

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2018 年 3 月 1 日 (01.03.2018)



(10) 国际公布号
WO 2018/036068 A1

(51) 国际专利分类号:
H01J 23/04 (2006.01) *H01J 9/04* (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2016/113406

(22) 国际申请日: 2016 年 12 月 30 日 (30.12.2016)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
201610743795.4 2016年8月26日 (26.08.2016) CN

(71) 申请人: 北京工业大学(BEIJING UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) [CN/CN]; 中国北京市朝阳区平乐园100号, Beijing 100124 (CN)。

(72) 发明人: 王金淑(WANG, Jinshu); 中国北京市朝阳区平乐园100号, Beijing 100124 (CN)。董丽然(DONG, Liran); 中国北京市朝阳区平乐园100号, Beijing 100124 (CN)。张杰(ZHANG, Jie); 中国北京市朝阳区平乐园100号, Beijing 100124 (CN)。田明创(TIAN, Mingchuang); 中国北京市朝阳区平乐园100号, Beijing 100124 (CN)。刘伟(LIU, Wei); 中国北京市朝阳区平乐园100号, Beijing 100124 (CN)。周美玲(ZHOU, Meiling); 中国北京市朝阳区平乐园100号, Beijing 100124 (CN)。左铁镛(ZUO, Tiejong); 中国北京市朝阳区平乐园100号, Beijing 100124 (CN)。

(74) 代理人: 北京思海天达知识产权代理有限公司(BEIJING SIHAI TIANDA INTELLECTUAL PROPERTY AGENCY LTD.); 中国北京市朝阳区平乐园100号北京工业大学旧图东配楼302室, Beijing 100124 (CN)。

(81) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

(84) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

(54) **Title:** CARBONIZED La_2O_3 AND Lu_2O_3 CO-DOPED MO CATHODE MATERIAL AND PREPARATION METHOD THEREFOR

(54) 发明名称: 碳化 La_2O_3 与 Lu_2O_3 复合掺杂Mo阴极材料及其制备方法

(57) **Abstract:** A carbonized La_2O_3 and Lu_2O_3 co-doped Mo cathode material and a preparation method therefor pertain to the technical field of rare earth refractory metal cathode materials. A molybdenum substrate is doped with rare earth active substances La_2O_3 and Lu_2O_3 . The total added amount of the rare earth active substances is 2.0-5.0 wt%. A rare earth oxide doped molybdenum powder is prepared by using a sol-gel method, a La_2O_3 and Lu_2O_3 doped Mo powder is obtained by using a secondary reduction process, and a molybdenum rod is obtained through compression and sintering. An un-carbonized La_2O_3 and Lu_2O_3 doped Mo cathode is obtained by processing the molybdenum rod with rotary calcination, drawing, cleaning, straightening, winding, setting, and cutting processes. The cathode is processed with a high-temperature transient carbonization process to obtain a carbonized cathode material with a high carbonization degree. The cathode is subjected to high temperature degassing and activation, to obtain an environmentally friendly non-radioactive cathode material with good emission performance and excellent emission stability.

(57) 摘要: 碳化 La_2O_3 与 Lu_2O_3 复合掺杂Mo阴极材料及其制备方法, 属于稀土难熔金属阴极材料技术领域。钼基体中掺杂稀土活性物质 La_2O_3 、 Lu_2O_3 , 稀土活性物质添加总量为2.0-5.0wt%。采用溶胶凝胶法制备稀土氧化物掺杂钼粉末, 采用二次还原工艺, 得到 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂Mo粉, 经过压型和烧结得到钼棒。钼棒经旋锻、拉拔、清洗、矫直、绕制、定型、裁断工艺处理, 得到未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂Mo阴极。对阴极进行高温瞬时碳化工艺处理, 得到高碳化度的碳化阴极材料。对阴极进行高温排气及激活处理工艺, 得到具有良好发射性能及优异的发射稳定性的环保无放射性的阴极材料。

本国际公布：

- 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

碳化 La_2O_3 与 Lu_2O_3 复合掺杂 Mo 阴极材料及其制备方法

技术领域

碳化 La_2O_3 与 Lu_2O_3 复合掺杂 Mo 阴极材料及其制备方法，属于稀土难熔金属阴极材料技术领域。

背景技术

目前家用微波炉磁控管中广泛使用的是 ThO_2 -W 阴极材料，但是 Th 是一种放射性元素，它对生产 ThO_2 -W 丝的工人产生放射性危害，这也使得废弃的 ThO_2 -W 丝只能进行深埋处理，不能回收利用。我国 W 产量日渐衰减，这与我国倡导的“可持续发展”相违背。由于 ThO_2 -W 丝的塑性很差，使得 ThO_2 -W 丝的成品率只有 60% 左右，所以研究一种高塑形、无放射的绿色环保的阴极材料十分必要。

本发明采用液液掺杂的方法制备 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 粉，该方法能够得到稀土氧化物分布均匀的掺杂钼粉，这有利于提高阴极发射的均匀性及稳定性。且经过液液掺杂方法得到的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极，可以实现高温碳化及高温排气工艺处理，这两个工艺对于磁控管中阴极的发射稳定性起着至关重要的影响。当一次电子轰击阴极表面后会激发出二次电子，文章[Y $_2\text{O}_3$ - Lu_2O_3 co-doped molybdenum secondary emission material, Yang, Fan ; Wang, Jinshu; Liu, Wei; Liu, Xiang ; Zhou, Meiling, APPLIED SURFACE SCIENCE, 270(746-750), 2013.]中表明 Lu_2O_3 - Y_2O_3 掺杂 Mo 阴极比单成分 Y_2O_3 掺杂 Mo 阴极具有更好的二次电子发射性能，说明 Lu_2O_3 具有良好的二次电子发射性能，因此添加 Lu_2O_3 可保证阴极工作后具有持续的高的发射电流密度，从而保证了阴极发射的稳定性，使得阴极的输出电流不衰减。因此本文制备了复合 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂的 Mo 阴极材料。该种成分的阴极材料在国内外尚未报道。

本发明采用高温短时的碳化工艺，且获得了高碳化度的碳化阴极丝材（碳化度为 10-50%），本发明制备的阴极适用于微波炉的磁控管中。

发明内容

本发明的目的是提供一种磁控管用复合 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极材料以及制备方法，阴极基体中的稀土活性物 La_2O_3 、 Lu_2O_3 提高了阴极材料的发射性能及发射稳定性。目前对于该种成分，适用于磁控管中，且具有很高发射性能以及发射稳定性的阴极材料在国内外鲜有报道。

碳化 La_2O_3 与 Lu_2O_3 复合掺杂 Mo 阴极材料，其特征在于，钼基体中掺杂稀土活性物质

La_2O_3 、 Lu_2O_3 ，稀土活性物质添加量为阴极材料总量的 2.0-5.0wt%，其余为钼；其中， La_2O_3 与 Lu_2O_3 以任意比例混合。优选 La_2O_3 与 Lu_2O_3 的质量比为：(2-5)：1，更优选 4:1。

本发明所提供的磁控管用复合 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极材料的制备方法，其特征在于，包括以下步骤：

(1) 将七钼酸铵溶液、硝酸钼溶液、硝酸镨溶液和柠檬酸溶液混合，其中七钼酸铵、硝酸钼、硝酸镨按照阴极材料中钼、氧化钼和氧化镨的质量比例添加，七钼酸铵：柠檬酸的质量比为 1: (0.8-1.5)，水浴加热，机械搅拌。待溶液形成凝胶后取出，烘干，分解形成氧化物混合粉末；干凝胶分解温度为 500-680℃；

(2) 将步骤 (1) 中获得氧化物混合粉末在氢气气氛中进行二次还原处理得到 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 粉末，一次还原温度为 500-680℃，二次还原温度为 800-980℃；

(3) 将 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 粉末进行压型、烧结处理，得到 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 棒，烧结温度为 1800-2030℃；

(4) 将步骤 (3) 中的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 棒进行旋锻、拉拔、清洗、矫直、绕制、定型、裁断工艺处理，得到未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极；

(5) 将步骤 (4) 中的未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配磁控管工艺处理，组装后进行碳化处理，碳化温度为 1550-1900℃，保温 60-150s，得到碳化度为 10-50%的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。

将得到的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配后，进行排气工艺处理，阴极排气电流为 10-12.5A，排气温度为 1600-1900℃，保温 20-60min；对排气处理后的电子管进行激活老化工艺处理，激活温度为 1450-1650℃，保温 10-30min；将激活老化处理后的电子管组装成磁控管。

本发明所得阴极的工作温度为 1200-1400℃。

上述磁控管用复合 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极材料适用于在微波炉磁控管中使用，尤其在稀土活性物质添加总量在 3-4.5wt%的情况下。

本发明制备的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 复合掺杂 Mo 阴极材料，在装入磁控管后，具有良好的热电子发射性能和良好的发射稳定性。在稀土氧化物总量在 4wt%时，其磁控管直流发射性能测试结果为~640mA，是在相同测试条件下 ThO_2 -W 阴极 (~330mA) 的~2 倍。且该阴极组装到微波炉中可稳定工作 500h 以上，微波炉功率不衰减。满足微波炉的使用要求。

附图说明：

图 1 为 实施例 5 中得到的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极装入微波炉后，微波炉输出功率曲线。

具体实施方式

下面结合实施例对本发明做进一步说明，但本发明并不限于以下实施例。

实施例 1 制备稀土氧化物添加量为 2wt% 的阴极，其余为钼。将 1803.5g 四水合七钼酸铵的水溶液、42.53g 硝酸镧的水溶液、9.43g 硝酸铈的水溶液和 1885g 柠檬酸溶液混合，水浴搅拌得到湿凝胶，烘干、500℃分解。将分解后的粉末在氢气气氛下进行还原，一次还原温度为 550℃，二次还原温度为 980℃，随炉冷却得到稀土氧化物掺杂钼粉；采用等静压成型工艺，压型压力为 150MPa，保压 15min；坯体在氢气气氛下烧结，烧结温度为 1800℃，得到稀土氧化物掺杂钼阴极棒材。随后进行旋锻、拉拔、清洗、矫直、绕制、定型、裁断工艺处理，得到未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。将未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配磁控管工艺处理，组装后进行碳化处理，碳化温度为 1800℃，保温 70s，得到碳化度为 32.3% 的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。将得到的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配后，得到未排气处理的电子管，对该电子管进行排气工艺处理，阴极排气温度为 1800℃，保温 30min。对排气处理后的电子管进行激活老化工艺处理，激活温度为 1600℃，保温 30min。测试电子管的直流发射特性，列于表 1 中。将激活老化处理后的电子管组装成磁控管。阴极的工作温度为 1250℃。随后对微波炉的输出功率进行测试。

实施例 2 制备稀土氧化物添加量为 2.5wt% 的阴极，其余为钼。将 1794.2g 四水合七钼酸铵的水溶液、53.16g 硝酸镧的水溶液、11.79g 硝酸铈的水溶液和 1859g 柠檬酸溶液混合，水浴搅拌得到湿凝胶，烘干、550℃分解。将分解后的粉末在氢气气氛下进行还原，一次还原温度为 550℃，二次还原温度为 950℃，随炉冷却得到稀土氧化物掺杂钼粉；采用等静压成型工艺，压型压力为 150MPa，保压 15min；坯体在氢气气氛下烧结，烧结温度为 1800℃，得到稀土氧化物掺杂钼阴极棒材。随后进行旋锻、拉拔、清洗、矫直、绕制、定型、裁断工艺处理，得到未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。将未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配磁控管工艺处理，组装后进行碳化处理，碳化温度为 1800℃，保温 70s，得到碳化度为 34.1% 的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。将得到的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配后，得到未排气处理的电子管，对该电子管进行排气工艺处理，阴极排气温度为 1800℃，保温 30min。对排气处理后的电子管进行激活老化工艺处理，激活温度为 1600℃，保温 30min。测试电子管的直流发射特性，列于表 1 中。将激活老化处理后的电子管组装成磁控管。阴极的工作温度为 1250℃。随后对微波炉的输出功率进行测试。

实施例 3 制备稀土氧化物添加量为 3wt% 的阴极，其余为钼。将 1785.0g 四水合七钼酸铵的水溶液、63.79g 硝酸镧的水溶液、14.15g 硝酸铈的水溶液和 1862.9g 柠檬酸溶液混合，水浴搅拌得到湿凝胶，烘干、550℃ 分解。将分解后的粉末在氢气气氛下进行还原，一次还原温度为 550℃，二次还原温度为 950℃，随炉冷却得到稀土氧化物掺杂钼粉；采用等静压压型工艺，压型压力为 150MPa，保压 15min；坯体在氢气气氛下烧结，烧结温度为 1850℃，得到稀土氧化物掺杂钼阴极棒材。随后进行旋锻、拉拔、清洗、矫直、绕制、定型、裁断工艺处理，得到未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。将未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配磁控管工艺处理，组装后进行碳化处理，碳化温度为 1700℃，保温 75s，得到碳化度为 28.2% 的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。将得到的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配后，得到未排气处理的电子管，对该电子管进行排气工艺处理，阴极排气温度为 1800℃，保温 30min。对排气处理后的电子管进行激活老化工艺处理，激活温度为 1600℃，保温 30min。测试电子管的直流发射特性，列于表 1 中。将激活老化处理后的电子管组装成磁控管。阴极的工作温度为 1250℃。随后对微波炉的输出功率进行测试。

实施例 4 制备稀土氧化物添加量为 3.5wt% 的阴极，其余为钼。将 1775.8g 四水合七钼酸铵的水溶液、74.43g 硝酸镧的水溶液、16.50g 硝酸铈的水溶液和 1866.7g 柠檬酸溶液混合，水浴搅拌得到湿凝胶，烘干、600℃ 分解。将分解后的粉末在氢气气氛下进行还原，一次还原温度为 600℃，二次还原温度为 920℃，随炉冷却得到稀土氧化物掺杂钼粉；采用等静压压型工艺，压型压力为 150MPa，保压 15min；坯体在氢气气氛下烧结，烧结温度为 1850℃，得到稀土氧化物掺杂钼阴极棒材。随后进行旋锻、拉拔、清洗、矫直、绕制、定型、裁断工艺处理，得到未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。将未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配磁控管工艺处理，组装后进行碳化处理，碳化温度为 1700℃，保温 75s，得到碳化度为 29.3% 的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。将得到的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配后，得到未排气处理的电子管，对该电子管进行排气工艺处理，阴极排气温度为 1800℃，保温 30min。对排气处理后的电子管进行激活老化工艺处理，激活温度为 1600℃，保温 30min。测试电子管的直流发射特性，列于表 1 中。将激活老化处理后的电子管组装成磁控管。阴极的工作温度为 1250℃。随后对微波炉的输出功率进行测试。

实施例 5 制备稀土氧化物添加量为 4wt% 的阴极，其余为钼。将 1766.6g 四水合七钼酸铵的水溶液、85.06g 硝酸镧的水溶液、18.86g 硝酸铈的水溶液和 1870.5g 柠檬酸溶液混合，水浴搅拌得到湿凝胶，烘干、600℃ 分解。将分解后的粉末在氢气气氛下进行还原，一次还原

温度为 600℃，二次还原温度为 900℃，随炉冷却得到稀土氧化物掺杂钼粉；采用等静压压型工艺，压型压力为 150MPa，保压 15min；坯体在氢气气氛下烧结，烧结温度为 1900℃，得到稀土氧化物掺杂钼阴极棒材。随后进行旋锻、拉拔、清洗、矫直、绕制、定型、裁断工艺处理，得到未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。将未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配磁控管工艺处理，组装后进行碳化处理，碳化温度为 1600℃，保温 80s，得到碳化度为 28.2%的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。将得到的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配后，得到未排气处理的电子管，对该电子管进行排气工艺处理，阴极排气温度为 1800℃，保温 30min。对排气处理后的电子管进行激活老化工艺处理，激活温度为 1600℃，保温 30min。测试电子管的直流发射特性，列于表 1 中。将激活老化处理后的电子管组装成磁控管。阴极的工作温度为 1250℃。随后对微波炉的输出功率进行测试。

实施例 6 制备稀土氧化物添加量为 4.5wt%的阴极，其余为钼。将 1757.4g 四水合七钼酸铵的水溶液、95.69g 硝酸镧的水溶液、21.21g 硝酸铈的水溶液和 1874.3g 柠檬酸溶液混合，水浴搅拌得到湿凝胶，烘干、650℃分解。将分解后的粉末在氢气气氛下进行还原，一次还原温度为 600℃，二次还原温度为 980℃，随炉冷却得到稀土氧化物掺杂钼粉；采用等静压压型工艺，压型压力为 150MPa，保压 15min；坯体在氢气气氛下烧结，烧结温度为 1950℃，得到稀土氧化物掺杂钼阴极棒材。随后进行旋锻、拉拔、清洗、矫直、绕制、定型、裁断工艺处理，得到未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。将未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配磁控管工艺处理，组装后进行碳化处理，碳化温度为 1600℃，保温 80s，得到碳化度为 27.3%的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。将得到的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配后，得到未排气处理的电子管，对该电子管进行排气工艺处理，阴极排气温度为 1800℃，保温 30min。对排气处理后的电子管进行激活老化工艺处理，激活温度为 1600℃，保温 30min。测试电子管的直流发射特性，列于表 1 中。将激活老化处理后的电子管组装成磁控管。阴极的工作温度为 1250℃。随后对微波炉的输出功率进行测试。

实施例 7 制备稀土氧化物添加量为 5wt%的阴极，其余为钼。将 1748.2g 四水合七钼酸铵的水溶液、106.32g 硝酸镧的水溶液、23.58g 硝酸铈的水溶液和 1878.1g 柠檬酸溶液混合，水浴搅拌得到湿凝胶，烘干、680℃分解。将分解后的粉末在氢气气氛下进行还原，一次还原温度为 650℃，二次还原温度为 850℃，随炉冷却得到稀土氧化物掺杂钼粉；采用等静压压型工艺，压型压力为 150MPa，保压 15min；坯体在氢气气氛下烧结，烧结温度为 2000℃，得到稀土氧化物掺杂钼阴极棒材。随后进行旋锻、拉拔、清洗、矫直、绕制、定型、裁断工

艺处理，得到未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。将未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配磁控管工艺处理，组装后进行碳化处理，碳化温度为 1550°C ，保温 100s，得到碳化度为 25.4%的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。将得到的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配后，得到未排气处理的电子管，对该电子管进行排气工艺处理，阴极排气温度为 1800°C ，保温 30min。对排气处理后的电子管进行激活老化工艺处理，激活温度为 1600°C ，保温 30min。测试电子管的直流发射特性，列于表 1 中。将激活老化处理后的电子管组装成磁控管。阴极的工作温度为 1250°C 。随后对微波炉的输出功率进行测试。

表 1 各实施例得到的电子管的直流发射特性

实施例	发射电流
1	637
2	640
3	632
4	633
5	651
6	637
7	636

。

权 利 要 求 书

- 1、 碳化 La_2O_3 与 Lu_2O_3 复合掺杂 Mo 阴极材料, 其特征在于, 钼基体中掺杂稀土活性物质 La_2O_3 、 Lu_2O_3 , 稀土活性物质添加量为阴极材料总量的 2.0-5.0wt%, 其余为钼; 其中, La_2O_3 与 Lu_2O_3 以任意比例混合。
- 2、 按照权利要求 1 所述的碳化 La_2O_3 与 Lu_2O_3 复合掺杂 Mo 阴极材料, 其特征在于, 稀土活性物质添加量为阴极材料总量的 3-4.5wt%。
- 3、 按照权利要求 1 所述的碳化 La_2O_3 与 Lu_2O_3 复合掺杂 Mo 阴极材料, 其特征在于, La_2O_3 与 Lu_2O_3 的质量比为: (2-5): 1。
- 4、 按照权利要求 1 所述的碳化 La_2O_3 与 Lu_2O_3 复合掺杂 Mo 阴极材料, 其特征在于, La_2O_3 与 Lu_2O_3 的质量比为 4:1。
- 5、 制备权利要求 1 所述的碳化 La_2O_3 与 Lu_2O_3 复合掺杂 Mo 阴极材料的方法, 其特征在于, 包括以下步骤:
 - (1) 将七钼酸铵溶液、硝酸钼溶液、硝酸镨溶液和柠檬酸溶液混合, 其中七钼酸铵、硝酸钼、硝酸镨按照阴极材料中钼、氧化钼和氧化镨的质量比例添加, 七钼酸铵: 柠檬酸的质量比为 1: (0.8-1.5), 水浴加热, 机械搅拌。待溶液形成凝胶后取出, 烘干, 分解形成氧化物混合粉末; 干凝胶分解温度为 500-680℃;
 - (2) 将步骤 (1) 中获得氧化物混合粉末在氢气气氛中进行二次还原处理得到 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 粉末, 一次还原温度为 500-680℃, 二次还原温度为 800-980℃;
 - (3) 将 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 粉末进行压型、烧结处理, 得到 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 棒, 烧结温度为 1800-2030℃;
 - (4) 将步骤 (3) 中的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 棒进行旋锻、拉拔、清洗、矫直、绕制、定型、裁断工艺处理, 得到未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极;
 - (5) 将步骤 (4) 中的未碳化的 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配磁控管工艺处理, 组装后进行碳化处理, 碳化温度为 1550-1900℃, 保温 60-150s, 得到碳化度为 10-50%的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极。
- 6、按照权利要求 5 的方法, 其特征在于, 进一步制备成磁控管, 包括以下步骤: 将得到的碳化 La_2O_3 、 Lu_2O_3 掺杂 Mo 阴极进行装配后, 进行排气工艺处理, 阴极排气电流为 10-12.5A, 排气温度为 1600-1900℃, 保温 20-60min; 对排气处理后的电子管进行激活老化工艺处理, 激活温度为 1450-1650℃, 保温 10-30min; 将激活老化处理后的电子管组装成磁控管。
- 7、权利要求 1-6 任一项所述的碳化 La_2O_3 与 Lu_2O_3 复合掺杂 Mo 阴极材料的应用, 其特征在于, 工作温度为 1200-1400℃。
- 8、权利要求 1-6 任一项所述的碳化 La_2O_3 与 Lu_2O_3 复合掺杂 Mo 阴极材料的应用, 其特征在于, 碳化 La_2O_3 与 Lu_2O_3 复合掺杂 Mo 阴极材料用于微波炉中使用的磁控管。

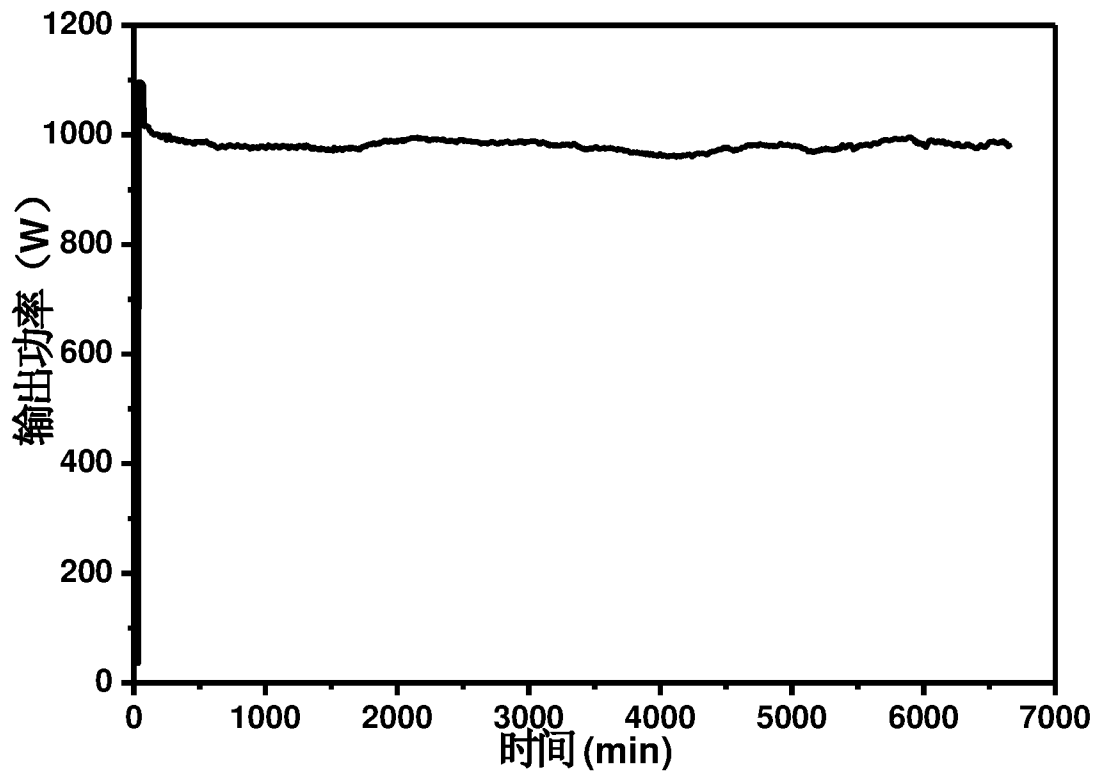


图 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CN2016/113406

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01J 23/04 (2006.01) i; H01J 9/04 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

H01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNABS; CNTXT; DWPI; SIPOABS; CNKI: 钨, 钨, 氧化钨, 氧化钨, 三氧化二钨, 三氧化二钨, 钨, 阴极, 电子发射, La, lanthanum, Lu, lutecium, La2O3, Lu2O3, Mo, molybdenum, cathode, electron, emi+

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	CN 106206216 A (BEIJING UNIVERSITY OF TECHNOLOGY), 07 December 2016 (07.12.2016), claims 1-8, description, paragraphs [0005]-[0027], and figure 1	1-8
A	CN 101447376 A (BEIJING UNIVERSITY OF TECHNOLOGY), 03 June 2009 (03.06.2009), entire document	1-8
A	CN 103700557 A (BEIJING UNIVERSITY OF TECHNOLOGY), 02 April 2014 (02.04.2014), entire document	1-8
A	CN 103849804 A (SHENZHEN WEILED A TECHNOLOGY DEVELOPMENT CO., LTD.), 11 June 2014 (11.06.2014), entire document	1-8
A	US 6281626 B1 (CASIO COMPUTER CO., LTD. et al.), 28 August 2001 (28.08.2001), entire document	1-8

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search 12 May 2017	Date of mailing of the international search report 25 May 2017
Name and mailing address of the ISA State Intellectual Property Office of the P. R. China No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao Haidian District, Beijing 100088, China Facsimile No. (86-10) 62019451	Authorized officer WANG, Peng Telephone No. (86-10) 62412105

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2016/113406

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 106206216 A	07 December 2016	None	
CN 101447376 A	03 June 2009	CN 101447376 B	01 September 2010
CN 103700557 A	02 April 2014	CN 103700557 B	30 March 2016
CN 103849804 A	11 June 2014	CN 103849804 B	31 August 2016
US 6281626 B1	28 August 2001	TW 416083 B	21 December 2000
		KR 100374883 B1	06 March 2003
		CN 1242592 A	26 January 2000
		KR 99078161 A	25 October 1999
		JP 2000251834 A	14 September 2000

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2016/113406

A. 主题的分类

H01J 23/04(2006.01)i; H01J 9/04(2006.01)i

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

H01J

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

CNABS;CNTXT;DWPI;SIPOABS;CNKI: 镧, 镨, 氧化镧, 氧化镨, 三氧化二镧, 三氧化二镨, 钼, 阴极, 电子发射, La, lanthanum, Lu, lutecium, La2O3, Lu2O3, Mo, molybdenum, cathode, electron, emi+

C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
PX	CN 106206216 A (北京工业大学) 2016年 12月 7日 (2016 - 12 - 07) 权利要求第1-8项, 说明书第[0005]-[0027]段, 附图1	1-8
A	CN 101447376 A (北京工业大学) 2009年 6月 3日 (2009 - 06 - 03) 全文	1-8
A	CN 103700557 A (北京工业大学) 2014年 4月 2日 (2014 - 04 - 02) 全文	1-8
A	CN 103849804 A (深圳市威勒达科技开发有限公司) 2014年 6月 11日 (2014 - 06 - 11) 全文	1-8
A	US 6281626 B1 (CASIO COMPUTER CO LTD等) 2001年 8月 28日 (2001 - 08 - 28) 全文	1-8

☐ 其余文件在C栏的续页中列出。☒ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件 (如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

“&” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期

2017年 5月 12日

国际检索报告邮寄日期

2017年 5月 25日

ISA/CN的名称和邮寄地址

中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN)
中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088

传真号 (86-10)62019451

受权官员

王鹏

电话号码 (86-10)62412105

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号
PCT/CN2016/113406

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	106206216	A	2016年 12月 7日	无			
CN	101447376	A	2009年 6月 3日	CN	101447376	B	2010年 9月 1日
CN	103700557	A	2014年 4月 2日	CN	103700557	B	2016年 3月 30日
CN	103849804	A	2014年 6月 11日	CN	103849804	B	2016年 8月 31日
US	6281626	B1	2001年 8月 28日	TW	416083	B	2000年 12月 21日
				KR	100374883	B1	2003年 3月 6日
				CN	1242592	A	2000年 1月 26日
				KR	99078161	A	1999年 10月 25日
				JP	2000251834	A	2000年 9月 14日

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2009年7月)