

Исследование нового антиэмиссионного материала

И.П. Мельникова, А.В. Лясникова, О.А. Дударева
410054 Россия, Саратов, Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю. А., ул. Политехническая, 77
e-mail: kafbma2011@yandex.ru, melnikova_ip@mail.ru

Вновь разработанный антиэмиссионный сплав ВЦУН10-1 обладает лучшей способностью сохранять технологические характеристики при отжиге в вакууме $6,65 \cdot 10^{-3}$ Па, чем гафний и сплав ЦН-25, и не требует специальной защиты поверхности заготовок при отжиге. Прочность ВЦУН10-1 при комнатной температуре, при этом, в 1,5 раза выше. В результате проведенных исследований показано, что при температуре работающей сетки 800, 1000, 1100 °С у сплава ВЦУН10-1 предел прочности в 2,5 – 4 раз выше, чем у сплава ЦН-25 и гафния. ВЦУН10-1 обеспечивает повышенную не менее чем в 2 раза долговечность электронных пушек, при использовании в качестве электродов катодно-сеточного узла, по сравнению с узлами с сетками из гафния.

Investigation of a new anti-emission material. I.P. Melnikova, A.V. Lyasnikova, O.A. Dudareva. The newly developed anti-emission VCUN 10-1 alloy can better maintain technological characteristics during annealing in vacuum 6.65×10^{-3} Pa than hafnium and alloy CN-25 and does not require special protection of the blank surface during annealing. The strength of VCUN10-1 at room temperature is 1.5 times higher. It is shown that at a working temperature of 800, 1000, 1100 °C for the VCUN10-1 alloy the tensile strength is 2.5 to 4 times higher than that of the alloy CN-25 and hafnium. VCUN10-1 provides increased durability of electron guns by at least 2 times when cathode-grid node are used as electrodes compared to nodes with hafnium grids.

1. Введение

В данной работе рассматриваются антиэмиссионные материалы, механизм подавления эмиссии которых связан с разложением материала на их поверхности с низкой работой выхода, поступающих на электроды при испарении с катода. Путем отрыва кислорода от Ва-О который диффундирует в поверхностный слой и быстрого испарения Ва происходит очистка поверхности электродов [1-4]. В настоящее время сетки катодно-сеточных узлов изготавливают из материалов (в основном, из Hf и Mo с покрытием из Zr, Ti и пр.) с температурой рекристаллизации, близкой к температуре работающей сетки ~ 900 °С_{ярк.} При этом иногда происходит их локальный перегрев, вплоть до полного выгорания. Поэтому применение антиэмиссионного материала в катодно-сеточных узлах, обладающего более высокой температурой рекристаллизации и более высокой формоустойчивостью, является актуальной и значимой проблемой.

Работа по изготовлению сплава выполнялась совместно с предприятием ГИРЕДМЕТ с учетом требований к электродам катодно-сеточных узлов электровакуумных приборов.

Разработан сплав на основе ванадия, легированный ниобием (10 %), цирконием (~1 %) и углеродом (~1 %) – ВЦУН10-1. Ванадий близок по своим свойствам к материалам, обладающим высокими антиэмиссионными свойствами, такими как гафний, титан или цирконий [3]. Приведены сравнительные исследования свойств сплава со свойствами широко используемого гафния и сплава на основе циркония ЦН-25.

2. Материалы и методика исследований

Отжиг производили в электропечи сопротивления вакуумной СНВЭ-16/13. При отжиге заготовок в этих печах для улучшения вакуума $6,65 \cdot 10^{-3}$ Па создавали микрозону для заготовок путем их плотной укладки, защиты молибденовыми прокладками с двух сторон и упаковки полученной стопки в обезгаженную танталовую фольгу толщиной 0,02 мм. Фольга обеспечивает локальное улучшение вакуума. Испытания на растяжение проводили на установке

ИР5082-100, высокотемпературные испытания на растяжение в вакууме – на испытательной машине ПВ-312М. Рентгенофазовый анализ выполняли на установке ДРОН-4 в $\text{CuK}\alpha$ -излучении.

3. Результаты исследований и их обсуждение

Детали и заготовки для сеток катодно-сеточных узлов изготавливают при комнатной температуре из отожженных в вакууме $6,65 \cdot 10^{-3} - 1,33 \cdot 10^{-4}$ Па заготовок, в то время как рабочая температура изделий из этих материалов составляет около $900 \text{ }^\circ\text{C}_{\text{ярк}}$ в более высоком вакууме (не ниже $4 \cdot 10^{-5}$ Па). В связи с этим большое значение имеют структура и прочность заготовок материалов в условиях комнатных температур и готовых изделий при повышенных температурах.

Гафний и сплав ЦН-25, как видно из таблицы 1, при растворении остаточных газов печей, изменяют свой фазовый состав.

Таблица 1. Рентгеноструктурный анализ влияния вакуума при отжиге заготовок на фазовый состав гафния и сплавов ЦН-25 и ВЦУН10-1 и их прочность.

Марка материала	Толщина образцов, $h \cdot 10^3$, м	Режим отжига	Фазовый состав после отжига в вакууме $6,65 \cdot 10^{-3}$ Па	$\sigma_v \cdot 10^{-1}$, МПа	Фазовый состав после отжига в вакууме $1,33 \cdot 10^{-4}$ Па	$\sigma_v \cdot 10^{-1}$, МПа
ГФИ-1	0,3	$950 \text{ }^\circ\text{C}$ 30 min	Hf, HfO ₂ , HfC	56,8	Hf, HfC	51,1
ЦН-25	0,3	$750 \text{ }^\circ\text{C}$ 30 min	Zr, твердый раствор на основе Nb, ZrO ₂ , ZrC	66,5	Zr, твердый раствор на основе Nb, ZrC	62,1
ВЦУН10-1	0,3	$1250 \text{ }^\circ\text{C}$ 30 min	твердый раствор на основе V, VC, ZrC(O)	63,3	твердый раствор на основе V, VC, ZrC(O)	62,2
	0,1		твердый раствор на основе V, VC, ZrC(O)	62,2	твердый раствор на основе V, VC, ZrC(O)	61,5

В результате рентгеноструктурного анализа установлено, что в образцах из гафния и сплава ЦН-25 после отжига, в используемом в производстве для отжига заготовок вакууме $6,65 \cdot 10^{-3}$ Па, образуется карбид и оксид соответствующего металла, гафния или циркония. При этом в результате визуального анализа обнаружено наличие на поверхности гафния плотной пленки темно-серого цвета и незначительное окисление образцов из сплава ЦН-25. В аналогичных образцах из сплава ВЦУН10-1 наличие окислов визуально и рентгеноструктурным методом не было обнаружено (табл. 1). Структура образцов из сплава ВЦУН10-1 при отжиге в исследуемом вакууме не изменяется.

Заготовки деталей и сборочные единицы из гафния и сплава циркония требуют более тщательной защиты от остаточных газов вакуумных печей, чем из сплава ВЦУН10-1 в процессе выполнения отжига.

ВЦУН10-1 относится к высокопрочным, гетерофазным материалам с карбидным упрочнением и обладает высокой прочностью, порядка 60 кг/мм^2 , при хорошей пластичности, порядка 15 %. Сплав на основе ванадия позволяет изготавливать детали с малыми радиусами кривизны методами глубокой вытяжки с мелкозернистой структурой в месте изгиба и высоким процентом выхода годного. Сплав ВЦУН10-1 имеет температуру рекристаллизации $1250 \text{ }^\circ\text{C}$

При повышенных температурах, в интервале $800 - 1100 \text{ }^\circ\text{C}$ и вакууме $1,33 \cdot 10^4$ Па, прочностные характеристики сплава ВЦУН10-1 в 2,5 – 4 раза выше, чем у гафния и сплава ЦН-25 (таблица 2).

Таблица 2. Механические свойства листовых образцов сплавов ВЦУН10-1, ЦН-25 и гафния ГФИ-1 толщиной 0,3 мм при комнатной температуре (20 °С) и температуре работающей сетки (800-1100 °С).

Материал	Режим термообработки	Температура испытаний, °С			
		20	800	1000	1100
		$\sigma_B \cdot 10^{-1}$, МПа	$\sigma_B \cdot 10^{-1}$, МПа	$\sigma_B \cdot 10^{-1}$, МПа	$\sigma_B \cdot 10^{-1}$, МПа
ГФИ-1	950 °С, 30 мин	45,9	6,5	5,5	3,2
ЦН-25	750 °С, 30 мин	62,0	–	8,3	–
ВЦУН10-1	1250 °С, 30 мин	68,0	–	20,6	11,5

Испытания, выполненные в макетах катодно-сеточных узлов с технологическим анодом, показали (рис. 1), что долговечность узлов при использовании в качестве сеток сплава ВЦУН10-1 повышается не менее чем в 2 раза по сравнению с узлами с сетками из гафния. Критерием долговечности является ток утечки $i_{ут}$ между катодом и управляющей сеткой, который не должен превышать 0,1 мА.

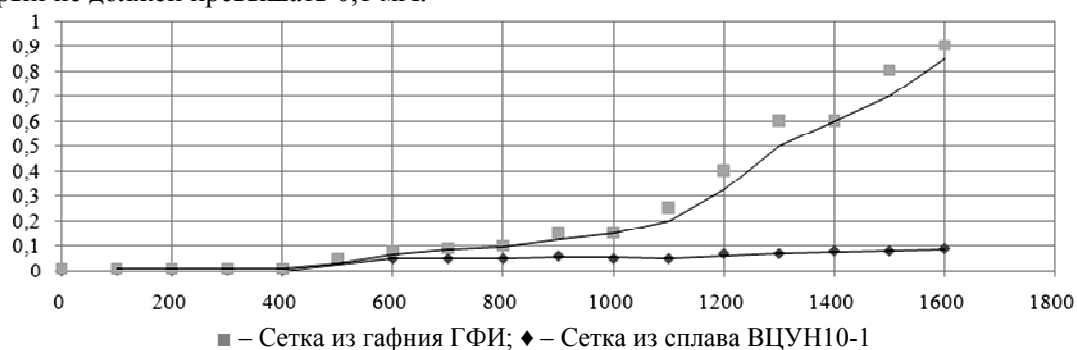


Рис. 1. Изменение тока утечки макетов электронной пушки с сетками из разных антиэмиссионных материалов при испытаниях на долговечность при температуре катода 1070 °С_{ярк}. Толщина теневой сетки – 0,1 мм, управляющей – 0,15 мм.

4. Заключение

Показано, что при комнатной температуре предел прочности сплавов ВЦУН10-1 и ЦН-25 в 1,5 раза выше, чем у гафния. А при температурах, соответствующих температурам работающей сетки, у сплава ВЦУН10-1 он в 2,5 – 4 раза выше, чем у сплава ЦН-25 и гафния.

Применение сплава ВЦУН10-1, вместо гафния, привело к значительному, не менее чем в 2 раза, повышению долговечности электронной пушки.

Часть исследований выполнена при поддержке Гранта Президента РФ МД-1403.2017.8.

Литература

1. Дюбуа Б.Ч. Катоды для мощных многолучевых вакуумных приборов СВЧ / Б.Ч.Дюбуа, О.К. Култашев, О.В. Поливникова // Электронная техника. Сер. 1, СВЧ-техника, 2008. - № 4(497) – С. 3-22.
2. Дюбуа Б.Ч. Применение циркония как антиэмиссионного материала // Вопросы радиоэлектроники. Сер.1. Электроника, 1960. – № 12. – С. 61.
3. К вопросу о подавлении термоэлектронной эмиссии с сеток электровакуумных приборов / Ж.Н. Бабанов, В.И. Козлов, А.А. Андреев // Электронная техника. Сер.6. Материалы, 1980. – №. 8(320). – С. 14-17.
4. Катодно-сеточные узлы/ А.С. Белов, Ж.Н. Сахаджи, Ж.Н. Бабанов, И.А. Попов// Вестник Саратовского государственного технического университета, 2010, том 4, № 1(48). – С. 161-165.