



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

для служебного пользования экз. № 006056

(19) SU (11) 1716915 A1

(51)5 H 01 J 9/06

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГНН СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4717574/21

(22) 11.07.89

(72) С.П. Рахитин, О.И. Гетьман,
Н.Я. Васильчук, В.В. Скороход,
О.Г. Радченко и В.В. Паничкина

(53) 621.385.032.213(088.8)

(56) Кудищева Г.А. и др. Термоэлектронные катоды. М.: Энергия, 1966, с. 214.

Применение порошковых сплавов рений-вольфрам для изготовления пропитанных алюминатных катодов. Электронная техника, сер. 1, вып. 3, 1967, с. 167-168.

(54) СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ МЕТАЛЛОПОРИСТОГО КАТОДА

(57) Изобретение относится к элект-

ронной технике и может быть использовано для изготовления металлопористых катодов. Целью изобретения является повышение формоустойчивости и долговечности катода путем стабилизации структуры каркаса катода. Цель достигается тем, что перед прессованием пористого каркаса катода порошок сплава из интерметаллического соединения WRe_3 , W_2Re_3 , дополнительно содержащего добавки KCl и Al_2O_3 , подвергают отжигу при 1800-1900°C до получения дисперсности 2-3 мкм. Катоды, изготовленные указанным способом, обладают повышенной формоустойчивостью и долговечностью порядка 4300-5500 ч при токоотборе 14 А/см².

Изобретение относится к электронной технике, а точнее - к способу изготовления барийсодержащих металлопористых катодов для ЭВН. Изобретение может быть использовано для изготовления металлопористых катодов, обладающих повышенным ресурсом работы (более 4 тыс. ч) при токоотборе в режиме полного ограничения пространственным зарядом до 14 А/см².

Целью изобретения является повышение формоустойчивости и долговечности металлопористого катода путем стабилизации структуры каркаса благодаря использованию для изготовления каркаса катодов порошков сплавов интерметаллического соединения (W_2Re_3 или WRe_3), дополнительно содержащих

добавки Al_2O_3 и KCl со стабильным средним размером частиц 2-3 мкм.

Цель достигается тем, что в способе изготовления металлопористого катода, включающем изготовление пористого каркаса из порошка сплава, содержащего W и Re , заполненного эмиссионно-активным веществом, согласно изобретению перед изготовлением пористого каркаса из порошков сплавов интерметаллического соединения (W_2Re_3 или WRe_3), дополнительно содержащего добавки Al_2O_3 и KCl , порошки подвергают отжигу в интервале температур 2073-2173 К до получения дисперсности 2-3 мкм.

Высокотемпературный отжиг в интервале температур 2073-2173 К высоко-

19 SU 1716915 A1

РПЦ

дисперсных порошков сплавов позволяет увеличить их средний размер частиц с 0,1 до 2-3 мкм и, вследствие этого, снизить их активность, а также обеспечить однородность частиц по размерам. Благодаря указанным свойствам порошков, а также контролю их дисперсности в несколько раз повышаются стабильность структуры и формоустойчивость каркасов и, как следствие, долговечность катодов.

Средний размер частиц порошков контролировали методом, заключающимся в экспериментальном определении среднего размера пор D_p в пористом каркасе с пористостью θ - 40% согласно ГОСТ 26849-86 с последующим расчетом среднего размера частиц по формуле Козени $r_p = 1,5 \frac{1-\theta}{\theta} D_p$.

Металлопористые катоды были испытаны на долговечность, формоустойчивость и стабильность структуры каркасов.

Долговечность катодов при плотности катодного тока $I = 14 \text{ А/см}^2$ определяли в отпаянных диодах с медным охлаждаемым анодом в квазинепрерывном режиме (скважность 10) через каждые 100 ч на установках ПЭМ 2.625.073 с модулятором 173 34101.00.00.00 и ПЭМЗ.558.001.

В качестве критерия долговечности принималось уменьшение катодного тока на 20%.

Формоустойчивость и стабильность структуры каркасов катодов определяли на катодах, прошедших испытания при температуре 1450 К в течение 5000 ч. Формоустойчивость оценивали по величинам объемной усадки $\frac{\Delta V}{V_0}$ и изменению диаметра $\frac{\Delta d}{d_0}$ каркасов катодов.

Стабильность структуры каркасов оценивали по изменению величин среднего размера пор $\frac{\Delta D_p}{D_{p0}}$, определенных методом количественной металлографии на шлифах.

Кактоды для испытаний изготавливали по двум технологическим схемам. Первая - предварительный отжиг, измельчение и просеивание, прессование порошка в молибденовый корпус катода давлением 1,5 ГПа, пропитка каркаса эмиссионно-активным веществом состава 2,4 BaO x 0,6 CaO x Al₂O₃, механическая обработка и окончное травле-

ние поверхности катодов, сборка и обработка катодно-подогревательных узлов; вторая - отжиг порошка сплава, его измельчение и просеивание, смешивание 90 мас.% порошка сплава и 10 мас.% порошка эмиссионно-активного вещества состава 2,4 BaO x 0,6 CaO x Al₂O₃, прессование полученной порошковой смеси в молибденовый корпус при давлении 2,0 ГПа, спекание при 2073 К в течение 1 мин в водороде, механическая обработка и окончное травление поверхности катодов, сборка и обработка катодно-подогревательных узлов.

Пример 1. Порошковый сплав массой 50 г, содержащий, мас. %: KCl - 0,003; Al₂O₃ - 1,0; Re - 80; W(WRe₃), насыщали в молибденовую лодочку и отжигали в среде водорода при температуре 1973 К в течение 2 ч. Затем проводили измельчение в яшмовой ступке хрупких агломератов частиц сплава, образовавшихся во время отжига. Определяли средний размер частиц согласно указанной выше методике. Средний размер частиц отожженного порошка равен 1,3 мкм.

Испытания контрольной партии катодов, изготовленной из этого порошка согласно первой технологической схеме, приведенной выше, показали следующие результаты:

долговечность - 2800 ч;

формоустойчивость - $\frac{\Delta V}{V_0} = 3,7$;

$\frac{\Delta d}{d_0} = 1,5\%$;

стабильность структуры - $\frac{\Delta D_p}{D_{p0}} = 63\%$.

Пример 2. Порошковый сплав массой 50 г, содержащий, мас. %: KCl - 0,003; Al₂O₃ - 1,0; Re - 80; W - остальное, насыщали в молибденовую лодочку и отжигали в среде водорода при температуре 2073 К в течение 1 ч. Порошок после отжига измельчали в яшмовой ступке и просеивали через сито 004. Определяли средний размер частиц $D_p = 2,0 \text{ мкм}$.

Испытания контрольной партии катодов, изготовленной из этого порошка согласно первой технологической схеме, приведенной выше, показали следующие результаты:

долговечность - 5000 ч;

формоустойчивость - $\frac{\Delta V}{V_0} = 1,67$;

$\frac{\Delta d}{d_0} = 0,5\%$;

стабильность структуры каркаса
катодов $\frac{\Delta \rho_n}{\rho_0} = 28\%$.

Пр и м е р 3. Порошковый сплав
массой 50 г, содержащий, мас. %:
KCl - 0,003; Al_2O_3 - 1,0; Re - 60%;
W - остальное (W_2Re_3), насыпали в
молибденовую лодочку и отжигали в
среде водорода при температуре 2073 К
в течение 1 ч. Порошок после отжига
измельчали в яшмовой ступке и просеивали
через сито 004. Определяли средний
размер частиц $D_q = 2,5$ мкм.

Испытания контрольной партии катодов,
изготовленной из этого порошка
согласно второй технологической схеме,
приведенной выше, показали следующие
результаты:

долговечность - 4300 ч;

формоустойчивость - $\frac{\Delta V}{V_0} = 1,5$;

$\frac{\Delta d}{d_0} = 0,5$;

стабильность структуры каркаса
катодов - $\frac{\Delta \rho_n}{\rho_0} = 35\%$.

Пр и м е р 7. Порошковый сплав
массой 50 г, содержащий мас. %: KCl -
0,003; Al_2O_3 - 1,0; Re - 80; W - ос-
тальное, насыпали в молибденовую ло-
дочку и отжигали в среде водорода
при температуре 2123 К в течение 1 ч.
Порошок после отжига измельчали в яш-
мовой ступке и просеивали через си-
то 004. Определяли средний размер
частиц $D_q = 2,4$ мкм.

Испытания контрольной партии ка-
толов, изготовленной из этого порош-
ка согласно первой технологической
схеме, приведенной выше, показали
следующие результаты:

долговечность - 5500 ч;

формоустойчивость - $\frac{\Delta V}{V_0} = 1,6\%$;

$\frac{\Delta d}{d_0} = 0,5\%$;

стабильность структуры - $\frac{\Delta \rho_n}{\rho_0} = 20\%$.

Пр и м е р 5. Порошковый сплав
массой 50 г, содержащий, мас. %:
KCl - 0,003; Al_2O_3 - 1,0; Re - 80%;
W - остальное, насыпали в молибде-
новую лодочку и отжигали в среде
водорода при температуре 2173 К в те-
чение 1 ч. Порошок после отжига из-
мельчали в яшмовой ступке и просеивали
через сито 004. Определяли сред-
ний размер частиц $D_q = 3,0$ мкм.

Испытания контрольной партии катодов,
изготовленной из этого порошка
согласно первой технологической схеме
приведенной выше, показали следующие
результаты:

долговечность - 4900 ч;

формоустойчивость - $\frac{\Delta V}{V_0} = 16,5\%$;

$\frac{\Delta d}{d_0} = 0,5\%$;

стабильность структуры $\frac{\Delta \rho_n}{\rho_0} = 30\%$.

Пр и м е р 6. Порошковый сплав
массой 50 г, содержащий, мас. %:
KCl - 0,003%; Al_2O_3 - 1,0; Re - 80;
W - остальное, насыпали в молибдено-
вую лодочку и отжигали в среде водо-
рода при температуре 2273 К в те-
чение 1 ч. Порошок после отжига измель-
чали в яшмовой ступке и просеивали че-
рез сито 004. Определяли средний раз-
мер частиц $D_q = 4,7$ мкм.

Испытания контрольной партии катодов,
изготовленной из этого порошка
согласно первой технологической схе-
ме, приведенной выше, показали следующие
результаты:

долговечность - 2100 ч;

формоустойчивость - $\frac{\Delta V}{V_0} = 0,2\%$;

$\frac{\Delta d}{d_0} = 0$;

стабильность структуры - $\frac{\Delta \rho_n}{\rho_0} = 11\%$.

Пр и м е р 7. Катоды изготовля-
ли по способу-прототипу. Порошок ре-
ния массой 50 г отжигали в молибде-
новой лодочке в среде водорода при
2073 К в течение 15 мин, измельчали
в яшмовой ступке и просеивали через
сито 004. Путем механического смешива-
ния в яшмовом барабане изготавлива-
лась порошковая смесь из 80 г отож-
женного рения и 20 г вольфрама мар-
ки ВЧЛК. Средний размер смеси частиц
составлял 5,4 мкм.

Испытания контрольной партии катодов
из этой порошковой смеси, изгото-
вленной в дальнейшем согласно пер-
вой технологической схеме, приведен-
ной выше, показали следующие резуль-
таты:

долговечность - 2000 ч;

формоустойчивость - $\frac{\Delta V}{V_0} = 5,3\%$;

$\frac{\Delta d}{d_0} = 2,1\%$;

стабильность структуры - $\frac{\Delta \rho_n}{\rho_0} = 103\%$.

Таким образом, испытания показали более высокие значения долговечности, формоустойчивости и стабильности структуры каркасов катодов, изготовленных по заявляемому способу из порошков сплавов со средним размером частиц 2-3 мкм. Для получения порошков сплавов указанной дисперсности наиболее оптимальными режимами отжига (перед изготовлением пористых каркасов катодов) является диапазон температур 2073-2173 К. Порошки, отожженные при температуре 1973 К в течение 2 ч, имеют средний размер частиц $P_d = 2$ мкм. Катоды из порошков с такой дисперсностью не обеспечивают достаточной стабильности структуры, а также обнаруживают тенденцию к снижению формоустойчивости и долговечности катодов. Отжиг при более высокой температуре ($T > 2173$ К) приводит к увеличению прочности агломератов частиц и трудности их разрушения и, следовательно, к чрезмерному укрупнению порошков и снижению долговечности катодов из этих порошков.

Время отжига является менее важным технологическим параметром по сравнению с дисперсностью частиц получаемого порошка, поскольку именно дисперсность частиц определяет характеристики структуры каркасов катодов. В связи с этим время отжига подбирается экспериментально в зависимости от дисперсности отожженного порошка.

Низкая формоустойчивость и долговечность катодов, изготовленных по способу-прототипу, объясняется более высокой активностью к спеканию порошковой смеси вольфрама и рения, а также широкой полидисперсностью порошков вольфрама и рения, приводящей к наибольшей нестабильности структуры.

Таким образом, катоды, изготавливаемые по заявляемому способу, обеспечивают долговечность порядка 4300-5500 ч при плотности катодного тока 14 А/см² и характеризуются повышенной формоустойчивостью и стабильностью структуры.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Способ изготовления металлопористого катода путем формирования пористого каркаса из порошка сплава рения с вольфрамом и заполнения его эмиссионным веществом, отличающийся тем, что, с целью повышения формоустойчивости и долговечности катода путем стабилизации структуры каркаса, в качестве сплава рения с вольфрамом берут сплав, содержащий добавки 1,0 мас.% окиси алюминия и 0,003 мас.% хлористого калия, а порошок этого сплава подвергают отжигу при температуре 2073-2173 К до получения дисперсности 2-3 мкм.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве сплава вольфрама с рением взят сплав W_2Re_3 .

Составитель Г. Жукова

Редактор Т. Лошкарева

Техред А. Кравчук

Корректор М. Самборская

Заказ 636/ДСП

Тираж

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101