

УДК 537.533.9, 537.533.7, 537.58

С. В. Лобанов, И. А. Фёдоров, Е. П. Шешин

Московский физико-технический институт (государственный университет)

Термо- и автоэмиссионные свойства наноструктурированных катодов, изготовленных на основе интеркалированного пирографита

В данной работе описывается технология изготовления композитного катода, в котором графит и эмиссионно-активное вещество образуют интеркалированное химическое соединение и последующее исследование таких катодов в режиме термоавтоэлектронной эмиссии в температурном диапазоне 0–800 °С с величинами анодных напряжений в диапазоне 1–10 кВ. В статье были определены оптимальные условия прессования, исследована работа катода в режиме авто- и термоэмиссии, получены высокие показатели плотности токоотбора.

Ключевые слова: вакуумная электроника, нанографитные материалы, автоэлектронная эмиссия, термоэлектронная эмиссия, композиционный катод.

S. V. Lobanov, I. A. Fedorov, E. P. Sheshin

Moscow Institute of Physics and Technology (State University)

Thermionic and field emission properties of nanostructured cathodes based on intercalated pyrolytic graphite

This work describes a technology for manufacturing a composite cathode containing an intercalated chemical compound of graphite and emission-active material. The research of such cathodes is presented, with temperature range 0-800 °C and anode voltages between 1 and 10 kV. The paper gives the optimal pressing pressures, research results for thermionic and field emission cathode modes. High current densities are reported to be achieved.

Key words: vacuum electronics, nanostructured graphite materials, field emission, thermionic emission, composite cathode.

1. Введение

В наши дни всё больший интерес в самых разных областях науки и техники вызывают наноматериалы. Особое внимание привлекают материалы на основе графита [1] ввиду его широкой доступности, дешевизны и простоты обработки. Структурные характеристики таких нанографитных материалов приводят к возникновению уникальных в своем роде физических свойств, имеющих большое прикладное значение.

Композиционный катод выполняется в виде слоистой структуры, в которой проводящий материал – графит и эмиссионно-активное вещество – образуют интеркалированное химическое соединение [2], где молекулярные слои графита регулярно чередуются с молекулярными слоями бария, а оксид бария сосредоточен в дефектах межслойных пространств, например в углублениях и микропорах. Катод, изготовленный из такого соединения, не

© Лобанов С. В., Фёдоров И. А., Шешин Е. П., 2017

© Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Московский физико-технический институт (государственный университет)», 2017

расслаивается при нагреве в процессе активирования и работы, а сохраняет свою исходную слоистую структуру и первоначальную геометрию. Слоистая структура обеспечивает устойчивость катода в активированном состоянии к воздействию атмосферы, т. к. активное вещество, сосредоточенное в межслойных пространствах, а также в закрытых микродефектах кристаллической структуры, не подвергается воздействию кислорода. Выходы торцов слоистого соединения создают на эмитирующей поверхности микрорельеф, на котором при приложении напряжения между катодом и анодом происходит значительная концентрация электрического поля, что повышает эффективность работы такого катода в режимах термоавто- и автоэмиссии.

2. Особенности технологии

Для получения исходных порошков производилось совместное измельчение порошка карбоната бария и термообработанного пирографита. Измельчение может происходить с разной степенью энергетической обработки, что в результате влияет на размер отдельных частиц порошка.

Для изготовления катода полученный порошок прессуется в матрице требуемой формы. В процессе прессования формируется слоистая композиция графита и карбоната бария во всем объеме заготовки катода, причем слои располагаются преимущественно в направлении, перпендикулярном направлению силы давления, а в дефектах межслойных пространств создаются закрытые микрорезервуары, заполненные эмиссионно-активным веществом. Наши образцы прессовались между стальными прокладками, покрытыми графитом и обработанные спреем. При прессовании порошка в матрице под давлением менее 300 кг/см^2 прочность спрессованного катода оказывается недостаточной, а при работе, в особенности в режиме автоэмиссии под действием пондеромоторных сил, из катода в межэлектродный зазор вырываются частицы, что приводит к браку по коротким замыканиям. Также было выяснено, что величина давления прессования не должна превосходить 1000 кг/см^2 , т. к. при этом давлении происходит разрушение самих графитовых частиц, и слоистая структура не образовывается.

После этого производится термообработка (термополевое активирование) катода с образованием интеркалированного соединения графита с барием. Процесс происходит при нагреве до $600\text{--}650 \text{ }^\circ\text{C}$ и приложении анодного напряжения $500\text{--}300 \text{ В}$.

В процессе термообработки слоистой композиции формируется слоистое соединение графита, а заключенное в дефектах межслойных пространств эмиссионно-активное вещество – карбонат бария – переходит в оксид бария.

Важным преимуществом катода является возможность его экспонирования на атмосферу в течение длительного времени. Традиционные оксидные катоды, прошедшие стадию активирования, на воздухе необратимо (из-за гидротации) теряют свои эмиссионные свойства. В отличие от них катод, спрессованный из смеси термообработанного пирографита и тройного карбоната, после термополевого активирования и работы может быть вынесен на воздух. Повторно установленный в установку и вакуумированный он легко возвращается к первоначальному уровню токоотбора.

Устойчивость к выносу на атмосферу и сравнительно высокая плотность эмиссионного тока даёт возможность уже сейчас рассматривать катоды из предложенного материала как альтернативу катодам из монокристалла гексаборида лантана, применяемым, например, в установках электронной литографии [3]. Дополнительным существенным преимуществом композиционных катодов является низкая рабочая температура ($1000\text{--}1300 \text{ К}$ по сравнению с $1770\text{--}1820 \text{ К}$ для гексаборита лантана) и относительная простота изготовления. На рис. 1 представлено полученное на РЭМ (JEOL JSM-7001F) изображение поверхности образца катода, спрессованного из смеси термообработанного пирографита и тройного карбоната.

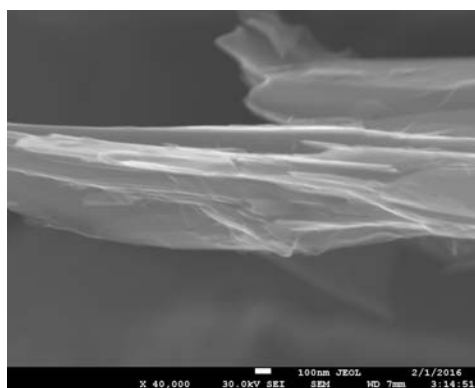


Рис. 1. РЭМ-изображение типичной эмитирующей поверхности образца

3. Результаты экспериментов

Автоэмиссионные измерения выполнялись по стандартной методике, описанной в книге [4]. Автоэмиссионные свойства катода из графита определяются в основном параметрами микровыступов на эмитирующей поверхности. Поэтому при изучении эмиссионных свойств автокатодов различных типов сопоставляются автоэмиссионные свойства и структура поверхности.

Проанализировав РЭМ-изображения эмитирующих поверхностей катодов, можно сделать вывод, что у всех изготовленных катодов прослеживается слоистая структура эмитирующей поверхности, но глубина расслоения может быть улучшена. Приведены многочисленные эксперименты как в режиме автоэлектронной эмиссии, так и термоавтоэмиссии.

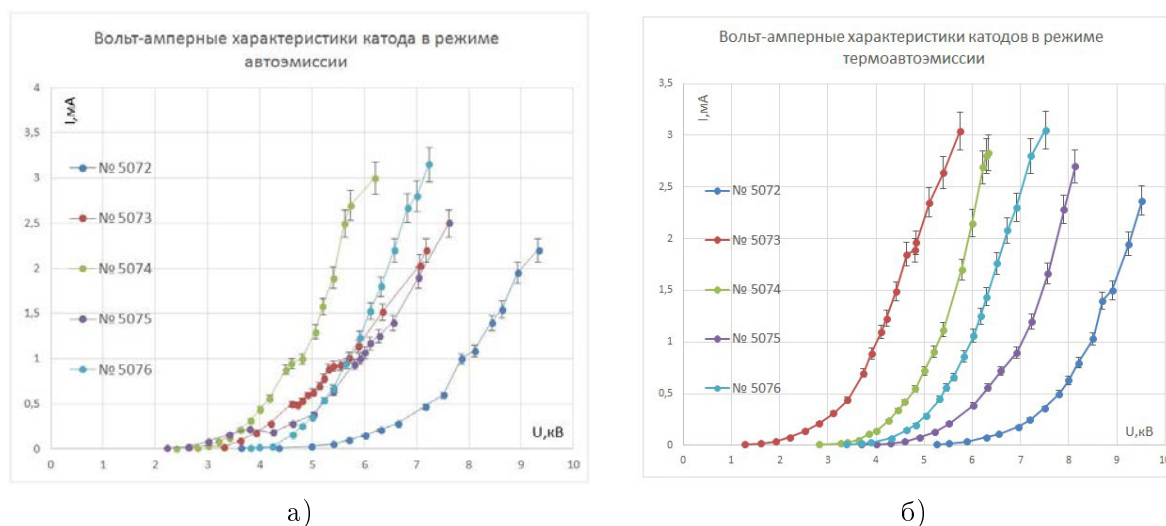


Рис. 2. Вольт-амперные характеристики катодов: а) в режиме автоэмиссии (20 °С); б) в режиме термоавтоэмиссии (800 °С)

На рис. 2 представлены типичные результаты экспериментов. Лучшие параметры показали образцы катодов в режиме термоавтоэмиссии, прошедших предварительную дегазацию при температуре 120 °С, и последующим прессованием их при температуре 425 °С (образцы № 5073 и № 5074). В то же время образцы № 5075 и № 5076, которые были запрессованы с добавлением спирта, показали более стабильные результаты в обоих режимах. В целом все образцы показывали лучшую стабильность тока в режиме термоавтоэмиссии, т. к. они находились в рабочем диапазоне температур при 800 °С.

4. Выводы

Была достигнута плотность тока в 5 мА с поверхности в 1 мм^2 , что соответствует плотности тока 0.5 А/см^2 . В данный момент это ограничение связано только с мощностью подключенных блоков питания. При улучшении вакуума возможно получение более высоких плотностей токоотбора с поверхности катода как в режиме термо-, так и автоэмиссии.

Работа выполнена при поддержке российского фонда фундаментальных исследований, грант № 16-07-00003 А.

Литература

1. *Шешин Е.П.* Структура поверхности и автоэмиссионные свойства углеродных материалов. Долгопрудный: МФТИ, 2001.
2. *Dresselhaus M.S., Dresselhaus G.* Intercalation compounds of graphite // *Advances in Physics*. 2002. V. 51. P. 1–186.
3. *Попов В.Ф., Горин Ю.Н.* Процессы и установки электронной технологии. М.: Высшая школа, 1988.
4. *Егоров Н.В., Шешин Е.П.* Автоэлектронная эмиссия: принципы и приборы. М.: Интеллект, 2011. P. 1–503.

References

1. *Sheshin E.P.* The surface structure and field emission properties of carbon materials. Dolgoprudnyj: MIPT, 2011. (in Russian)
2. *Dresselhaus M.S. and Dresselhaus G.* Intercalation compounds of graphite. *Advances in Physics*. 2002. V. 51. P. 1–186.
3. *Popov V.F., Gorin Ju.N.* Processes and installations of electronic technology. M.: Vysshaja shkola, 1988. (in Russian)
4. *Egorov N.V., Sheshin E.P.* Field emission. The principles and appliances The textbook-monograph. M.: Intellect, 2011. P. 1–503. (in Russian)

Поступила в редакцию 30.03.2017