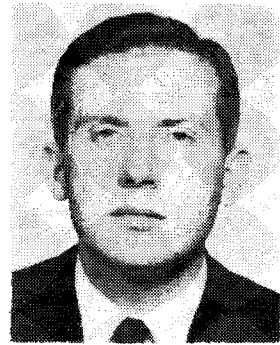


Korszerű, pirografittal bevont rácsú adócsövek gyártástechnológiája

CSERHALMI TIBOR

Egyesült Izzó



ÖSSZEFOGLALÁS

Korszerű, nagy teljesítményű adó- és generátorecsövek egyik legjobban igénybe vett, a cső működése szempontjából legkritikusabb alkatrésze a rács. Minél nagyobb frekvenciákra készül egy adócső, annál kisebbeknek kell lenniük a távolságoknak a rács és az elektródák között. Nő a rács hőterhelése. A rács hőterhelése körülbelül arányosan növekszik a cső teljesítményével is. Ezért a rács anyagának egyrészt jó hővezető-képességűnek, másrészt nagy sugárzási együtthatójának kell lennie. A megnövekedett hőmérsékleten is kevés primer és szekunder elektront szabad csak emittálniuk. A fémrácsokat a felület lesugárzási és primer-, valamint szekunderemissziós tulajdonságainak javítására pirografitréteggel vontuk be. Vizsgáltuk a pirolízis körülményeinek, különböző közbenső rétegek alkalmazásának hatását a kialakult bevonat szerkezetére, mechanikai, fizikai és elektrofizikai tulajdonságaira. Kísérleti eredményeink alapján kidolgoztunk egy gyártástechnológiát, melynek alapján kiválóan alacsony rácesmissziójú esővel tudunk előállítani. (Δ)

I. Bevezetés

Korszerű, nagy teljesítményű adó- és generátorecsövek egyik legjobban igénybe vett, a cső működése szempontjából legkritikusabb alkatrésze a rács. Minél nagyobb frekvenciákra készül egy cső, annál kisebbeknek kell lenniük a távolságoknak a rács és az elektródák között. Nő a rács hőterhelése. A rács hőterhelése körülbelül arányosan növekszik a cső teljesítményével is. Ezért a rács anyagának egyrészt jó hővezető-képességűnek, másrészt nagy sugárzási együtthatójának kell lennie. A megnövekedett hőmérsékleten is kevés primer és szekunder elektront szabad csak emittálniuk. A fémrácsokat – melyek legtöbbszörre molibdén huzalból készülnek, mi a kísérleteknél mindig ezt használtuk – a felület lesugárzási és primer-, valamint szekunderemissziós tulajdonságainak javítására különböző bevonatokkal látják el. Bevonatként nagy kilépési munkájú arany-, platina vagy cirkonbevonatot, különböző fémkarbidokat használnak. A legújabb kutatások eredményeként jó eredménnyel alkalmaznak grafit rácsbevonatot (1).

A grafit minden szempontból ideális anyag. Kilépési munkája nagy, szekunderemissziója kb. fele a fémekének, sugárzási együtthatója kb. kétszerese a fémekre jellemző értéknek. Szublimációs hőmérséklete kb. 3600 K^o, gőznyomása 2000 K^o körül kb. 2·10⁻⁵ Pa az egyik legkisebb a vákuumtechnikában használt anyagok hasonló adatai között. Kémiai és mechanikai stabilitása szintén kiváló ezen a hőmérsékleteken is. Elektromos és termikus vezetési tulajdonságai 2000 K^o környékén a fémekéhez hasonlóak és a hőmérséklettel csak kis mértékben változnak a hőtágulási együtthatóval együtt.

Még jobb adatokat kapunk akkor, ha nem a polikristályos grafit (elektrografit), hanem a grafit egy-

CSERHALMI
TIBOR

1963-ban szerzett vegyészmérnöki diplomát a Veszprémi Vegyipari Egyetemen. Az Egyesült Izzóban laborvezetői beosztásban műszaki fejlesztési tevékenységet folytat. Kutatási szakterületei közé tartoznak a vákuumelektronikai termékek, elsősorban elektron-

sugárcső gyártástechnológiák. Aktív tevékenységet folytat mind a fémkiállítás, mind a lumineszkáló bevonatok előállítására terén. Jelenlegi pozíciójában a vákuumelektronikai termékekhez használt üveg, fém és kerámia szerkezeti elemek fejlesztési problémáinak megoldásával foglalkozik.

kristály megfelelő adatait vesszük figyelembe. Ennek oka a grafit jellegzetes kristályszerkezete, és az ebből következő erős anizotrópia. Például a kilépési munka a hatszöges rácscsúcsokra merőlegesen nagyobb, mint velük párhuzamos irányban. Ugyanakkor az elektromos és hővezető-képesség több nagyságrenddel nagyobb a rácscsúcsok mentén, mint azokra merőlegesen.

Az ideális rácsbevonat tehát olyan grafitréteg, amely szerkezetére nézve egykristály, és hatszöges rácscsúcsjai a rács felületével párhuzamosak (2).

Felmerül az a kérdés: hogyan lehet olyan grafitréteget előállítani, amely legalábbis megközelíti az említett szerkezetet. A megfelelő módszer a pirolízis, amely az úgynevezett CVD (Chemical Vapour Deposition: gőzfázisból való kémiai lecsapódás) reakciók egy speciális fajtája. A CVD olyan kémiai reakciók gyűjtőneve, amely gőzfázisú reagensek között játszódik le és az egyik termék egyensúlyi állapota a szilárd fázis a reakció hőmérsékletén. Ez a végtermék kicsapódik a reakcióterület szilárd felületeire és ott bevonatot képez. Pirolízis esetén egyetlen reagensünk van, a reakció pedig ennek termikus bomlása. Pirolitikus szénréteg előállításához a kiinduló anyag valamely kis molekulású szénhidrogén pl. benzol. A bevonandó tárgyat magas hőmérsékletű vákuumterbe tesszük, majd bevezetjük a gőzfázisú szénhidrogént és a pirolízis során a tárgyon szénréteg képződik (3).

A keletkezett réteg kristályszerkezete és egyéb tulajdonságai erősen függenek a reakció paramétereitől, elsősorban a hőmérséklettől és pirolizált gáz nyomásától. Irodalmi adatok szerint kb. 10⁻¹⁰ Pa nyomásnál és 1000–2000 K^o közötti hőmérsékleten olyan grafit szerkezetű réteg képződik, amely közel egykristály, síkjai közel párhuzamosak a lecsapódási felülettel.

A pirolízisnél alkalmazott módszerünk az ún. „forró fal” eljárás volt. Ennek lényege, hogy a reakció-

Beérkezett: 1983. X. 28.

tér falát kívülről fűtjük, így az egész reakciótérben egyenletes hőmérséklet van. A megfelelő vákuum alatt álló, a pirolízis hőmérsékletére felfűtött reakciótérbe bevezetjük a pirolizálandó gázt, amely esetünkben benzolgőz. A kívánt ideig tartó pirolízis után a maradék gázokat elszívjuk, majd a reakciótérrel lehűtjük.

A pirolízishez használt berendezés egy REMIX által készített krakkoló kemence volt. Ennek legfontosabb része egy kb. 1,5 m hosszú vákuumzáró kerámicső, amely középen kb. 2/3 hosszúságban fűtőtesttel és hőszigeteléssel van körülvéve, ez a reakciótér.

A cső két végét hőálló üveglap zárja el, mellettük egy-egy cső vezet a szivattyúhoz, illetve a benzolgőz bevezetéséhez. A vákuumot BP6 típusú forgószivattyú biztosítja. A berendezés csaprendszere olyan, hogy a reakciótér mindkét végén külön-külön és együttesen is szívható.

A benzolt tartalmazó tartály kapillárison keresztül csatlakoztatható a reakciótérhez, a benzolgőz mindkét végén bevezethető, így a benzolgőz áramlási iránya változtatható. A hőmérséklet fokozatkapcsolóval szabályozható, egy adott érték kb. ± 10 °C pontossággal tartható. A hőmérséklet az üveglapon keresztül pirométerrel mérhető. A benzolgőz nyomását a reakciótérben különböző átmérőjű kapillárisok alkalmazásával lehetett beállítani.

2. Pirolízis anyaga

Pirolizáló berendezésünk rendszerének megfelelően krakkolásra olyan szénhidrogén-féleségek jöhetnek számításba, melyeknek gőzteniója elég magas ahhoz, hogy a gőz bomlásából származó és az alaphuzalra lerakódó szénréteg egy elfogadható technológiai időn belül megfelelő vastagságot és szerkezetet érjen el. A szénkiválás sebességét alulról meghatározza az a tény, hogy a szén könnyen bediffundál az alapfémbe. Ha a kiválás sebessége összevethető a diffúzió sebességével nem alakul ki bevonat a felületen, mert az összes anyag bediffundál az alapfémbe. A kiválás sebességét felülről korlátozza az a tény, hogy az egyszerre nagy tömegben kiváló szén egy laza szerkezetű bevonatot eredményez.

A fentiek figyelembevételével benzol, n heptán, alacsony forráspontú tiszta benzinpárlatok — extra-

háló benzin, petroléter — toluol, izooktán, metilciklohexán, esetleg ezek keveréke jöhet számításba.

Bármilyen szénhidrogénből indulunk ki a kiválás oka, hogy a bomlás során a gőzfázisban szénre nézve egy túltelített rendszer jön létre. A bevonat képződése alapvetően négy egymást követő folyamat lefolyásából áll (4).

1. Gyökös láncreakció, melynek során a kiindulási szénhidrogén gyökökre disszociál majd nagy molekulájú polivegyületekké kapcsolódik össze.
2. További hidrogénleszakadással kialakulnak a kristálymagcsírák, melyek már fizikai felülettel rendelkeznek és nagy a páratlan elektronkoncentrációjuk (szabad vegyérték).
3. A kristálycsírák növekedése a gőzfázisból nagy molekulák vagy molekularészek bekapcsolódásával egész addig, amíg annak felületén nem csökken jelentősen a szabad vegyérték koncentrációja.
4. Az agglomerátumoknak a lerakódása az alapfelületén és továbbnövekedésük.

A végső szerkezet kialakulása szempontjából mind-egyik lépcsőnek fontos szerepe van.

Kísérleteinket benzol hőbontásával végeztük. A benzol felhevítése során szénben egyre dúsuló vegyületekké alakul át, majd 750 °C felett teljes egészében szénre és hidrogénre bomlik szét. A reakció mechanizmusa a következő:

A kályha 750 °C alatti hőmérsékletű részén elsősorban a viszonylag stabil difenil keletkezik. Ez a kályha hideg részein halványsárga monoklin kristályok formájában rakódik le. A magasabb hőmérsékleten keletkező trifenil, trifenilbenzol, difenilbifenil képezik további dehidrogéneződéssel azokat a kristálymagcsírákat, amelyek növekedéséből a végső szerkezet kialakul.

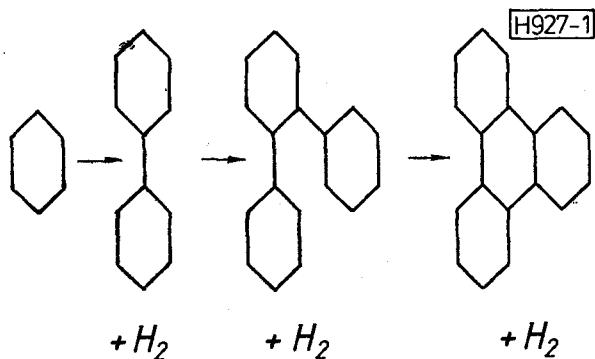
3. Pirolízis hőfokának hatása

Állandó gőznyomás — 333 Pa — és adott idő — 90 perc — mellett vizsgáltuk a kialakult réteg vastagságát, szerkezetét, felületi és fajlagos ellenállását, tapadását, a huzal törékenységet a hőmérséklet függvényében.

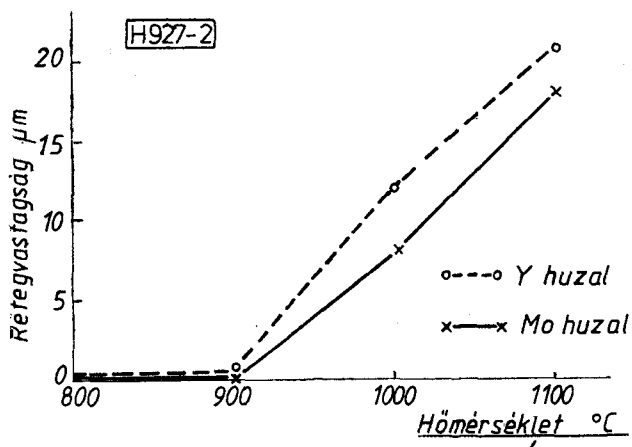
3.1. A pirolízis hőfokának hatása a kialakult rétegvastagságra

800—1100 °C között vizsgáltuk a kialakult rétegvastagságot a hőmérséklet függvényében (2. ábra). Az ábrából megállapítható, hogy 900 °C-ig a grafit kiválás nagyon lassú, csak egy igen vékony bevonat keletkezik. 900 °C felett meggyorsul a bevonatképződés és lineárisan növekszik a hőmérsékletnövekedéssel.

Ha megvizsgáljuk a szénkitermelés százalékát vagyis azt, hogy a kivált szén mennyisége az össz elpárolgott anyagban jelen levő szénhez képest mennyi, azt találjuk a fentiekhez hasonlóan (1. táblázat), hogy 800 °C hőmérsékleten a leválás mértéke viszonylag kicsi, magasabb hőmérsékleten azonban gyorsan növekszik és 1100 °C-on 95%-ot ér el.



1. ábra. A benzolbomlás reakciómechanizmusa



2. ábra. Rétegvastagság a hőfok függvényében

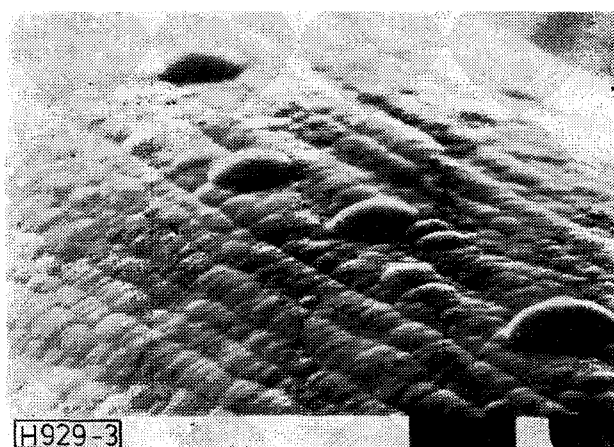
1. táblázat

A szénkiválás százaléka a hőfok függvényében

Pirolízis hőfoka (°C)	Elpárolgott benzol (ml)	Kivált szén (%)
800	7,0	0,3
900	7,4	0,6
1000	7,0	52,0
1100	8,4	95,0

3.2. A pirolízis hőfokának hatása a kialakult réteg szerkezetére

Az elektronmikroszkópos felvételek segítségével vizsgáltuk a kialakult réteg szerkezetét. A felvételekből az állapítható meg, hogy 800–900 °C-on csak egy nagyon vékony grafit bevonat keletkezik a felületen, inkább a felület átkarbidizálódásáról van szó. Az a karbidréteg jól tapad az alapfémhez, de rideg. A huzal deformációjakor erősen összeropedezik. A hőmérséklet növekedésekor egy vastagabb és tömörebb grafitréteg alakul ki a felületen (3–4. ábra). A felvételekből látható, hogy a keletkező kristálymagcsírák nem minden esetben rendelkeznek egyforma akciókörzettel. Ennek eredménye egy-egy kristály átlagtól eltérő növekedése. Az is látható, hogy a kialakult bevonat erősen követi az alapfém — esetünk-



3. ábra. 1000 °C-on kialakult réteg

ben a molibdén huzal — felületi egyenetlenségeit, huzalosságát.

3.3. Pirolízis hőfokának hatása a kialakult bevonat ellenállásának mértékére

A rács működése szempontjából nagyon lényeges, hogy a bevonat kis ellenállású, jó vezetőképességű legyen. A felületi ellenállás méréséhez egy 2,4 mm átmérőjű 25 mm hosszúságú kerámia rudacska használtunk. A bevonat négyzetes és fajlagos ellenállását a

$$R_{\square} = R \cdot \frac{s}{l},$$

illetve

$$\rho = \frac{R \cdot d \cdot s}{l}$$

összefüggésből számoltuk, ahol

R = a test ellenállása,

s = a rúd kerülete,

l = a rúd hosszúsága, amelyen az ellenállást mértük,

d = a rétegvastagság.

A mért, illetve számított értékeket a 2. számú táblázat tartalmazza.

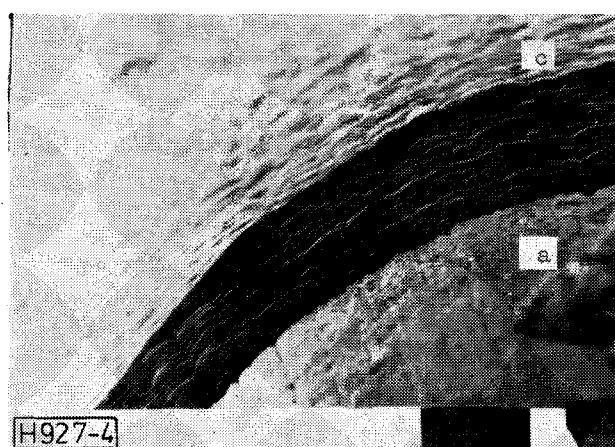
2. táblázat

Ellenállás a hőfok függvényében

Hőfok (°C)	Ellenállás	
	Felületi (Ω)	Fajlagos (Ω·cm)
800	2250	0,045
900	53	0,0026
1000	2,4	0,0018
1100	1,4	0,0010

3.4. A pirolízis hőfokának hatása a kialakult réteg tapadására

A pirolízissel kialakított grafitréteg felhasználhatóságát döntő mértékben meghatározza a rétegtapadása. A tapadás mérésére egy berendezést készítettünk. Működésének lényege, hogy a bevonattal ellá-



4. ábra. 1100 °C-on kialakult réteg

tott rácshuzalt egy változtatható terhelésű ék alatt egyenletes sebességgel elhúzzuk és vizsgáljuk az erő nagyságát, ami ahhoz kell, hogy a réteg megsérüljön, illetve az alaphuzalról leváljon.

3. táblázat
Tapadás
a hőmérséklet függvényében

Pirolízis hőfoka (°C)	Tapadás (g)
800	—
900	130
1000	180
1100	250

A 3. táblázat eredményeiben látható, hogy 800 °C-on levált nagyon vékony réteg tapadásértékét meghatározni nagyon nehéz. A kialakult réteg nem válik le a felületről. A hőfok növekedésével a tapadás nő.

A mért értékek a kísérletek első szakaszában nagyon nagy szórást mutattak. Megállapítottuk, hogy ennek magyarázata a hűlési sebességek különbözősége. Gyors lehűlés esetén a kialakult réteg anizotrópiája miatt a rétegben feszültségek, repedések keletkeznek. Ha gondosan ügyelünk arra, hogy a le-

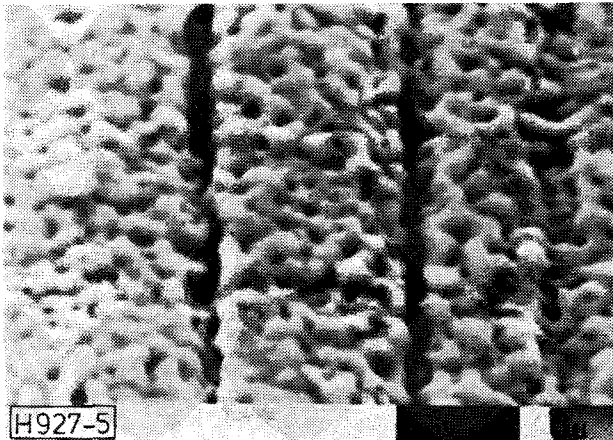
hűlési sebesség a 2 °C/perc sebességet ne lépje túl — különösen a 800—1000 °C közötti tartományban — jól reprodukálható eredményeket kapunk.

4. A pirolízis idejének hatása a kialakult rétegvastagságra

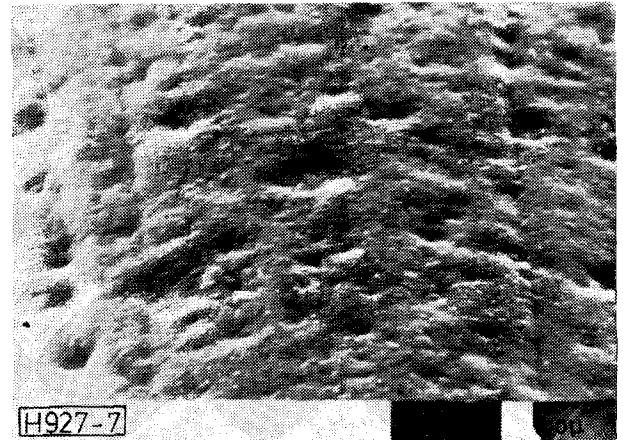
Az alapfémre ráakódó bevonat vastagsága az idő függvényében, mint várható, nő. A kezdetben kialakuló kristálymagcsírák (5. ábra) előbb összefüggő felületté nőnek össze (6. ábra), majd megkezdődik a réteg növekedése.

5. A pirolizált gáz nyomásának hatása a kialakult réteg szerkezetére, vastagságára és ellenállására

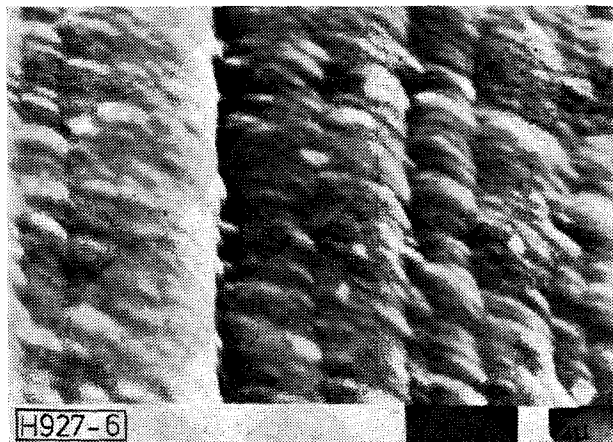
A pirolizáló kemencében kialakult nyomásviszonyokat meghatározza az anyag illékonysága, a felület nagysága amelyen az anyag párolog, a vákuumot biztosító szivattyúk szívósebessége a kapillaris cső hossza és átmérője, amelyen keresztül a gőz a reakcióterbe kerül. A kapillaris átmérőjének változtatásával — az egyéb tényezők változatlanul hagyása mellett — változtattuk a pirolízisre kerülő gáz nyomását. Figyeltük a réteg szerkezetének, a réteg vastagságá-



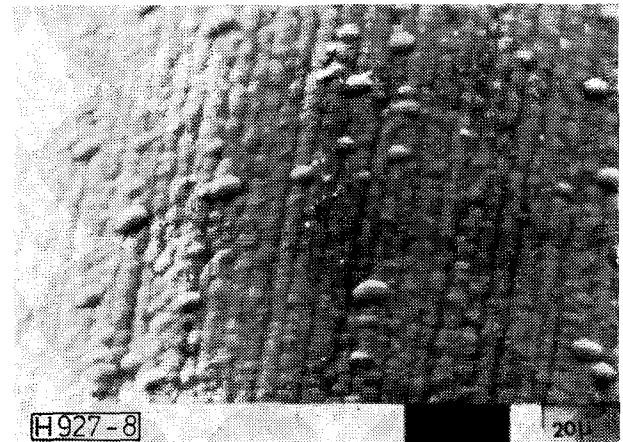
5. ábra. Kristálymagcsírák



7. ábra. Kialakult réteg 133 Pa gőznyomás mellett

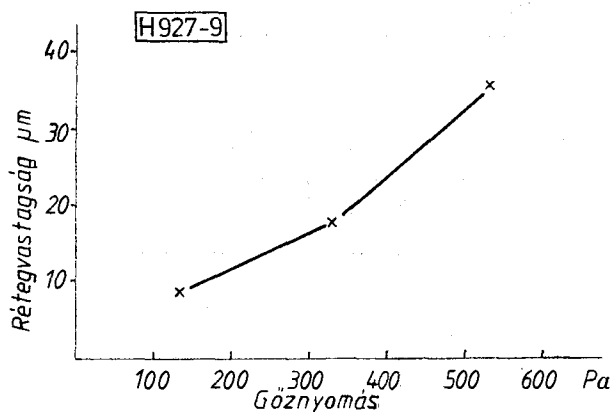


6. ábra. Kristálymagcsírák összenövése 5 perc krakkolás után



8. ábra. Kialakult réteg 533 Pa gőznyomás mellett

nak változását a nyomás függvényében. Az elektronmikroszkópos felvételekből (7–8. ábra) megállapítható, hogy a kialakult réteg alacsony nyomáson simább, magasabb nyomáson durvább felületű. Az azonos idő alatt kivált réteg vastagsága a nyomás növekedésével nő (9. ábra). A nyomás további növekedésének határt szab az erős koromképződés, mely eleinte a kályha hidegebb részein jelentkezik.



9. ábra. Rétegvastagság a nyomás függvényében

4. táblázat

Fajlagos ellenállás a gőznyomás függvényében

Gőznyomás (Pa)	Ellenállás	
	Felületi (Ω)	Fajlagos (Ω·cm)
133	2,8	0,0022
333	1,4	0,0010
533	2,3	0,0079

Ha megvizsgáljuk a felületi és fajlagos ellenállást a nyomás függvényében (4. táblázat) azt tapasztaljuk, hogy alacsony nyomás mellett készült réteg ellenállása nagy, nyilván túl vékony a réteg a jó vezetés kialakításához. Nagy nyomásnál a laza szerkezet rontja a vezetést. Legideálisabbnak, legkisebb ellenállásúnak a 333 Pa nyomás mellett készült rétegek bizonyultak.

6. Sűrűségvizsgálat

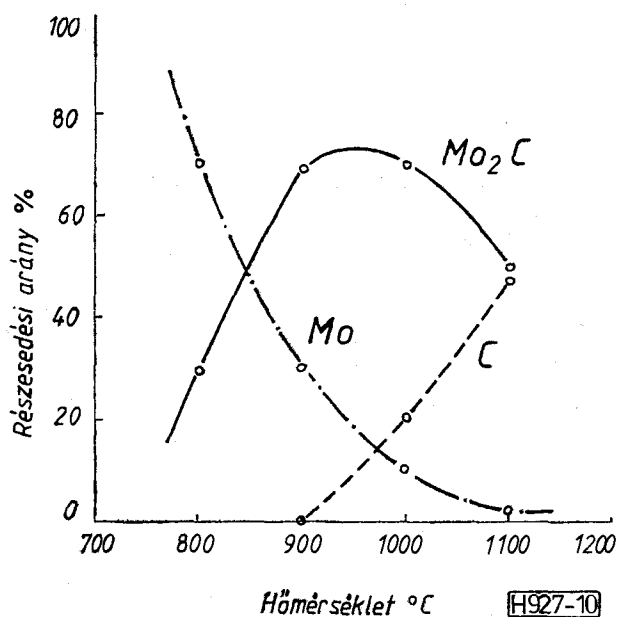
Annak eldöntésére, hogy kísérleteink eredményeként kapott szénbevonat mennyire tekinthető grafit egykristálynak megmértük az alaphuzalról lekapart grafitréteg sűrűségét (5. táblázat). Ha figyelembe

5. táblázat

Bevonatsűrűség a hőfok függvényében

Hőfok (°C)	Bevonatsűrűség (g/cm ³)
800	2,0540
900	2,0587
1000	2,0654
1100	2,0692

vesszük, hogy a grafit egykristály sűrűsége 2,26 g/cm³ az állapíthatjuk meg, hogy bár a hőfok növelésével a bevonat sűrűsége nő — az adott berendezés adta lehetőségen belül — még nem érjük el az ideális egykristály szerkezetet.



10. ábra. A felületi réteg összetétele

7. Röntgenvizsgálat

A kialakult grafitréteg szerkezetének megismerésére, annak eldöntésére, hogy a kialakult bevonat mennyire tekinthető grafitnak röntgenvizsgálatokat is végeztünk. A rácshuzal felületének röntgendiffrakciós vizsgálatai azt mutatják (10. ábra) hogy 900 °C-ig a rácshuzal felületén kiváló szén nem képez bevonatot. A kivált szén reakcióba lép a magfém anyagával teljes egészében molibdén-karbiddá alakulva. E hőmérséklet fölött megjelenik a bevonatban a szén is. Kezdetben nagyon diffúz kristályformában, majd egyre jobban jelentkeznek a grafitfázis.

A nyomás növekedésével a bevonatban — mint arról a bevonat szabadszemmel való vizsgálatánál is meggyőződhetünk, csökken a grafitfázis mennyisége.

8. Rács hőmérséklet-mérés

A grafitbevonat rácsemmisszió csökkentő hatása a grafit nagy kilépési munkája mellett azzal is magyarázható, hogy a grafit mint fekete test jó hőszugárzó. A grafitral bevont rács így alacsonyabb hőmérsékletű, kevésbé emittál. A grafit rácshőmérséklet befolyásoló hatásának kimérésére két csövet készítettünk, melynek rácscsöveire hőelemet hegesztettünk. Egyik rács bevont grafitral a másik nem. A mért eredményeket a 11. ábra szemlélteti, ahol a katódhőmérséklet függvényében néztük a rács hőmérsékletét. Megállapítható a grafitozott rács átlag 50–100 °C-kal alacsonyabb hőmérsékletű, mint a bevonat nélküli.

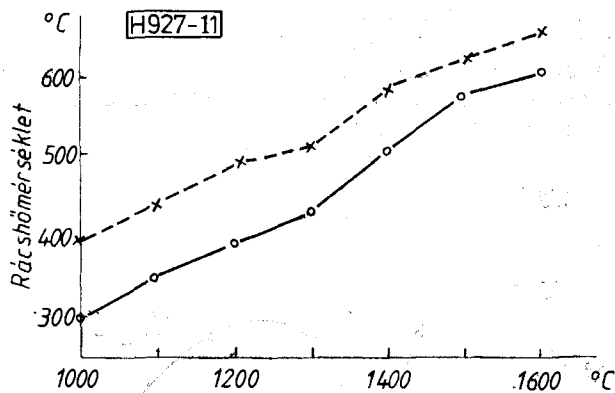
Törékenység a hőfok függvényében

Hőfok (°C)	Törékenység (g)	Rázási próba (G)
800	hajlik	12
900	hajlik	10—11
1000	54	6—7
1100	45	5—6

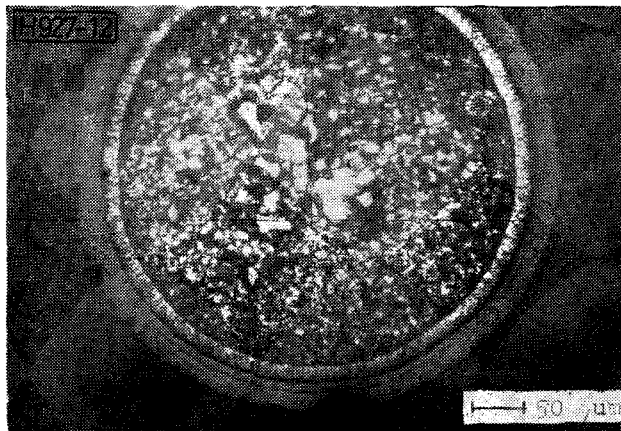
7. táblázat

Törékenység az idő függvényében

Pirolízis ideje (perc)	Törékenység (g)
15	hajlik
30	60
60	52
90	45



11. ábra. Rács hőfok a katódhőfok függvényében



12. ábra. Pirográfit rácshuzal keresztmetszeti kép

9. Huzaltörékenység

A grafitréteg kialakulását egy nagyon kellemetlen mellékjelenség kíséri. A rácshuzal felületén kialakult grafitrétegből szén diffundál be a magfémbe (12. ábra), annak anyagával reakcióba lép molibdén-karbid keletkezik. A jelenség több szempontból is káros. A molibdén hexagonális rácsa térbcentrált köbös molibdén-karbid alakul, az anyag törékennyé válik. A molibdén-karbid történi átalakulás a hőmérséklet növelésével nő, az anyag törékenysége fokozódik. A törékenységre megállapítására két módszert dolgoztunk ki. Egyrészt felhasználtuk az elkészített tapadásmérőt törékenységvizsgálóra. Ehhez csak a tapadásmérő ék helyzetét kellett úgy beállítani, hogy a befogott huzal alátámasztatlan részen nyomja. Az alátámasztatlan rész hossza 10 mm volt. A mozgatható súly segítségével a terhelést tetszés szerint változtatva figyeltük mennyi az a súly, mikor a huzal letörése bekövetkezik. A másik vizsgálati módszerként az adócsövekre egyébként is szokásos rázásvizsgálatokat alkalmaztunk. A vizsgálandó rácshuzaldarabot két tartó közé befogtuk rázógépen, megkerestük a rezonancia frekvenciáját, majd ezen a frekvencián különböző gyorsulás mellett vizsgáltuk mikor következik be a fonal törése (6. táblázat).

A grafit magfémbe való bediffundálásának mértéke függ az időtől is. Hosszú idő alatt több a bediffundált szén. Az alapfém nagyobb arányban alakul át karbiddá, a törékenység nő.

Adott hőfok mellett (1100 °C) az idő függvényében a törékenység növekedését mutatja a 7. táblázat.

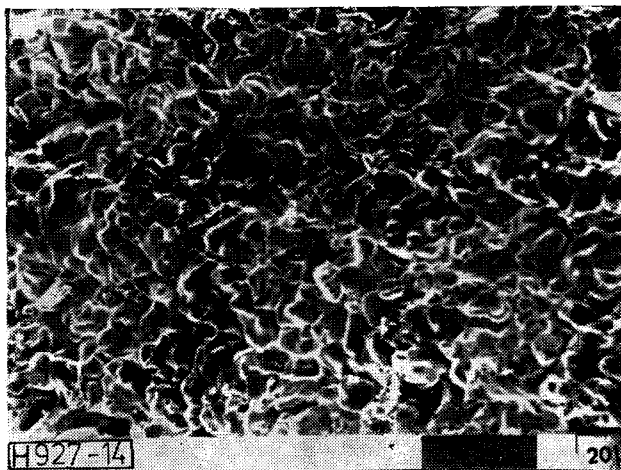
A táblázat adatai azt mutatják, hogy a pirolízis idejét célszerű minél rövidebbre választani. Ennek természetesen határt szab az elérendő rétegvastagság.

10. Az alapfém állapotának hatása a bevonat tulajdonságaira

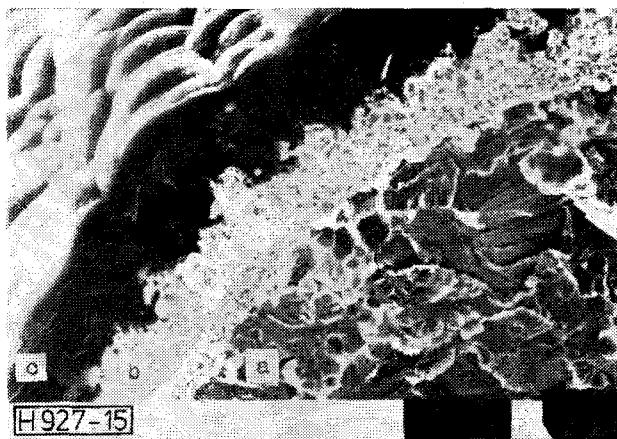
A bevonat tapadásának növelésére, a huzal törékenységeinek csökkentésére felületi kezeléseket eszközöltünk. A felület érdességének növelését és ezen keresztül a bevonat tapadásának növelését célozták a különböző marató eljárások. A felületet krómsavval, lúgos peroxiddal, káliumferrocianiddal, különböző töménységű és hőfokú salétromsavval kezeltük. A legerősebb érdesítést forró 1:1 arányban hígított salétromsavval értük el. Ennek hatására a felület állapota lényegesen megváltozott, de a réteg tapadása nem javult.



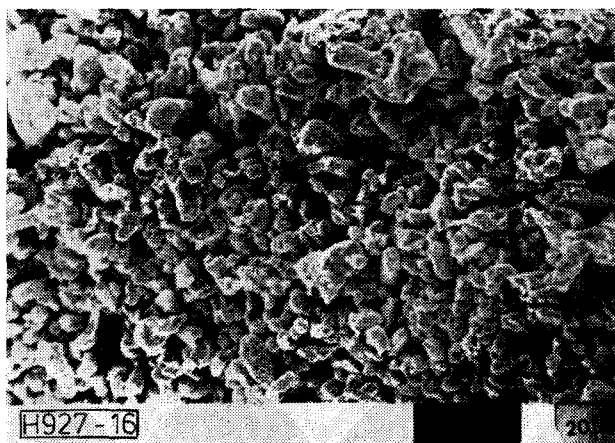
13. ábra. Platinával bevont molibdénhuzal



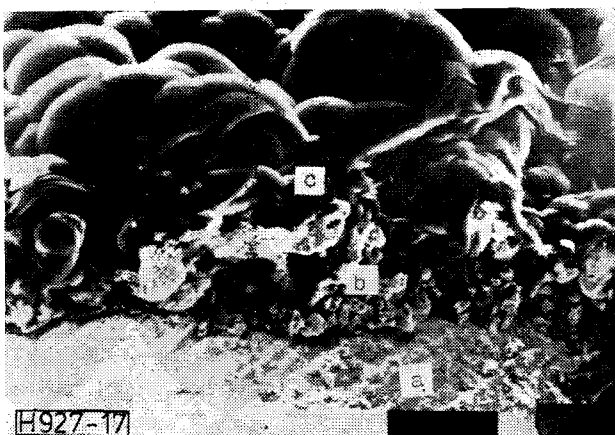
14. ábra. 1100 °C-on kezelt ipszilon huzal



15. ábra. Grafitozott ipszilon huzal



16. ábra. Molibdén felületre részinterelt cirkonzemcsék



17. ábra. Cirkonozott, grafitozott rácsborda

10.1. Felület bevonása platínával

A rácsemiszió csökkentése érdekében használnak platínával bevont molibdén huzalt az úgynevezett ipszilon huzalt. Felmerült az a gondolat, nem csökkenthető-e tovább a rácsemiszió, ha a platinára még egy grafitréteget is felviszünk. Ugyanakkor a platinabevonat megakadályozná a szén bediffundálását az alapfémbe, megvédve ezáltal a törékenységtől. Ha a 13. ábrán látható platínával bevont felületű molibdén huzalt 1100 °C-on hőkezeljük a sima platina felület átalakul jellegzetesen szivacsos szerkezetűvé (14. ábra). Az így kialakult szivacsos szerkezeten nagy sebességgel indul meg a grafitkiválás, egy erősen érdes felület jön létre (15. ábra).

Ha megvizsgáljuk a bevont huzal keresztmetszetét jól megkülönböztethetjük az alapfémét, a hőkezelés hatására szivacsossá vált platinabevonatot és rajta a grafitréteget. Sajnos az is látszik, hogy a grafitrétegben repedések vannak, amik végül is azt eredményezik, hogy érdesebb felület ellenére a grafitréteg tapadása nem mindig megfelelő.

Ha a grafit növekedési sebességét összehasonlítjuk a sima molibdén felületen bekövetkezővel (2. ábra) azt állapíthatjuk meg, hogy a rétegvastagság itt lényegesen gyorsabban nő.

10.2. Cirkonbevonat

A cirkon adócsőgyártásban szintén alkalmazott bevonatképző anyag. Megvizsgáltuk mennyire lenne képes mint rácsbevonat a molibdén magfém és a pirogrfit közötti elválasztó illetőleg tapadást elősegítő közbenső réteg szerepét betölteni. Az elektroforetikus felvitt cirkonréteg 1250 °C-os nagyvákuumos részinterelés hatására a felülethez jól tapadó érdes bevonatot ad (16. ábra). A rá leválasztott grafitbevonat (17. ábra) jól tapad hozzá, minden szempontból megfelelő bevonatot eredményez. Bár a grafitbevonat keresztmetszetében itt is található repedések a cirkonbevonat jó tapadása és diffúzszerkezete biztosítja a grafit megfelelő tapadását.

11. Összefoglalás: esőmérési eredmények

Az eddig lefolytatott kísérletek alapján a legmegfelelőbb rácsbevonat az alábbi technológiai lépések során állítható elő:

1. Ráccstisztítás: zsírtalanítás, lúgos hidrogénperoxidos maratás.
2. Vákuumizzítás: 1300 °C 10^{-4} Pa 30 perc.

3. Elektroforetikus cirkonbevonat (vastagsága $12 \pm 2 \mu\text{m}$.)
4. Cirkon beszinterelés $1250 \text{ }^\circ\text{C}$ 10^{-4} Pa 30 perc.
5. Pirografit bevonatkészítés. Benzol atmoszféra 333 Pa 1100° 90 perc.

8. táblázat

**Különböző bevonatú rácsok
rácsemisziója**

Bevonat anyaga	Rácsemiszió (μA)
Platina	700—1000
Tantál szilicid	500—1000
Cirkon karbid	200—300
Pirografit	50—150

Az így felületkezelt rácsokkal készült csövek igazolták az eddigi kísérletek eredményeit. A velük készült csövek kiváló rácsemisziós tulajdonságokat mutattak (8. táblázat).

A csőkísérletek 3J10K típusú generátorcsőben készültek, maximális rácsterhelés (250 W) mellett.

A táblázat adataiból látható, hogy az alkalmazott bevonatok közül a pirografit bevonat adja a legkisebb rácsemisziót, legalkalmasabb arra, hogy nagy teljesítményű adó és generátorcsövek rácsebevonó anyaga legyen.

I R O D A L O M

- [1] *Balik*: Pirolitikus grafit az elektroncsövek új gyártási anyaga. Slaboproudy Obzor 1977. 38 k. 12. sz.
- [2] *Knippenberg, W. F.*—*Lersmacher, B.*—*Lydtin, H.*: Pirolitikus grafittermékek. Philips Technische Rundschau 37. k. 1977. 8. sz.
- [3] *Linke, Koizlik, Nickel*: Pirografit leválasztás gázfázisból. Kernforschungsanlage, Jülich, Institut für Raktorwerkstoffe 1977.
- [4] *Morozova*: A koromképződés mechanizmusa a szénhidrogéneknél. Doklady Akademii Nauk 1975. 6. sz.