



Republik
österreich
Patentamt

(11) Nummer: **AT 397 005 B**

(12)

PATENTCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 947/91

(51) Int.Cl.⁵ : **H01J 35/10**
H01J 9/02

(22) Anmeldetag: 7. 5.1991

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 5.1993

(45) Ausgabetag: 25. 1.1994

(56) Entgegenhaltungen:

DD-PS 109768 EP-OS 116385

(73) Patentinhaber:

METALLWERK PLANSEE GESELLSCHAFT M.B.H.
A-6600 REUTTE, TIROL (AT).

(72) Erfinder:

RÜDHAMMER PETER DR.
REUTTE, TIROL (AT).

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINER RÖNTGENDREHANODE

(57) Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode mit einem Brennbahnbereich aus hochschmelzenden Metallen. Der Brennbahnbereich ist mittels pulvermetallurgischer Verfahren oder mittels CVD- oder PVD-Verfahren gefertigt. Gemäß der Erfindung wird der Brennbahnbereich mittels einer fokussierbaren Energiequelle - vorzugsweise unter Anwendung hochenergetischer Elektronen oder Photonen - in einer Tiefe von weniger als 1,5 mm mittels lokaler, oberflächlicher Aufschmelzung nachbehandelt. Dadurch reduziert sich insbesondere die Restporosität im Brennbahnbereich. Das führt zu verbesserten mechanischen Eigenschaften, höherer Röntgenstrahlenausbeute und zu deutlich verbesserter Lebensdauer derartiger Drehanoden.

AT 397 005 B

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode, wobei auf einen Grundkörper auf pulvermetallurgischem Wege oder mittels CVD- oder PVD-Verfahren ein ringförmiger Brennbahnbereich aus hochschmelzenden Metallen, z. B. Wolfram bzw. Wolfram-Rhenium, aufgebracht und anschließend zur Änderung von Werkstoffeigenschaften warmbehandelt wird.

- 5 Als Basiswerkstoff für Röntgendrehanoden werden heute hochschmelzende Metalle oder Graphit, bzw. ein Verbund beider Materialien verwendet. Der eigentliche Erzeugungsbereich der Röntgenstrahlung, der Brennbahnbereich, besteht aus Wolfram, Molybdän oder deren Legierungen. Metallische Röntgendrehanoden werden aus Gründen der Form, der verwendeten Werkstoffe sowie der geforderten Eigenschaften nach sintermetallurgischen Verfahren hergestellt; der Brennbahnbereich selbst wird nach sintermetallurgischen
10 Verfahren oder neuerdings vermehrt auch mittels CVD- oder PVD-Beschichtungsverfahren erzeugt. Derartige Drehanoden bzw. Brennbahnbereiche besitzen eine Restporosität im Bereich von 0,1 - 10 % im endgefertigten Zustand, gemessen an der theoretischen Dichte. Eine derartige Röntgendrehanode ist in der EP-OS 116 385 beschrieben, wobei gemäß dem dortigen Verfahren die Drehanode nach Aufbringen der Brennbahnschicht wahlweise nach- und wärmebehandelt wird.

- 15 Diese Restporosität hat für den Betrieb von Röntgendrehanoden, der grundsätzlich im Hochvakuum erfolgt, eine Reihe von störenden Nachteilen. Die Porosität verursacht die Abgabe von in den Poren eingeschlossenen Gasen. Das wiederum führt zu Gasentladungen im Hochvakuum der Röhre mit unerwünschten Röhrenkurzschlüssen, die ihrerseits Anodenansmelzungen verursachen. Die für eine Belastbarkeit von Röntgenröhren so wichtige Wärmeleitfähigkeit nimmt etwa mit dem Quadrat der Porosität ab. Porosität der Brennbahnoberfläche bedingt erhöhte Oberflächenrauigkeit und vermindert die Röntgenstrahlenausbeute wegen Selbstabsorption. Poröse Oberfläche bedeutet aber auch die Gefahr von Partikelaustritten aus der Oberfläche, was die negativen Auswirkungen von Gasaustritten noch wesentlich verstärkt.

- Die mechanische Bindung der einzelnen Kristallite im Gefüge ist von der Porosität, aber auch von den metallurgischen Zuständen an den Korngrenzen, insbesondere von Verunreinigungen an den Korngrenzen abhängig. Im Zuge pulvermetallurgischer Herstellungsverfahren ist aber eine Konzentration von im Metall unlöslichen Verunreinigungen an den Korngrenzen unumgänglich, dies bedeutet einen weiteren Störfaktor beim Betrieb von Röntgendrehanoden.

- Nach sintermetallurgischen Verfahren hergestellte Brennbahnbeläge, insbesondere aus Wolfram-Rhenium, weisen fallweise lokal eine spröde, intermetallische Wolfram-Rhenium-Phase, die sogenannte Sigmaphase auf, die auf Inhomogenitäten durch unzureichendes Vermischen der einzelnen Legierungsanteile im Pulveransatz zurückzuführen ist. Die unvermeidliche Thermoschockbelastung von Drehanoden im Betrieb führt dann insbesondere in diesen, und in von diesen ausgehenden Bereichen, zu höchst unerwünschter Rißbildung, mit einer Verminderung der Röntgenstrahlenausbeute im Brennbahnbereich als Folge.

- Die DD-PS 109 768 beschreibt ebenfalls die Fertigung einer Brennbahnschicht auf einem Drehanoden-Grundkörper, wobei das Aufbringen bzw. Herstellen der Brennbahnschicht aus einer Wolfram/Rhenium-Legierung durch Aufschmelzen erfolgt. Als Auftrageverfahren sind das Elektronenstrahl-, das Argonarc-Auftragsschweiß- oder das Plasmaverfahren genannt. Dort wird ein schmelzflüssiges Schichtmaterial auf den Drehanoden-Grundkörper aufgebracht und es erstarrt dort das Schichtmaterial im gesamten Brennbahnbereich gleichzeitig und gleichförmig.

- 40 Erschmolzene bzw. durch Aufschmelzen auf eine Basis erzeugte Metallschichten sind grundsätzlich wesentlich grobkörniger als solche, die mittels pulvermetallurgischer Verfahren erzeugt wurden. Die Metallschichten der Brennbahn einer Röntgendrehanode muß aber möglichst feinkörnig, feinkristallin ausgebildet sein, um den gestellten Ansprüchen an Röntgenausbeute und Richtung der Röntgenstrahlenaus- sendung gerecht werden. Solche nach der letztgenannten Patentschrift hergestellte Röntgendrehanoden ergeben
45 daher nur ungenügende Ausbeute und Fokussierung der erzeugten Röntgenstrahlung.

Die vorbeschriebenen, unterschiedlich häufig auftretenden Störungen begrenzen die Lebensdauer und führen in Einzelfällen zu vorzeitigem Ausfall der Röntgendrehanoden.

- Aufgabe vorliegender Erfindung ist danach die Beseitigung, oder doch eine wesentliche Herabsetzung der vorgenannten Nachteile. Aufgabe ist insbesondere die Verringerung der Porosität und der Verunreinigungen, insbesondere an den Korngrenzen im Brennbahnbereich. Die bisherigen Herstellverfahren (Pulvermetallurgie
50 und CVD- bzw. PVD-Verfahren) sollen wegen deren Wirtschaftlichkeit und der daraus resultierenden guten Werkstoffeigenschaften beibehalten werden.

- Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Verfahren gelöst, bei dem der auf den Grundkörper aufgebrachte Brennbahnbereich in einem anschließenden Verfahrensschritt mittels einer fokussierbaren
55 Energiequelle lokal oberflächlich bis in eine Tiefe von weniger als 1,5 mm aufgeschmolzen wird.

- Die erfinderische Nachbehandlung mittels oberflächlicher Aufschmelzung erfolgt entsprechend einem in Praxis bewährten Verfahren durch Einwirken gebündelter Strahlen von hochenergetischen Elektronen oder Photonen auf die Oberfläche des Brennbahnbereiches von Röntgendrehanoden bis in die angegebene Einwirktiefe. Mit dem Aufschmelzen bildet sich in diesem Bereich ein verändertes metallisches Gefüge, die
60 Porosität und der Anteil an Verunreinigungen, insbesondere im Korngrenzenbereich, werden ganz wesentlich gesenkt. Wegen des sehr lokalen Aufschmelzens und sehr raschen Abkühlens nach dem Aufschmelzen bleibt im Unterschied zu üblichen schmelzmetallurgischen Verfahren das Korngefüge vergleichsweise fein. Die

erreichbare Korngröße entspricht derjenigen, wie sie in pulvermetallurgisch oder mittels Auftragverfahren hergestellten Brennbahnbereichen üblich ist.

Das Aufschmelzen kann ein einziges Mal oder auch mehrmals hintereinander erfolgen und beeinflusst die im Endzustand erzielbare metallische Struktur des Brennbahnbereiches. Mit der Beseitigung der Restporosität verschwinden auch die eingangs aufgezeigten bisherigen Störungen beim Betrieb von Röntgendrehanoden.

Als geeignete fokussierbare Energiequellen für den Aufschmelzprozeß kommen der Laser, Geräte zur Erzeugung von Teilchenstrahlen, insbesondere Elektronenstrahlen, sowie hochfokussierbare Hochleistungslampen in Betracht. Für die im Einzelfall gewählte Energiequelle ist der werkstoffbedingte Umwandlungsgrad eingestrahlte Energie/Wärme von Bedeutung. Weiters spielen der apparative Aufwand und die Verfahrensabwicklung, z. B. Behandlung unter Schutzgas oder im Hochvakuum, eine Rolle. Wegen des hohen Reflexionsvermögens hochschmelzender Metalle für elektromagnetische Wellen im Spektralbereich $0,3 - 20 \mu\text{m}$ ($> 80 \%$) bietet der Einsatz von Elektronenstrahlen mit einem Wirkungsgrad $\leq 60 \%$ in der Regel Vorteile.

Die anzustrebende Aufschmelztiefe gemäß erfindungsgemäßem Verfahren ist auf die im Betrieb zu erwartenden, thermomechanischen Belastungen des Brennbahnbereiches abgestimmt zu bemessen. Eine Aufschmelztiefe zwischen $0,05$ und $1,5 \text{ mm}$ hat sich als brauchbar erwiesen. In der überwiegenden Zahl der Anwendungsfälle bietet eine Aufschmelztiefe zwischen $0,5$ und $0,8 \text{ mm}$ das beste Kosten-/Nutzenverhältnis.

Der Prozeß des Aufschmelzens und raschen Abkühlens ergibt je nach Prozeßführung die Gefügestrukturen amorph, sehr feinkörnig isotrop, feinstengelig oder grobkristallin. Dabei auftretende Spannungen im Gefüge können durch eine nachgeschaltete Vakuumglühung im Bereich $900 - 1600^\circ\text{C}$ abgebaut werden.

Der Aufschmelzprozeß führt im Brennbahnbereich zu einer sehr glatten Oberfläche von geringer Oberflächenrauhtiefe. Dennoch ist es aufgrund der extrem hohen Anforderungen an die Oberflächenglattheit von Röntgendrehanoden im Brennbahnbereich in der Regel unumgänglich, die Oberfläche nach dem Aufschmelzungsprozeß zu überschleifen.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird anhand eines Beispiels näher beschrieben. Ein auf üblichem pulvermetallurgischem Wege hergestellter Drehanoden-Grundkörper mit Wolfram/Rhenium-Brennbahnbereich wird - so wie auch später im Betrieb - auf eine rotierende Haltewelle montiert und in einen auf Hochvakuum evakuierbaren Kolben eingesetzt. Der Drehanoden-Brennbahnbereich wird dabei gegenüber einer fokussierenden Glühemissionskathode angeordnet. Zunächst wird die langsam rotierende Drehanode mittels eines defokussierten Elektronenstrahles einheitlich auf ca. 800°C gebracht. Dabei wird die Drehanode entgast, das heißt, es werden Fremdatome und nicht ausreichend haftende Materialteilchen von der Oberfläche entfernt. Dann wird der Elektronenstrahl auf einen Strichfokus von 20 mm Länge und 2 mm Breite sowie auf eine Leistung von 6 kW gebracht und es wird die mit $3-6$ Umdrehungen pro Minute rotierende Drehanode in drei aufeinanderfolgenden Umläufen oberflächlich aufgeschmolzen. Dabei entsteht eine Schmelzzone von ca. 17 mm Breite und $0,7 \text{ mm}$ mittlerer Tiefe. Die aufgrund der Anordnung jeweils horizontal liegende Schmelze erstarrt beim anschließenden Abkühlen so glatt, daß bereits bei einer anschließenden Abtragung von $0,2 - 0,3 \text{ mm}$ durch Überschleifen eine anforderungsgerechte, glatte Brennbahnbelagsoberfläche erzielt wird.

Das Gefüge eines derart aufgeschmolzenen Brennbahnbereiches weist gerichtet erstarrte Kristallite eines mittleren Durchmessers von $150 \mu\text{m}$ auf. Es zeigt keinerlei Poren und gibt zuverlässige Hinweise für eine ausgezeichnete Bindung der einzelnen Körner bzw. Kristallite aneinander.

Eine gemäß vorliegender Erfindung hergestellte Röntgendrehanode wurde mit einer nach dem Stand der Technik gefertigten Drehanode verglichen. In einem sogenannten Röhrenprüfstand, in dem die Belastung der Röntgendrehanode derjenigen im späteren Betrieb völlig identisch simuliert werden kann, wurden beide Vergleichsdrehanoden mit folgenden Belastungszyklen getestet: Elektronenstrahlleistung 60 kW , Fokus $12 \times 1,8 \text{ mm}^2$, Bestrahlungszyklus $7 \times 0,1 \text{ s}$ mit jeweils $0,1 \text{ s}$ Pause (entspricht einer Röntgenaufnahme) und 59 s Abkühlung, gesamte Aufnahmenzahl 1200 . Nach Beendigung dieses Tests wurden die beiden Vergleichsdrehanoden hinsichtlich ihrer oberflächlichen Strukturänderungen sowohl im Rasterelektronenmikroskop geprüft, als auch mittels des Abtaststiftes auf Oberflächenrauhtiefe vermessen. Die mittlere Rauhtiefe R_a bei der Drehanode gemäß Stand der Technik betrug $R_a = 5,5 \mu\text{m}$, die Drehanode gemäß vorliegender Erfindung hatte eine mittlere Rauhtiefe von $R_a = 3,5 \mu\text{m}$. Die Aufräuhung der Drehanode gemäß vorliegender Erfindung infolge Materialermüdung war nicht nur geringer, sondern, bezogen auf den gesamten Brennbahnoberflächenbereich, gleichmäßiger als bei der Drehanode gemäß Stand der Technik. Entsprechend zeigte die erfindungsgemäße Röntgendrehanode ein gleichmäßigeres und weniger dichtes Rißnetzwerk mit geringeren Rißbreiten als die Vergleichsanode gemäß Stand der Technik.

Die erfindungsgemäße Drehanode weist eine sehr hohe Vakuumstabilität auf. Dadurch läßt sich die sogenannte Einlaufphase deutlich verkürzen, in welcher eine Drehanode in der Röhre unter dem Elektronenstrahl bei fortlaufendem Abpumpen von austretenden Restgasen erwärmt und erstmals auf Betriebsbedingungen gebracht wird. Die elektrische Stabilität der Drehanode im Betrieb war einwandfrei. Die bei Testende gemessene Röntgenstrahlendosis pro Aufnahme lag bei der gemäß Erfindung hergestellten Drehanode um 20% höher als bei der Vergleichsanode nach dem Stand der Technik. Die Lebenserwartung der Röntgendrehanode lag aufgrund der vorgenannten Qualitätsverbesserungen somit deutlich höher als die der Vergleichsanode.

5

PATENTANSPRÜCHE

- 10 1. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode, wobei auf einen Grundkörper auf pulvermetallur-
gischem Wege oder mittels CVD- oder PVD-Verfahren ein ringförmiger Brennbahnbereich aus hochschmel-
zenden Metallen aufgebracht und anschließend zur Änderung von Werkstoffeigenschaften warmbehandelt
wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß der auf den Grundkörper aufgebrachte Brennbahnbereich in einem
anschließenden Verfahrensschritt mittels einer fokussierbaren Energiequelle lokal oberflächlich bis in eine
15 Tiefe von weniger als 1,5 mm aufgeschmolzen wird.
2. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die
Aufschmelzung bis in eine Tiefe zwischen 0,05 und 1,5 mm erfolgt.
- 20 3. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die
Aufschmelzung bis in eine Tiefe zwischen 0,5 und 0,8 mm erfolgt.
4. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode nach Anspruch 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß
die Aufschmelzung mittels eines fokussierten Elektronenstrahles erfolgt.
- 25 5. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode nach Anspruch 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß
die Aufschmelzung mittels eines Laserstrahles erfolgt.
6. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode nach Anspruch 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß
30 die Oberfläche des aufgeschmolzenen Bereiches mechanisch geglättet wird.
7. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode nach Anspruch 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß
der aufgeschmolzene Bereich zusätzlich einer Glühbehandlung unterzogen wird.
- 35 8. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode nach Anspruch 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß
das Aufschmelzen des Brennbahnbereiches ein- oder mehrmals wiederholt wird.