



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102768928 B

(45) 授权公告日 2015. 07. 08

(21) 申请号 201210090621. 4 段 .

(22) 申请日 2012. 03. 30 CN 102315062 A, 2012. 01. 11, 说明书 21-27 段 .

(73) 专利权人 安徽华东光电技术研究所 EP 0831512 A1, 1998. 03. 25, 全文 .
地址 241000 安徽省芜湖市弋江区城南高新技术开发区华夏科技园 审查员 朱继亦

(72) 发明人 吴华夏 邓清东 贺兆昌 宋田英 张丽

(74) 专利代理机构 芜湖安汇知识产权代理有限公司 34107
代理人 张小虹

(51) Int. Cl.
H01J 23/04(2006. 01)
H01J 9/02(2006. 01)
B22F 3/26(2006. 01)

(56) 对比文件
CN 102254766 A, 2011. 11. 23, 说明书 27-35 段 .
CN 102254766 A, 2011. 11. 23, 说明书 27-35 段 .

权利要求书2页 说明书4页

(54) 发明名称

一种阴极盐及其制备方法、含有该阴极盐的钡钨阴极及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种阴极盐及其制备方法、含有该阴极盐的钡钨阴极及其制备方法,该阴极中所含阴极盐的组分物质的量比为 :BaCO₃4 ~ 5, CaCO₃0. 4 ~ 0. 7, Al₂O₃1 ;制备方法包括称量、球磨、压制成块、烧结 ;含有该阴极盐的钡钨阴极的制备方法包括阴极基底制备、阴极盐制备、阴极盐浸渍、阴极车加工和阴极发射表面覆膜。使用该阴极盐制备的钡钨阴极能耐离子轰击,微波管使用寿命长,各项技术指标均能达到设计要求。

1. 一种阴极盐,其原料组分物质的量比为:BaCO₃4 ~ 5, CaCO₃0.4 ~ 0.7, Al₂O₃1;
所述阴极盐通过下述方法制备:
 - 1)、按配方量称取 BaCO₃、CaCO₃、Al₂O₃, 然后进行球磨,充分混合均匀;
 - 2)、烘干;
 - 3)、压制成块;
 - 4)、将压制后的块状粉料于氢气气氛中进行烧结,烧结温度 1300℃ ~ 1400℃,保温 1h ~ 2h。
2. 如权利要求 1 所述的阴极盐,其特征在于:其原料组分物质的量比为:BaCO₃4.5, CaCO₃0.55, Al₂O₃1。
3. 一种制备阴极盐的方法,包括以下步骤:
 - 1)、按配方量称取 BaCO₃、CaCO₃、Al₂O₃, 然后进行球磨,充分混合均匀;
 - 2)、烘干;
 - 3)、压制成块;
 - 4)、将压制后的块状粉料于氢气气氛中进行烧结,烧结温度 1300℃ ~ 1400℃,保温 1h ~ 2h。
4. 如权利要求 3 所述的制备方法,其特征在于:步骤 1) 中球磨条件为在玛瑙罐中进行球磨 36h ~ 48h;步骤 2) 的烘干条件是 120℃ ~ 180℃烘 12h ~ 24h;步骤 3) 压制成块的条件是用单位压力为 0.4 ~ 0.8T/cm²的压力,将粉料压制成块。
5. 一种钡钨阴极,所述钡钨阴极含有如权利要求 3 或 4 所述制备方法制备的阴极盐。
6. 一种钡钨阴极的制备方法,包括以下步骤:
 - A、阴极基底的制备:用钨粉制成 22% ~ 30%孔度的基底;
 - B、阴极盐的制备:按配方量称取 BaCO₃、CaCO₃、Al₂O₃, 然后进行球磨充分混合均匀;烘干;
 - 压制成块;
 - 将压制后的块状粉料于氢气气氛中进行烧结,1300℃ ~ 1400℃保温 1h ~ 2h;
 - C、阴极盐的浸渍:在氢气气氛中,将阴极基底放入制备好的阴极盐中,1650℃ ~ 1850℃保温 1 ~ 3min;
 - D、阴极车加工:将阴极外表面残余的阴极盐去除干净,并按需要将阴极车加工至所需尺寸;
 - E、阴极发射表面刻蚀与覆膜:先将阴极表面进行离子刻蚀,紧接着再进行表面覆金属膜。
7. 如权利要求 6 所述的制备方法,其特征在于:步骤 A 中阴极基底的制备是用钨粉直接压制,孔度为 25% ~ 28%;步骤 B 中球磨条件为在玛瑙罐中进行球磨 36h ~ 48h,烘干条件是 120℃ ~ 180℃烘 12h ~ 24h,压制成块的条件是用单位压力为 0.4 ~ 0.8T/cm²的压力,将粉料压制成厚度不超过 12mm 的块状;步骤 C 中保温条件为 1750 ± 10℃保温 2min;步骤 E 中离子刻蚀深度 5 μm ~ 9 μm,所覆金属膜为钨铌铝薄膜,膜层厚度为 0.2 μm ~ 0.6 μm。
8. 如权利要求 6 所述的制备方法,其特征在于:步骤 A 中阴极基底的制备是用钨粉先压制成 30% ~ 32%孔度的毛坯,再在氢气气氛中高温烧结,得到 22% ~ 30%孔度的基底,烧结温度 1975 ± 25℃,烧结时间 50 ± 10min;步骤 B 中球磨条件为在玛瑙罐中进行球磨

36h ~ 48h, 烘干条件是 120°C ~ 180°C 烘 12h ~ 24h, 压制成块的条件是用单位压力为 0.4 ~ 0.8T/cm² 的压力, 将粉料压制成厚度不超过 12mm 的块状; 步骤 C 中保温条件为 1750 ± 10°C 保温 2min; 步骤 E 中离子刻蚀深度 5 μm ~ 9 μm, 所覆金属膜为钨铌铝薄膜, 膜层厚度为 0.2 μm ~ 0.6 μm。

一种阴极盐及其制备方法、含有该阴极盐的钡钨阴极及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及微波器件技术领域,具体涉及一种阴极盐及其制备方法、含有该阴极盐的钡钨阴极及其制备方法。

背景技术

[0002] 在某些微波管中,由于其工作原理,在管子工作过程中,会产生一些离子等回轰阴极。在这样的 work 环境下,阴极发射表面需要经得起轰击,才能保障微波管的性能。现有的钡钨阴极在管子的使用过程中,发射表面遭到离子轰击后,出现了发射电流下降的现象,管子的功率、通过率、寿命等技术指标达不到要求,出现这种现象,主要是阴极不耐离子轰击,在遭到离子轰击后,阴极表面原先的正常发射状态被破坏,发射物质单质钡不能及时的迁移补充至发射表面。

发明内容

[0003] 为了克服上述现有技术的不足,本发明提供一种阴极盐及其制备方法、含有该阴极盐的钡钨阴极及其制备方法,使用该阴极盐制备的钡钨阴极能耐离子轰击,微波管使用寿命长,各项技术指标均能达到设计要求。

[0004] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:

[0005] 一种阴极盐,其原料组分物质的量比为: BaCO_3 4 ~ 5, CaCO_3 0.4 ~ 0.7, Al_2O_3 1;优选其原料组分物质的量比为: BaCO_3 4.5, CaCO_3 0.55, Al_2O_3 1;三种材料的纯度等级均为分析纯或分析纯以上。

[0006] 一种制备该阴极盐的方法,包括以下步骤:

[0007] 1)、按配方量称取 BaCO_3 、 CaCO_3 、 Al_2O_3 ,然后进行球磨,将原材料充分混合均匀;

[0008] 2)、烘干;

[0009] 3)、压制成块;

[0010] 4)、将压制后的块状粉料于氢气气氛中进行烧结,烧结温度 $1300^\circ\text{C} \sim 1400^\circ\text{C}$,保温 $1\text{h} \sim 2\text{h}$ 。

[0011] 一种阴极,所述阴极含有如上制备方法制备的阴极盐。

[0012] 一种阴极的制备方法,包括以下步骤:

[0013] A、阴极基底的制备:用钨粉直接压制成 $22\% \sim 30\%$ 孔度的基底,优选 $25\% \sim 28\%$,或者先压制成孔度 $30\% \sim 32\%$ 的毛坯,再在氢气气氛中高温烧结,烧结温度 $1975 \pm 25^\circ\text{C}$,烧结时间 $50 \pm 10\text{min}$,得到 $25\% \sim 28\%$ 孔度的基底;所述钨粉的粒径为 $3 \sim 5 \mu\text{m}$;

[0014] B、阴极盐的制备:按配方量称取 BaCO_3 、 CaCO_3 、 Al_2O_3 ,然后进行球磨充分混合均匀;

[0015] 烘干;

[0016] 压制成块;

[0017] 将压制后的块状粉料于氢气气氛中进行烧结,1300℃~1400℃保温 1h~2h;

[0018] C、阴极盐的浸渍:在氢气气氛中,将基底放入制备好的阴极盐中,1650℃~1850℃保温 1~3min;优选 1750±10℃保温 2~4min;

[0019] D、阴极车加工:将阴极外表面残余的阴极盐去除干净,并按需要将阴极车加工至所需尺寸;

[0020] E、阴极发射表面离子刻蚀与覆膜:先将阴极表面进行离子刻蚀,刻蚀深度 5 μm~9 μm,紧接着进行表面覆金属薄膜,所述金属薄膜为钇铟铝薄膜,钇铟铝质量比例为 49.5:49.5:1,膜层厚度为 0.2 μm~0.6 μm。

[0021] 本发明经过大量试验,通过调整阴极盐中 BaO、CaO 和 Al₂O₃ 的合理配比,在增加 BaO 含量的同时,调整 CaO 的含量,同时通过综合调整阴极基底的孔度,再加上对阴极表面的进行合金贵金属覆膜,从而很好的控制阴极盐的蒸发,使得使用该阴极盐制备的钨钨阴极耐离子轰击性能大大增加,能抵御微波管工作过程中产生的离子轰击,在遭到离子轰击后,发射物质单质钡能迅速地迁移补充至发射表面,保障阴极的发射电流,并且由于阴极中丰富的钡含量,能够保障阴极的寿命,从而能够保障管子的性能。

具体实施方式

[0022] 实施例 1

[0023] 一种阴极盐,其原料组分物质的量比为:BaCO₃4, CaCO₃0.4, Al₂O₃1。

[0024] 一种制备该阴极盐的方法,包括以下步骤:

[0025] 1)、按配方量分别称取分析纯 BaCO₃78.9g、CaCO₃4g、Al₂O₃10.2g,将三种材料放入玛瑙罐中,并取 5 个直径 15mm 和 4 个 25mm 的玛瑙球,取纯水 0.1L,一同放入玛瑙罐中进行球磨 36h,充分混合均匀;

[0026] 2)、将球磨后混合均匀的粉料从玛瑙罐中取出,于烘箱内 120℃烘 24h,将粉料烘干;

[0027] 3)、用单位压力为 0.4T/cm²的压力,将粉料压制厚度 12mm 的块状;

[0028] 4)、将压制后的块状粉料于干燥的氢气气氛中进行烧结,烧结温度 1300℃保温 2h。制备阴极,包括以下步骤:

[0029] A、阴极基底的制备:用钨粉直接压制成 25%孔度的基底;

[0030] B、阴极盐的浸渍:在氢气气氛中,将制备好的基底放入制备好的阴极盐中,加热到 1650℃保温 1min;

[0031] C、阴极车加工:将阴极外表面残余的阴极盐去除干净,将阴极车加工至所需尺寸,阴极发射端面车削量 0.3mm。

[0032] D、阴极发射表面离子刻蚀与覆膜:先将阴极表面进行离子刻蚀 7 μm,然后进行表面覆上钇铟铝薄膜,膜层厚度 0.3 μm。

[0033] 实施例 2

[0034] 一种阴极盐,其原料组分物质的量比为:BaO4.5, CaO0.55, Al₂O₃1。

[0035] 一种制备该阴极盐的方法,包括以下步骤:

[0036] 1)、按配方量分别称取分析纯 BaCO₃88.8g、CaCO₃5.5g、Al₂O₃10.2g,将三种材料放入玛瑙罐中,并取 5 个直径 15mm 和 4 个 25mm 的玛瑙球,取纯水 0.125L,进行球磨 42h,充分

混合均匀 ;2)、将球磨后混合均匀的粉料从玛瑙罐中取出,于烘箱内 150℃烘 18h,将粉料烘干 ;

[0037] 3)、用单位压力为 0.6T/cm² 的压力,将粉料压制成厚度 11mm 的块状 ;

[0038] 4)、将压制后的块状粉料于干燥的氢气气氛中进行烧结,烧结温度 1350℃保温 1.5h。制备阴极,包括以下步骤 :

[0039] A、阴极基底的制备 :用钨粉直接压制成 28% 的基底 ;

[0040] B、阴极盐的浸渍 :在氢气气氛中,将制备好的基底放入制备好的阴极盐中,加热到 1750℃保温 2min ;

[0041] C、阴极车加工 :将阴极外表面残余的阴极盐去除干净,将阴极车加工至所需尺寸,阴极发射端面车削量 0.35mm。

[0042] D、阴极发射表面离子刻蚀与覆膜 :先将阴极表面进行离子刻蚀 7 μ m,再进行表面覆上钨铌铝薄膜,膜层厚度 0.5 μ m。

[0043] 实施例 3

[0044] 一种阴极盐,其原料组分物质的量比为 :BaCO₃5, CaCO₃0.7, Al₂O₃1。

[0045] 一种制备该阴极盐的方法,包括以下步骤 :

[0046] 1)、按配方量分别称取分析纯 BaCO₃98.7g、CaCO₃7g、Al₂O₃10.2g,将三种材料放入玛瑙罐中,并取 5 个直径 15mm 和 4 个 25mm 的玛瑙球,取纯水 0.16L,进行球磨 48h,充分混合均匀 ;

[0047] 2)、将球磨后混合均匀的粉料从玛瑙罐中取出,于烘箱内 180℃烘 12h,将粉料烘干 ;

[0048] 3)、用单位压力为 0.8T/cm² 的压力,将粉料压制成厚度 10mm 的块状 ;

[0049] 4)、将压制后的块状粉料于干燥的氢气气氛中进行烧结,烧结温度 1400℃保温 1h。

[0050] 制备耐离子轰击阴极,包括以下步骤 :

[0051] A、阴极基底的制备 :用钨粉先压制成 30% 孔度的毛坯,再经过氢气高温烧结,烧结温度 1975℃,烧结时间 50min,得到 26% 孔度的基底。

[0052] B、阴极盐的浸渍 :在氢气气氛中,将制备好的基底放入制备好的阴极盐中,加热到 1850℃保温 1min ;

[0053] C、阴极车加工 :将阴极外表面残余的阴极盐去除干净,将阴极车加工至所需尺寸,阴极发射端面车削量 0.3mm。

[0054] D、阴极发射表面离子刻蚀与覆膜 :先将阴极表面进行离子刻蚀 7 μ m,再在表面覆上钨铌铝薄膜,膜层厚度 0.6 μ m。

[0055] 实施例 4

[0056] 一种阴极盐,其原料组分物质的量比为 :Ba04.5, Ca00.55, Al₂O₃1。

[0057] 一种制备该阴极盐的方法,包括以下步骤 :

[0058] 1)、按配方量分别称取分析纯 BaCO₃88.8g、CaCO₃5.5g、Al₂O₃10.2g,将三种材料放入玛瑙罐中,并取 5 个直径 15mm 和 4 个 25mm 的玛瑙球,取纯水 0.125L,进行球磨 42h,充分混合均匀 ;

[0059] 2)、将球磨后混合均匀的粉料从玛瑙罐中取出,于烘箱内 150℃烘 18h,将粉料烘

干；

[0060] 3)、用单位压力为 0.6T/cm^2 的压力，将粉料压制成厚度 11mm 的块状；

[0061] 4)、将压制后的块状粉料于干燥的氢气气氛中进行烧结，烧结温度 1350°C 保温 1.5h 。

[0062] 制备钡钨阴极，包括以下步骤：

[0063] A、阴极基底的制备：用钨粉直接压制成 26% 孔度的基底；

[0064] B、阴极盐的浸渍：在氢气气氛中，将制备好的基底放入制备好的阴极盐中，加热到 1750°C 保温 2min ；

[0065] C、阴极车加工：将阴极外表面残余的阴极盐去除干净，将阴极车加工至所需尺寸，阴极发射端面车削量 0.3mm 。

[0066] D、阴极发射表面离子刻蚀与覆膜：先将阴极表面进行离子刻蚀 $8\mu\text{m}$ ，再进行表面覆上铍铝薄膜，膜层厚度 $0.5\mu\text{m}$ 。

[0067] 表 1 为实施例 1 ~ 4 制备的阴极性能数据，条件为在同样的状态下阴极表面遭受离子轰击所导致的阴极性能的变化情况。

[0068] 表 1

[0069]

实施例	工作 500h 后发射电流下降程度	工作 1000h 后发射电流下降程度
1	5%	13%
2	2%	5%
3	5%	14%
4	4%	9%