

На правах рукописи



ЧЕПУСОВ АЛЕКСАНДР СЕРГЕЕВИЧ

СВОЙСТВА АВТОЭМИССИОННЫХ КАТОДОВ ИЗ УГЛЕРОДНЫХ
МАТЕРИАЛОВ В УСЛОВИЯХ ТЕХНИЧЕСКОГО ВАКУУМА

Специальность 01.04.13 – Электрофизика, электрофизические установки

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Екатеринбург – 2018

Работа выполнена в

¹Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте электрофизики Уральского отделения Российской академии наук (ИЭФ УрО РАН), ²Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Уральском федеральном университете имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» (УрФУ)

Научный руководитель: **ЧОЛАХ Сеиф Османович**,
доктор физико-математических наук, профессор,
УрФУ (г. Екатеринбург)

Научный консультант: **КОРЖЕНЕВСКИЙ Сергей Романович**,
кандидат технических наук,
ИЭФ УрО РАН (г. Екатеринбург)

Официальные оппоненты: **БЕРЕЗИН Владимир Михайлович**,
доктор физико-математических наук, профессор
ФГАОУ ВО «ЮУрГУ (НИУ)» (г. Челябинск)

ЕГОРОВ Иван Сергеевич,
кандидат технических наук,
ФГАОУ ВО НИ ТПУ (г. Томск)

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук (г. Томск)

Защита состоится _____ в _____ на заседании диссертационного совета Д 004.024.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института электрофизики Уральского отделения Российской академии наук по адресу:

620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 106, ИЭФ УрО РАН.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института электрофизики Уральского отделения Российской академии наук и на сайте <http://www.iep.uran.ru/diss/zased/>.

Автореферат разослан «__» _____ 2018 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
доктор физико-математических наук



Медведев М.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследований. Одной из актуальных задач современной электроники является разработка и создание автоэмиссионных катодов, стабильно работающих длительное время в условиях высокого технического вакуума (10^{-7} – 10^{-6} торр), характерного для отпаянных приборов. К преимуществам автоэлектронных эмиттеров можно отнести отсутствие накала, высокую плотность тока, устойчивость к колебаниям температуры, малую чувствительность к внешней радиации, безынерционность, экспоненциально высокую крутизну вольт-амперных характеристик, узкий диапазон энергораспределения эмитированных электронов, отсутствие необходимости расходовать энергию на сам процесс эмиссии. Вышеперечисленные достоинства делают перспективным применение автоэмиссионных катодов в электровакуумных устройствах, таких как электронно-лучевые приборы, плоские экраны, рентгеновские источники и т.д.

Основной недостаток традиционных металлических автокатодов – необходимость изготовления катода в виде острия с малым радиусом закругления, что является очень трудоемкой процедурой. В процессе работы острый эмиттер разрушается под воздействием ионов остаточных газов, катод деградирует. Для уменьшения этого эффекта необходим сверхвысокий вакуум (давление ниже 10^{-7} торр), что тоже составляет сложную техническую задачу.

В 70-х годах XX века проведены первые эксперименты по использованию углеродных волокон в качестве автоэмиссионных катодов, которые продемонстрировали принципиальную перспективность данного направления. К преимуществам углеродных автоэмиттеров относятся хорошие вакуумные свойства, высокая температура плавления, высокая теплопроводность, устойчивость к радиационным воздействиям, способность формировать развитую поверхность с большим количеством эмиссионных центров.

В последние десятилетия в качестве автокатодов интенсивно исследуются углеродные наноматериалы, а именно углеродные нанотрубки. Они считаются перспективными благодаря геометрическим размерам этих структур,

характеризующимся высоким коэффициентом усиления электрического поля. Это позволяет инициировать автоэлектронную эмиссию при малой напряженности макрополя на катоде (единицы киловольт на миллиметр). Но существует ряд проблем, препятствующих успешному применению таких автокатодов. Среди них разрушение катодных структур в сильных электрических полях и под воздействием ионной бомбардировки, ограничение максимального эмиссионного тока с одной трубки из-за ее выгорания в следствие джоулева разогрева, а также вырывание нанотрубок электрическим полем. Также проблемными моментами являются получение углеродных нанотрубок с определенными свойствами, их монтаж на рабочую поверхность, дороговизна оборудования и процесса изготовления материалов.

Альтернативой наноструктурным эмиттерам являются массивные катоды из искусственных углеродных материалов. Углеродные материалы, производимые промышленностью, являются доступным сырьем для изготовления катодов и достаточно дешевы. Актуальность задачи создания автоэмиссионного катода из массивных углеродных материалов диктуется необходимостью получения высокоресурсного катода для электровакуумных приборов. В настоящее время одним из таких приборов, широко применяемым в медицине и промышленной дефектоскопии, является рентгеновские трубки. Но ресурс трубок с термокатодом определяется временем жизни самого слабого элемента, нити накала, играющей роль катода. Обычно время работы трубок с термокатодом составляет несколько сотен часов. Перегорание накального катода приводит к выходу из строя всей трубки. Разрушение нити происходит за счет испарения материала, воздействия ионов остаточных газов, образования хрупких окислов и других химических соединений. Графитовый же катод лишен этих недостатков. Углерод характеризуется высокой температурой плавления, устойчив к ионной бомбардировке, химически не активен, обладает низкой стоимостью. Также такой катод характеризуется безынерционностью и не требует источника питания для нагрева. Поэтому можно ожидать, что разработка автоэмиссионных катодов на базе промышленно производимых искусственных углеродных материалов,

конструкционных графитов, позволит создавать высокоресурсные автоэмиссионные катоды для энергоэффективных электровакуумных приборов.

Цели и задачи работы. Целью настоящей работы является исследование автоэмиссионных свойств массивных катодов из искусственных углеродных материалов и промышленных конструкционных графитов в условиях технического вакуума, а так же в условиях интенсивной бомбардировки ионами инертных газов. Исследования позволят оценить перспективу использования катодных узлов из углеродных материалов для создания рентгеновских трубок с высокостабильными характеристиками и с высоким ресурсом работы.

Поставленная цель достигается решением следующих задач:

1. Создание экспериментальной установки, позволяющей измерять вольт-амперные характеристики катодов, а также исследовать работу эмиттеров в течение длительного времени.

2. Разработка методики и проведение исследований эмиссионных свойств катодов из углеродных материалов, в том числе изучение динамики вольтамперных характеристик и других рабочих параметров с течением времени.

3. Модернизация установки для визуализации эмиссионных процессов, проведение экспериментов по оценке эффективной площади эмиссии.

4. Анализ состояния рабочей поверхности катода, исследование поверхностного слоя эмиттера методами рентгеновской фотоэлектронной и оже-спектроскопии.

5. Демонстрация возможности использования рассматриваемых катодов в электровакуумных приборах: создание и исследование рабочих параметров макета рентгеновской трубки с автоэмиссионным катодом из графита.

Научная новизна. Исследованы автоэмиссионные свойства массивных автоэмиссионных катодов из конструкционных графитов, производимых промышленностью, в то время как большая часть современных исследований посвящена автоэмиссии из углеродных нанотрубок и других наноструктур.

Исследована работа катодов в условиях технического вакуума и при повышенном давлении остаточных газов, а не в условиях сверхвысокого вакуума.

Исследованы автоэмиссионные свойства массивных катодов из углеродных материалов в условиях интенсивной ионной бомбардировки. Обнаружено, что при напуске в вакуумный объем аргона углеродный автокатод способен работать в режиме самовосстановления. В этом случае наблюдаются периодические улучшения автоэмиссионных свойств: снижение рабочего напряжения и повышение эмиссионного тока.

На основе исследования рабочей поверхности эмиттера методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии показано, что в процессе эксплуатации катода происходит изменение типа гибридизации связей атомов приповерхностного слоя. Так на поверхности графитового катода формируются алмазоподобные кластеры, изменяющие его автоэмиссионные свойства. Образование алмазоподобных включений приводит к необходимости более детального как экспериментального, так и теоретического исследования механизма автоэлектронной эмиссии из углеродных массивных катодов.

Разработана рентгеновская трубка с массивным автоэмиссионным катодом из графита, и исследована работа прибора в условиях технического вакуума.

Практическая значимость. Практическая ценность работы определяется совокупностью полученных в диссертационной работе результатов:

– Разработана экспериментальная установка для исследования автоэмиссионных свойств различных материалов. Она позволяет получать вольт-амперные характеристики катода, исследовать стабильность его работы в течение длительного времени, в том числе и в условиях повышенного давления остаточных газов. Использование анодного узла с люминесцентным экраном позволяет визуализировать эмиссионный процесс, оценить эмитирующую площадь массивного катода и однородность ее эмиссионных свойств.

– Полученные экспериментальные данные об автоэмиссионных свойствах промышленных конструкционных графитов могут служить основой для выбора материала автоэмиссионного катода приборов физической электроники.

– Исследования эффективной площади эмиссии катода указывают на нераскрытый потенциал массивных катодов. Обработка поверхности катода с целью создания равномерного рельефа повысит эффективность работы эмиттера.

– Разработана конструкция рентгеновской трубки с автоэмиссионным катодом из искусственных углеродных материалов. Размер фокусного пятна полученного устройства составляет 1,8 мм. Трубка способна работать в условиях повышенного давления остаточных газов. Изделие может использоваться в стоматологических обследованиях, в научных исследованиях, рентгенофлуоресцентном анализе, в качестве рентгеновского микроскопа для проверки целостности изделий и т.п.

Положения, выносимые на защиту:

1. На основе результатов исследования автоэмиссионных характеристик промышленных графитов марок МГ, ГМЗ, МПГ-7, ГЭ и GS-1800 в условиях технического вакуума на уровне $2 \cdot 10^{-4}$ Па показана возможность создания массивных катодов миллиамперного диапазона токов с характерной площадью 10 мм^2 , имеющих низкую напряженность поля, инициирующего эмиссионные процессы, и стабильную во времени автоэмиссионную ВАХ в стационарных режимах. При этом лучшими автоэмиссионными свойствами обладают катоды из малозольных и мелкозернистых графитов (марок МГ, ГМЗ, МПГ-7), для которых напряженность поля старта эмиссии в вакууме составляет 5-8 кВ/мм, а отклонение тока от среднего значения не превосходит 10%.

2. На основе результатов исследования влияния на автоэмиссионные свойства графитовых катодов атмосферы остаточных газов, моделируемой контролируемым напуском аргона в рабочую камеру до уровня $2 \cdot 10^{-2}$ Па, показано, что интенсивная ионная бомбардировка приводит к разрушению эмиссионных центров на поверхности углеродных материалов, что характеризуется уменьшением коэффициента усиления электрического поля на катоде на 15-20%. В то же время под воздействием ионной бомбардировки эмиттеры способны реализовать режим самовосстановления: наблюдаются периодическое уменьшение рабочего напряжения и повышение тока эмиссии.

3. Анализ рабочей поверхности методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии углеродного автоэммитера показывает, что в результате его эксплуатации на поверхности образуются структуры с иным типом гибридизации: на исходной графитовой поверхности формируются алмазоподобные включения.

Апробация работы. Основные результаты проведенной работы докладывались и обсуждались на конференциях молодых ученых ИЭФ УрО РАН (2009, 2010, 2011, 2013, 2015 г.), на следующих всероссийских и международных научных конференциях: Всероссийской научной конференции студентов-физиков и молодых ученых (ВНКСФ-16, г. Волгоград, 2010 г.; ВНКСФ-18, г. Красноярск, 2012 г.), Всероссийской школе-семинаре по проблемам физики конденсированного состояния (СПФКС-10, г. Екатеринбург, 2009 г., СПФКС-13, г. Екатеринбург, 2012 г.), конференции европейского сообщества исследователей материалов (EMRS Fall Meeting 2012, EMRS Fall Meeting 2013, г. Варшава, Польша), 25 Международной конференции по алмазным и углеродным материалам (International conference on diamond and carbon materials, г. Мадрид, Испания, 2014 г.), научной школе молодых ученых по вакуумной микро- и наноэлектронике (ЛЭТИ, г. Санкт-Петербург, 2017 г.).

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 10-08-00830-а «Исследование влияния рентгеновского излучения, электронных и ионных пучков на формирование углеродных наноструктур с высокой сорбционной емкостью водорода и высокими автоэмиссионными свойствами», Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере в рамках программы «У.М.Н.И.К.».

Публикации. Результаты диссертационной работы опубликованы в 12 печатных работах. Из них 6 тезисов в сборниках материалов конференций, 6 статей в рецензируемых изданиях: 3 в российских и 3 в зарубежных журналах.

Личный вклад автора. Постановка задачи и определение направлений исследования были проведены автором совместно с научным руководителем С.О. Чолахом и научным консультантом С.Р. Корженевским.

Автор принимал участие в создании и модернизации экспериментальной установки, самостоятельно проводил эксперименты по исследованию автоэмиссионных свойств катодов из углеродных материалов. Конструкция макета рентгеновской трубки разработана автором и изготовлена по его чертежам. Также им произведена сборка трубки, монтаж в установку и проведение исследований ее параметров.

Автор внес определяющий вклад в обработку, анализ и интерпретацию полученных данных. Обобщение результатов диссертационного исследования, формулировка выводов и защищаемых положений принадлежат лично автору.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения, списка использованной литературы. Общий объем диссертации составляет 135 страниц, содержит 104 рисунка, 2 таблицы, 18 формул. Список литературы включает 101 наименование.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель и задачи исследования, а также положения, выносимые на защиту; указаны научная новизна и практическая ценность работы, личный вклад автора и структура диссертации.

В первой главе приведены исследования, посвященные изучению автоэмиссионных свойств наноструктурных углеродных катодов. Анализ литературных данных показывает, что наибольшее внимание последние десятилетия уделяется исследованиям многостеночных углеродных нанотрубок. Благодаря высокому аспектному соотношению (отношению диаметра и высоты трубок) автоэмиссионные процессы в таких катодах инициируются при малых макронапряженностях электрического поля в зазоре катод-анод, при низких рабочих напряжениях на электродах. Для автокатодов из нанотрубок характерны высокие плотности тока (десятки миллиампер на кв. см), малые габариты катодного узла. На базе таких эмиттеров разработаны рентгеновские трубки прострельного типа. Особенности таких устройств являются компактность,

узкий энергетический спектр электронов (что позволяет получить более четкое рентгеновское изображение, чем с термокатодом), низкое энергопотребление.

Но автокатоде на основе углеродных нанотрубок и графеновых листов характеризуются рядом недостатков. Во-первых, изготовление наноструктурного эмиттера с заданными свойствами составляет отдельную трудоемкую задачу и требует дорогостоящего оборудования. Во-вторых, необходимо смонтировать нанотрубки на подложку или основание. В-третьих, в процессе работы происходит разрушение эмитирующих структур вследствие джоулева разогрева, полевого испарения, воздействия пондеромоторных сил и ионов остаточных газов. Применение массивных катодов из графита помогает избежать этих недостатков. В заключении главы перечисляются их преимущества, формулируются задачи, которые необходимо решить для достижения цели.

Во второй главе приведено описание объектов исследования, установки, а также методики экспериментов. Промышленные графиты состоят из 2 компонентов: углеродного порошка и связующего (результат термообработки и переработки коксовых и пековых композиций), являющегося средой для углеродного наполнителя. В связи с этим необходимо исследовать оба компонента искусственных углеродных материалов. В качестве чистого углерода использован реакторный графит марки ВПГ, получаемый при производстве углерода высокой чистоты. В качестве связующих рассмотрены переходные к поликристаллическому графиту формы углерода, полученные при различных температурах спекания: образцы Б-1500, Б-1900 и Б-2100 (число в маркировке означает температуру синтеза). Из промышленных углеродных материалов на основе анализа их свойств и по рекомендациям специалистов выбраны марки конструкционных графитов GS-1800, ГЭ, МГ, ГМЗ, МПГ-7.

Графит GS-1800 является мелкозернистым высокоплотным графитом, получаемым при высоком давлении и температуре методом изостатического прессования. Графит электродный (ГЭ) изготавливается на основе нефтяного кокса и каменноугольного пека. Графит малозольный (ГМЗ) относится к классу малозольных среднезернистых графитов. Графит МГ является мелкозернистым

материалом, получаемым на основе прокаленного пекового кокса, природного графита и каменноугольного пека. Графит МПГ-7 (мелкозернистый плотный графит) является высокопрочным термически стойким материалом на основе коксо-пековых композиций, относится к группе высокопрочных марок графита.

Исследовательская установка построена на базе вакуумного поста ВУП-4М. Ее блок-схема приведена на рис. 1. Она позволяет получать вольт-амперные характеристики (ВАХ) материалов, изучать стабильность работы в течение длительного времени при определенных условиях, оценивать плотность эмиссионного тока, производить напуск газовой смеси в камеру для воздействия на образцы ионами остаточных газов и др.

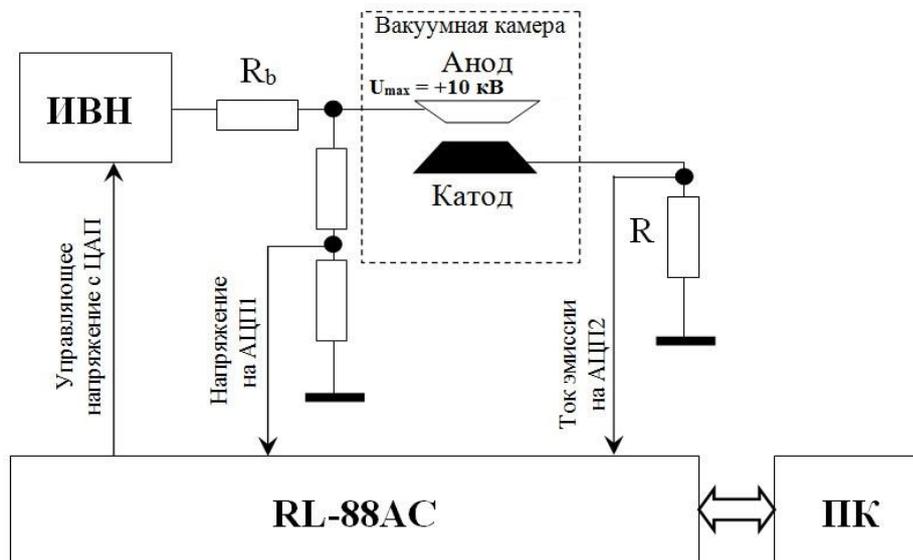


Рис. 1 – Блок-схема экспериментальной установки: ИВН – источник высокого напряжения, ПК – персональный компьютер, RL-88АС – блок ввода-вывода, R – токоизмерительный шунт, R_b – балластное сопротивление

Установка состоит из измерительной ячейки, находящейся в вакуумном объеме, системы вакуумной откачки, источника высокого напряжения (ИВН), измерительных цепей и системы регистрации. Система сбора информации производит запись экспериментальных данных для исследуемого образца в компьютер. Управление работой установки осуществляется с помощью устройства ввода-вывода RL-88АС. Оно подает управляющий сигнал на источник высокого напряжения для формирования на ячейке напряжения порядка нескольких киловольт. Измерительные цепи: делитель напряжения и

токоизмерительный шунт R – позволяют регистрировать напряжение на ячейке и эмиссионный ток через промежуток между образцом и анодом.

Внешний вид и сборочный чертеж измерительной ячейки представлены на рис. 2. Ячейка состоит из держателя анода 1 (Рис. 2а), анода 2, позволяющего регулировать зазор, кольца 3 с диэлектрическими вставками 8, катода 3 с держателем образца 4, установленного на основании 5 с нагревательным элементом 6, экрана 7 и диэлектрического основания 9. Для предотвращения распыления материала анода и его последующего переноса на исследуемый образец этот электрод выполнен из графита. Он установлен в держатель 1 на резьбовом соединении с шагом 1 мм. Такое решение позволяет регулировать зазор между анодом и катодом. Конструкция катодного узла 4 позволяет устанавливать в него исследуемый образец 3. Катоды имеют цилиндрическую форму диаметром 4 мм.

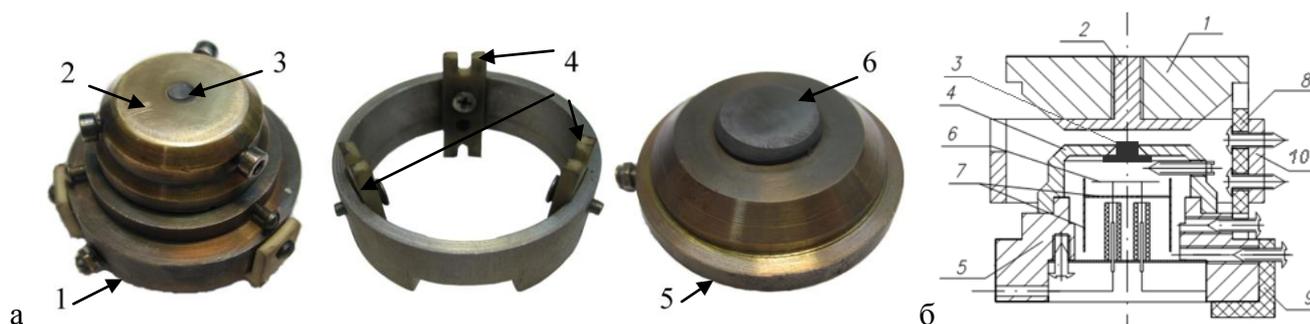


Рис. 2 – Измерительная ячейка: а) внешний вид – 1 – основание, 2 – катододержатель, 3 – катод (исследуемый образец), 4 – диэлектрические вставки, 5 – держатель анода, 6 – анод; б) сборочный эскиз – 1 - держатель анода, 2 - анод, 3 – катод, 4 – катододержатель, 5 – основание, 6 - нагревательный элемент, 7 – экран, 8 – диэлектрические вставки, 9 – диэлектрическое основание, 10 – изолирующее кольцо

Источник высокого напряжения (ИВН) создает электрическое поле, формирующее поток автоэмиссионных электронов из образца. Управляющим сигналом является напряжение 0–10 В от ЦАП RL-88АС. На выходе генерируется постоянное высокое напряжение, регулируемое в диапазоне от 0 до 10 кВ.

Вакуумная система состоит из 2 насосов: форвакуумного (ФН) и диффузионного (ДН). Для измерения уровня давления применяется вакуумметр ВИТ-3 с ионизационной лампой ПМИ-2 и термопарный манометр ПМТ-2.

На установках ЭС ИФМ-5 и спектрометре РНІ 5000 VersaProbe проведены спектрометрические исследования рассматриваемых углеродных автокатодов. Для генерации фотоэлектронов использовано рентгеновское излучение $Al-K_{\alpha}$ с энергией квантов 1486,6 эВ.

Методика экспериментов состоит из нескольких этапов: подготовка образца для исследования (шлифовка поверхности, установка зазора катод-анод, прогрев образца), получение ВАХ, исследование изменения параметров во времени (долговременных характеристик – ДВХ) при максимальной откачке и при напуске аргона в объем, т.е. под воздействием ионной бомбардировки. Схема, по которой проводятся исследования автоэмиссионных свойств катодов, приведена на рис. 3.

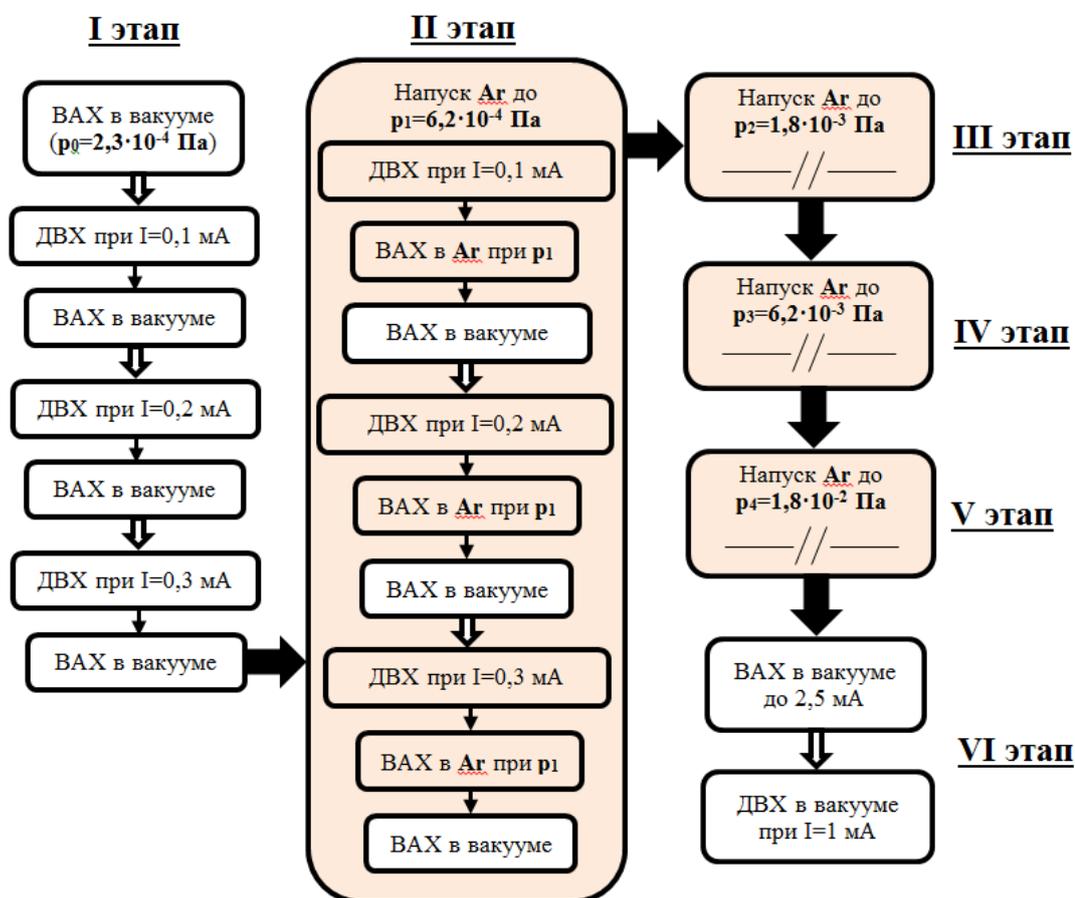


Рис. 3 – Схема экспериментов по исследованию углеродных автоэмиссионных катодов

Измерение ДВХ позволяет получать данные об изменениях эмиссионного тока I и напряжения U на аноде ячейки во времени. Для удобства описания и интерпретации результатов вводится величина R , внутреннее сопротивление измерительной ячейки, определяемое как $R=U/I$ (Рис. 4). Оно физически не привязано к реальному омическому сопротивлению как свойству материалов.

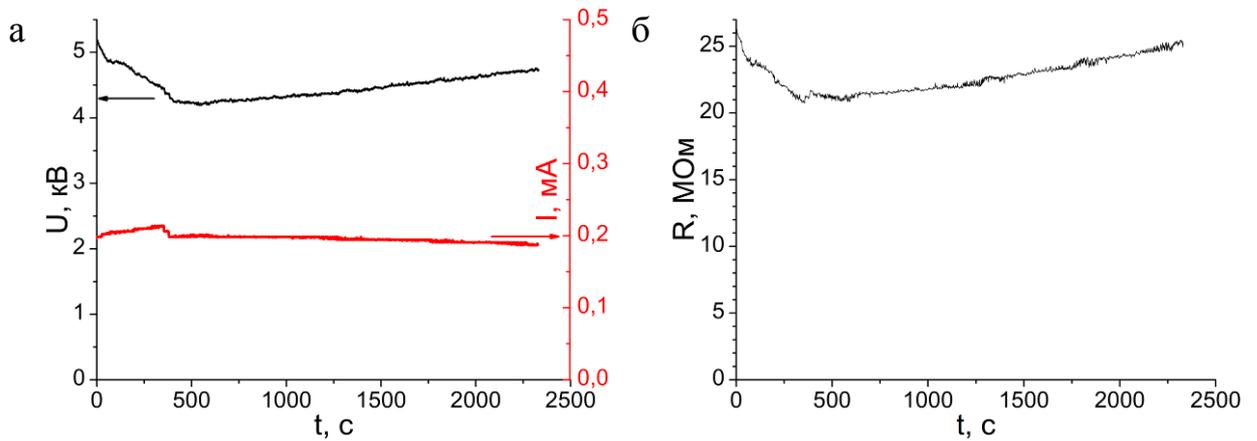
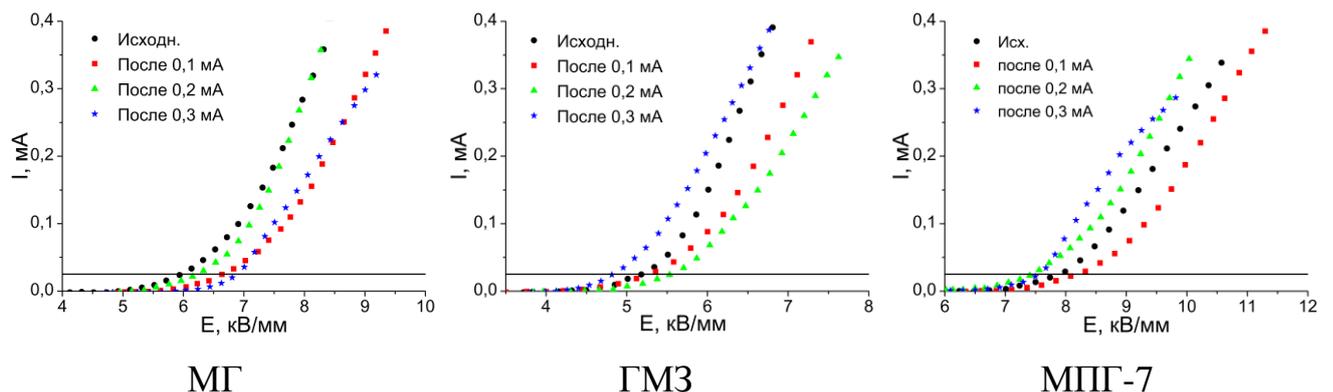


Рис. 4 – Типичная ДВХ автокатода: а – изменение напряжения на аноде и тока с течением времени, б – зависимость сопротивления измерительной ячейки от времени

Глава 3 посвящена изучению автоэмиссионных свойств катодов из искусственных углеродных материалов. Т.к. конструкционные графиты изготавливаются с применением 2 компонентов: углеродного порошка и связующих смол – то в первую очередь исследован процесс автоэмиссии из этих материалов. В первую очередь рассмотрены эмиссионные свойства углеродного материала высшей чистоты, реакторного графита марки ВПГ. Далее исследованы коксопечковые композиции, аналог связующих: Б-1300, Б-1500, Б-1700, Б-2100, Б-2700. Показано, что они обладают схожими эмиссионными свойствами, что и чистый графит. Эти результаты позволяют перейти к изучению автоэмиссионных свойств промышленных конструкционных графитов.

В главе приведены результаты экспериментов с промышленными графитами. Серии ВАХ первого этапа, при максимальной откачке вакуумной системы, приведены на рис. 5. На графиках также отражены характеристики для исходного состояния катода («Исходн.») и уровень тока 25 мкА, определяющий напряженность поля старта эмиссии.



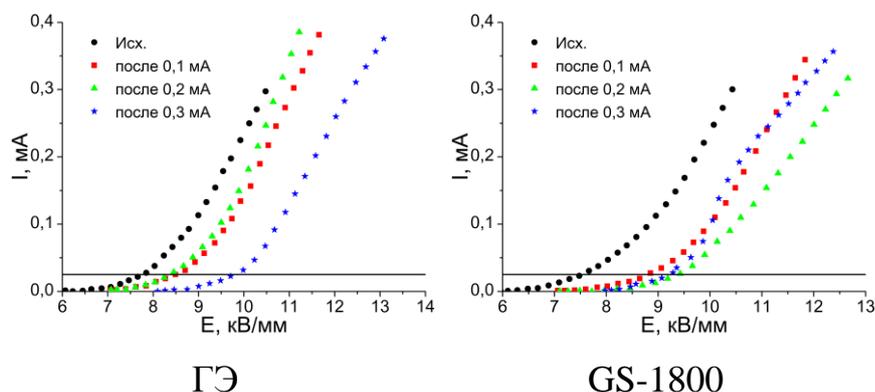


Рис. 5 – ВАХ конструкционных графитов при $P=2,3 \cdot 10^{-4}$ Па

Этапы исследований со 2 по 5 связаны с напуском аргона в рабочий объем до определенного уровня давления. Типичный набор ВАХ этих экспериментов приведен на рис. 6. Первые 2 кривые, полученные при меньших значениях напряженности электрического поля – это ВАХ для исходного состояния катода и последняя характеристика из предыдущего этапа. При наибольших рабочих напряжениях получена характеристика в аргоне, ВАХ в вакууме занимает промежуточное положение между последними 2 кривыми.

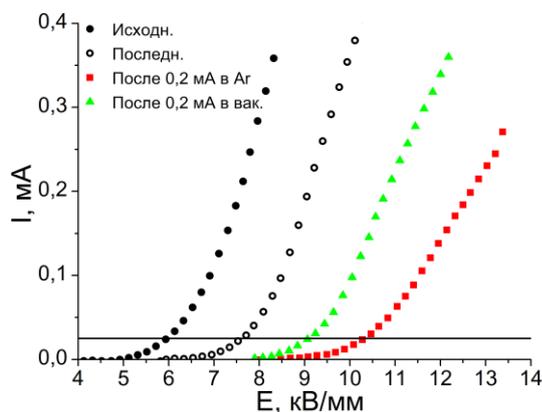


Рис. 6 – ВАХ образца из МГ после работы при $P=6,4 \cdot 10^{-4}$ Па (в аргоне)

В некоторых режимах работы катода наблюдается отклонение серии характеристик от типичного поведения. Достаточно часто ионная бомбардировка приводит к восстановлению эмиссионных свойств: ВАХ в вакууме смещается в область меньших электрических полей, чем в случае предыдущей стадии (Рис. 7а). Свойства могут восстанавливаться вплоть до исходного состояния (обнаружено для ГМЗ после работы при токе 0,3 мА и давлении $6,2 \cdot 10^{-4}$ Па). В других режимах катоды демонстрируют устойчивость к ионной бомбардировке: ВАХ в аргоне совпадает с последней характеристикой предыдущего подэтапа

(Рис. 7б) или даже с ВАХ в вакууме (Рис. 7в). Рис. 7 демонстрирует такие нетипичные наборы ВАХ.

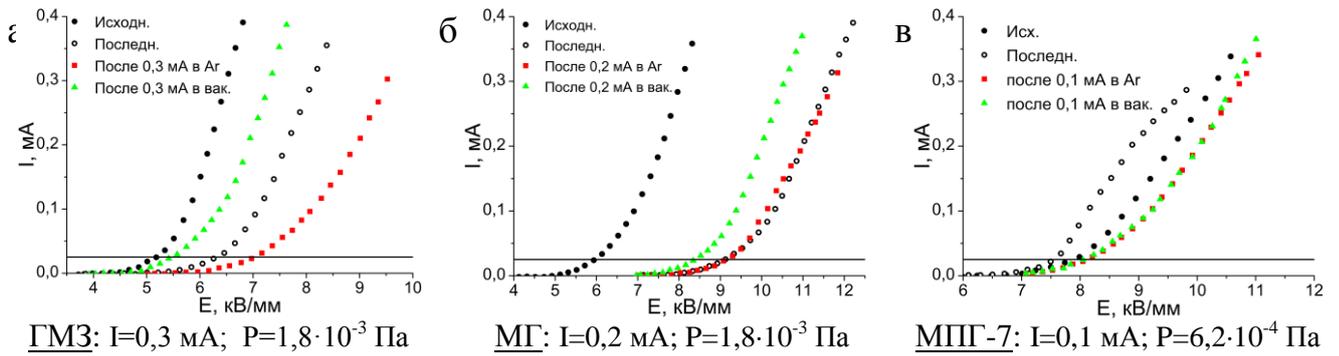


Рис. 7 – Наборы ВАХ, отклоняющихся от типичной картины

Во всех экспериментах ВАХ в аргоне получены при большем рабочем напряжении на аноде, чем ВАХ в вакууме. Проведен расчет коэффициента усиления поля β . Расчет показывает, что коэффициент β для характеристик в аргоне на 15-20% меньше, чем для катода в условиях вакуума. Ионы остаточных газов разрушают эмиссионные центры, снижают эффективность работы эмиттера.

Эмиссионные способности катода улучшаются при работе в режиме большого тока. Для ВАХ регистрируется увеличение тока в несколько раз при тех же значениях напряженности поля (Рис. 8а), а для ДВХ образцов МГ, ГМЗ и МПГ-7 наблюдается снижение рабочего напряжения в течение нескольких часов (Рис. 8б). В данных условиях генерация эмиссионных центров под воздействием ионной бомбардировки преобладает над их разрушением.

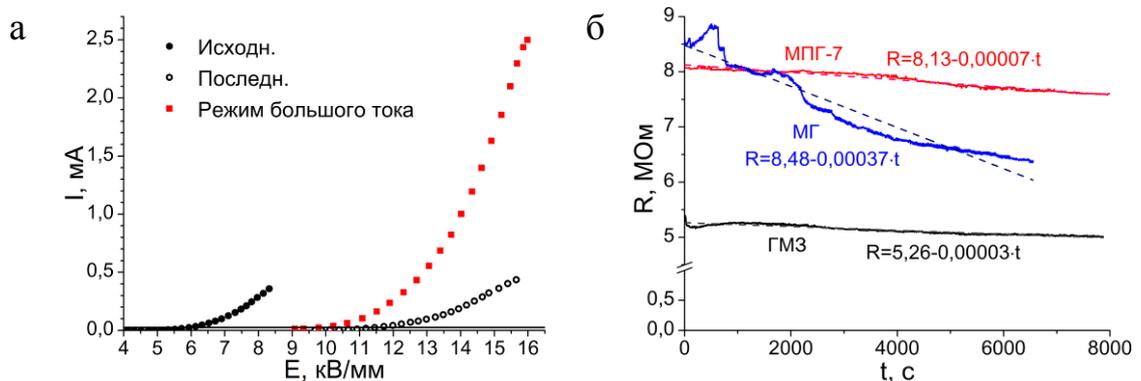
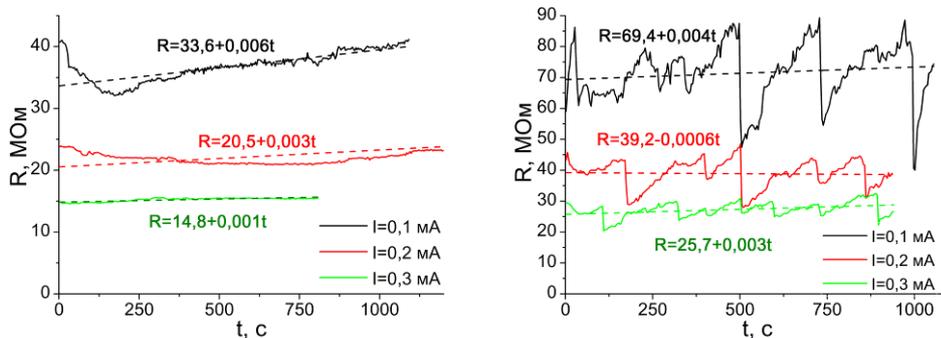


Рис. 8 – Режим больших токов при $P=2,3 \cdot 10^{-4} \text{ Па}$:

а – ВАХ для автокатода из МГ ($I > 1 \text{ mA}$); б – ДВХ при $I=1 \text{ mA}$

Типичный вид ДВХ в условиях максимальной откачки вакуумной системы и при повышенном давлении остаточных газов, т.е. в аргоне, показан на рис. 9.



$$P=2,3 \cdot 10^{-4} \text{ Па}$$

$$P=6,2 \cdot 10^{-3} \text{ Па (в аргоне)}$$

Рис. 9 – ДВХ МГ при максимальной откачке (слева) и в атмосфере аргона (справа)

Для условий высокого технического вакуума ($P=2,3 \cdot 10^{-4}$ Па) получены стабильные, гладкие зависимости сопротивления измерительной ячейки от времени. Напуск газа в вакуумный объем приводит к ионной бомбардировке рабочей поверхности, что вызывает скачкообразные изменения свойств образца. В этом случае катод работает в режиме самовосстановления: ионная бомбардировка поверхности приводит к резкому улучшению параметров катода, снижению рабочего напряжения и росту эмиссионного тока. Это явление связано с комплексом динамических процессов, сопровождающих автоэмиссию: сорбция, десорбция, миграция поверхностных атомов, диффузия газов в твердом теле, ионная бомбардировка и другие.

Сравнение результатов исследования рассматриваемых автоэмиссионных катодов позволяет сделать вывод, что наилучшие свойства (низкие рабочие напряжения, устойчивость к ионной бомбардировке) демонстрирует графит марки ГМЗ. Достаточно хорошие результаты получены для мелкозернистых графитов МГ и МПГ-7. Наихудшие результаты показали ГЭ и GS-1800. Различие в эмиссионных свойствах образцов может определяться технологией изготовления: зернистые графиты, полученные прессованием в матрице, демонстрируют схожие величины порогового электрического поля и поведение автокатаода.

В 4 главе описаны исследования электронной структуры приповерхностного слоя катода, участвующего в автоэмиссионных процессах. Методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) получены спектры для катодной (рабочей) и исходной (нерабочей), поверхности образца.

Анализ проведен для коксопековых композиций и для конструкционных графитов. Исследовались обзорные спектры, особенности основной линии углерода $C1s$, валентной полосы и оже-линий. Для модельных образцов серии Б обнаружены смещение, асимметричность и многокомпонентность основной линии углерода $C1s$ (Рис. 10). Также после работы катода трансформируется спектр плазменных потерь (Рис. 11). Анализ этих особенностей говорит об образовании алмазных включений на поверхности графита.

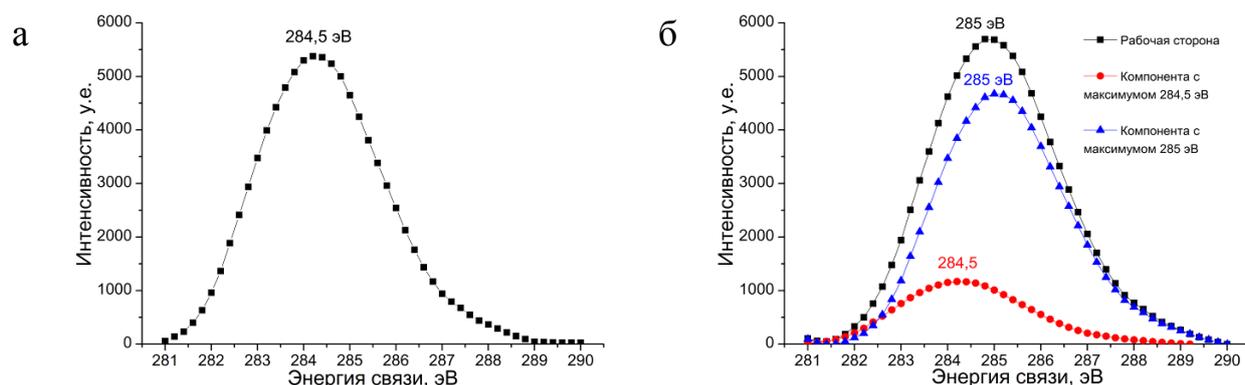


Рис. 10 – Спектр $C1s$ -линии катода Б-1900: а – обратная сторона (S2), индекс асимметрии 0,08; б – рабочая сторона (S1), положение линии 284,9 эВ, индекс асимметрии 0,21[10]

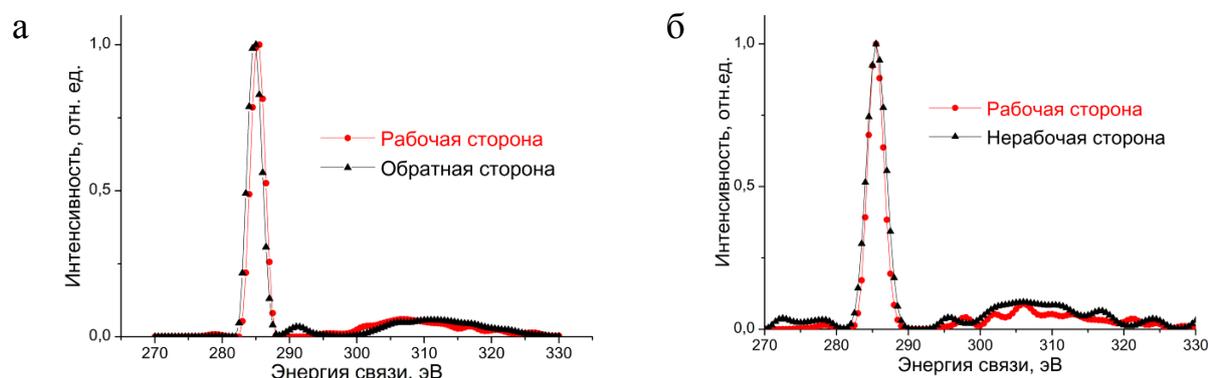


Рис. 11 – Спектры плазменных потерь энергии для образцов Б-1300 (А) и Б-1500 (Б)

Для конструкционных графитов рассмотрена основная спектральная линия углерода $C1s$ (Рис. 12). На спектре нерабочей стороны присутствует σ -плазмон, что является типичным для структуры графита. На катодной поверхности эта спектральная особенность отсутствует, как и для алмаза.

В результате работы автоэммиттера меняется и валентная полоса (Рис. 13). На спектре рабочей стороны формируется особенность III, а также формируется более острый пик I, что характерно для спектра алмаза. Исходная структура валентной полосы совпадает с опорным спектром графита.

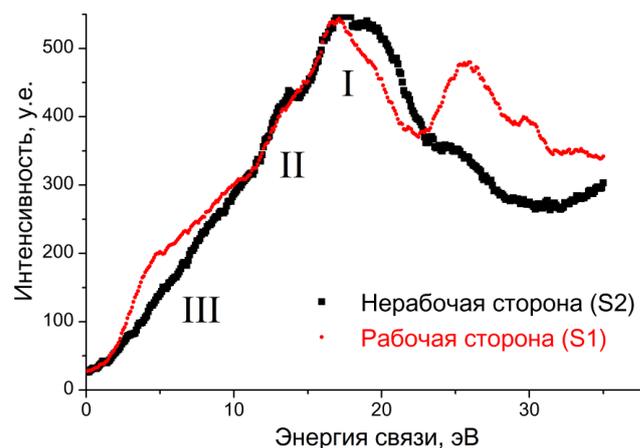
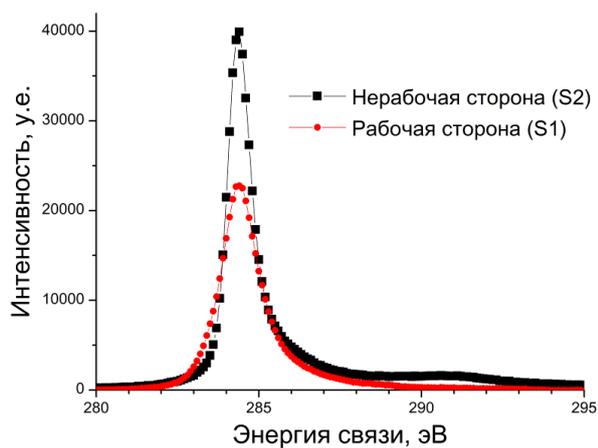


Рис. 12 – Спектры линии C1s образца МПГ-7 Рис. 13 – Спектры валентных полос для МПГ-7

В РФЭ-спектре также присутствует распределение выбитых из вещества оже-электронов. На рисунке 14а приведены опорные дифференциальные спектры алмаза и графита, а также дифференциальные оже-спектры катода из МПГ-7 в координатах кинетической энергии (Рис. 14б).

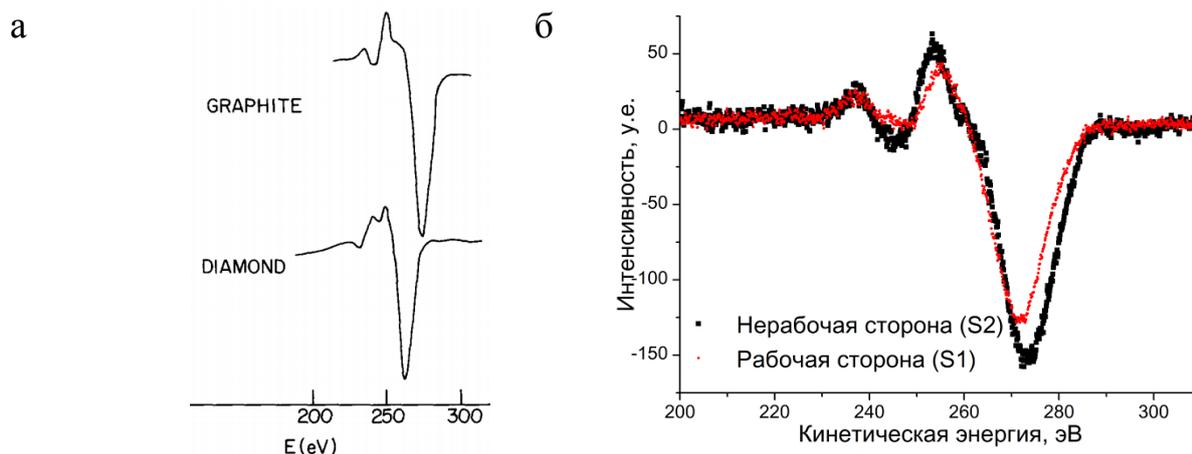


Рис. 14 – Дифференциальные оже-спектры: а – графита и алмаза; б - образца МПГ-7

Спектр алмаза характеризуется плавным переходом от положительного пика к отрицательному, а для структуры графита – наблюдается «ступенька». В анализе оже-спектров имеет значение расстояние между отрицательным и положительным пиком: для sp^2 -фазы он составляет 22,5 эВ, а для sp^3 -связей – 14,2 эВ. При рассмотрении полученных спектров можно увидеть в структуре исходной спектральной линии «ступеньку», характерную для графита, расстояние между отрицательным и положительным пиком равно 22 эВ. Оже-линия катодной стороны образца имеет плавный переход к отрицательному пику, удаленность его от положительного составляет 16 эВ, что позволяет говорить о присутствии на поверхности кластеров с sp^3 -связями.

Трансформация различных спектральных особенностей искусственных углеродных материалов (C1s-линии, спектра плазменных потерь, оже-спектров, валентной полосы) свидетельствует об изменении электронной структуры поверхности эмиттера в результате его работы. Автоэмиссионные процессы приводят к формированию алмазоподобных включений с sp^3 -гибридизацией на исходной графитовой поверхности с sp^2 -связями.

В главе 5 рассматривается рентгеновская трубка с автоэмиссионным катодом из графита. Отличительной особенностью устройства является источник электронов, автоэмиссионный катод. Он представляет собой массивный углеродный электрод, испускающий электроны в электрическом поле. «Извлечение» зарядов осуществляется с помощью экстрактора, прозрачного для электронов электрода, находящегося под высоким напряжением. Разработанная рентгеновская трубка состоит из анода, углеродного катода, экстрактора и монтируется в рабочую камеру установки.

Эскиз разработанного источника рентгеновского излучения изображен на рисунке 15. В центре находится цилиндрический анод, его окружают катод, выполненный в форме трубки; экстрактор в виде кольца с прорезями располагается над торцевой поверхностью катода, с которой осуществляется эмиссия электронов. Выход рентгеновского излучения обеспечивается через стальной колпачок с бериллиевым окном.

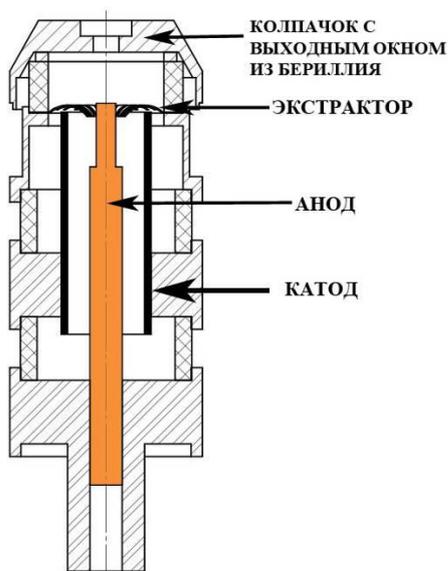


Рис. 15 – Эскиз рентгеновского источника с автоэмиссионным катодом

Для данной конструкции проведено моделирование электронных траекторий с целью определения оптимальной геометрии для получения максимального тока на анод и минимального фокусного пятна (Рис. 16).

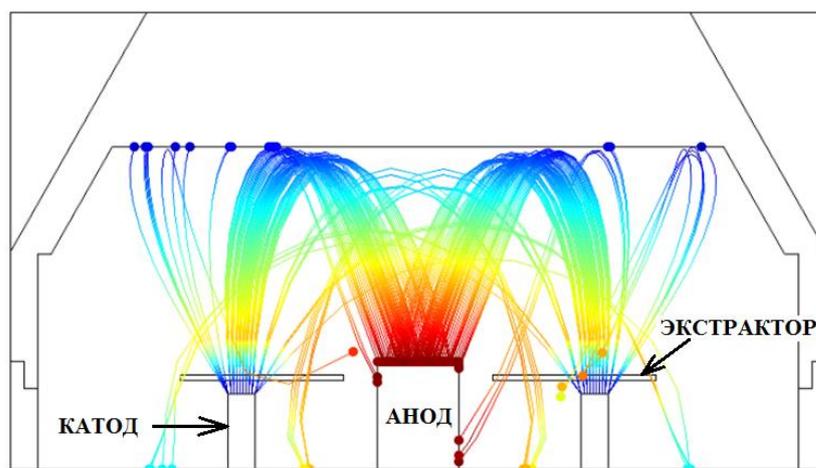


Рис. 16 – Результат моделирования электронных траекторий в АЭРТ

Питание рентгеновской трубки осуществляется с помощью ИВН и высоковольтного источника вакуумного поста. ИВН обеспечивает работу автоэмиссионного катода: стабилизированное высокое напряжение до 10 кВ подается на экстрактор, за счет чего формируется поток электронов. Внутренний источник напряжения задает потенциал анода (до 12 кВ) и определяет максимальную энергию рентгеновского излучения.

С помощью рентгеновского флуоресцентного спектрометра получен спектр излучения трубки (Рис. 18). Характеристические пики с энергиями $E=8,107$ эВ и $E=8,987$ эВ соответствуют $K_{\alpha 1}$ и $K_{\beta 1}$ линиями меди, что свидетельствует о генерации рентгеновского излучения с анода.

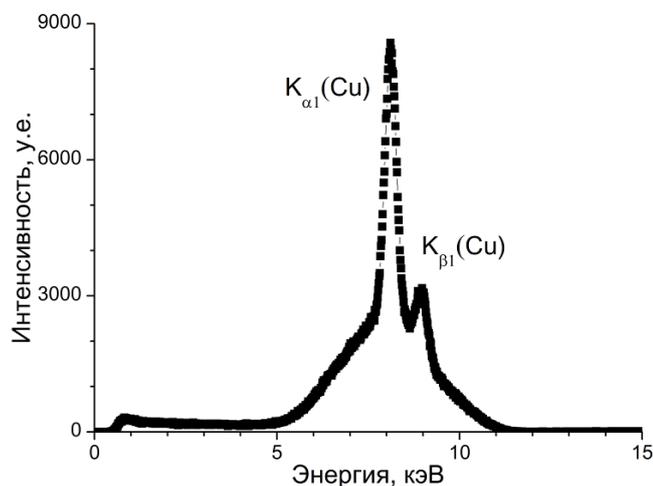


Рис. 18 – Спектр излучения рентгеновской трубки

Максимальная мощность дозы рентгеновского излучения созданной автоэмиссионной рентгеновской трубки составляет 3,9 мЗв/ч. Она достигнута при токе катода 2 мА, токе анода 122 мкА, напряжении на аноде 12 кВ.

С использованием плоскопанельного детектора DRX-1 получено изображение металлической проволоки толщиной 0,7 мм, расположенной у выходного окна диаметром 8 мм (рис. 19).

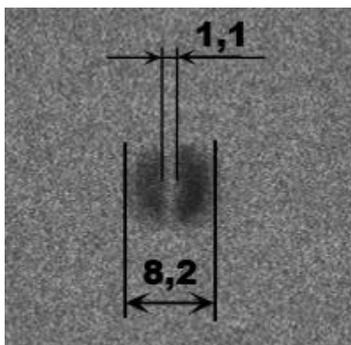


Рис. 19 – Рентгеновское изображение металлической проволоки на детекторе DRX-1

Для определения размера фокусного использован метод измерительного ножа. Получен профиль изменения интенсивности вдоль выходного окна (рис. 20). По уровням 10 и 90% от максимальной интенсивности определен размер фокусного пятна, который составляет 1,8 мм.

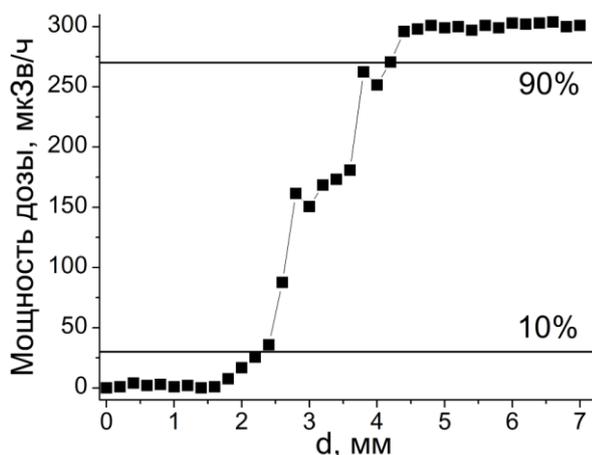


Рис. 20 – Профиль интенсивности излучения рентгеновской трубки вдоль выходного окна

Проведены испытания работы рентгеновского источника при повышенном давлении остаточных газов. При напуске аргона до 10^{-2} Па наблюдается уменьшение анодного и катодного токов до 25 мкА и 0,2 мА соответственно, а также мощности дозы до 6 мкЗв/ч. После откачки аргона параметры излучателя восстанавливаются до определенной степени: анодный ток – до 32 мкА,

катодный – до 0,67 мА, мощность дозы – до 13 мкЗв/ч. Перерыв в эксплуатации трубки на 30 минут и более приводит к восстановлению работоспособности рентгеновской трубки на 80%. Это свидетельствует о надежности устройства, возможности дальнейшей эксплуатации после работы в аварийных режимах. Доработанная рентгеновская трубка может использоваться в медицине, дефектоскопии, в научных исследованиях.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

В ходе выполнения диссертационной работы получены следующие результаты:

1. На базе вакуумного поста ВУП-4М разработана установка для исследования автоэмиссионных свойств материалов. Конструкция измерительной ячейки позволяет устанавливать необходимый межэлектродный зазор, необходимый тип анодного узла. Катодный узел снабжен нагревательным элементом, который обеспечивает прогрев образца для очистки его поверхности перед экспериментами. Напуск газа в рабочий объем позволяет исследовать работу эмиттеров при повышенном давлении остаточных газов. Разработанный источник высокого напряжения обеспечивает подачу на анод постоянного высокого потенциала порядка 10 кВ. Источник питания может работать в режиме стабилизации тока или напряжения, под управлением компьютера или регулироваться вручную.

2. Исследованы автоэмиссионные свойства промышленных графитов марок МГ, МПГ-7, ГМЗ, ГЭ и GS-1800. Эксперименты проведены для диапазона давлений остаточных газов от $2,3 \cdot 10^{-4}$ Па до $1,8 \cdot 10^{-2}$ Па в атмосфере аргона. В процессе эксплуатации катода происходит изменение его состояния под влиянием ионной бомбардировки, что выражается в сдвиге вольт-амперных характеристик после длительной работы. Напуск аргона в камеру усиливает это воздействие. При этом углеродный катод начинает работать в режиме самовосстановления. Регистрируются периодические скачкообразные изменения состояния катода, сопровождающиеся уменьшением рабочего напряжения и увеличением эмиссионного тока. Ионная бомбардировка катода приводит к ухудшению

эмиссионных свойств образца, вольтамперные характеристики в вакууме лучше, чем в аргоне.

Наилучшие показатели: напряженность поля старта эмиссии, стабильность работы в течение длительного времени, сопротивление измерительной ячейки – демонстрирует катод из малозольного графита ГМЗ. Немного уступают ему эмиттеры из МГ и МПГ-7. Образцы из ГЭ и GS-1800 характеризуются высокими рабочими напряжениями, а на их автоэмиссионные свойства существенно влияет ионная бомбардировка.

3. Оценка эффективной площади эмиссии исследуемых катодов показывает, что во время работы катода задействована часть его площади. При регистрации вольт-амперных характеристик происходит постепенное вовлечение в процесс эмиссии новых участков. Большой вклад в суммарный ток дает увеличение эмиссионной площади, а не плотности тока. У катодов наблюдается уменьшение эффективной плотности эмиссионного тока с ростом электрического поля. Нагрузка распределяется между всеми эмиссионными центрами поверхности, что способствует увеличению ресурса автоэмиттера.

4. Исследование с помощью атомно-силового микроскопа показывает кардинальное изменение геометрии поверхности эмиттера: гладкий рельеф сменяется изрезанной поверхностью с большим количеством микроострий, которые могут выступать в роли эмиссионных центров. Исследование методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии позволяет сделать вывод о формировании на поверхности графита алмазоподобных кластеров. Об этом свидетельствует трансформация спектров основной линии углерода $C1s$, валентной полосы, спектров потерь энергии и оже-линий углерода.

5. Разработана рентгеновская трубка с массивным автоэмиссионным катодом из графита. Трубка испытана при напряжениях на аноде и экстракторе до 12 кВ. На цифровом приемнике рентгеновского излучения получено изображение объекта (металлической проволоки), размер фокусного пятна устройства составляет 1,8 мм. Рентгеновская трубка способна работать в условиях технического вакуума, а также при повышенном давлении остаточных газов.

Автор выражает признательность научному руководителю Чолаху С.О., сотрудникам Института электрофизики УрО РАН С.Р. Корженевскому, И.В. Уйманову за обсуждения, предложения и помощь в работе, а также благодарность за помощь и поддержку старшему научному сотруднику кафедры электрофизики УрФУ Жидкову И.С. и сотрудникам Института электрофизики УрО РАН Уварину В.В., Комарскому А.А., Мотовилову В.А., Парамонову Л.А.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи в журналах, входящих в перечень ВАК.

1. Автоматизация эксперимента с помощью устройств ввода-вывода RL-88АС / В.А. Бессонова, В.Л. Кузнецов, Д.С. Скоморохов, А.С. Чепусов // Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия «Компьютерные технологии, управление, радиоэлектроника». – 2013. – Т. 13, №1. – С. 48-54.

2. Исследование поверхности автоэмиссионных катодов из искусственных углеродных материалов методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии / Е.А. Кислов, А.А. Комарский, В.Л. Кузнецов, С.П. Никулин, Д.С. Скоморохов, А.С. Чепусов, С.О. Чолах // Журнал прикладной спектроскопии. – 2013. – Т. 80, №2. – С. 216-220.

3. Surface modification of field emission cathodes made of artificial carbon-based material / A.S. Chepusov, S.O. Cholakh, E.A. Kislov, A.A. Komarsky, V.L. Kuznetsov, S.P. Nikulin, D.S. Skomorokhov // Physica status solidi C. – 2013. – V. 10, N 4. –P. 614-618.

4. Chepusov, A.S. The influence of ion bombardment on emission properties of carbon materials / A.S. Chepusov, A.A. Komarskiy, V.L. Kuznetsov // Applied surface science. – 2014. – V. 306. – P. 94 97.

5. Application of carbon materials for creation of X-ray sources cathodes / A. Chepusov, A. Komarskiy, S. Korzhenevskiy, V. Bessonova // Materials Today: Proceedings. – 2016. – V. 3, Suppl. 2. – P. s246-s251.

Прочие публикации.

1. Восстановление эмиссионных свойств холодных катодов из промышленных марок графита / А.А. Комарский, В.А. Бессонова, С.Р. Корженевский,

А.С. Чепусов // Международный научно-исследовательский журнал. – 2014. – №11. – С. 30-32.

2. Влияние ионной бомбардировки на автоэмиссионные свойства катодов из сильноориентированных пирографитов / А.С. Чепусов, Е.А. Кислов, Д.С. Скоморохов, В.А. Терентьева, В.Л. Кузнецов // Шестнадцатая Всероссийская научная конференция студентов-физиков и молодых ученых (ВНКСФ-16) : Материалы конференции (Волгоград, 22-29 апреля 2010 г.). – Волгоград, 2010. – С. 169-179.

3. Влияние ионной бомбардировки на структуру поверхности автоэмиссионного катода. / В.А. Терентьева, В.Л. Кузнецов, С.В. Петров, Д.С. Скоморохов, Е.А. Кислов, А.С. Чепусов, А.А. Комарский // XI Всероссийская молодежная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-11) : Тезисы докладов (Екатеринбург, 15-21 ноября 2010 г.). – Екатеринбург, 2010 г. – С. 208.

4. Влияние ионной бомбардировки на автоэмиссионные свойства ИУМ / А.А. Комарский, Н.С. Безводинских, Е.А. Кислов, В.Л. Кузнецов, Д.С. Скоморохов, А.С. Чепусов, С.О. Чолах // Восемнадцатая Всероссийская научная конференция студентов-физиков и молодых ученых (ВНКСФ-18) : Материалы конференции (Красноярск, 29 марта – 5 апреля 2012 г.). – Красноярск, 2012. – С. 266.

5. Исследование углеродных автокатодов методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии / Е.А. Кислов, А.А. Комарский, В.Л. Кузнецов, Д.С. Скоморохов, А.С. Чепусов // Восемнадцатая Всероссийская научная конференция студентов-физиков и молодых ученых (ВНКСФ-18) : Материалы конференции (Красноярск, 29 марта – 5 апреля 2012 г.). – Красноярск, 2012. – С. 132.

6. Автоэмиссионные свойства искусственных углеродных материалов / А.А. Комарский, А.С. Чепусов, Е.А. Кислов, В.Л. Кузнецов // XIII Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-13) : Тезисы докладов (Екатеринбург, 7-14 ноября 2013 г.). – Екатеринбург, 2013. –С. 224.

7. Модернизация оже-спектрометра для исследования состояния поверхности автоэмиссионных катодов / А.С. Чепусов, А.А. Комарский, В.А. Бессонова, С.Р. Корженевский // Двадцать первая Всероссийская конференция студентов-физиков и молодых ученых (ВНКСФ-21) : Материалы конференции (Омск, 26 марта – 02 апреля 2015 г.). – Омск, 2015. – С. 236.