



Получено: 6.09.2023 г. | Принято: 13.09.2023 г. | DOI: <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2023.16.6.370.377>

Научная статья

# ИССЛЕДОВАНИЕ УСЛОВИЙ ФОРМИРОВАНИЯ НИТЕВИДНЫХ НАНОРАЗМЕРНЫХ КРИСТАЛЛОВ НА ПОВЕРХНОСТИ АВТОЭЛЕКТРОННЫХ КАТОДОВ МАГНЕТРОНОВ С БЕЗНАКАЛЬНЫМ ЗАПУСКОМ

Н.Е.Леденцова<sup>1, 2</sup>, к.т.н., нач. лаб., ORCID: 0000-0002-7859-2048

Д.В.Бычков<sup>1</sup>, вед. инж.-технолог, ORCID: 0009-0008-4792-0417

И.П.Ли<sup>1, 2</sup>, д.т.н., зам. ген. дир., ORCID: 0009-0007-7731-2327 / [i.li@pluton.msk.ru](mailto:i.li@pluton.msk.ru)

А.В.Шуманов<sup>1</sup>, дир., ORCID: 0000-0002-6284-2700

В.И.Капустин<sup>1</sup>, д.ф.-м.н., проф., гл. спец., ORCID: 0009-0002-5807-1429

**Аннотация.** Запуск безнакальных магнетронов в режим генерации обусловлен током автоэлектронной эмиссии с вискеро́в, формирующихся на дислокациях поверхности танталовых автокатодов в процессе активирования катодно-подогревательного узла (КПУ). При уровне тока автоэлектронной эмиссии, не достаточном для запуска магнетрона, катоды проходят дополнительную диодную тренировку, которая увеличивает временной цикл обработки лампы и включает в себя использование дополнительных производственных ресурсов. В представленной работе отражены результаты исследований влияния дефектов поверхности танталовых шайб, искусственно созданных посредством ионного и химического травления, на процессы роста нановискеро́в. Рассмотрена возможность использования вольфрамовых и ниобиевых шайб в качестве автокатодов для магнетронов с "холодным" катодом.

**Ключевые слова:** автоэлектронная эмиссия, нановискеро́в, травление, Pd-Wa-катоды, магнетрон

**Для цитирования:** Н.Е. Леденцова, Д.В. Бычков, И.П. Ли, А.В. Шуманов, В.И. Капустин. Исследование условий формирования нитевидных наноразмерных кристаллов на поверхности автоэлектронных катодов магнетронов с безнакальным запуском. НАНОИНДУСТРИЯ. 2023. Т. 16, № 6. С. 370–377. <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2023.16.6.370.377>

Received: 6.09.2023 | Accepted: 13.09.2023 | DOI: <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2023.16.6.370.377>

Original paper

# RESEARCHING CONDITIONS FOR FORMATION OF FILAMENTOUS NANOSCALE CRYSTALS ON SURFACES OF FIELD EMISSION CATHODES OF MAGNETRONS WITH INITIAL START

N.E.Ledentsova<sup>1, 2</sup>, Cand. of Sci. (Tech), Head of Laboratory, ORCID: 0000-0002-7859-2048

D.V.Bychkov<sup>1</sup>, Leading Engineer, ORCID: 0009-0008-4792-0417

I.P.Li<sup>1, 2</sup>, Doct. of Sci. (Tech), Deputy Director, ORCID: 0009-0007-7731-2327 / [i.li@pluton.msk.ru](mailto:i.li@pluton.msk.ru)

A.V.Shumanov<sup>1</sup>, Director, ORCID: 0000-0002-6284-2700

V.I.Kapustin<sup>1</sup>, Doct. of Sci. (Physics and Mathematics), Prof., Chief Specialist, ORCID: 0009-0002-5807-1429

<sup>1</sup> АО "Плутон", Москва, Россия / JSC "Pluton", Moscow, Russia

<sup>2</sup> МИРЭА – Российский технологический университет, Москва, Россия / MIREA-Russian Technological University, Moscow, Russia



**Abstract.** The launch of magnetrons with instant start into the generation mode is due to the current of field emission from nanoscale crystals, formed on the surface of tantalum field emission cathodes during the cathode-heating unit (CHU) activation. When the current level is not sufficient to launch the magnetron, cathodes should additionally trained in diode. This process increases magnetron cycle time and includes the use of extra production resources. This work reflects the results of studies of the influence of surface defects of tantalum washers artificially created by ion and chemical etching on the growth processes of nanowhiskers. Possibility of using tungsten and niobium washers as autocathodes for magnetrons with "cold" cathode is considered.

**Keywords:** field emission, nanowhiskers, etching, Pd-Ba cathodes, magnetron

**For citation:** N.E. Ledentsova, D.V. Bychkov, I.P. Li, A.V. Shumanov, V.I. Kapustin. Researching conditions for formation of filamentous nanoscale crystals on surfaces of field emission cathodes of magnetrons with initial start. NANOINDUSTRY. 2023. V. 16, no. 6. PP. 370–377. <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2023.16.6.370.377>.

## ВВЕДЕНИЕ

Техническое назначение магнетрона – генерация электромагнитного излучения в диапазоне СВЧ. АО "Плутон" занимает лидирующую позицию в серийном выпуске магнетронов с мгновенной готовностью, которые входят в группу ЭВП СВЧ-приборов и выделяются среди других временем запуска. В этих магнетронах запуск в режим генерации обеспечивается током автоэлектронной эмиссии (АЭЭ), создаваемым автоэмиссионным катодом (АЭК), а поддержание этой генерации происходит за счет вторично-электронной эмиссии с Pd-Ba вторично-эмиссионных катодов (ВЭК). На рис.1 схематически представлен узел "катод-анод" такого магнетрона [1].

Известно, что в качестве рабочей поверхности автоэмиссионных катодов выступают острые кромки Ta колец, которые в процессе активирования катода покрываются пленкой BaO, что, как следствие, снижает работу выхода электронов со значения 4,12 эВ (Ta) [2] до 2,1–2,3 эВ (BaO). После проведения большого количества исследований в АО "Плутон" выяснилось, что на боковой поверхности танталовых автокатодов в процессе активирования катода во время откачки и тренировки прибора происходит формирование системы палладиевых острий – вискерсов, частично или полностью покрытых BaO, способных обеспечить достаточный уровень автоэмиссии для запуска прибора в режим генерации [3]. Формирование системы нановискерсов происходит на дислокациях на поверхности тантала. В связи с этим, важной задачей является поиск способов создания и преумножения таких дефектов на автоэлектронных эмиттерах до постановки в прибор, с целью увеличения количества нановискерсов, их высоты и концентрации, что может привести к повышению тока автоэлектронной эмиссии. В работе также будет исследована возможность использования других материалов,

## INTRODUCTION

The magnetron technical purpose is to generate of electromagnetic radiation in the microwave range. JSC "Pluton" takes the leading position in serial production of magnetrons with instantaneous readiness, which are part of the group of EVD microwave devices and stand out among others by the start-up time. In these magnetrons start-up in the generation mode is provided by auto-electron emission current (AEC), created by auto-emission cathode (AEC), and maintenance of this generation is due to secondary-electron emission from Pd-Ba secondary-emission cathodes (SEC). Fig.1

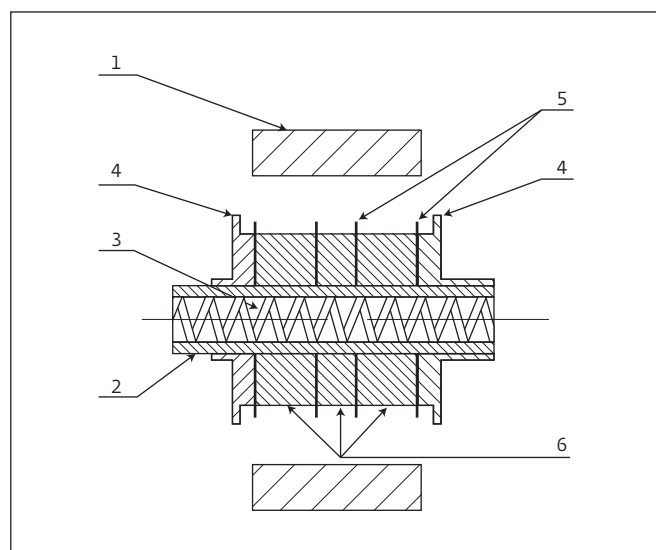


Рис.1. Схема катодного узла безнакального магнетрона: 1 – анодный блок, 2 – kern катода, 3 – технологический подогреватель, 4 – концевые экраны, 5 – автоэмиссионные эмиттеры (танталовые кольца), 6 – вторично-эмиссионные палладий-бариевые эмиттеры

Fig.1. Diagram of the cathode assembly of a cathode-free magnetron: 1 – anode block, 2 – cathode core, 3 – process heater, 4 – end shields, 5 – auto-emission emitters (tantalum rings), 6 – secondary-emission palladium-barium emitters

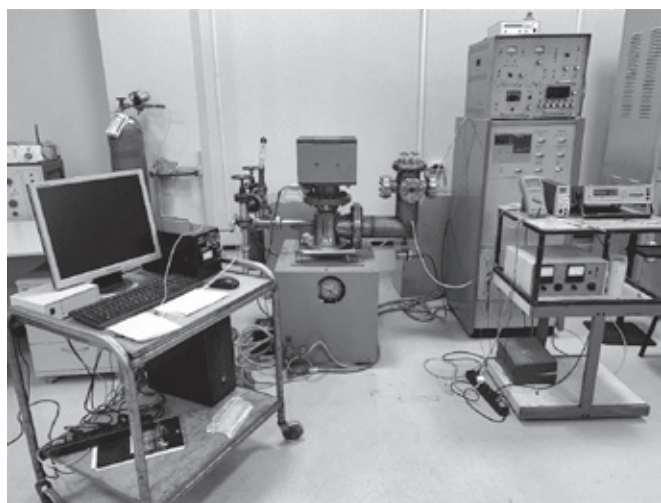


Рис.2. Внешний вид установки для исследования автоэмиссионных свойств катодных материалов

Fig.2. Appearance of the unit to study the autoemission properties of cathode materials

schematically represents the "cathode-anode" node of such a magnetron [1].

It is known that the working surface of autoemission cathodes is the sharp edges of Ta rings, which in the process of cathode activation are covered with BaO film, which, as a consequence, reduces the electron work function from the value of 4.12 eV (Ta) [2] to 2.1-2.3 eV (BaO). After conducting more studies in JSC "Pluton", it was found out that on the side surface of tantalum autocathodes in the process of cathode activation during pumping and training of the device formation of a system of palladium spicules - whiskers, partially or completely covered with BaO, capable of providing a sufficient level of autoemission to start the device in the generation mode occurs [3]. Formation of the nanowhisiker system occurs on dislocations on the tantalum surface. In this regard, an important task is to find ways to develop and multiply such defects on autoelectron emitters before putting them into the device, in order to increase the number of nanowhisikers, their height and concentration, which can lead to an increase in autoelectron emission current. The work will also study

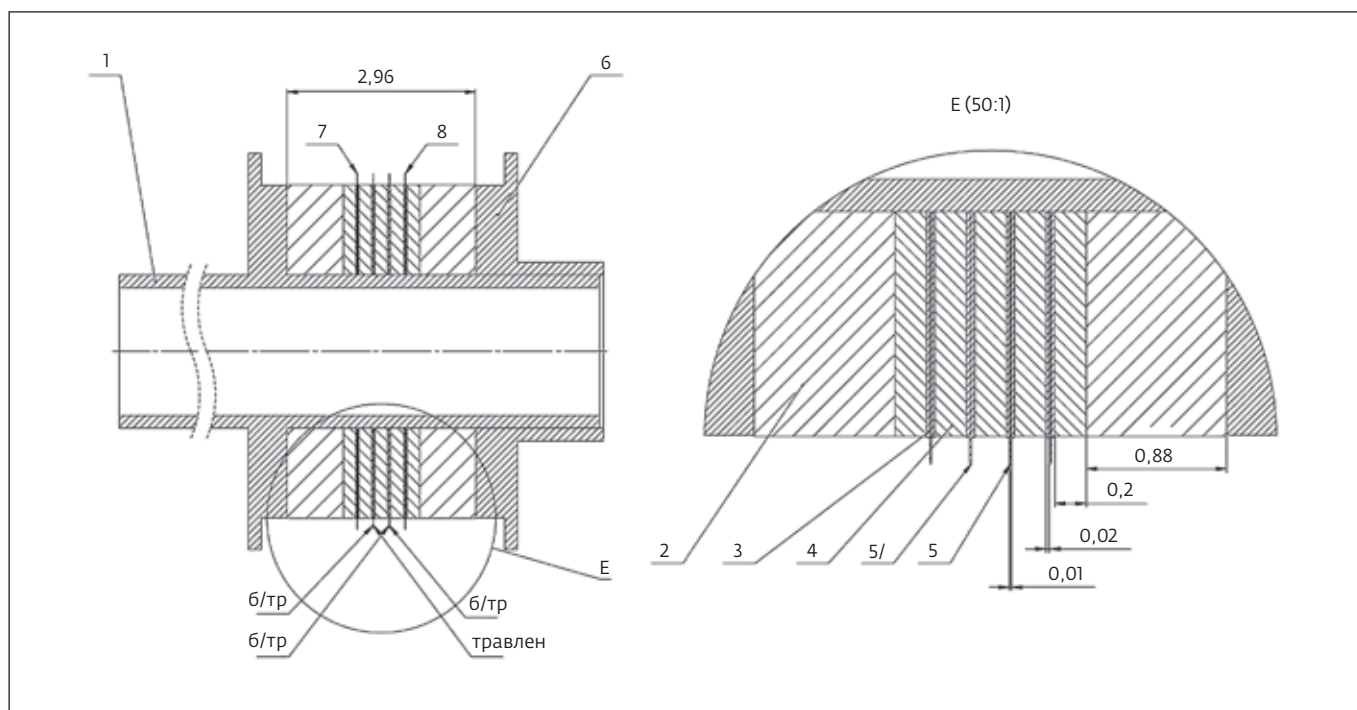


Рис.3. Конструкция КПУ № 1:1 – катодная ножка, 2 – две вольфрамовых втулки, 3 – восемь вольфрамовых шайб, 5, 5/, 7, 8 – чередующиеся авто- и палладий-бариевые вторично-электронные катоды, 4, 6 – экраны. Автокатод 5 – тантал толщиной 0,01 мм, 5 – тантал толщиной 0,01 мм, одна сторона которого была подвергнута процессу ионно-плазменного травления в среде азота в течение 10 мин, 7 – из вольфрамовой фольги толщиной 0,02 мм, 8 – из ниобиевой фольги толщиной 0,03 мм

Fig.3. Design of KPU No. 1:1 – cathode leg, 2 – two tungsten bushings, 3 – eight tungsten washers, 5, 5/, 7, 8 – alternating auto- and palladium-barium secondary-electron cathodes, 4, 6 – screens. Autocathode 5 – tantalum 0.01 mm thick, 5 – tantalum 0.01 mm thick, one side of which was subjected to ion-plasma etching process in nitrogen medium for 10 min, 7 – from tungsten foil 0.02 mm thick, 8 – from niobium foil 0.03 mm thick

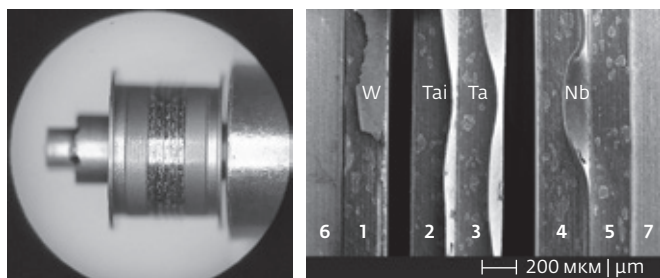


Рис.4. Слева: общий вид катодной сборки; справа: РЭМ-изображение сборки

Fig.4. Left: general view of the cathode assembly; right: SEM image of the assembly

таких как ниобий и вольфрам, в качестве материалов автокатодов.

Поиск способов формирования системы палладиевых острий играет важную роль в получении требуемых автоэмиссионных параметров катода и является перспективной и важной задачей при разработке новых мощных приборов.

#### ОБОРУДОВАНИЕ И ПОЛУЧЕННЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

В представленной работе процесс активирования катода производился в высоковакуумной установке для исследования автоэмиссионных свойств, представленной на рис.2. Откачка камеры с помещенным в нее анодным блоком с катодно-подогревательным узлом производилась форвакуумным насосом, затем магниторазрядным насосом НМД-0,25 до давления в камере  $\approx 3 \cdot 10^{-8}$  Торр. Контроль давления в камере осуществлялся магниторазрядным вакуумметром ПММ-32, размещенным непосредственно под образцом. При непрерывном обезгаживании камеры, выполнялось активирование катода. Измерение тока автоэмиссии производили высоковольтным импульсным источником с амплитудой импульса напряжения до 5 кВ, длительностью импульса (изменяемая) 0,5/1/6 мкс и скважностью 1000. Регистрация значений  $U_a$  и  $I_{a2}$  по времени выполнялась на персональный компьютер в программном пакете Excel. Конструкция первого КПУ представлена на рис.3. Катодный узел был активирован по режиму, аналогичному режиму обработки серийных КПУ.

После активирования ток автоэмиссии катода оказался на уровне экспериментальной погрешности. На рис.4 представлено изображение демонтированной сборки, полученной с использованием растрового электронного микроскопа фирмы "ZEISS EVO 40". Для удобства

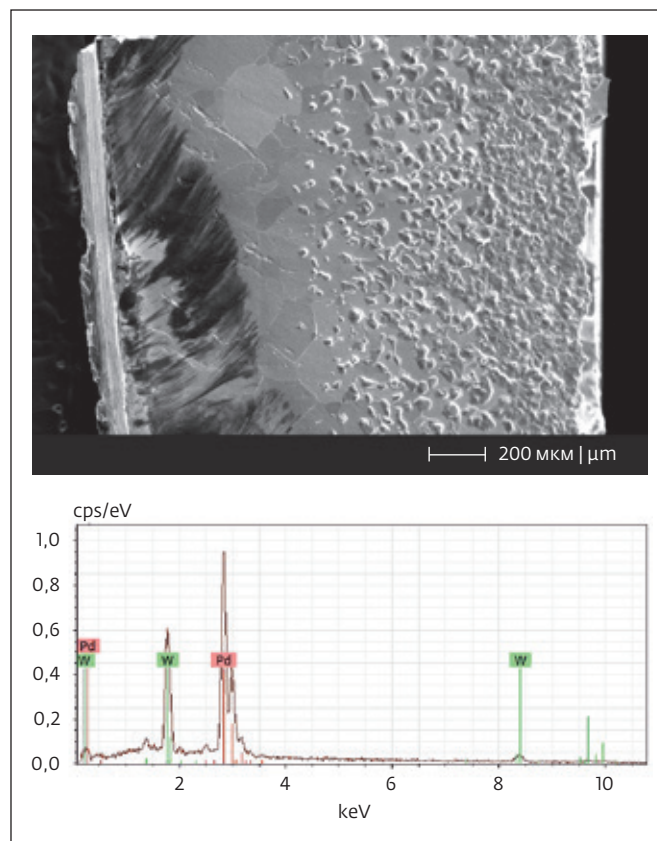


Рис.5. Микрофотография поверхности вольфрамового автокатаода и элементный состав

Fig.5. Micrograph of tungsten autocathode surface and elemental composition

the possibility of using other materials such as niobium and tungsten as autocathode materials.

The search for methods of formation of the palladium spike system plays an important role in obtaining the required autoemission parameters of the cathode and is a promising and important task in development of new high-power devices.

#### EQUIPMENT AND RESULTS

In this work, the cathode activation process was carried out in a high-vacuum unit for study of autoemission properties, shown in Fig.2. The chamber with the anode block equipped with the cathode-heating unit was pumped out by a forevacuum pump, then by a magnetodischarge pump NMD-0.25 up to the chamber pressure  $\approx 3 \cdot 10^{-8}$  Torr. Pressure in the chamber was monitored by a magnetic-discharge vacuum gauge PMM 32 placed directly under the sample. During continuous degassing of the chamber, activation of the cathode was performed. The autoemission current was measured using a high-voltage pulse source with a voltage

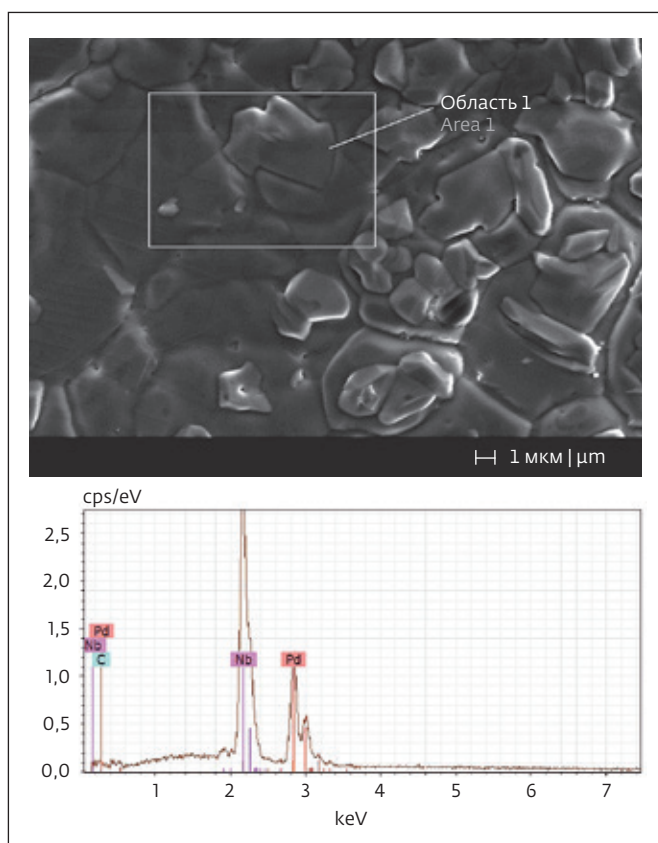


Рис.6. Микрофотография поверхности ниобиевого автокатода и элементный состав

Fig.6. Micrograph of niobium autocathode surface and elemental composition

исследования автоэммитеры были загнуты в одну сторону.

Ниже на рис.5-8 представлены микрофотографии поверхностей вольфрамового, ниобиевого и танталовых автокатодов и их элементный состав, соответственно.

Поверхности вольфрамовой и ниобиевой шайб покрыты пленкой палладия, однако роста вискеро не наблюдается (рис.5, 6).

Резюмируя полученные результаты исследования первой катодной сборки можно отметить следующее:

- вискры на поверхности вольфрамового и ниобиевого автокатодов не обнаружены. Вероятно, данный эффект вызван отсутствием на их поверхности микродефектов, которые нивелируются, предположительно, во время рекристаллизационного отжига при прокатке фольг;
- на поверхности травленного и не травленного танталовых автокатодов отчетливо видны зародыши вискеро, причем их количество на травленной поверхности несколько больше.

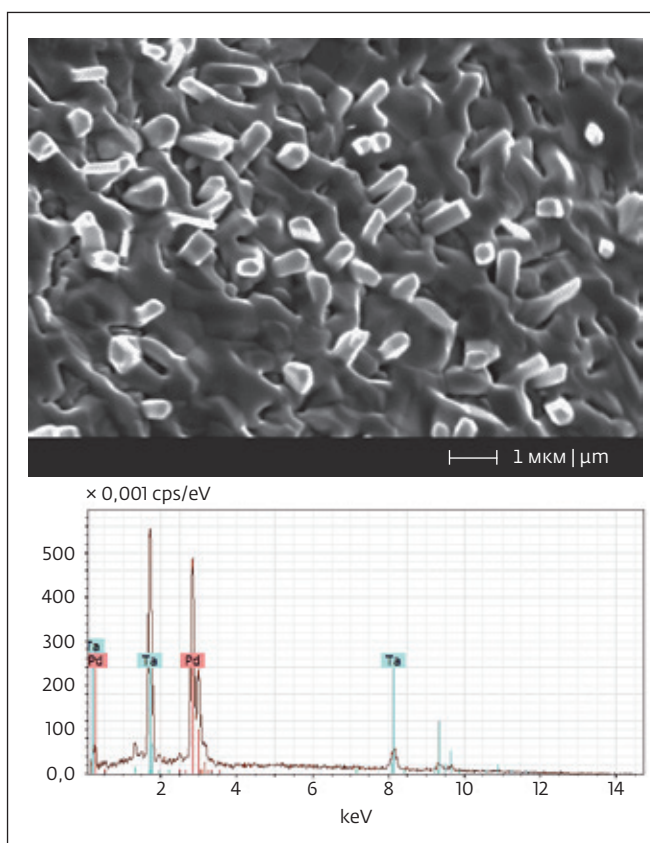


Рис.7. Микрофотография поверхности танталового автокатода, поверхность которого была протравлена плазмой азота в течение 10 мин и элементный состав

Fig.7. Micrograph of the tantalum autocathode surface etched with nitrogen plasma for 10 min and elemental composition

pulse amplitude up to 5 kV, pulse duration (variable) 0.5/1/6  $\mu$ s, and pulse ratio is 1000. Registration of  $U_a$  and  $I_{ae}$  values by time was performed on a personal computer in the Excel program package. The design of the first CHU is presented in Fig.3. The cathode node was activated according to the mode similar to the processing mode of serial CHUs.

After activation, cathode autoemission current was at the level of experimental error. Fig.4 shows an image of the disassembled assembly obtained using a scanning electron microscope by "ZEISS EVO 40". For convenience of the study, the autoemitters were bent to one side.

Microphotographs of the surfaces of tungsten, niobium and tantalum autocathodes and their elemental composition, respectively, are presented below in Figs.5-8.

The surfaces of the tungsten and niobium washers are covered with a palladium film, but no whisker growth is observed (Figs.5, 6).

Summarizing the obtained results of the studies for the first cathode assembly the following can be noted:

Вероятно, низкая автоэмиссия была обусловлена не достаточно развитой структурой нановискеров, то есть катод был не достаточно активирован.

В связи с тем, что вис커еры растут на микродефектах, дальнейшая исследовательская работа будет проводиться на КПУ 2, автокатоды которого будут протравлены не только в ионной плазме, но и методами химико-технологической обработки. Ниже представлена конструкция КПУ № 2, который был собран для проведения аналогичного эксперимента.

КПУ №2 состоял из катодной ножки 1, экрана 2, семи палладий-бариевых эмиттеров 3 и 4, четырнадцати вольфрамовых шайб 5, танталового автокатода, толщиной 0,004 мм, шести танталовых автокатодов, толщиной 0,01 мм, обработанных следующим образом:

- "0,01" – тантал толщиной 0,01 мм, обезжиренный в трихлорэтилене с ультразвуком;
- "i1" и "i2" – тантал с ионным травлением в плазме азота в течение 15 и 30 мин, соответственно;
- "h1" – тантал, обработанный химико-технологическим методом в растворе  $\text{HNO}_3$  и 5% HF (40%-я);
- "h2" – тантал, обработанный химико-технологическим методом в течение 2 мин в смеси  $\text{HNO}_3$  и  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (3:1) с ультразвуком;
- "0,01УЗ" – тантал толщиной 0,01 мм, обезжиренный в трихлорэтилене с ультразвуком и дополнительно подвергнутый ультразвуковой обработке в абсолютном спирте.

КПУ №2 был активирован по режимам активировки катодов серийно выпускаемых магнетронов в установке для исследования автоэмиссионных свойств. Ток термоэмиссии соответствует уровню тока ТЭЭ, получаемому с катодов серийных изделий.

После активирования КПУ № 2 был также демонтирован и, аналогично КПУ № 1, исследован в растровом электронном микроскопе "ZEISS EVO 40". Для удобства исследования автоэмиттеры были загнуты в одну сторону. Полученные результаты представлены на рис.10-11.

Элементный состав всех представленных танталовых автокатодов схож с составом образца "0,01", показанным на рис.11с. Также из полученных изображений видно, что наноразмерные нитевидные кристаллы присутствуют на всех автокатадах, однако большее количество вискероов было сформировано на поверхности АЭК "0,01", а также после химического травления. Нельзя не выделить разную плотность распределения нановискеров и их форму на разных

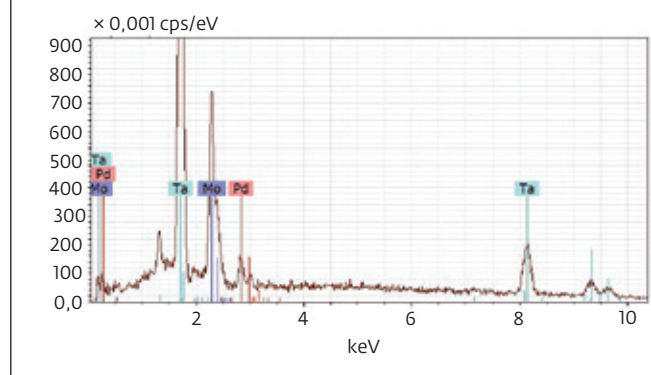
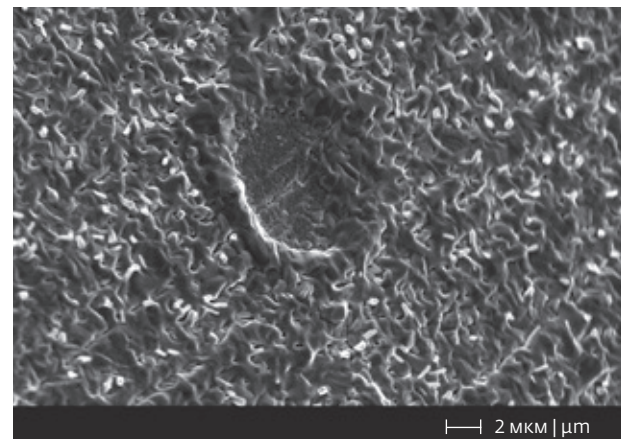


Рис.8. Микрофотография поверхности танталового автокатода и элементный состав

Fig.8. Micrograph of tantalum autocathode surface and elemental composition

- whiskers on the tungsten surface and niobium autocathodes were not detected. Probably, this effect is caused by absence of microdefects on their surface, which are leveled, presumably, during recrystallization annealing during foil rolling;
- on the surface of etched and unetched tantalum autocathodes, whisker nuclei are clearly visible, and their number on the etched surface is somewhat higher. Probably, low autoemission was caused by the insufficiently developed structure of nanowhiskers, i.e., the cathode was not sufficiently activated.

Due to the fact that whiskers grow on microdefects, further research work will be carried out on CHU 2, whose autocathodes will be etched not only in ion plasma but also by chemical-technological treatment methods. The design of CHU No. 2, which was assembled for a similar experiment, is presented below.

CHU No. 2 consisted of cathode leg 1, screen 2, seven palladium-barium emitters 3 and 4, fourteen tungsten washers 5, tantalum autocathode, 0.004 mm thick, six tantalum autocathodes, 0.01 mm thick, processed as follows:

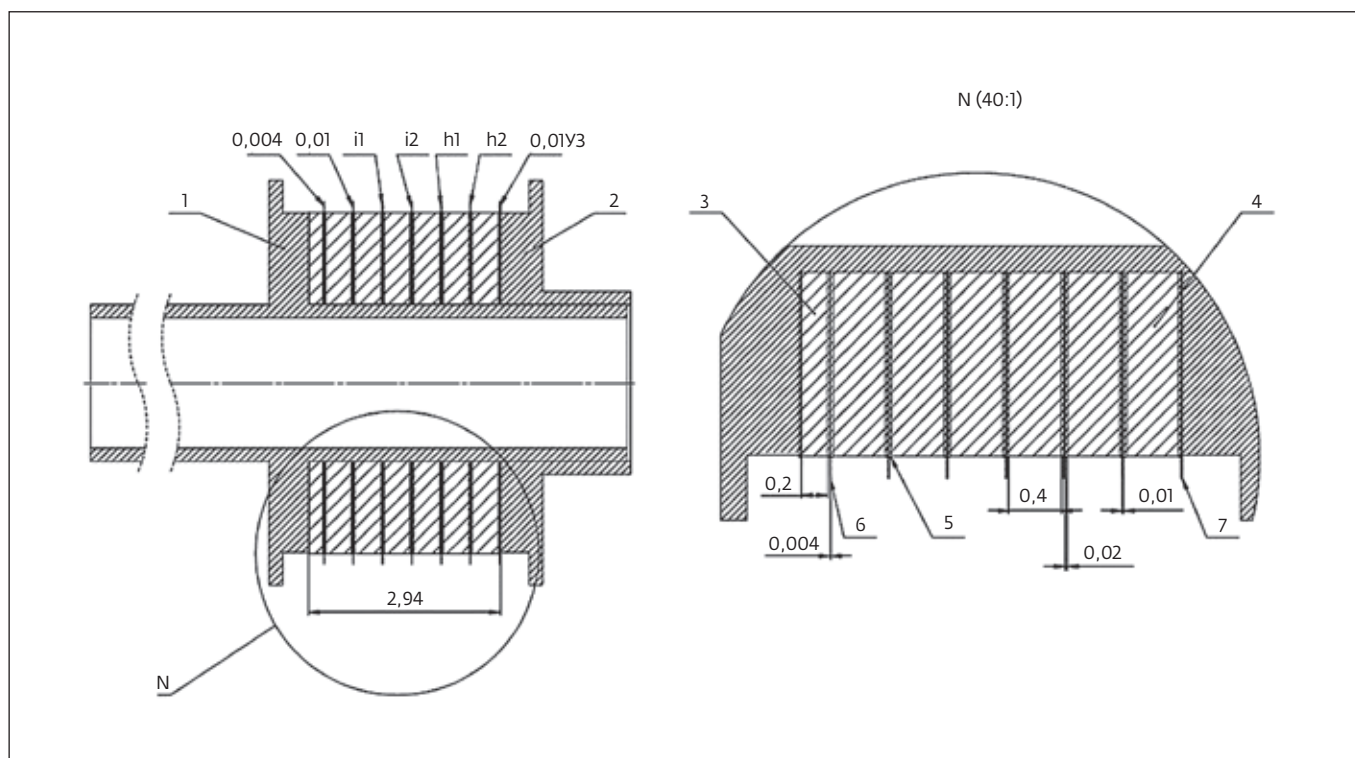


Рис.9. Конструкция КПУ № 2

Fig.9. Design of CHU No. 2

образцах: на образце "0,01" – плоские, широкие в большом количестве; на образце "h1" – в большом количестве, но расположены не равномерно; на образце "h2" – тонкие, вытянутые, в большом количестве; на образце "i1" – длинные, тонкие, в относительно небольшом количестве; на образцах "0,004" и "0,01УЗ" – в относительно небольшом количестве, по сравнению с другими.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты проделанной работы способствовали выявлению положительного влияния искусственного создания микродефектов

- "0.01" – 0.01 mm thick tantalum degreased in trichloroethylene with ultrasonication;
- "i1" and "i2" – tantalum with ion etching in nitrogen plasma for 15 min and 30 min, respectively;
- "h1" – tantalum chemically treated in a solution of  $\text{HNO}_3$  and 5 % HF (40 %);
- "h2" – tantalum treated by chemical engineering method for 2 min in a mixture of  $\text{HNO}_3$  and  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (3:1) with ultrasound;
- "0.01UZ" – tantalum 0.01 mm thick, degreased in trichloroethylene with ultrasound and additionally ultrasonically treated in absolute alcohol.

CHU No. 2 was activated according to the cathodes activation modes of commercially available magnetrons in the unit for study of autoemission properties. Thermal emission current corresponds to the TEE level of current obtained from the cathodes of commercially available products.

After activation, the CHU No. 2 was also dismantled and, similarly to CHU No. 1, was examined in a ZEISS EVO 40 scanning electron microscope. For convenience of the study, the auto emitters were bent to one side. The obtained results are presented in Figs.10-11.

The elemental composition of all presented tantalum autocathodes is similar to composition of the sample "0.01" shown in Fig.11c. It is also evident from the obtained images that nanoscale filamentous crystals

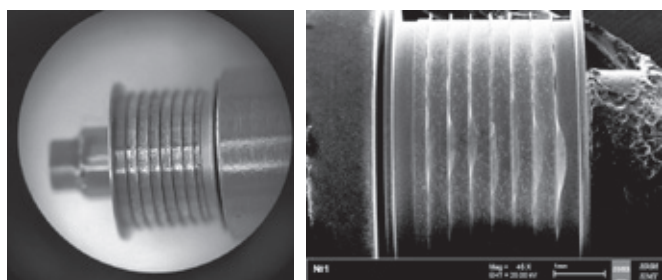


Рис.10. Общий вид катодной сборки

Fig.10. General view of the cathode assembly

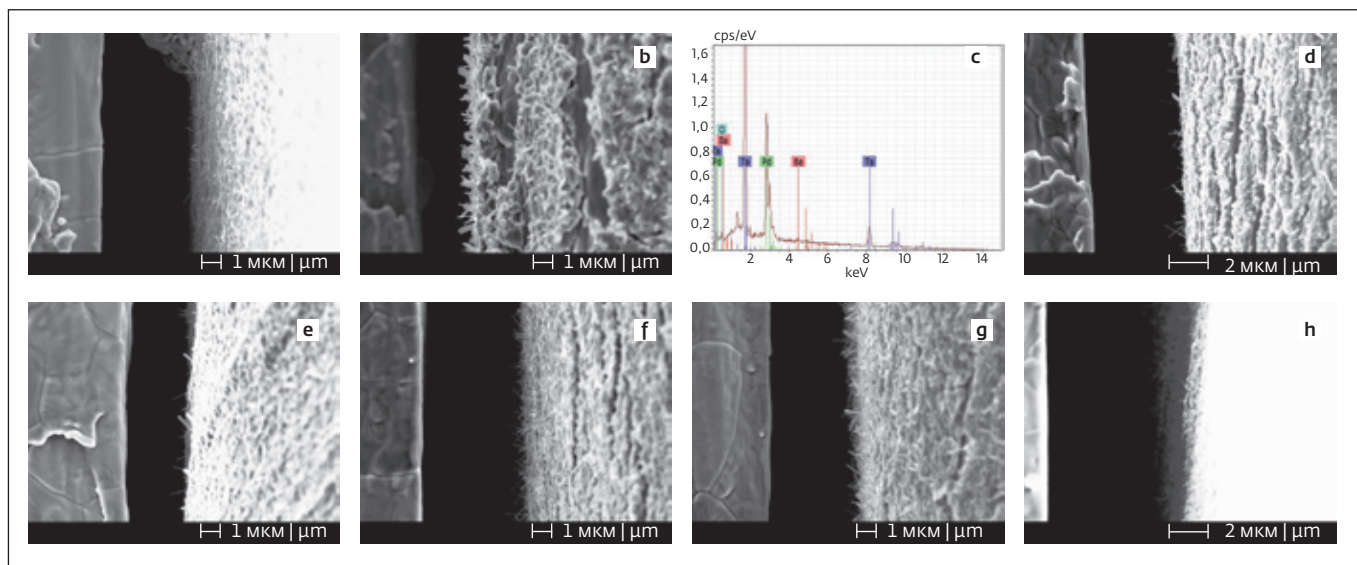


Рис.11. а – автокатод "0,004"; б – автокатод "0,01"; с – элементный состав автокатода "0,01"; д – автокатод "i1"; е – автокатод "i2"; ф – автокатод "h2"; г – автокатод "h1"; h – автокатод "0,01UZ"

Fig.11. a – autocathode "0.004"; b – autocathode "0.01"; c – elemental composition of autocathode "0.01"; d – autocathode "i1"; e – autocathode "i2"; f – autocathode "h2"; g – autocathode "h1"; h – autocathode "0.01UZ"

на поверхности тантала на рост и количество вискеро́в, что несомненно может послужить новым перспективным направлением при создании магнетронов с мгновенной готовностью.

### ИНФОРМАЦИЯ О РЕЦЕНЗИРОВАНИИ

Редакция благодарит анонимного рецензента (рецензентов) за их вклад в рецензирование этой работы, а также за размещение статей на сайте журнала и передачу их в электронном виде в НЭБ eLIBRARY.RU.

**Декларация о конфликте интересов.** Авторы заявляют об отсутствии конфликтов интересов или личных отношений, которые могли бы повлиять на работу, представленную в данной статье.

### ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Ли И.П. Одновременное активирование автоэлектронного и вторично-эмиссионного катодов магнетрона с безнакальным запуском // Известия вузов. Электроника. 2014 Т. 30. № 3 (107). С. 30-36.
2. Фоменко В.С. Эмиссионные свойства материалов // Киев. "Наукова думка" 1981. С. 339.
3. Капустин В.И., Ли И.П. Теория, электронная структура и физикохимия материалов катодов СВЧ-приборов // Научная мысль. М.: Инфра-М, 2020.

are present on all autocathodes, however, more whiskers were formed on the surface of the "0.01" AEC, as well as after chemical etching. It is impossible not to emphasize different distribution density of nanowiskers and their shape on different samples: on sample "0.01" – flat, wide in a large number; on sample "h1" – in a large number, but not evenly arranged; on sample "h2" – thin, elongated, in a large number; on sample "i1" – long, thin, in a relatively small number; on samples "0.004" and "0.01UZ" – in a relatively small number, compared to others.

### CONCLUSIONS

The results of this work have contributed to identification of the positive effect of artificial development of microdefects on the tantalum surface on the growth and number of whiskers, which undoubtedly can serve as a new promising direction in magnetrons design with instantaneous readiness.

### PEER REVIEW INFO

Editorial board thanks the anonymous reviewer(s) for their contribution to the peer review of this work. It is also grateful for their consent to publish papers on the journal's website and SEL eLibrary eLIBRARY.RU.

**Declaration of Competing Interest.** The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.