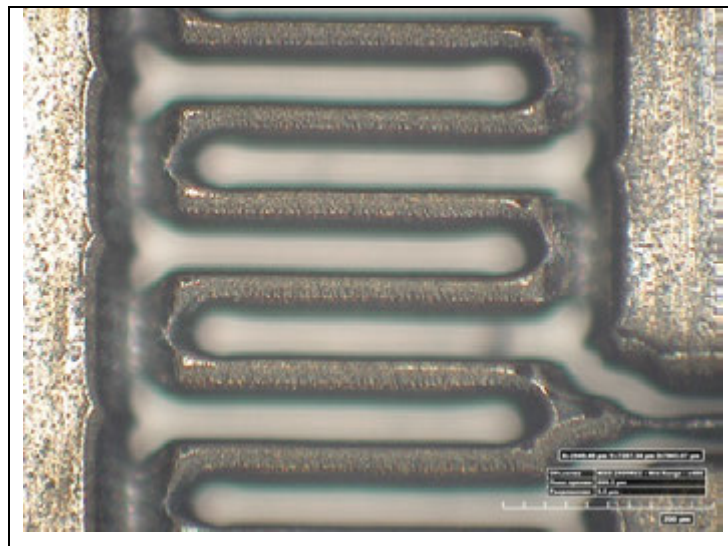


Рисунок 4.9 Изображение фрагмента катода из фольги при технологическом режиме обработки: энергия в импульсе 50 мкДж, Ризл. = 0,7 Вт, Fобъект. = 70 мм, скорость обработки  $V_{обр.} = 500$  мм/с, число проходов 200,  $d$  св.пятна = 15 мкм.  
Увеличение  $\times 1500$

Анализ рисунка 4.9 показал, что на подогревателе катода имеются участки, где металл удален не полностью. При дальнейшей оптимизации параметров лазерной резки данный дефект был устранен за счет повышения числа проходов луча до 300, скорости до 1000 мм/с и увеличения средней мощности излучения до 5-

6 Вт. Этот режим позволил минимизировать ЗТВ и шероховатость поверхности реза. При этом достигнута шероховатость поверхности менее 1 мкм.

На рисунке 4.10 для сравнения показаны изображения кернов катодов, изготовленных с применением ЛПМ и фемтосекундного волоконного лазера.

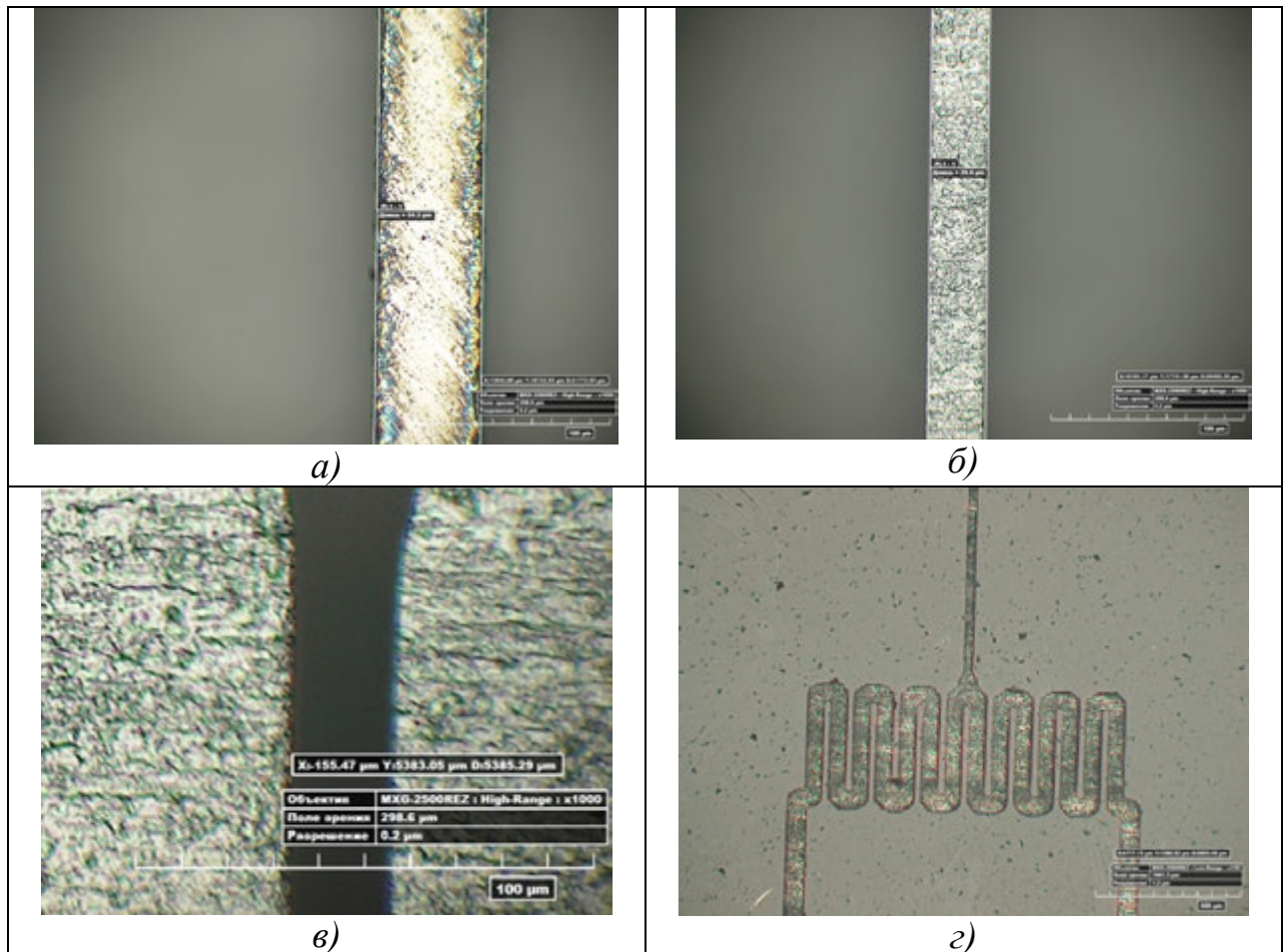


Рисунок 4.10 Изображения катода: kern изготовлен ЛПМ (а); kern и подогреватель изготовлены фемтосекундным лазером (б,в,г). Увеличение  $\times 200-1500$

Применение лазерной технологии с фемтосекундными импульсами позволило полностью отказаться от механической операции сплющивания керна и устранить термическое воздействие лазерного излучения на вольфрамрениевую фольгу, так как передача импульсной энергии осуществлялась за период на пять порядков меньше наносекундного ЛПМ. При этом шероховатость поверхности реза составила менее 1 мкм и отсутствовали выплески металла, что свело к минимуму последующую химическую обработку катодов. Изготовление деталей в режиме массива позволило получить 50 катодов за 30 минут.

На рисунке 4.11 представлены эмиссионные характеристики МНОК через 1 час и 120 часов работы. С увеличением длительности работы ток катода увеличился.

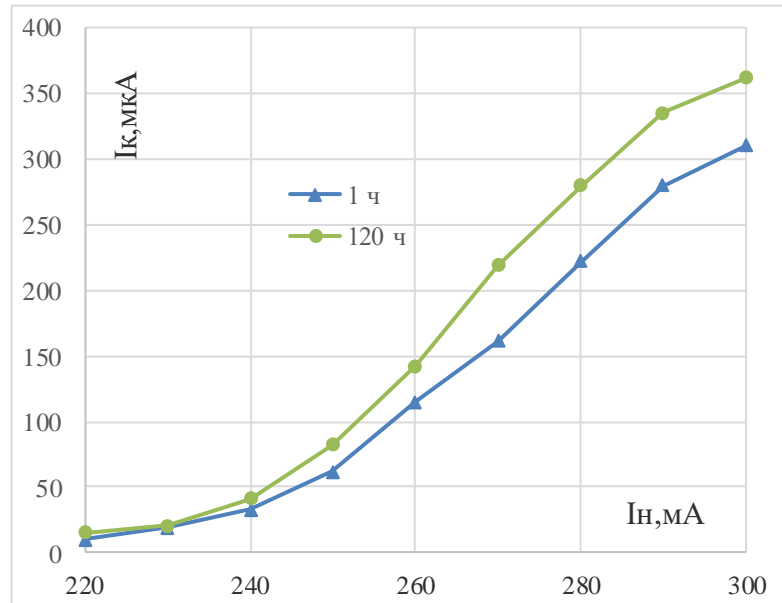


Рисунок 4.11 Эмиссионные характеристики МНОК, изготовленного с применением фемтосекундного волоконного лазера

МНОК с размером эмиссионной поверхности  $0,7 \times 0,025$  мм, изготовленный из фольги ВР-27ВП на фемтосекундном лазере показал стабильную работу в макете ЦЗУ в непрерывном режиме с рабочей температурой  $600 - 650$  °С при токоотборе  $2 \text{ А/см}^2$  в течение 500 часов [102].

### 4.3 Сравнительный анализ эмиссионных свойств МНОК из фольги

На рисунке 4.12 представлены накальные характеристики МНОК в макетах ЦЗУ, изготовленных ЛПМ, после 500 часов работы: *а* – в виде цельной конструкции, *б* – с приваренным к подогревателю керном. На рисунке 4.12, *а* напряжение на аноде составляло 10 В, на рис. 4.12, *б* – 14 В.

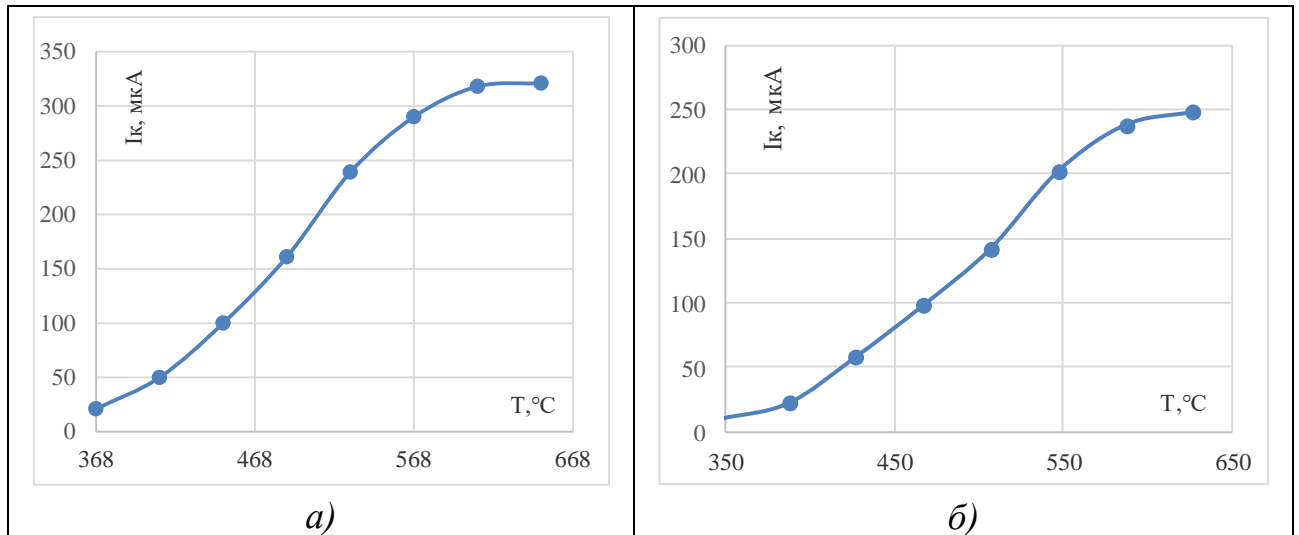


Рисунок 4.12 Эмиссионные характеристики МНОК, изготовленных ЛПМ: в виде цельной конструкции (а), с приваренным керном(б)

На рисунке 4.13 показан график испытаний на долговечность МНОК, изготовленного ЛПМ из вольфрамениевой фольги в виде цельной конструкции (рисунок 4.8, а, б).

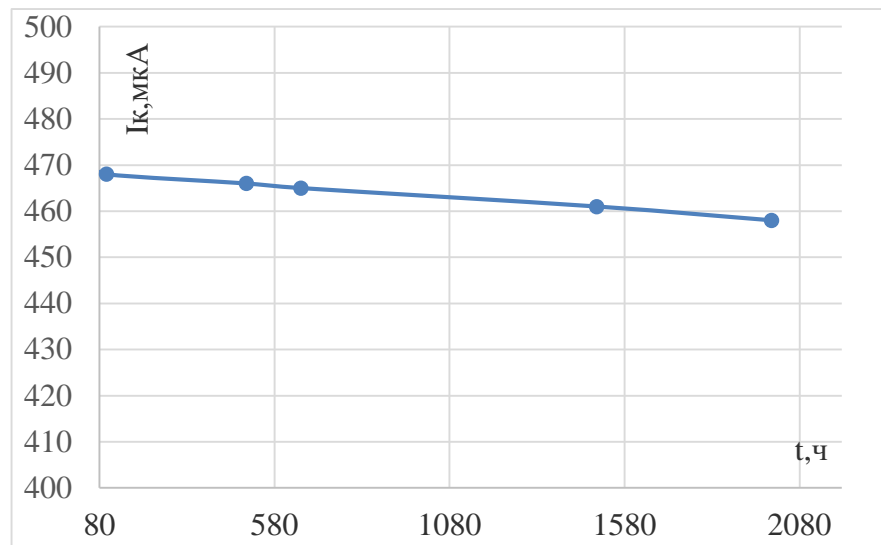


Рисунок 4.13 Испытания на долговечность МНОК, изготовленного ЛПМ из фольги в виде цельной конструкции

При наработке в макете ЦЗУ МНОК из фольги 2000 часов с плотностью тока  $2,6 \text{ A/cm}^2$ , ухудшение эмиссии незначительное – 10 мкА. В настоящее время в экспериментальных приборах ЦЗУ применяется МНОК, подогреватель которого изготовлен из фольги ВР-27 ВП в виде меандра с применением ЛПМ. Керн из проволоки ВР-20 приваривается к подогревателю и подвергается плющению до

толщины 18-20 мкм. Катоды данной конструкции испытаны на вибростенде на внешние воздействующие факторы с применением синусоидальных колебаний в диапазоне вибраций 10 – 2500 Гц и ускорением до 10 g в течение 5 часов. После испытаний механическая прочность и эмиссионные свойства МНОК не ухудшились.

На рисунке 4.14 показана эмиссионная характеристика МНОК (рисунок 4.10, з), изготовленного с применением фемтосекундного лазера, после 270 часов работы при напряжении на аноде 15 В.

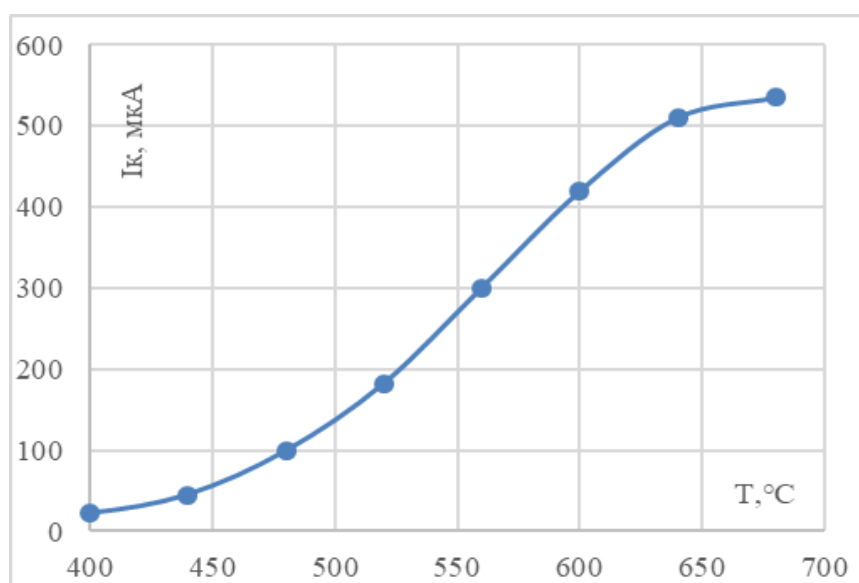


Рисунок 4.14 Эмиссионная характеристика МНОК, изготовленного с применением фемтосекундного лазера после наработки 270 часов

Анализ эмиссионных характеристик МНОК, изготовленных механическим способом, с применением наносекундного ЛПМ и фемтосекундного волоконного лазера показал, что эмиссионные свойства катодов практически не отличаются [99, 102,103].

Экспериментальные исследования МНОК, изготовленных из вольфрамрениевой фольги, проведенные в настоящей работе, показали, что прецизионная микрообработка импульсным лазерным излучением ЛПМ и волоконным лазером перспективны для применения в ЦЗУ. Волоконный лазер с фемтосекундной длительностью импульсов излучения по сравнению с наносекундным ЛПМ и меха-

ническим способом изготовления МНОК имеет ряд преимуществ: высокую производительность, субмикронную ЗТВ и шероховатость поверхности реза, возможность уменьшения ширины зерна до 18-20 мкм, отсутствие трещин и расслоений металла, исключение операции химической обработки катодов от выплесков металла.

Получены положительные результаты испытаний на вибропрочность и долговечность более 2000 часов без ухудшения эмиссионных свойств.

#### 4.4 Выводы по 4-й главе

Впервые изготовлен и исследован МНОК для ЦЗУ, с применением фемтосекундного иттербиевого волоконного лазера с длиной волны излучения  $\lambda = 1030 \pm 5$  нм.

Экспериментальные исследования МНОК, изготовленных из 50 мкм вольфрамиевой фольги, показали, что способ прецизионной микрообработки лазерным излучением с фемтосекундной длительностью импульсов имеет ряд преимуществ по сравнению с наносекундным ЛПМ и механическим способом изготовления катодов: высокую производительность; субмикронную шероховатость поверхности реза; отсутствие зоны термического влияния и грата; исключение операции химической очистки катодов от шлака. Получены положительные результаты испытаний на виброустойчивость и долговечность. Достигнута наработка МНОК 2000 часов без ухудшения эмиссионных свойств.

Получен патент № 2747505 на изобретение «Молекулярно-напыленный оксидный катод», изготовленный из фольги с применением лазерной микрообработки.

МНОК, изготовленный с применением фемтосекундного волоконного лазером показал стабильную работу в макете ЦЗУ с рабочей температурой 600 – 650 °С при токоотборе 2 А/см<sup>2</sup> в течение 500 часов. Проведенные исследования процессов позволили выработать **четвертое научное положение:**

**Применение лазерной прецизионной микрообработки при изготовлении подогревателя в форме меандра из фольги сплава ВР-27 ВП толщиной 50 мкм с уменьшенными размерами обеспечивает понижение уровня паразитных компонент выходного сигнала в ЦЗУ на 25 – 30 дБ, за счет улучшения механической устойчивости катода.**

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

На основе комплексных технологических и физико-химических методов исследований в диссертационной работе решена поставленная задача по улучшению эмиссионных и эксплуатационных свойств МНОК, разработана промышленная технология изготовления конструкций МНОК из 50 мкм вольфрамрениевой фольги с применением ЛПМ и фемтосекундного лазера, позволившая получить следующие результаты:

1. Повторный отжиг в водороде в течение 30 минут при температуре 1050°C напыленной на керн катода пленки иридия изменил ее микроструктуру и химический состав поверхности, что способствовало ускоренному активированию и улучшению эмиссионных свойств МНОК.

2. Для получения МНОК с оптимальными эмиссионными и эксплуатационными характеристиками в ЦЗУ необходимо, чтобы:

- в процессе осаждения на керн М-покрытия толщиной 0,8 – 1 мкм в используемой установке напыления температура подложки с катодами не превышала 260 °С;
- температура распыляемой мишени (Ba,Sr,Ca)CO<sub>3</sub> при осаждении в смеси газов Ar/CO<sub>2</sub> (Xe/CO<sub>2</sub>) и давлении 0,075 – 0,13 Па находилась в диапазоне 750 – 780 °С;
- радиальное расстояние от катодов до центра подложки составляло 33 – 36 мм, а расстояние до мишени – не менее 21 – 24 мм.

3. Найден оптимальный уровень СВЧ-мощности (4 – 10 Вт), необходимый на входном резонаторе для очистки внутренней поверхности ЦЗУ и последующей стабилизации тока МНОК.

4. Оптимизация параметров ионно-плазменного напыления, включающих в себя:

- разложение карбонатов мишени в течение 60 – 90 минут со скоростью эвакуации газов 300 – 500 л/сек;
- поддержание температуры подложки с катодами в диапазоне 220 –



260 °С;

- проведение процесса напыления в едином вакуумном цикле за счет вращения катодов;
- поддержание тока разряда 200 мА, а напряжения на мишени 800 В,

позволила создать МНОК с улучшенными эмиссионными свойствами и плотностью тока более  $10 \text{ А/см}^2$  в непрерывном режиме при долговечности более 1400 часов. При плотности тока  $1,5 - 2 \text{ А/см}^2$ , толщине эмиссионного покрытия  $0,8 - 1 \text{ мкм}$  и рабочей температуре до  $650 \text{ °С}$  достигнута долговечность МНОК в ЦЗУ до 16 тыс. часов.

5. Прецизионная микрообработка вольфрамрениевой фольги с применением наносекундного ЛПМ позволила изготавливать МНОК с повышенной жесткостью и виброустойчивостью, что обеспечило понижение уровня паразитных компонент выходного сигнала в ЦЗУ на 25 – 30 дБ.

6. Экспериментальные исследования МНОК показали, что способ прецизионной микрообработки лазерным излучением с фемтосекундной длительностью импульсов по сравнению с другими способами изготовления катодов имеет ряд преимуществ, к которым относится: высокая производительность, субмикронная шероховатость поверхности реза, отсутствие зоны термического влияния и грата, исключение операции химической очистки катодов от шлака.

Разработанные на основе созданной промышленной технологии образцы МНОК испытаны в составе ЦЗУ. Полученные в ходе диссертационной работы результаты внедрены в производство и использованы при разработках ЦЗУ, работающих на частотах до 40 ГГц.

**СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Будзинский, Ю. А. Становление, развитие и перспективы СВЧ-приборов на циклотронном резонансе электронного потока / Ю. А. Будзинский, С. В. Быковский, И. И. Голеницкий, В. Г. Калина // Электронная техника. Серия 1. СВЧ-техника. – 2013. № 3 (518). – С. 136 – 141.
2. Дружинин, А. В. Новый эффективный термокатод с высокой эмиссионной однородностью / Дружинин, А. В., Ю. А. Кондращенко // Радиотехника и электроника. – 1973. – Т. 18. – № 7. – С. 1531 – 1533.
3. Герман, Г. Оксидный катод / Г. Герман, С. Вагнер. – М. – Гостехиздат, 1949. – 508 с.
4. Капустин, В. И. Теория, электронная структура и физикохимия материалов катодов СВЧ-приборов: монография / В. И. Капустин, И. П. Ли; под науч. ред. А. С. Сигова. – Москва: ИНФРА-М. – 2020. – 370 с.
5. Никонов, Б. П. Оксидный катод / Б. П. Никонов. – М. – Энергия, 1979. – 240 с.
6. Rittner E. S. A theoretical study of the chemistry of the oxide cathode // Philips Res. Rep. – 1953. – Vol. 8. – P. 184 – 238.
7. Киселев, А. Б. Металлооксидные катоды электронных приборов / А. Б. Киселев. – М.: МФТИ, 2001. – 240 с.
8. Киселев, А. Б. Термоэлектронная эмиссия и работа выхода оксидного катода / А. Б. Киселев, Б. П. Никонов // Радиотехника и электроника. – 1967. – Т. 12, № 5. – С. 872 – 876.
9. Смирнов, В. А. Эмиссионные и адсорбционные свойства системы окись бария-барий / В. А. Смирнов, Б. П. // Радиотехника и электроника. – 1964. – Т. 9, № 2. – С. 308.
10. Бейнар, К. С. Эмиссионные и адсорбционные свойства систем ВаО-Ва, SrO-Ва, СаО-Ва / К. С. Бейнар, Б. П. Никонов // Радиотехника и электроника. – 1965. – Т. 10. – № 3. – С. 476.

11. Соколов, А. М. Исследование донорных центров на поверхности оксидов щелочноземельных металлов / А. М. Соколов, Б. П. Никонов // Изв. АН СССР, сер. Физ. – 1976. – Т. 40. – № 12. – С. 2472 – 2477.

12. Толстогузов, А. Б. О механизме работы оксидного катода на основе исследования элементного состава его поверхности методом ионного рассеяния / А. Б. Толстогузов, Г. Н. Шуппе // Радиотехника и электроника. – 1982. – Т. 27, № 3. – С. 592 – 597.

13. Пикус Г. Я. Механизм формирования состава и электрофизических свойств кристаллов соединений  $A^{II}B^{VI}$  при высокотемпературном отжиге в вакууме // Диссертация д.ф.- м.н. – Киев: КГУ им. Т. Г. Шевченко, 1977.

14. Васильев, В. П. Влияние условий разложения карбонатов на испарение бариевого компонента оксидного катода / В. П. Васильев, И. М. Князева // Электронная техника. Сер.1, Электроника СВЧ. – 1971. – Вып. 7. – С. 86 – 91.

15. Смирнов В. А. Исследование испарения компонентов оксидного катода во время длительной работы // Электронная техника. Сер. 1, Электроника СВЧ. – 1987. – Вып. 1(395). – С. 36 – 40.

16. Леденцова Н. Е. Электронная структура и технологии оксидно-никелевых катодных материалов // Диссертация на соискание ученой степени к.т.н. – Москва. – 2019.

17. Свешников, В. К. Расчет температурной зависимости работы выхода оксидного катода / В. К. Свешников, А. Ф. Базаркин // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ - техника. – 2014. – Вып. 1 (520). – С. 70 – 75.

18. Капустин, В. И. Электронная структура и физико-химические особенности оксидно-никелевых катодных материалов. В. И. Капустин, И. П. Ли, В. С. Петров, Н. Е. Леденцова, А. В. Турбина // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ - техника. – 2016. – Вып. 1 (528). – С. 8 – 18.

19. Ли, И. П. Структура электронных уровней кислородных вакансий в оксиде бария / И. П. Ли, В. С. Петров, Т. В. Прокофьева и др. // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ - техника. – 2015. – Вып. 2 (525). – С. 45 – 58.

20. Капустин, В. И. Физический механизм работы скандатных катодов СВЧ приборов / В. И. Капустин, И. П. Ли, А. В. Шуманов, Ю. Ю. Лебединский, А. В. Заблоцкий // ЖТФ. 2017, Т. 87, В. 1. – С. 106 – 116.

21. Капустин, В. И. Теория термоэлектронной эмиссии скандатных катодов / В. И. Капустин, И. П. Ли, А. В. Шуманов, С. О. Москаленко // Журнал технической физики. – 2020. – Т. 90, В. 1. – С. 161 – 170.

22. Зубов, Л. Н. Нанесение эмиссионных покрытий плазменным методом / Л. Н. Зубов, Ю. А. Потапов, В. А. Смирнов, В. А. Шугаев // Электронная промышленность. – 1972. – № 1. – С. 102.

23. Никонов, Б. П. Технология нанесения однородных и плотных карбонатных покрытий / Б. П. Никонов, В. А. Смирнов // Вопросы Радиоэлектроники. Сер. 1. – 1960. – Вып. 5. – С. 98 – 107.

24. Киселев, А. Б. Механизм проводимости оксидного катода / А. Б. Киселев, Б. П. Никонов, К. А. Турсунметов // Радиотехника и электроника. – 1975. – Т. 20, № 5. – С. 1041 – 1048.

25. Мойжес, Б. Я. Физические процессы в оксидном катоде. – М. – Наука. – 1968.

26. Loosjes R., Vink H.J. Phillips Res. Repts – 1949 – V. 4. – P. 449.

27. Валуйский С. А. Красинькова М. В., Мойжес Б. Я., Тумин Я. А. // Электронная техника. – 1970. – Сер. 16, № 2. – С. 49.

28. Никонов, Б. П. Тепловой режим работы и долговечность оксидного катода / Б. П. Никонов, К. А. Турсунметов // Электронная техника, Сер.1, Электроника СВЧ, 1973. – Вып. 10. – С. 80 – 91.

29. Никонов Б. П. Исследование материалов для ядер оксидных катодов // Диссертация к.т.н. – М.: 1950.

30. Дудкин, В. Н. Роль материала ядра в процессе активирования оксидного катода / В. Н. Дудкин, Ю. И. Набоков // Электронная техника. Сер.1, Электроника СВЧ. – 1977. – Вып. 5. – С. 66 – 69.

31. Киселев, А. Б. Исследование влияния электрического поля на свойства окислов щелочноземельных металлов в вакууме. Диссертация к.ф.-м.н., МФТИ, 1967.
32. Соколов, А. М. Исследование процессов активирования и деградации свойств оксидного катода в процессе работы. Ч. 1. Процессы формирования активного катода. Режимы откачки и тренировки / А. М. Соколов, Б. Н. Никонов // Электронная техника. Сер. Электроника СВЧ. – 1982. – Вып. 2 (338). – С. 44 – 52.
33. Sigmund, P. Theory of sputtering. I. Sputtering yield of amorphous and polycrystalline targets / P. Sigmund // Physical review. – 1969. – Т. 184. – № 2. – С. 383.
34. Петухов, В. Ю. Ионно-лучевые методы получения тонких пленок / В.Ю. Петухов, Г.Г. Гумаров. – Казань: КГУ. – 2010. – С. 87.
35. Venables, J. A. Nucleation and growth of thin films / J. A. Venables, G. D. T. Spiller, M. Hanbucken // Reports on Progress in Physics. – 1984. – V. 47. – № 4. – p.p. 399 – 459.
36. Тумаркин, А. В. Начальные стадии роста пленок титаната бария-стронция на подложке полуизолирующего карбида кремния / А. В. Тумаркин, И. Т. Серенков, В. И. Сахаров и др. // Физика твердого тела. – 2017. – Т. 59. – № 12. – С. 2352 – 2357.
37. Мовчан, Б. А. Исследование структуры и свойств толстых вакуумных конденсатов никеля, титана, вольфрама, окиси алюминия и двуокиси циркония / Б. А. Мовчан, А. В. Демчишин // Физика металлов и металловедение. – 1969. – Т. 28. – № 4. – С. 23 – 30.
38. Thornton, J. A. Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings / J. A. Thornton // Journal of Vacuum Science & Technology. – 1974. – V. 11. – № 4. – С. 666 – 670.
39. Mahieu, S. Biaxial alignment in sputter deposited thin films / S. Mahieu [et al.] // Thin Solid Films. – 2006. – V. 515. – № 4. – P. 1229 – 1249.
40. Anders A. Physics of arcing and implications to sputter deposition / A. Anders // Thin Solid Films. – V. 502 (2006). – p. 22 – 28.

41. Abe, Y. Target surface oxide layer by reactive sputtering of Ti target in Ar+O<sub>2</sub> mixed gas / Y. Abe, K. Takamura, M. Kawamura, K. Sasaki // J. Vac. Sci. Technol. A. – 2005. – V. 23. – № 5. – p. 1371 – 1374.
42. Russell P.N., Eisenstein A.S. // J. Appl. Phys. 1954. – V. 25. – p. 954.
43. Шульман, А. Р. Работа выхода тонких пленок окиси бария на вольфрамовой подложке / А. Р. Шульман, Т. С. Кирсанова, В. К. Павлов // Радиотехника и электроника. – 1960. – Т. 5. – № 5. – С. 840.
44. Данилин, Б. С. Вакуумная техника в производстве интегральных схем. Изд. Энергия, 1972.
45. Дружинин, А. В. Пленочный керн оксидного катода / А. В. Дружинин, Ю. А. Кондрашенков // Электронная техника. Сер.1 Электроника СВЧ. – 1973. – Вып. 11. – С. 54 – 60.
46. Кондрашенков, Ю. А. Долговечность молекулярно-напыленного оксидного катода / Ю. А. Кондрашенков, З. Н. Галанина, А. В. Дружинин // Электронная техника. Сер. 1. Электроника СВЧ. – 1974. – Вып. 7. – С. 35 – 47.
47. Кондрашенков, Ю. А. Электропроводность молекулярно-напыленных оксидных покрытий / Ю. А. Кондрашенков, Л. А. Юмашева // Изв. АН СССР. – Сер. физ. – 1976. – Т. 40, № 12. – С. 2467 – 2471.
48. Князев, А. Я. Свойства молекулярно-напыленного оксидного катода на ионнолегированном керне / А. Я. Князев, В. Ф. Шнюков // Электронная техника. Сер.1. Электроника СВЧ. – 1979. – Вып. 2. – С. 64 – 69.
49. Шнюков, В. Ф. Влияние толщины покрытия М-катода на скорость испарения его компонентов / В. Ф. Шнюков, А. Е. Лушкин // Электронная техника. Сер.1. Электроника СВЧ. – 1978. – Вып. 1. – С. 58 – 62.
50. Кондрашенков, Ю. А. Эмиссионные свойства молекулярно-напыленного оксидного катода / Ю. А. Кондрашенков, З. Н. Галанина, А. В. Дружинин // Электронная техника. Сер.1 Электроника СВЧ. – 1974. – Вып. 6. – С. 55 – 62.
51. Клементьев, Ю. Ф. Масс-спектрометрическое исследование продуктов испарения молекулярно-напыленного оксидного катода / Ю. Ф. Клементьев, А. Я.

Князев, Е. Н. Лифанцев // Электронная техника. Сер. 1. Электроника СВЧ. – 1986. – Вып. 10 (394). – С. 23 – 27.

52. Yan, Liu. Thin film deposition of barium strontium oxide by rf magnetron sputtering / Yan Liu, M. D. Christopher, A. Little Scott, Jin. Feng // J. Vac. Sci. Technol. A 24(6), pp. 2187–2191 (2006).

53. Feng, Jin. High thermionic emission from barium strontium oxide functionalized carbon nanotubes thin film surface / Feng Jin, Beaver Allyn // Appl. Phys. Lett. 110, 213109 (2017); doi: 10.1063/1.4984216.

54. K. R. Zavadil, Ruffner, J. H., and King D. B., AIP Conference Proceedings, (458), 1438 (1999).

55. Giorgis V., Morini F., Zhu T., Robillard J. F., Wallart X., Codron J. L. and Dubois E., Journal of Applied Physics 120 (20), 205108 (2016).

56. Авторское свидетельство № 1267982 СССР, МПК H01J 1/20. Прямо-накальный термоэлектронный микрокатод: № 3861350/24-21: заявл. 04.03.1985 / Князев А.Я., Лифанцев Е.Н., Будзинский Ю.А., Шерстяных Р.И., Баранникова Н.М.

57. Разработка технологии изготовления сильноточного оксидного микрокатада на плотность токоотбора  $3 \text{ А/см}^2$  с долговечностью 1000 ч с целью обеспечения разработок электростатических усилителей: научно-технический отчет / Князев А.Я., Лифанцев Е.Н. – Фрязино, НПО «Исток», 1986. – 26 с.

58. Быковский, С. В. Циклотронные защитные устройства: время восстановления параметров / С. В. Быковский, Ю. А. Будзинский, В. Г. Калина, В. Е. Котов, С. В. Николаев, О. А. Саврухин // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ - техника. – 2020. – Вып. 1 (544). – С. 12 – 21.

59. Warin, M. P. The use of pure and alloyed rhenium in oxide-coated thermionic cathodes / M. P. Warin. – In: Rhenium. Amsterdam – New York. – 1962. – P. 175 – 181.

60. Киселев, А. Б. Применение рения в качестве материала для кернов высокотемпературных катодов / А. Б. Киселев, Т. Ф. Кулешова, Б. П. Никонов // Вопросы радиоэлектроники. Сер. 1. – 1961. – N 2. – С. 107 – 113.

61. Жабин, Г. А. Эмиссионные характеристики молекулярно-напыленных оксидных катодов в циклотронных защитных устройствах / Г. А. Жабин // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. – 2017. – Вып. 2 (533). – С. 49 – 53.

62. Жабин, Г. А. Особенности работы молекулярно-напыленных оксидных катодов в циклотронных защитных устройствах. / Г. А. Жабин // Сборник статей VI Всероссийской научно-технической конференции «Электроника и микроэлектроника СВЧ». – Санкт-Петербург. – СПбГЭТУ ЛЭТИ, 2017. – С. 100 – 103.

63. Жабин, Г. А. Молекулярно-напыленные оксидные катоды в СВЧ-приборах на циклотронном резонансе / Г. А. Жабин, А. Н. Пашков, О. В. Пелипец // Труды 27-й Международной Крымской конференции «СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии». КрыМиКо 2017. – Севастополь. – 2017. – С. 192 – 198.

64. Жабин, Г. А. Особенности влияния отжига керна на эмиссионные свойства молекулярно-напыленных оксидных катодов / Г. А. Жабин, А. Н. Пашков, О. В. Пелипец // Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения. – Москва. МИРЭА. – 2017. – Т. 17, № 3. – С. 100 – 103.

65. Жабин, Г. А. Исследование влияния температурного отжига на эмиссионные свойства молекулярно-напыленных оксидных катодов / Г. А. Жабин, А. Н. Пашков, О. В. Пелипец // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. – 2017. – Вып. 4 (535). – С. 15 – 21.

66. Говядинов, А. Н. Фазовый состав молекулярно-напыленных покрытий / А. Н. Говядинов и др. // Электронная техника. Сер. 1. Электроника СВЧ. – 1989. – Вып. 6 (420). – С. 36 – 39.

67. Жабин, Г. А. Молекулярно-напыленный оксидный катод с повышенной до  $10 \text{ A/cm}^2$  плотностью тока / Г. А. Жабин, З. М. Магамеднебиев, А. Н. Пашков // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ - техника. – 2018. – Вып. 3 (538). – С. 50 – 58.

68. Жабин, Г. А. О технологии изготовления молекулярно-напыленных оксидных катодов с повышенной плотностью тока / Г.А. Жабин // Сборник статей VII Всероссийской научно-технической конференции «Электроника и микроэлектроника СВЧ», Санкт-Петербург, СПбГЭТУ. – 2018. – С. 182 – 186.



69. Жабин, Г. А. Совершенствование технологии изготовления молекулярно-напыленного оксидного катода / Г. А. Жабин // Труды 28-й Международной Крымской конференции «СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии». КрыМиКо 2018. – Севастополь. – 2018. – С. 253 – 257.

70. Пикус, Г. Я. Влияние электрического поля на испарение компонентов и работу выхода окиси бария / Г. Я. Пикус, В. П. Тетеря // Изв. АН СССР. Сер. физ. – 1971. – Т. 35, № 5. – С. 1023 – 1030.

71. Пикус, Г. Я. Исследование газовой выделенности и испарения катодов с плотным покрытием, полученным методом плазменного напыления / Г. Я. Пикус, В. Ф. Шнюков // Электронная техника. Сер. 5. Приемно-усилительные лампы. – 1971. – Вып. 1(18). – С. 11 – 19.

72. Князева, И. М. Исследование состава оксидного покрытия методом радиоактивных индикаторов / И. М. Князева, В. П. Васильев // Изв. АН СССР. Сер. физ. – 1971. – Т. 35, № 5. – С. 1031 – 1034.

73. Жабин, Г. А. Влияние токоотбора на элементный состав поверхности молекулярно-напыленного оксидного катода / Г. А. Жабин, Д.Ю. Архипов, О.В. Пелипец // Сборник статей VIII Всероссийской научно-технической конференции «Электроника и микроэлектроника СВЧ» – Санкт-Петербург, СПбГЭТУ. – 2019. – С. 79 – 83.

74. Жабин, Г. А. Влияние повышенного отбора тока на состав эмиссионной поверхности молекулярно-напыленного оксидного катода / Г. А. Жабин, Д. Ю. Архипов, О. В. Пелипец // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ - техника. – 2019. – Вып. 4 (543). – С. 45 – 49.

75. Смирнов В.А., Акимов П. И., Александров В. Ю. и др. // XXIV научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов. Вакуумная наука и техника. Судак. 2017. С. 293.

76. Жабин, Г. А. Параметры ионно-плазменного осаждения оксидных покрытий и эмиссионные свойства молекулярно-напыленных катодов / Г. А. Жабин, Д. Ю. Архипов, Д. М. Седловец, М. П. Темиряева // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. – 2020. – Вып. 1 (544). – С. 46 – 55.

77. Жабин, Г. А. Долговечность молекулярно-напыленных оксидных катодов в циклотронных защитных устройствах / Г. А. Жабин, И. П. Иваненко // Прикладная физика. – 2020. – № 6. – С. 73 – 79.

78. Жабин, Г. А. Влияние режимов ионно-плазменного напыления на микроструктуру и эмиссионные свойства молекулярно-напыленных оксидных катодов / Г. А. Жабин, Д. Ю. Архипов, М. П. Темиряева // Прикладная физика. – 2019. – № 5. – С. 54 – 59.

79. Zhabin, G. A. The effect of gas pressure during ion-plasma deposition on the microstructure of M-coatings and the emission properties of molecular sputter-deposited oxide cathodes [Электронный ресурс] / G. A. Zhabin, D. Yu. Arkhipov // ITM Web of Conferences. – 2019. – V. 30. –P. 02006. Режим доступа: [https://www.itmconferences.org/articles/itmconf/pdf/2019/07/itmconf\\_crimico2019\\_02006.pdf](https://www.itmconferences.org/articles/itmconf/pdf/2019/07/itmconf_crimico2019_02006.pdf) (дата обращения: 23.01.2021).

80. Gwyddion – Free SPM (AFM, SNOM/NSOM, STM, MFM) data analysis software. – 2019 [Электронный ресурс]. Режим доступа: <http://www.gwyddion.net/documentation/user-guide-ru> (дата обращения: 25.01.2021).

81. Dzhumaliev, A. S. Effect of the pressure of working gas on the microcrystalline structure and magnetic properties of the Co film deposited with the aid of magnetron sputtering / A. S. Dzhumaliev, Yu. V. Nikulin, Yu. A. Filimonov // Radiotekhnika i Elektronika. – 2018. – Vol. 63. – N. 1. – P. 90 – 96.

82. Mahieu, S. Biaxial alignment in sputter deposited thin films / S. Mahieu, P. Ghekiere, D. Depla, R. De Gryse // Thin Solid Films. – 2006. – V. 515. – P. 1229–1249.

83. Жабин, Г. А. Морфология поверхности, фазовый и элементный состав молекулярно-напыленных оксидных покрытий / Г. А. Жабин, М. В. Злыгостов // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ - техника. – 2019. – Вып. 3 (542). – С. 44 – 50.

84. Жабин, Г. А. Фазовый и элементный состав молекулярно-напыленных оксидных катодов / Г. А. Жабин, М. В. Злыгостов // Сборник статей VIII Всероссийской научно-технической конференции «Электроника и микроэлектроника СВЧ» – Санкт-Петербург, СПбГЭТУ. – 2019. – С. 112 – 116.

85. Kaabar, W. Raman spectroscopic study of mixed carbonate materials /W. Kaabar, S. Bott, R. Devonshire // Spectrochimica acta. Part a: molecular and biomolecular spectroscopy. – 2011. – Vol. 78(1). – P. 136 – 141.

86. Berezhinsky, L. I. Investigation of Al-Zerodur interface by Raman and secondary ion mass-spectroscopy / L. I. Berezhinsky, V. P. Maslov, V. V. Tetyorkin et al // Semiconductor Physics, Quantum Electronics & Optoelectronics. – 2005. – Vol. 8, No 2. – P. 37 – 40.

87. Жабин, Г. А. Влияние температуры мишени при ионно-плазменном напылении на эмиссионные свойства молекулярно-напыленных оксидных катодов / Г. А. Жабин, Д. Ю. Архипов, О. В. Пелипец // Тезисы докладов 29-й Международной Крымской конференция «СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии». – Севастополь. – 2019. – С. 35 – 36.

88. Черепнин, Н. В. Основы очистки, обезгаживания и откачки в вакуумной технике / Н. В. Черепнин, 1967.

89. Дудкин, В. Н. Влияние электропереноса ионов на термоэлектронную эмиссию и электропроводность оксидного катода / В. Н. Дудкин, А. Б. Киселев, В. Г. Ворожейкин // Изв. АН СССР. Сер. Физ. – 1974. – Т. 38, № 2. – С. 402 – 406.

90. Levush, V. The design and manufacture of vacuum electronic amplifiers: progress and challenges / V. Levush // Proceedings of the Conference IVEC. – 2019. – P. 1 – 5.

91. Raju, R. S. Studies on W-Re mixed-matrix cathodes / R. S. Raju // IEEE Trans. Electron Devices. – 2009. – Vol. 56, № 5. – P. 786 – 793.

92. Zhou, F. Sintering behavior and DC emission properties of tungsten-rhenium mixed matrix dispenser cathodes / F. Zhou et al // 2015 IEEE International Vacuum Electronics Conference (IVEC), Beijing, 2015. – P. 1 – 2.

93. Григорьянц, А. Г. Лазерная прецизионная микрообработка материалов /А. Г. Григорьянц, М. А. Казарян, Н. А. Лябин. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2017. – 416 с.

94. Лябин, Н. А. Прецизионная микрообработка материалов ИЭТ на автоматизированных лазерных технологических установках «Каравелла» / Н. А. Лябин,

В. С. Парамонов, Г. М. Парамонова и др. // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. – 2017. – Вып. 2 (533). – С. 12 – 20.

95. Былкин, В.И. Усилители мощности на монолитных интегральных схемах GaN в диапазоне частот 4 – 8 и 8 – 12 ГГц / В. И. Былкин, В. Л. Бровкина, С. М. Дерябкина // СВЧ-электроника. – 2019. – №1. – С. 18 – 19.

96. Савицкий, Е. М. Сплавы рения в электронике / Е. М. Савицкий, М. А. Тылкина, А. М. Левин. – М.: Энергия. – 1980. – 216 с.

97. Астраханцева, Н.Ф. Способ оценки отравления оксидных катодов ЭВП / Н. Ф. Астраханцева, Б. П. Никонов // Электронная техника. Сер. 1. Электроника СВЧ. – 1978. – Вып. 8. – С. 94 – 96.

98. Заявка на изобретение № 2020131146. Молекулярно-напыленный оксидный катод / Ю. А. Будзинский, Н. А. Лябин, Г. А. Жабин, Д. Ю. Архипов, Р. И. Шерстяных, В. В. Федотов. – Приоритет 21.09.2020.

99. Жабин, Г. А. Применение лазера на парах меди в изготовлении молекулярно-напыленных оксидных катодов / Г. А. Жабин, Н. А. Лябин, Д. Ю. Архипов, В. С. Парамонов, В. В. Федотов, К. О. Долгих // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. – 2020. – Вып. 4 (547). – С. 90 – 97.

100. Лазеры и аппаратура [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.laserapr.ru/lasery-i-apparatura/> 165 (дата обращения: 05.04.2021).

101. Малов, А. Н. Сравнительные характеристики применения импульсно-периодического CO<sub>2</sub>, волоконного наносекундного и фемтосекундного лазеров для изготовления микроотверстий / А.Н. Малов, А. М. Оришич, А. В. Достовалов, А. Г. Кузнецов, С. А. Бабин // Прикладная фотоника. – 2015. – Т. 2, № 2. – С. 166 – 182.

102. Жабин, Г. А. Возможности применения фемтосекундного волоконного лазера в изготовлении термоэмиссионных катодов / Г. А. Жабин, Н. А. Лябин, Е. В. Скупневский, Д. Ю. Архипов, К. О. Долгих // Прикладная физика. – 2021. – № 2. С. 60 – 65.

103. Жабин, Г. А. Сравнительные характеристики термоэмиссионных катодов, изготовленных с применением наносекундного лазера на парах меди и фем-

тосекундного волоконного лазера / Г. А. Жабин, Ю. А. Будзинский, Н. А. Лябин, Е. В. Скупневский, Д. Ю. Архипов, К. О. Долгих, В. В. Федотов // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. – 2021. – Вып. 2 (549). – С. 61 – 66.

**Список сокращений и условных обозначений**

СВЧ – сверхвысокочастотная

ЦЗУ – циклотронно-защитное устройство

ЦЗКУ – циклотронно-защитное комплексированное устройство

ЩЗМ – щелочно-земельные металлы

СЭМ – сканирующая электронная микроскопия

РЭМ – растровая электронная микроскопия

АСМ – атомно-силовая электронная микроскопия

КР-спектры – рамановские спектры комбинационного рассеяния

УМШ – широкополосный усилитель мощности

ВАХ – вольтамперная характеристика

ОЭС – оже-электронная спектроскопия

М-покрытие (МНОП) – молекулярно-напыленное оксидное покрытие

М-катод (МНОК) – молекулярно-напыленный оксидный катод

ЛПМ – лазеры на парах меди

ИЭТ – изделия электронной техники

**Публикации по теме диссертации**

**Основное содержание диссертации отражено в следующих работах:  
Статьи в журналах из перечня ВАК РФ или индексируемые в международных базах Scopus, Web of Science:**

1. Жабин, Г. А. Эмиссионные характеристики молекулярно-напыленных оксидных катодов в циклотронных защитных устройствах / Г. А. Жабин // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ - техника. – 2017. – Вып. 2 (533). – С. 49 – 53.

2. Жабин, Г. А. Исследование влияния температурного отжига на эмиссионные свойства молекулярно-напыленных оксидных катодов / Г. А. Жабин, А. Н. Пашков, О. В. Пелипец // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ - техника. – 2017. – Вып. 4 (538). – С. 15 – 21.

3. Жабин, Г. А. Молекулярно-напыленный оксидный катод с повышенной до  $10 \text{ А/см}^2$  плотностью тока / Г. А. Жабин, З. М. Магамеднебиев, А. Н. Пашков // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ - техника. – 2018. – Вып. 3 (538). – С. 50 – 58.

4. Жабин, Г. А. Морфология поверхности, фазовый и элементный состав молекулярно-напыленных оксидных покрытий / Г. А. Жабин, М. В. Злыгостов // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ - техника. – 2019. – Вып. 3 (542). – С. 44 – 50.

5. Жабин, Г. А. Влияние режимов ионно-плазменного напыления на микроструктуру и эмиссионные свойства молекулярно-напыленных оксидных катодов / Г. А. Жабин, Д. Ю. Архипов, М. П. Темиряева // Прикладная физика. – 2019. – № 5. – С. 54 – 59.

6. Жабин, Г. А. Влияние повышенного отбора тока на состав эмиссионной поверхности молекулярно-напыленного оксидного катода / Г. А. Жабин, Д. Ю. Архипов, О. В. Пелипец // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ - техника. – 2019. – Вып. 4 (543). – С. 45 – 49.

7. Жабин, Г. А. Параметры ионно-плазменного осаждения оксидных покрытий и эмиссионные свойства молекулярно-напыленных катодов / Г. А. Жабин, Д.

Ю. Архипов, Д. М. Седловец, М. П. Темиряева // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ - техника. – 2020. – Вып. 1 (544). – С. 34 – 45.

8. Жабин, Г. А. Применение лазера на парах меди в изготовлении молекулярно-напыленных оксидных катодов / Г. А. Жабин, Н. А. Лябин, Д. Ю. Архипов, В. С. Парамонов, В. В. Федотов, К. О. Долгих // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. – 2020. – Вып. 4 (547). – С. 90 – 97.

9. Жабин, Г. А. Долговечность молекулярно-напыленных оксидных катодов в циклотронных защитных устройствах / Г. А. Жабин, И. П. Иваненко // Прикладная физика. – 2020. – № 6. – С. 73 – 79.

10. Жабин, Г. А. Возможности применения фемтосекундного волоконного лазера в изготовлении термоэмиссионных катодов / Г. А. Жабин, Н. А. Лябин, Е. В. Скупневский, Д. Ю. Архипов, К. О. Долгих // Прикладная физика. – 2021. – № 2. – С. 67 – 73.

11. Жабин, Г. А. Сравнительные характеристики термоэмиссионных катодов, изготовленных с применением наносекундного лазера на парах меди и фемтосекундного волоконного лазера / Г. А. Жабин, Ю. А. Будзинский, Н. А. Лябин, Е. В. Скупневский, Д. Ю. Архипов, К. О. Долгих, В. В. Федотов // Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. – 2021. – Вып. 2 (549). – С. 61 – 66.

### **Патентные документы**

1. Молекулярно-напыленный оксидный катод. Патент № 2747505. Жабин Г. А., Будзинский Ю. А., Лябин Н. А., Архипов Д. Ю., Шерстяных Р. И., Федотов В. В. Заявка № 2020131146 от 21.09.2020 г. Опубл. 06.05.2021.

### **Прочие научно-технические публикации по теме диссертации:**

1. Жабин, Г. А. Особенности работы молекулярно-напыленных оксидных катодов в циклотронных защитных устройствах / Г. А. Жабин // Сборник статей



VI Всероссийской научно-технической конференции «Электроника и микроэлектроника СВЧ» – Санкт-Петербург, СПбГЭТУ. – 2017. – С. 100 – 103.

2. Жабин, Г. А. / Молекулярно-напыленные оксидные катоды в СВЧ-приборах на циклотронном резонансе // Г. А. Жабин, А. Н. Пашков, О. В. Пелипец / Труды 27-й Международной Крымской конференции. «СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии». КрыМиКо 2017. – Севастополь. – 2017. – С. 192 – 198.

3. Жабин, Г. А. Особенности влияния отжига керна на эмиссионные свойства молекулярно-напыленных оксидных катодов / Г. А. Жабин, А. Н. Пашков, О. В. Пелипец // Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения: Материалы Международной научно-технической конференции «Intermatic-2017». М.: РГТУ МИРЭА. –2017. – Т. 3. – С. 622 – 625.

4. Жабин, Г. А. О технологии изготовления молекулярно-напыленных оксидных катодов с повышенной плотностью тока / Г.А. Жабин // Сборник статей VII Всероссийской научно-технической конференции «Электроника и микроэлектроника СВЧ» – Санкт-Петербург. СПбГЭТУ, 2018. – С. 182 – 186.

5. Жабин, Г. А. / Совершенствование технологии изготовления молекулярно-напыленного оксидного катода // Г.А. Жабин / Труды 28-й Международной Крымской конференции. «СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии». КрыМиКо 2018. – Севастополь. – 2018. – С. 253 – 257.

6. Жабин, Г. А. Фазовый и элементный состав молекулярно-напыленных оксидных катодов / Г. А. Жабин, М. В. Злыгостов // Сборник статей VIII Всероссийской научно-технической конференции «Электроника и микроэлектроника СВЧ». – Санкт-Петербург, СПбГЭТУ. – 2019. – С. 112 – 116.

7. Жабин, Г. А. Влияние токоотбора на элементный состав поверхности молекулярно-напыленного оксидного катода / Г. А. Жабин, Д.Ю. Архипов, О.В. Пелипец // Сборник статей VIII Всероссийской научно-технической конференции «Электроника и микроэлектроника СВЧ» – Санкт-Петербург. СПбГЭТУ, 2019. – С. 79 – 83.

8. Жабин, Г. А. Влияние температуры мишени при ионно-плазменном напылении на эмиссионные свойства молекулярно-напыленных оксидных катодов / Г. А. Жабин, Д. Ю. Архипов, О.В. Пелипец // Тезисы докладов 29-й Международной Крымской конференции «СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии». – Севастополь, 2019. – С. 35 – 36.

9. Zhabin, G.A. The effect of gas pressure during ion-plasma deposition on the micro-structure of M-coatings and the emission properties of molecular sputter-deposited oxide cathodes [Электронный ресурс] / G. A. Zhabin, D. Yu. Arkhipov // ITM Web of Conferences. –2019. –V. 30. P. 02006. [https://www.itmconferences.org/article/itmconf/pdf/2019/07/itm.conf\\_crimico2019\\_02006.pdf](https://www.itmconferences.org/article/itmconf/pdf/2019/07/itm.conf_crimico2019_02006.pdf) (дата обращения: 03.04.2021).

## Документы, подтверждающие внедрение результатов диссертации



АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО «НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ «ИСТОК» ИМЕНИ А.И.ШОКИНА»  
(АО «НПП «Исток» им. Шокина»)

«02» 09 2021 г.

№ 5

г. Фрязино, Московская область

«УТВЕРЖДАЮ»

Заместитель генерального директора –  
директор по научной работе  
АО «НПП «Исток» им. Шокина»  
С.В. Щербаков

Акт

о внедрении результатов диссертационной работы  
Жабина Геннадия Анатольевича «Эмиссионные и эксплуатационные свойства  
молекулярно-напыленных оксидных катодов циклотронных защитных устройств»


Настоящий акт подтверждает, что результаты диссертационной работы Жабина Г.А., представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.27.02 «Вакуумная и плазменная электроника», внедрены в производство в рамках выполнения планов поставок изделий типа ЦЗУ/ЦЗКУ, приемника «РЛМ-ПП» и опытно-конструкторских работ «Фрегат», «Штырь-2», «Шлюз-М», «Штамп-2М», «Шпинат» в виде:

1. Применения в ЦЗУ молекулярно-напыленных оксидных катодов (МНОК) с тонким эмиссионным покрытием толщиной 0,8 мкм, работающих с плотностью тока 1,5–2 А/см<sup>2</sup> в непрерывном режиме с долговечностью 12–16 тыс. часов.

2. Применения МНОК, изготовленных из фольги ВР-27 с повышенной жесткостью и виброустойчивостью конструкции.

Использование указанных результатов диссертации в производстве позволило повысить стабильность эмиссионных характеристик катодов и увеличить их срок службы, в результате чего выход годных ЦЗУ возрос на 10 %.

Заместитель начальника НПК-8  
по научной работе

  
Ю.А. Будзинский  
«30» 08 2021 г.

Начальник НПК-8

  
Е.А. Стройков  
«31» 08 2021 г.