

Использование водородно-вакуумной обработки порошков палладия для получения эффективных металлосплавных катодов безнакального магнетрона

И. П. Ли, Г. Г. Бондаренко

Предложен метод улучшения эмиссионной однородности прессованных палладий-бариевых катодов, применяемых в магнетронах с безнакальным запуском. Исходный порошок палладия отжигали в сухом водороде при 950°C в течение 60 минут, затем прокаливали в вакууме при давлении остаточных газов $P \leq 1 \cdot 10^{-4}$ Па. Показано, что катоды, изготовленные прессованием и последующим спеканием в вакууме смеси порошков палладия и интерметаллического соединения Pd₅Ba, отличаются высокой равномерностью распределения компонент. При испытаниях магнетронов, изготовленных с использованием данных катодов, процент выхода годных удалось повысить в 1,5 раза.

Ключевые слова: палладий-бариевый катод, порошок палладия, водородно-вакуумная обработка, прессование, спекание, безнакальный магнетрон.

In the paper it has been proposed the method for an improvement of an emission homogeneity of the pressing palladium-barium cathodes. The cathodes are in use at production of non-heating magnetrons. An initial palladium powder has been annealed in the dry hydrogen atmosphere at 950°C during 60 minutes. Then this powder has been exposed to calcinations in a vacuum about 10^{-4} Pa. It has been established that the cathodes, prepared with pressing and sintering of a mixture of both palladium and intermetallic compound Pd₅Ba powders in a vacuum, were characterized by a uniform distribution of the components. On acceptance tests of the magnetrons with the developed cathodes it has been shown that good-to-bad device ratio increased 1.5 times.

Key words: palladium-barium cathode, palladium powder, hydrogen-vacuum treatment, pressing, sintering, non-heating magnetron.

Введение

Современная техника сверхвысоких частот (СВЧ) характеризуется большим разнообразием типов электровакуумных приборов, среди которых особое место занимают магнетроны, конструкция и технология изготовления которых непрерывно совершенствуются. В последние годы, в связи с возросшими требованиями к техническим характеристикам аппаратуры специального назначения, интенсивное развитие получили работы по созданию безнакальных магнетронов [1–3]. Отличительным признаком таких приборов является практически мгновенная готовность (не более 0,5 с), обеспечиваемая особой конструкцией катодного узла, не требующей его разогрева. Отметим, что в накаливаемых магнетронах

инициирование генерации СВЧ колебаний обеспечивается током термоэлектронной эмиссии с поверхности термо-вторично-эмиссионного катода, нагретого до определённой температуры, зависящей как от конструкции подогревательного узла, так и от материала эмитирующего тела. При этом рабочая температура и время готовности катодных узлов в зависимости от типа эмиттера накаливаемых магнетронов составляют, соответственно, 1100–1600 К (у безнакального магнетрона ~ 330 К) и 3–8 с. Катодный узел в безнакальных магнетронах (рис. 1) состоит из чередующихся шайб автоэлектронных (АЭК) и вторично-эмиссионных катодов (ВЭК). В этих магнетронах при подаче на анод импульсного модулированного напряжения ток автоэлектронной эмиссии с АЭК инициирует генерацию СВЧ-коле-

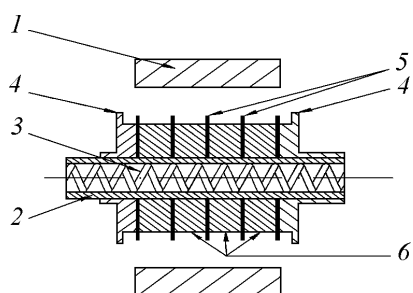


Рис. 1. Схематическое изображение магнетрона с безнакальным запуском: 1 — анод; 2 — ядро катода; 3 — подогреватель для обезгаживания катода; 4 — экраны; 5 — АЭК; 6 — ВЭК.

баний, а ВЭК поддерживают режим работы (генерацию СВЧ-колебаний) приборов в течение всего срока эксплуатации. В качестве АЭК преимущественно используются шайбы толщиной ~ 4 мкм из танталовой фольги, ВЭК же должны обладать стабильными эмиссионными характеристиками и быть устойчивыми к ионной и электронной бомбардировкам. Срок службы и стабильность эксплуатационных параметров такого рода приборов в значительной степени зависят от свойств ВЭК, так как, наряду с основной функцией — формированием пространственного заряда, — они являются активаторами АЭК. В последние годы широкое применение в безнакальных магнетронах получили прессованные палладий-бариевые катоды, изготовленные из смеси порошков палладия и эмиссионно-активного компонента — интерметаллического соединения Pd_5Ba , — технология изготовления которых включает более 30 операций [4]. Среди этих операций особое внимание уделяется работам по подготовке исходных материалов, в частности, порошков палладия и интерметаллического соединения Pd_5Ba .

Цель данной работы — повышение эффективности ВЭК за счет улучшения однородности гранулометрического состава смеси порошков палладия и интерметаллического соединения Pd_5Ba .

Методика эксперимента

Технологический процесс изготовления прессованных палладий-бариевых катодов, используемых в магнетронах с безнакальным запуском, состоит из множества операций, основные из которых:

- подготовка исходного порошка палладия;
- изготовление порошка эмиссионно-активной компоненты Pd_5Ba ;
- изготовление рабочей смеси порошков палладия и интерметаллического соединения Pd_5Ba ;

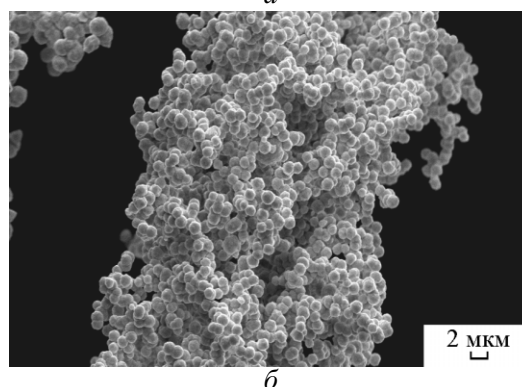
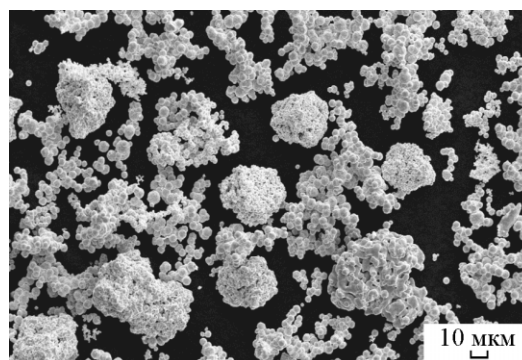


Рис. 2. Микрофотография поверхности исходного порошка палладия: а — общий вид; б — отдельная частица порошка.

- прессование заготовок катодов;
- спекание заготовок и др.

Интерметаллический сплав (фаза Pd_5Ba), с содержанием бария $\sim 18 - 19$ масс.% (остальное — Pd), является эмиссионно-активным компонентом палладий-бариевых катодов и изготавливается путём сплавления смеси палладия с барием в аргоно-дуговой установке в медном водоохлаждаемом кристаллизаторе.

В работе подробно исследовали операцию подготовки исходного порошка палладия, его структуру и элементный состав по примесям, распределение фракций порошка по размерам и возможность улучшения однородности размерного распределения частиц порошка, что в конечном итоге при последующих операциях приготовления катода обеспечивает равномерность распределения эмиссионной компоненты по поверхности катода.

На рис. 2а представлена микрофотография поверхности исходного порошка палладия ППд-3, размолотого в яшмовой ступке, полученная в растворе электронном микроскопе EVO 40 фирмы Zeiss, оснащённом рентгеновским энергодисперсионным спектрометром CDD X Flash 1106. Как видно из рис. 2а, исходный порошок палладия после размола

состоит из совокупности частиц с размерами от нескольких единиц до 100 мкм. При этом, как оказалось, каждая частица, в свою очередь, состоит из мелких фрагментов сферической формы диаметром $\sim 1 - 2$ мкм (рис. 2б). Эти фрагменты слабо связаны между собой, вследствие чего при просеивании

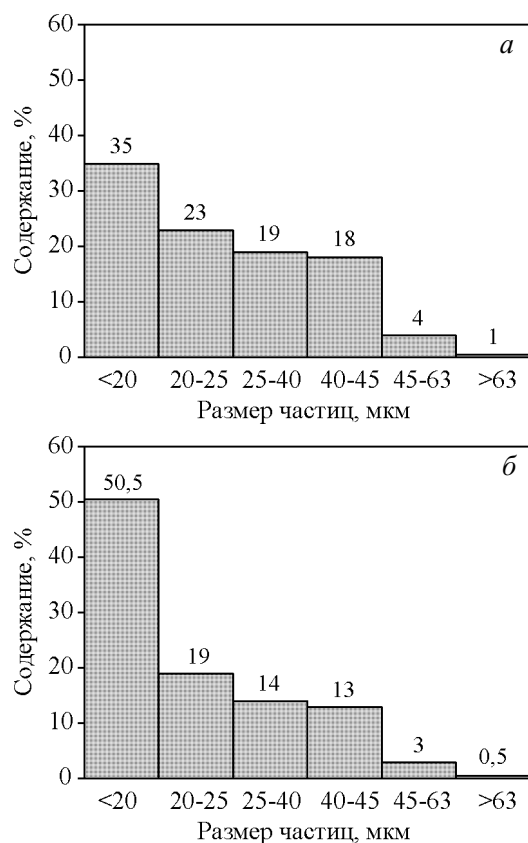


Рис. 3. Диаграммы распределения по размерам частиц исходного порошка палладия после просеивания в течение: а – 60 мин, б – 120 мин.

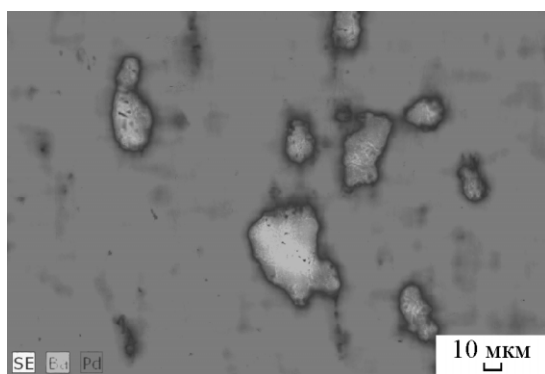


Рис. 4. Микрофотография шлифа палладий-бариевого катода, изготовленного с использованием исходного порошка палладия (светлые участки соответствуют частицам интерметаллического соединения Pd_5Ba).

вани порошка в установке “AS – 200 digital” отдельные, относительно крупные частицы рассыпаются на более мелкие части с произвольными размерами (просеивание проводили с использованием набора сит с размерами ячеек 20, 25, 40, 45 и 63 мкм). На рис. 3 приведены диаграммы состава исходного порошка палладия после просеивания в течение 60 и 120 минут — соответственно после первичного (а) и повторного (б) просеивания. Как видно из диаграмм, представленных на рис. 3, гранулометрические фракции порошка палладия отличаются размерной неоднородностью, а также нестабильностью по отношению к механическому воздействию (при повторном просеивании отдельные частицы порошка рассыпаются, то есть фракции являются механически непрочными). В результате, катоды, изготовленные прессованием и последующим спеканием в вакууме смеси порошков палладия и интерметаллического соединения Pd_5Ba , отличались значительной неравномерностью распределения эмиссионно-активного компонента Pd_5Ba (рис. 4), что привело к эмиссионной неоднородности катодов.

Таким образом, использование обычной традиционной технологии изготовления катодов [4] не дает удовлетворительного результата ввиду неоднородности распределения эмиссионно-активного компонента.

С целью определения эффективности приборов были проведены испытания магнетронов с катодами, изготовленными по данной традиционной технологии. Испытания магнетронов проводили на стенде динамических испытаний. Магнетрон признаётся годным, если его параметры соответствуют требованиям приёмо-сдаточных испытаний (ПСИ), в том числе в условиях низкой температуры ($\sim -60^\circ C$). Выход годных приборов определяется отношением числа признанных годными, то есть приборов соответствующих требованиям ПСИ, к числу изготовленных магнетронов.

Проведенные испытания показали, что процент выхода годных магнетронов 2-х сантиметровой и 8-ми миллиметровой диапазонов длин волн, изготовленных с использованием данных катодов, составил 50 – 60%, что является низким показателем при производстве данных приборов.

Экспериментальные результаты

Для повышения равномерности размерного распределения частиц палладия и, соответственно, однородности распределения эмиссионно-активного компонента, а следовательно и улучшения эмиссионных характеристик катодов, в работе были

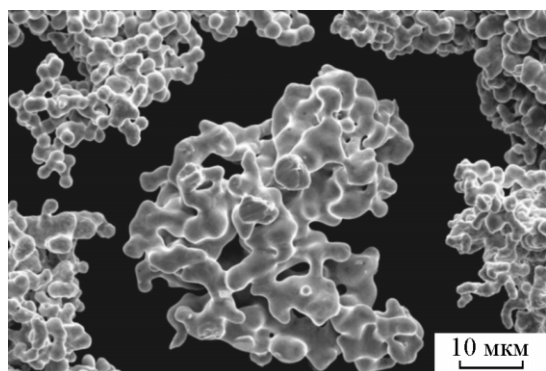


Рис. 5. Микрофотография порошка палладия, подвергнутого водородно-вакуумной обработке.

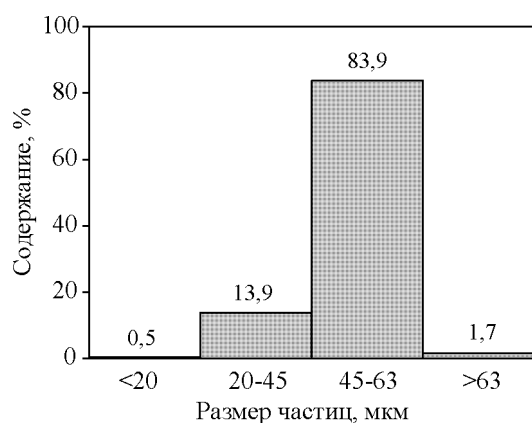


Рис. 6. Диаграмма распределения по размерам частиц порошка палладия, подвергнутого водородно-вакуумной обработке, после просеивания в течение 120 мин.

проведены исследования по стабилизации размеров гранулометрического порошка палладия путём его отжига в среде водорода и последующего прокаливания в вакууме. Отжиг порошка палладия проводили в сухом водороде при температуре 950°C в течение 60 мин, прокаливание — в вакууме при давлении остаточных газов $\leq 1 \cdot 10^{-4}$ Па до полного удаления растворённого в порошке водорода. На рис. 5 приведена микрофотография порошка палладия после такой водородно-вакуумной обработки, а на рис. 6 и 7 приведены, соответственно, диаграмма распределения частиц палладия по фракциям после просеивания в течение 120 мин и микрофотография поверхности катода, изготовленного прессованием и последующим спеканием в вакууме смеси порошков палладия (порошок палладия был подвергнут водородно-вакуумной обработке) и интерметаллического соединения Pd_5Ba . Из рис. 6 видно, что в результате водородно-вакуумной обработки получено практически одно-

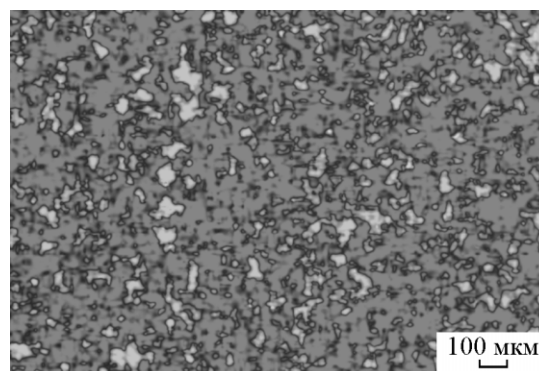


Рис. 7. Микрофотография шлифа палладий-бариевого катода, изготовленного с использованием порошка палладия, подвергнутого водородно-вакуумной обработке; (светлые участки соответствуют частицам интерметаллического соединения Pd_5Ba).

родное распределение частиц по размерам, с преобладающим (83,9%) диаметром частиц 45 – 63 мкм.

Таким образом, в результате проведенной термической обработки исходного порошка палладия происходит стабилизация его гранулометрического состава. Фрагменты сферической формы, из которых состоит каждая отдельная частица порошка палладия, при отжиге в водороде сливаются и образуют монолитные образования — конгломераты, которые практически не разрушаются при внешнем механическом воздействии, например при просеивании порошка (рис. 5). Более того, поверхность исходного порошка палладия, как правило, загрязнена адсорбентами углерода и кислорода, наличие которых дестабилизирует работу металлосплавных катодов [5]. Как показали исследования, выполненные с использованием рентгеновского энергодисперсионного спектрометра CDD X Flash 1106, в результате отжига порошка палладия в среде водорода происходит очистка его поверхности как от углерода, так и от кислорода, а поглощённый палладием водород удаляется при прокаливании порошка в вакууме. Катоды, изготовленные прессованием и последующим спеканием в вакууме смеси порошков палладия (подвергнутого водородно-вакуумной обработке) и интерметаллического соединения Pd_5Ba , отличались высокой равномерностью распределения компонент (рис. 7) и, что важно, использование этих катодов в магнетронах значительно улучшило эксплуатационные параметры магнетронов. Безнакальные магнетроны, изготовленные с катодами из смеси порошков палладия, подвергнутого водородно-термической обработке, и интерметаллического соединения Pd_5Ba , отличались высокой стабильно-

стью параметров. В результате проведенных испытаний было установлено, что процент выхода годных магнетронов 2-х сантиметрового и 8-ми миллиметрового диапазонов длин волн, изготовленных с использованием этих катодов, повысился с 50 – 60% до 85 – 90 %.

Выводы

1. Предложен метод водородно-вакуумной обработки порошка палладия, используемого при изготовлении палладий-бариевых катодов для безнакальных магнетронов.

2. Показано, что применение данного метода позволяет повысить эффективность катодов, при этом использование их в безнакальных магнетронах 2-х сантиметрового и 8-ми миллиметрового диапазонов длин волн позволило увеличить в 1,5 раза процент выхода годных приборов.

Литература

1. Махов В.И., Бондаренко Б.В., Копылов М.Ф. СВЧ прибор М-типа. Патент РФ № 204081, приоритет от 11.04.1991 г.
2. Копылов М.Ф., Бондаренко Б.В., Махов В.И., Назаров В.А. Магнетрон. Патент РФ № 2007777, приоритет от 15.04.1991 г.
3. Пипко Ю.А., Семёнов Л.А., Галактионова И.А., Еремеева Г.А., Есаулов Н.П., Ильин В.Н., Марголис Л.М. Магнетрон с безнакальным катодом. Патент РФ № 2019877, приоритет от 17.04.1991 г.
4. Ли И.П., Дюбуа Б.Ч., Каширина Н.В., Комиссарчик С.В., Лифанов Н.Д., Зыбин М.Н. Магнетрон с безнакальным катодом. Патент РФ № 2380784, приоритет от 24.10.2008 г.
5. Дюбуа Б.Ч. Металлосплавной “холодный” вторично-эмиссионный катод. Вопросы прикладной физики, 2004, вып. 11, с. 102 – 105.

Ли Илларион Павлович — Открытое акционерное общество “Плутон” (г.Москва), начальник отделения катодных систем сверхвысокочастотных электровакуумных приборов. Специалист в области электронной техники. E-mail: ork@pluton.msk.ru.

Бондаренко Геннадий Германович — Московский государственный институт электроники и математики (технический университет), доктор физико-математических наук, профессор. Специалист в области физики конденсированного состояния, космического и радиационного материаловедения. E-mail: niipmt@cea.ru.