

REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :

(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 476 386

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 03410

(54) Elément chauffant pour cathode à chauffage indirect, procédé de fabrication d'un tel élément et cathode à chauffage indirect comportant un tel élément.

(51) Classification internationale. (Int. Cl. 3) H 01 J 1/24, 9/08.

(22) Date de dépôt 15 février 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande B.O.P.I. — «Listes» n. 34 du 21-8-1981.

(71) Déposant : Société dite : THOMSON-CSF, société anonyme, résidant en France.

(72) Invention de : Arvind Shroff.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Thomson-CSF, SCPI, 173, bd Haussmann, 75360 Paris Cedex 08.

La présente invention concerne un élément chauffant pour cathode à chauffage indirect. Elle concerne également un procédé de fabrication d'un tel élément et les cathodes à chauffage indirect comportant un tel élément.

Les cathodes à chauffage indirect qui sont utilisées dans les tubes électroniques sont bien connues de l'art antérieur. Elles sont généralement constituées par un disque émissif brasé à l'une des extrémités d'un cylindre en matériau non émissif qui sert de boîtier. A l'intérieur du cylindre est placé un filament qui assure le chauffage dit indirect de la cathode.

On distingue deux types de cathodes à chauffage indirect :

- celles à chauffage par filament libre dans lesquelles le filament chauffe la cathode par rayonnement ;
- celles à chauffage par filament dit potté, dans lesquelles l'espace laissé libre par le filament à l'intérieur du cylindre est rempli par un corps bon conducteur thermique, électriquement isolant à la température de fonctionnement, dont le point de fusion est élevé et qui enfin ne réagit pas à la température de fonctionnement avec le filament et le cylindre.

Dans les cathodes à chauffage indirect par filament "potté", le filament est moins vulnérable aux chocs et aux vibrations mécaniques que dans les cathodes à chauffage indirect par filament libre.

La présente invention concerne les cathode à chauffage indirect par filament "potté".

Dans l'art antérieur, le "potting", c'est-à-dire le corps qui bloque le filament dans le cylindre, est constitué :

- par de la poudre d'alumine frittée vers 5 2000°C ;
- ou, par un mélange de poudre d'alumine et de poudre d'oxyde de calcium fritté entre 1750°C et 1800°C.

Selon la présente invention, le "potting" est 10 constitué par un mélange d'alumine et de moins de 10 % en poids d'un oxyde d'un des éléments de la colonne III A de la table périodique des éléments, ce mélange étant fritté entre 1700 et 1800°C.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, 15 le mélange est constitué d'oxyde d'yttrium et d'alumine de composition chimique $3 Y_2 O_3 \cdot 5 Al_2 O_3$, plus de l'alumine en phase α .

Le "potting" selon la présente invention présente les avantages suivants :

- le frittage est réalisé entre 1700 et 1800°C et cette température ne peut pas fragiliser le filament en tungstène ou en tungstène rhénium, comme c'est le cas lorsqu'on doit monter à 2000°C pour fritter de la poudre d'alumine pure ;
- le potting réalisé est solide et compact, il assure un bon contact thermique de longue durée entre le filament et le cylindre. Il assure un isolement électrique égal à celui obtenu avec un "potting à base d'alumine uniquement.
- l'oxyde d'yttrium qui peut être utilisé est stable et très pur. Son coefficient de dilatation linéaire α , égal à $8, 18 \cdot 10^{-6}$, est très proche de celui des filaments couramment utilisés et identique à celui de l'alumine, ce qui permet d'obtenir un

"potting" dont le coefficient de dilatation ne dépend pas des proportions d'alumine et d'oxyde. De plus, la conductibilité thermique de l'oxyde d'yttrium identique à celle de l'alumine ($\lambda = 0,017$ cal.

5 $s^{-1} \cdot cm^{-1} \cdot \theta^{-1}$ à $1800^\circ C$ et $0,013$ à $1000^\circ C$). Enfin, la température de fusion de l'oxyde d'yttrium ($2410^\circ C$) est inférieure à celle de l'oxyde de calcium par exemple ($2572^\circ C$).

D'autres objets, caractéristiques et résultats 10 de l'invention ressortiront de la description suivante, donnée à titre d'exemple non limitatif et illustrée par les figures annexées qui représentent :

- La figure 1, une vue en perspective d'une cathode à chauffage indirect à filament "potté" ;
- 15 - La figure 2, un détail du diagramme de phase du mélange alumine-oxyde d'yttrium ;
- Les figures 3a, b et c, des schémas illustrant le procédé de fabrication selon l'invention.

Sur les différentes figures, les mêmes repères 20 désignent les mêmes éléments, mais, pour des raisons de clarté, les cotes et proportions des divers éléments ne sont pas respectées.

La figure 1 représente une vue en perspective d'une cathode à chauffage indirect à filament potté.

25 Cette cathode est constituée d'un disque émissif 1 qui occupe l'une des extrémités d'un cylindre 2 en matériau non-émissif.

Le cylindre 2 est généralement en molybdène. Il sert de boîtier à la cathode et on l'appelle aussi 30 "jupe" de la cathode.

A l'une des extrémités du cylindre 1, on brase un disque en tungstène poreux. Le brasage s'effectue aux environs de $1900^\circ C$.

35 Ce brasage effectué, on introduit dans le cylindre un filament 3 en tungstène ou en tungstène

rhénium recouvert par cataphorèse d'une couche d'isolement en alumine. On réalise le "potting" 4 qui bloque le filament 3 dans le cylindre.

On réalise ensuite à chaud, aux environs de 5 1750°C , l'imprégnation par de l'aluminate de baryum et de calcium du disque en tungstène poreux 1, ce qui rend ce disque émissif.

L'imprégnation du tungstène poreux se faisant vers 1750°C alors que le filament 3 se trouve dans 10 le cylindre 2, il n'y a pas d'inconvénient à ce que pour l'élaboration du "potting", la température atteigne 1700 ou 1800°C comme c'est le cas pour l'élaboration du "potting" selon l'invention.

Selon l'invention, le "potting" est constitué 15 par un mélange d'alumine et de moins de 10 % en poids d'un oxyde d'un des éléments de la colonne III A de la table périodique des éléments, ce mélange étant fritté entre 1700 et 1800°C .

La colonne III A de la table périodique des 20 éléments comporte quatre éléments : le scandium, Sc, l'yttrium, Y, le lanthane, La, et enfin l'actinium, Ac.

Nous allons prendre d'abord à titre d'exemple 1 l'yttrium.

Sur la figure 2, on a représenté un détail du 25 diagramme de phase du mélange alumine-oxyde d'yttrium, qui est extrait de l'ouvrage : "Phase diagrams for Ceramists - 1969 - supplement".

La courbe en trait épais indique la température de fusion du mélange alumine Al_2O_3 , oxyde 30 d'yttrium Y_2O_3 en fonction des pourcentages en poids d'alumine et d'oxyde d'yttrium.

Cette courbe est discontinue. Pour certains pourcentages d'alumine et d'oxyde d'yttrium, la fusion se produit à une température plus faible que

pour les autres pourcentages, ce sont des compositions eutectiques.

Sur la figure 2, on constate que pour le point A qui correspond sensiblement à 60 % d'alumine et 5 40 % d'oxyde d'yttrium, la température de fusion est de 1760°C. Autour du point A, on constate que la température de fusion est supérieure à 1760°C. De même, il est remarquable en observant la figure 2 qu'à partir d'un pourcentage supérieur à 43 % d'alumine environ, le mélange obtenu à l'état solide a la même constitution chimique qui est $3 Y_2 O_3 \cdot 5 Al_2 O_3$, plus de l'alumine en phase α .

Le fait que le mélange alumine-oxyde d'yttrium soit un eutectique est intéressant car il permet de 15 diminuer la température du frittage par rapport à l'alumine pure. De même, il est intéressant que la composition chimique du produit solide obtenu soit la même dans un large domaine des pourcentages respectifs d'alumine et d'oxyde d'yttrium. En effet, il 20 est difficile lorsqu'on effectue un mélange de poudres - ici la poudre d'alumine et la poudre d'oxyde d'yttrium - de s'assurer que le mélange est parfaitement bien réalisé et que le pourcentage des corps en présence est constant. Par conséquent il est intéressant, 25 25 d'obtenir un même composé chimique même si le mélange n'est pas parfaitement homogène.

On désire donc bénéficier des avantages du mélange alumine-oxyde d'yttrium par rapport à l'alumine pure, tout en cherchant à avoir un mélange 30 portant le maximum d'alumine.

En effet, si le mélange comporte trop d'oxyde d'yttrium, on risque le décollement du "potting" du cylindre qui sert de boîtier et le décollement du filament de son "potting".

35 Expérimentalement, on a déterminé qu'on obte-

naît le potting réunissant le maximum d'avantages souhaité en frittant entre 1700 et 1800°C et en limitant à 10 % en poids environ le pourcentage d'oxyde d'yttrium.

5 Il est cependant bien entendu qu'on obtient un "potting" de bonne qualité en frittant entre 1700 et 1800°C un mélange comportant environ 50 à 99 % d'alumine et donc environ 1 à 50 % d'oxyde d'yttrium.

10 Dans tous les cas, on obtient un mélange d'oxyde d'yttrium et d'alumine de composition chimique $3 Y_2 O_3 \cdot 5 Al_2 O_3$, plus de l'alumine en phase α .

Sur la figure 2, on n'a représenté que la partie intéressante du diagramme de phase alumine-oxyde 15 d'yttrium. En effet, sur le restant du diagramme, le pourcentage d'alumine est faible (inférieur à 40 %) et la température de fusion et donc la température de frittage sont trop élevées.

L'alumine qui entre dans la composition du 20 "potting" peut être constituée de plusieurs variétés d'alumine de granulométrie différente.

On utilise ainsi, par exemple, des grains de moins de μm de diamètre et des gains de 10 à 50 μm de diamètre.

Le mélange de plusieurs variétés d'alumine permet 25 de trouver un compromis entre les défauts et les qualités inhérents à chaque variété. En effet, l'alumine à grains fins se prend en masse facilement mais présente un retreint important. Alors que l'alumine à grains de grand diamètre se prend en masse plus 30 difficilement mais constitue une masse poreuse sans retreint.

De même que cela vient d'être décrit en détail pour l'yttrium, le "potting" peut être réalisé en frittant entre 1700 et 1800°C un mélange d'alumine 35 et de moins de 10 % d'un oxyde de scandium, de lanthane

ou d'actinium. La composition chimique des corps obtenus sera dans le cas de l'oxyde de lanthane, $\text{La}_2\text{O}_3 \cdot 11\text{Al}_2\text{O}_3$ plus de l'alumine en phase α et dans le cas de l'oxyde de scandium, $\text{Sc}_2\text{O}_3 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$.

5 plus de l'alumine en phase α .

On peut signaler que la couche d'isolement déposée par cataphorèse sur le filament 3 peut être une couche d'alumine comme cela a été signalé dans la description de la figure 1, mais cette couche 10 d'isolement peut avoir aussi la même composition que le mélange qui sert à réaliser le potting, par exemple de l'alumine et de l'oxyde d'yttrium.

Sur les figures 3a, b et c, on a représenté 15 un procédé de fabrication d'un élément chauffant selon l'invention.

Selon ce procédé, on mélange d'abord intimement en agitant pendant 24 heures au moins, de la poudre d'un oxyde d'un des éléments de la colonne III A de la table périodique des éléments et une ou 20 plusieurs poudres d'alumine de granulométrie différente.

La poudre d'alumine ne doit pas dépasser 10 % en poids du mélange.

On ajoute ensuite au mélange un liant de façon 25 à obtenir une pâte.

On tapisse avec cette pâte 5 la face du disque émissif 1 qui est située vers l'intérieur du cylindre 2. Cette étape est représentée sur la figure 2a. Ensuite, on fait s'évaporer lentement le liant en utilisant une lampe électrique, de 100 W par exemple, 30 ou en laissant sécher naturellement.

On introduit le filament 3 dans le cylindre 2. Cette étape est représentée sur la figure 3b.

On remplit ensuite en plusieurs fois le cylindre avec la pâte dont la consistance peut être modifiée par addition du liant. A chaque fois qu'on a 35

ajouté de la pâte dans le cylindre, on fait s'évaporer le liant, qui peut être de l'acétone, en utilisant la lampe électrique.

Enfin, on fritte sous hydrogène entre 1700 et
5 1800°C pendant une demi-heure environ de façon à obtenir le "potting" 4.

En faisant s'évaporer le liant lentement et au fur et à mesure qu'on ajoute une couche de pâte dans le cylindre, on évite la formation de bulles
10 dues à une évaporation rapide du liant de la totalité de la pâte remplissant le cylindre.

R E V E N D I C A T I O N S

1. Élément chauffant pour cathode à chauffage indirect constituée d'un disque émissif (1) qui occupe l'une des extrémités d'un cylindre (2) en matériau non émissif, cet élément chauffant étant constitué d'un filament (3) situé à l'intérieur du cylindre et d'un mélange (4) fritté d'alumine et d'oxyde, qui remplit l'espace laissé libre par le filament à l'intérieur du cylindre, caractérisé en ce que ce mélange (4) est constitué d'alumine et de moins de 10 % en poids d'un oxyde d'un des éléments de la colonne III A de la table périodique des éléments, ce mélange étant fritté entre 1700 et 1800°C.

2. Élément chauffant selon la revendication 1, caractérisé en ce que ce mélange (4) est constitué d'oxyde d'yttrium et d'alumine de composition chimique, $3 Y_2 O_3 \cdot Al_2 O_3$ plus de l'alumine en phase α .

3. Élément chauffant selon la revendication 1, caractérisé en ce que ce mélange (4) est constitué d'oxyde de lanthane et d'alumine de composition chimique, $La_2 O_3 \cdot 11 Al_2 O_3$ plus de l'alumine en phase α .

4. Élément chauffant selon la revendication 1, caractérisé en ce que ce mélange (4) est constitué d'oxyde de scandium et d'alumine de composition chimique, $Sc_2 O_3 \cdot Al_2 O_3$ plus de l'alumine en phase α .

5. Élément chauffant selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que ce mélange (4) comporte plusieurs variétés d'alumine de granulométrie différente.

6. Élément chauffant selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'une des variétés d'alumine comporte des grains de moins de $10 \mu m$ de diamètre alors que l'autre variété comporte des grains de 10 à $50 \mu m$ de diamètre.

7. Élément chauffant selon l'une des revendi-

cations 1 à 6, caractérisé en ce que le filament (3) est en tungstène ou en tungstène rhénium recouvert par cataphorèse d'une couche d'isolation en alumine ou constituée par le mélange d'alumine et d'oxyde qui 5 constitue le reste de l'élément chauffant.

8. Procédé de fabrication d'un élément chauffant selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes :

10 a) - on mélange intimement en agitant pendant 24 heures au moins, de la poudre d'un oxyde d'un des éléments de la colonne III A de la table périodique des éléments et une ou plusieurs poudres d'alumine de granulométrie différente, la poudre d'oxyde ne dépassant pas 10 % en poids du mélange ;

15 b) - on ajoute au mélange un liant de façon à obtenir une pâte ;

c) - on tapisse avec cette pâte la face du disque émissif (1) située vers l'intérieur du cylindre (2) en matériau non-émissif, puis on fait s'évaporer 20 lentement le liant ;

d) - on introduit le filament (3) dans le cylindre ;

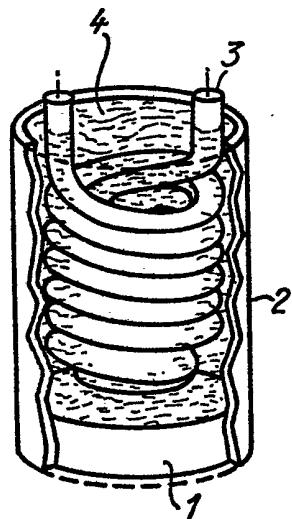
e) - on remplit en plusieurs fois le cylindre (2) avec la pâte dont la consistance peut être modifiée par addition du liant, en faisant s'évaporer 25 chaque fois le liant ;

f) - on fritte sous hydrogène, entre 1700 et 1800°C.

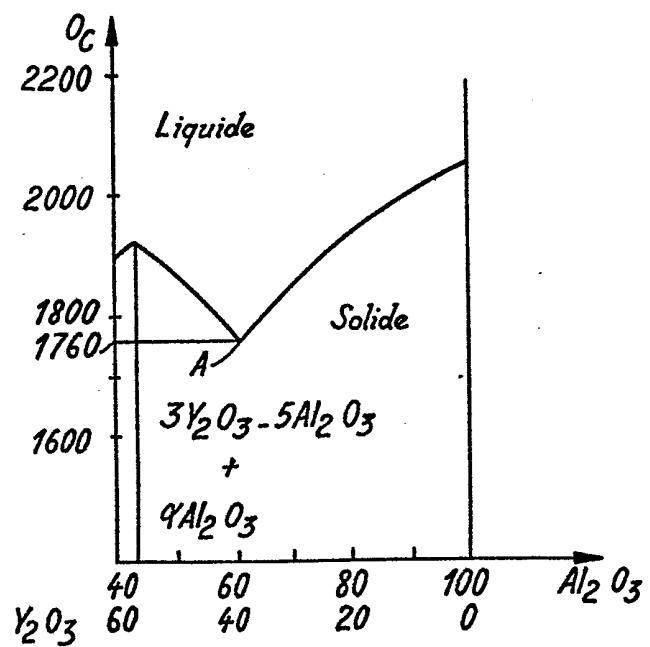
9. Cathode à chauffage indirect, caractérisée 30 en ce qu'elle comporte un élément chauffant selon l'une des revendications 1 à 7 et en ce qu'elle est constituée d'un cylindre (2) en molybdène brasé à l'une de ses extrémités sur un disque émissif (1) constitué de tungstène poreux imprégné à chaud d'aluminate de baryum 35 et de calcium.

1/2

□. 1

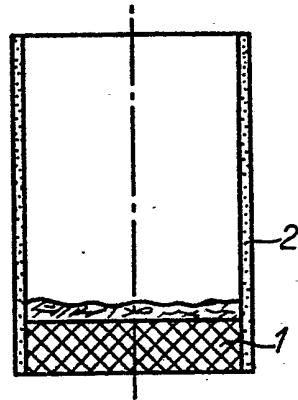


□. 2

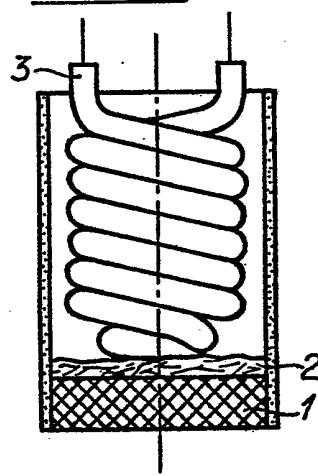


2/2

10. 3a



10. 3b



10. 3c

