(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 109065424 B
(45)授权公告日 2021.04.23

(21)申请号 201810710969.6
(22)申请日 2018.07.03
(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 109065424 A
(43)申请公布日 2018.12.21
(73)专利权人 九江学院
地址 332000 江西省九江市前进东路551号
(72)发明人 漆世锴
(74)专利代理机构 南昌新天下专利商标代理有限公司 36115
代理人 谢德珍
(51)Int.Cl.
H01J 9/04(2006.01)
H01J 23/04(2006.01)
C23C 10/30(2006.01)

审查员 赵芳

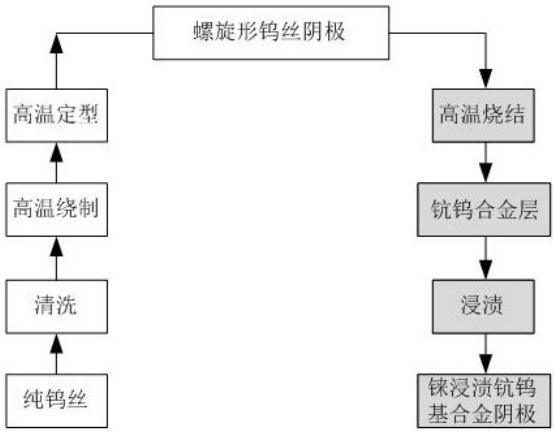
权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54)发明名称

一种铼浸渍钪钨基合金阴极的制备方法

(57)摘要

一种铼浸渍钪钨基合金阴极的制备方法，其制备方法包括：将金属钪粉和钨粉混合，得到均匀混合的钪钨合金粉末；将所述钪钨合金粉末与(1.5～3)wt%硝棉溶液均匀混合，将混合溶液施加于钨丝阴极基底表面，烘烤；将表面施加了钪钨合金粉后的钨丝放入高温氢气炉中，在1350±50℃下保温5～10分钟，制备得到钪钨基合金层；然后，在钪钨基合金层表面浸渍金属铼粉与(1.5～3)wt%硝棉溶液的混合液后，烘烤；将钪钨基合金层表面浸渍了金属铼粉后的钨丝放入高温氢气炉中，在1500±50℃下保温5～10分钟，即制备得到铼浸渍钪钨基合金阴极。本发明方法制得的铼浸渍钪钨基合金阴极能够提高磁控管用纯钨丝阴极的发射电流密度，降低纯钨丝阴极的工作温度及表面蒸发率，从而延长阴极及磁控管的寿命。



CN 109065424 B

1.一种铼浸渍钪钨基合金阴极的制备方法,包括如下步骤:

a、将金属钪粉和钨粉混合倒入玛瑙钵中研磨充分,得到均匀混合的钪钨合金粉末;

b、将所述钪钨合金粉末与1.5～3wt%硝棉溶液均匀混合,将混合溶液施加于钨丝阴极基底表面,置于红外灯下烘烤;

c、将表面施加了钪钨合金粉后的钨丝放入高温氢气炉中,制备得到钪钨基合金层;

d、在钪钨基合金层表面浸渍金属铼粉与1.5～3wt%硝棉溶液的混合液后,置于红外灯下烘烤;

e、将钪钨基合金层表面浸渍了金属铼粉后的钨丝放入高温氢气炉中,制备得到铼浸渍钪钨基合金阴极;

所述a步骤中的Sc粉、W粉是按照重量百分数为5～10wt%:90～95wt%混合的,Sc粉、W粉的纯度为99.9%,平均粒径为1～3μm;

所述a步骤中的研磨是在玛瑙钵中进行,混合研磨24～48小时;

所述b步骤中的钪钨合金粉末与1.5～3wt%硝棉溶液是按重量比为1:2～4混合的,混合时间0.5～2小时;

所述b步骤中的烘烤是在红外灯下进行,烘烤时间≥1小时;

所述c步骤中钨丝表面烧结的钪钨基合金层的厚度为50～300μm之间;

所述d步骤中的金属铼粉是纯度为99.9%,平均粒径为1～3μm;金属铼粉与1.5～3wt%硝棉溶液是按重量比为1:2～4混合的,混合时间0.5～2小时;

所述d步骤中的烘烤是在红外灯下进行,烘烤时间≥1小时;

其特征在于,

所述c步骤中的烧结过程为:先升温,耗时0.5～1小时从常温线性升至1350±50℃,在保温5～10分钟后降温,降温时,从1350±50℃耗时0.5～2小时线性降至常温;

所述e步骤中的烧结过程为:先升温,耗时0.5～2小时从常温线性升至1500±50℃,在保温5～10分钟后降温,降温时,从1500±50℃耗时0.5～3小时线性降至常温。

一种铼浸渍钪钨基合金阴极的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种铼浸渍钪钨基合金阴极的制备方法。

背景技术

[0002] 目前磁控管正朝着高输出功率的方向发展，普通的钡钨阴极、氧化物阴极等因其不耐电子、离子轰击，不耐阳极高压，易于发生打火等缺点几乎不能在中大功率磁控管中应用。因此，在高阳极电压的中大功率连续波磁控管中，发射本领较弱的直热式纯钨(W)丝阴极获得广泛应用。和普通氧化物阴极和钡钨阴极相比，纯W丝阴极具有发射稳定性高，耐电子、离子轰击能力强，抗中毒性强等优点。但是，在正常输出功率情况下，中大功率连续波磁控管的阴极一般工作在2450K温度以上，过高的阴极工作温度将会导致阴极表面蒸发过快，当阴极的直径低于起始直径的90％时，该磁控管的阴极寿命即宣告结束。因此在中大功率连续波磁控管中纯W丝阴极寿命的终结是导致磁控管寿命结束的主要原因之一。

发明内容

[0003] 本发明其目的就在于提供一种铼浸渍钪钨基合金阴极的制备方法，解决了在中大功率连续波磁控管中纯W丝阴极寿命的终结导致磁控管寿命短的问题，具有以提高纯W丝阴极的发射电流密度，降低阴极的工作温度，延长阴极的使用寿命的特点。

[0004] 为实现上述目的而采取的技术方案是，一种铼浸渍钪钨基合金阴极的制备方法，包括如下步骤：

[0005] a、将金属钪粉和钨粉混合倒入玛瑙钵中研磨充分，得到均匀混合的钪钨合金粉末；

[0006] b、将所述钪钨合金粉末与1.5～3wt％硝棉溶液均匀混合，将混合溶液施加于钨丝阴极基底表面，置于红外灯下烘烤；

[0007] c、将表面施加了钪钨合金粉后的钨丝放入高温氢气炉中，在1350±50℃下保温5～10分钟，即制备得到钪钨基合金层；

[0008] d、在钪钨基合金层表面浸渍金属铼粉与1.5～3wt％硝棉溶液的混合液后，置于红外灯下烘烤；

[0009] e、将钪钨基合金层表面浸渍了金属铼粉后的钨丝放入高温氢气炉中，在1500±50℃下保温5～10分钟，即制备得到铼浸渍钪钨基合金阴极。

[0010] 有益效果

[0011] 与现有技术相比本发明具有以下优点。

[0012] 本发明的优点是，通过大量实验证明，金属Re的熔点接近于纯W，金属Sc对热发射具有较大的帮助，铼浸渍钪钨基合金阴极不仅保留了纯W阴极具有发射稳定性好，耐电子、离子轰击能力强，抗中毒性能强等优点，而且还具有较大的热发射电流密度和次级电子发射系数；由此，本发明制得的铼浸渍钪钨基合金阴极能够在低于纯W阴极温度至少500℃时提供相同的热发射电流密度，与此同时，该合金阴极的次级电子发射系数比相同条件下制

备的纯W阴极大90％。综上所述，本发明的铼浸渍钪钨基合金阴极能够提高大功率连续波磁控管用纯W丝阴极的发射电流密度，降低纯W丝阴极的工作温度，降低阴极表面蒸发率，从而延长阴极的使用寿命。

附图说明

[0013] 下面结合附图对本发明做进一步说明。

[0014] 图1为现有技术的中大功率连续波磁控管用普通纯钨丝阴极的制备流程图；

[0015] 图2为本发明的中大功率连续波磁控管用铼浸渍钪钨基合金阴极的制备流程图；

[0016] 图3为本发明的中大功率连续波磁控管用铼浸渍钪钨基合金阴极的结构示意图；

[0017] 图4为本发明的中大功率连续波磁控管用铼浸渍钪钨基合金阴极的次级电子发射系数测试原理图；

[0018] 图5为本发明的中大功率连续波磁控管用铼浸渍钪钨基合金阴极与纯钨丝阴极的热发射电流密度对比曲线图；

[0019] 图6为本发明的中大功率连续波磁控管用铼浸渍钪钨基合金阴极与纯钨粉烧结阴极的次级电子发射系数对比曲线图；

[0020] 图7为本发明的中大功率连续波磁控管用铼浸渍钪钨基合金阴极的寿命曲线示意图。

具体实施方式

[0021] 一种铼浸渍钪钨基合金阴极的制备方法，包括如下步骤：

[0022] a、将金属钪粉和钨粉混合倒入玛瑙钵中研磨充分，得到均匀混合的钪钨合金粉末；

[0023] b、将所述钪钨合金粉末与1.5～3wt％硝棉溶液均匀混合，将混合溶液施加于钨丝阴极基底表面，置于红外灯下烘烤；

[0024] c、将表面施加了钪钨合金粉后的钨丝放入高温氢气炉中，在1350±50℃下保温5～10分钟，即制备得到钪钨基合金层；

[0025] d、在钪钨基合金层表面浸渍金属铼粉与1.5～3wt％硝棉溶液的混合液后，置于红外灯下烘烤；

[0026] e、将钪钨基合金层表面浸渍了金属铼粉后的钨丝放入高温氢气炉中，在1500±50℃下保温5～10分钟，即制备得到铼浸渍钪钨基合金阴极。

[0027] 所述a步骤中的Sc粉、W粉是按照重量百分数为5～10wt％：90～95wt％混合的，Sc粉、W粉的纯度为99.9％，平均粒径为1～3μm。

[0028] 所述a步骤中的研磨是在玛瑙钵中进行，混合研磨24～48小时。

[0029] 所述b步骤中的钪钨合金粉末与1.5～3wt％硝棉溶液是按重量比为1:2～4混合的，混合时间0.5～2小时。

[0030] 所述b步骤中的烘烤是在红外灯下进行，烘烤时间≥1小时。

[0031] 所述c步骤中的烧结过程为：先升温，耗时0.5～1小时从常温线性升至1350±50℃，在保温5～10分钟后降温，降温时，从1350±50℃耗时0.5～2小时线性降至常温。

[0032] 所述c步骤中钨丝表面烧结的钪钨基合金层的厚度为50～300μm之间。

[0033] 所述d步骤中的金属铼粉是纯度为99.9%，平均粒径为1～3μm；金属铼粉与1.5～3wt%硝棉溶液是按重量比为1:2～4混合的，混合时间0.5～2小时。

[0034] 所述d步骤中的烘烤是在红外灯下进行，烘烤时间≥1小时。

[0035] 所述e步骤中的烧结过程为：先升温，耗时0.5～2小时从常温线性升至1500±50℃，在保温5～10分钟后降温，降温时，从1500±50℃耗时0.5～3小时线性降至常温。

[0036] 为使本发明的目的、技术方案和优点更加清楚明白，以下结合具体实施例，并参照附图，对本发明作进一步的详细说明。

[0037] 本发明公开了一种铼浸渍钪钨基合金阴极，该合金阴极采用纯金属W丝作为基底，在基底表面烧结一层钪钨基合金层，然后在钪钨基合金层表面浸渍金属铼粉和硝棉溶液的混合液，红外灯下烘干后放入高温氢炉中烧结即制备得到；该铼浸渍钪钨基合金阴极可以用于中大功率连续波磁控管，目前在寿命台上的寿命已经超过3000小时。

[0038] 本发明还公开了一种铼浸渍钪钨基合金阴极的制备方法，包括以下步骤：

[0039] a、将金属Sc粉和W粉混合后研磨24～48小时获得均匀混合的钪钨合金粉末；

[0040] b、将均匀混合的钪钨合金粉末与(1.5～3)wt%硝棉溶液均匀混合后，利用喷枪将混合溶液喷覆在W丝基底表面，然后，烘烤W丝表面至硝棉溶液完全蒸发；

[0041] c、将表面喷覆上钪钨合金粉后的W丝放入高温氢气炉中在1350±50℃下保温5～10分钟制备得到钪钨基合金层；

[0042] d、利用浸渍笔在钪钨基合金层表面浸渍金属铼粉与(1.5～3)wt%硝棉溶液的混合液后，在红外灯下烘烤直至硝棉溶液完全蒸发；

[0043] e、将钪钨基合金层表面浸渍了金属铼粉后的钨丝放入高温氢气炉中，在1500±50℃下保温5～10分钟，即制备得到铼浸渍钪钨基合金阴极。

[0044] 其中，所述a步骤中的金属Sc粉、Re粉和W粉的纯度优选为99.9%，平均粒径优选为1～3μm。其中，a步骤中的Sc粉和W粉是按照重量百分数为(5～10)wt%：(90～95)wt%混合的。

[0045] 其中，a步骤中的研磨，是在玛瑙钵中进行，混合研磨24～48小时。

[0046] 其中，b步骤中的钪钨合金粉末与(1.5～3)wt%硝棉溶液是按重量比为1:(2～4)混合的，混合时间0.5～2小时。

[0047] 其中，b步骤中的烘烤是在红外灯下进行，烘烤时间≥1小时。

[0048] 其中，c步骤中的烧结过程为：先升温，耗时0.5～1小时从常温线性升至1350±50℃，在保温5～10分钟后降温，降温时，从1350±50℃耗时0.5～2小时线性降至常温。

[0049] 其中，c步骤中钨丝表面烧结的钪钨合金层的厚度为50～300μm之间。

[0050] 其中，d步骤中金属铼粉末与(1.5～3)wt%硝棉溶液是按重量比为1:(2～4)混合的，混合时间0.5～2小时。

[0051] 其中，d步骤中的烘烤是在红外灯下进行，烘烤时间≥1小时。

[0052] 其中，e步骤中的烧结过程为：先升温，耗时0.5～2小时从常温线性升至1500±50℃，在保温5～10分钟后降温，降温时，从1500±50℃耗时0.5～3小时线性降至常温。

[0053] 本发明的铼浸渍钪钨基合金阴极的制备方法流程图如图2所示，相对于如图1所示的现有技术制备的纯W丝阴极的制备方法，图中黑底为本发明的发明点。

[0054] 作为一个优选实施例，本发明的铼浸渍钪钨基合金阴极的制备方法包括以下步

骤：选取纯度为99.9wt％平均粒度为1～3μm的金属Sc粉和W粉按重量百分比为(5～10)wt％：(90～95)wt％倒入玛瑙钵研磨混合24～48小时直至均匀。而后将混合均匀的钪钨金属合金粉与(1.5～3)wt％硝棉溶液按照重量百分比为1:(2～4)倒入玛瑙钵中混合0.5～2小时后倒入喷枪中均匀喷覆在W丝基底表面，然后将处理过的钨丝放入红外灯下烘烤1小时以上直至硝棉溶液完全蒸发。之后将表面喷覆上钪钨合金粉后的金属W丝放入高温氢气炉中在1350±50℃下保温5～10分钟完成该钪钨基合金层的制备。最后，利用浸渍笔在钪钨基合金层表面浸渍进金属铼粉和硝棉溶液的混合液，在红外灯下烘干后放入高温氢炉中在1500±50℃下保温5～10分钟完成该铼浸渍钪钨基合金阴极的制备。制备得到的本发明的合金阴极的结构如图3所示。

[0055] 对制备得到的本发明的合金阴极性能进行检测。将铼浸渍钪钨基合金阴极丝装入圆筒形阳极真空二极管中。将真空二极管系统在450～500℃保温0.5～2.0小时去气后，再用40～70mA高频电流去气5～20分钟，60～130mA高频电流去气5～10分钟，此时系统真空度已经优于10^{-5}Pa。此后再经过阴极高温去气、激活以及老练24小时之后进行热发射特性测试，测试中采用光学高温计对阴极温度进行测量。测试结果如图5所示。

[0056] 将进行热发射特性测试完毕后的装有该合金阴极丝的真空二极管插入寿命台进行阴极寿命测试。其测试结果如图6所示。

[0057] 图4所示为铼浸渍钪钨基合金阴极的次级电子发射系数测试原理图。图中K为热阴极，作为电子发射源，g为栅极，用来调节电子束大小及均匀性，A为阳极，用来给阴极发射的电子提供加速电压，使得聚焦的电子束打在样品台T上。K、g、A三者构成了一个电子枪。图中C为收集极，一般可以做成任意形状。当加载在它上的电势比样品台T高时，它将收集次级电子，从而可以测出次级电子发射系数δ。图中I_p为原初电子电流，则$I=(1-\delta)I_p$，I_s为次级电子电流，因此$\delta=1-\frac{I}{I_p}$或者$\delta=\frac{I_s}{I_p}$。

[0058] 图5所示为铼浸渍钪钨基合金阴极的热发射特性曲线图，由图5可知该合金阴极在工作温度为1700℃、1800℃、1900℃时的零场发射电流密度分别为0.28A/cm^2、0.76A/cm^2、2.1A/cm^2，而纯W丝阴极的零场发射电流密度达到0.28A/cm^2、0.76A/cm^2时候的工作温度至少分别为2200℃、2300℃。和纯W丝阴极相比，铼浸渍钪钨基合金阴极能够使纯W阴极工作温度降低至少500℃，显示出该合金阴极具有强大的热发射能力。

[0059] 图6所示为铼浸渍钪钨基合金阴极的次级电子发射系数曲线图。由图可知，铼浸渍钪钨基合金阴极具有最大的次级电子发射系数，其值为1.9。而此时，在相同环境下制备的纯钨粉烧结阴极最大次级电子发射系数值仅为1.0左右，对比之下，我们研制的新型铼浸渍钪钨基合金阴极能够将纯W阴极的次级电子发射系数提高90％。

[0060] 图7所示为铼浸渍钪钨基合金阴极在亮度温度为1700℃，初始发射电流密度为0.3A/cm^2时的寿命曲线。由图7可知，该合金阴极的寿命已经超过3000小时，且寿命仍在继续中。此外，在寿命实验过程中，没有监测到该合金阴极表面有明显的蒸散，说明该合金阴极具有较好的耐高温特性。

[0061] 表1所示为本发明的铼浸渍钪钨基合金阴极实际应用到15kW连续波磁控管中的实际工作情况。从表1中可以知道铼浸渍钪钨基合金阴极的应用能够使纯W阴极灯丝预热电流能降低4A，工作电流能降低2A，这都会使磁控管在保证正常输出功率的同时降低纯W丝阴极

的工作温度，从而延长阴极在管子中的使用寿命。

[0062] 表1

[0063]

15kW 连续波磁控管	工作频率(MHz)	输出功率(kW)	阳极电压(kV)	阳极电流(A)	灯丝预热电流(A)	灯丝工作电流(A)
纯 W 阴极	2450±30	15	≤12.2	≤1.8	47	29
Re 浸渍钪钨基阴极	2450±30	15	≤12.2	≤1.8	43	27

纯钨丝
清洗
高温绕制
高温定型
螺旋形钨丝阴极

图1

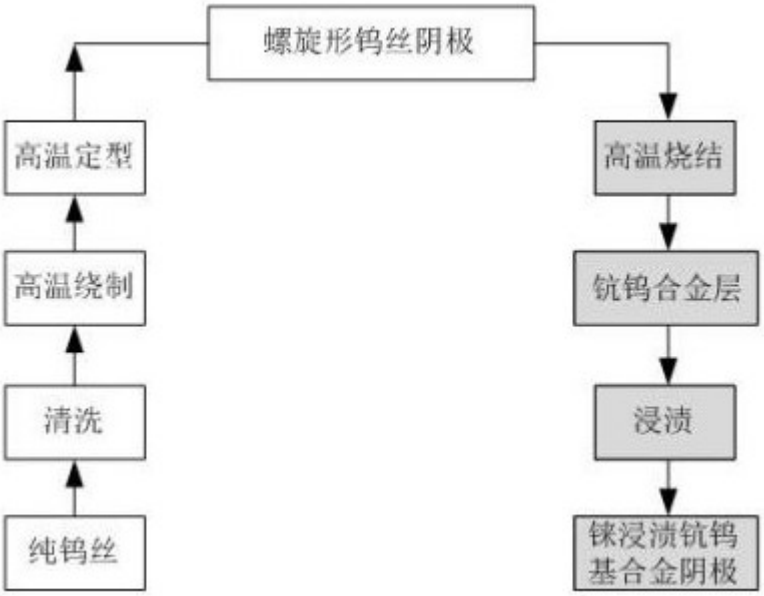

螺旋形钨丝阴极
高温定型
高温绕制
清洗
纯钨丝
高温烧结
钪钨合金层
浸渍
铼浸渍钪钨
基合金阴极

图2

Re粉层
钪钨基合金层
纯W丝

图3

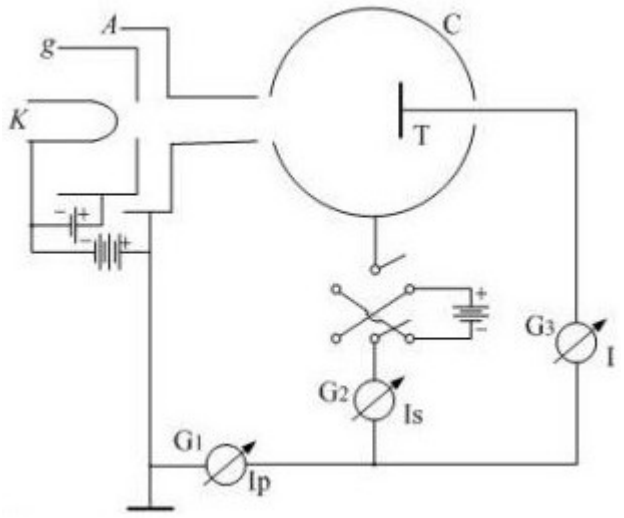

A
g
K
C
T
G3
I
G2
Is
G1
Ip

图4

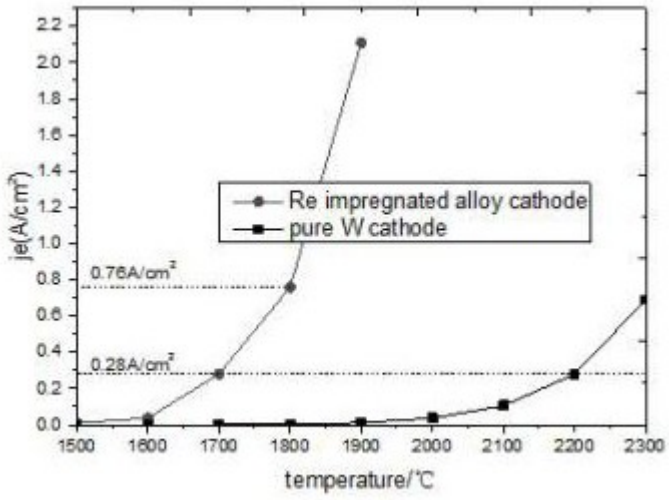

Re impregnated alloy cathode
pure W cathode
0.76A/cm²
0.28A/cm²
je(A/cm²)
temperature/℃
2.2
2.0
1.8
1.6
1.4
1.2
1.0
0.8
0.6
0.4
0.2
0.0
1500
1600
1700
1800
1900
2000
2100
2200
2300

图5

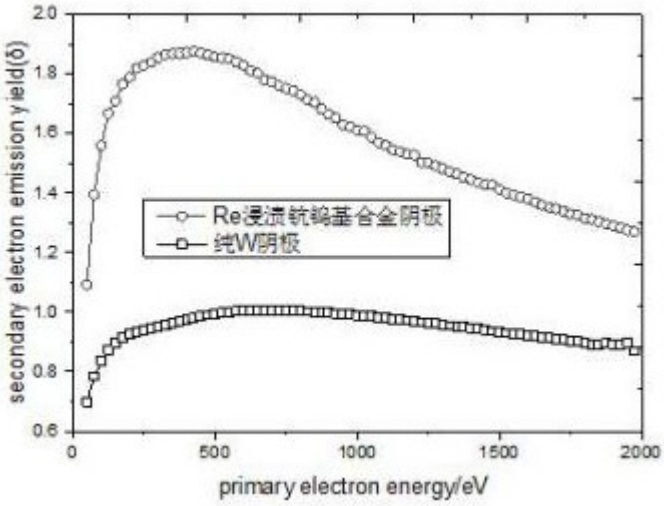

secondary electron emission yield(δ)
primary electron energy/eV
Re浸渍钪钨基合金阴极
纯W阴极
0.6
0.8
1.0
1.2
1.4
1.6
1.8
2.0
0
500
1000
1500
2000

图6

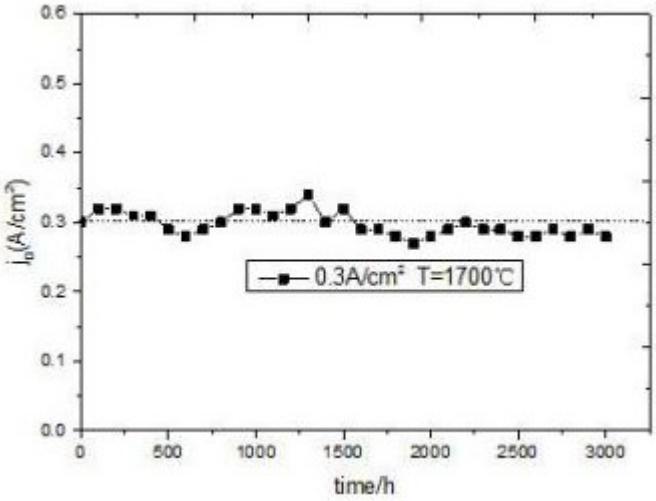

j_0(A/cm^2)
time/h
0.3A/cm^2 T=1700℃
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6
0
500
1000
1500
2000
2500
3000

图7