

电子技术会议录

——栅极技术专辑

第四机械工业部第一研究所

一九七七年三月

前 言

四机部电真空专业情报网于1976年7月12~21日在锦州召开。参加这次会议的成员单位19个，特邀单位5个，共有代表76名。

这次会议，总共听取了二十八篇报告。主要包括三方面的内容：热解石墨栅极毛坯的沉积和它的加工工艺；克服栅放的各种栅极涂复工艺；钼栅及其它各种栅极的加工工艺。

为了将这些科研的技术成果、生产的实践经验，更广泛地推广交流，与广大从事于电子工业的工人、技术人员见面，特此编辑了本“会议录”。本“会议录”全部收集了以上有关报告，这些报告，大部分是生产和研制的阶段报告，其中所涉及的一些问题，还有待今后工作进一步改进、完善。所以，文章中所谈到的一些观点以及列举的一系列数据，仅供读者参考。由于时间比较仓促，编者水平有限，难免有不少缺点和错误之处，望读者提出批评指正！

編者 1976.8

目 录

热解石墨栅极毛坯的制取.....	沈阳金属研究所 (1)
热解石墨栅极毛坯的研制.....	兰州炭素厂研究所 (8)
大功率电子管热解石墨栅极.....	777厂 (13)
石墨栅极制造工艺.....	774厂 (20)
热解石墨栅极的加工工艺.....	1412所 (24)
热解石墨栅极的试制.....	广研所 (27)
热解石墨栅极的研制.....	4401厂 (36)
栅极表面的复合涂复层.....	774厂 (41)
在基金属钼上喷涂和烧结碳化钼粉的试验.....	779厂 (48)
钼栅极的酸性镀钼涂复工艺.....	广研所 (50)
发射管栅极电泳鍍实验小结.....	4401厂 (56)
发射管栅极电泳鍍的涂复工艺.....	新安江电子管厂 (60)
FU-101F栅极电泳鍍的工艺试验.....	777厂 (63)
用热偶测定栅极温度的方法.....	772厂 (66)
栅极钼筒的引伸和旋压.....	779厂 (69)
电火花加工栅极的制造.....	779厂 (77)
FU-113Z · F 的栅极结构.....	沈灯 (80)
整体钼筒电火花加工栅极的制造工艺.....	上灯 (83)
FU-108Z栅极的电火花加工.....	上灯 (86)
新型光刻栅的试制.....	779厂 (88)
鼠笼栅制造中的“金钎焊”和“压栅”工艺.....	772厂 (93)
铜质蜂窝栅的制造工艺.....	772厂 (96)
铜质弯辐叶轮状栅极.....	1412所 (99)
轮辐状栅网的制造工艺.....	1412所 (104)
FC-620F大型框架栅的试验.....	779厂 (104)
精密框架栅极的制造工艺.....	1412所 (112)
栅网电火花加工简介.....	1412所 (115)
发射管栅极的整体芯模制造.....	777厂 (117)

热解石墨栅极毛坯的制取

执笔人 沈阳金属研究所 沈祖洪

一、什么是热解石墨

热解石墨是一种既古老而又新颖的材料，早在1880年就有人在灯丝上借助于碳氢化合物的分解而得到的热解石墨。但长期以来未被重视，直到本世纪的五十年代，空间技术，电子技术的发展热解石墨才重新引起人们的兴趣和重视。

热解石墨也有人叫做定向石墨，它是使碳氢化合物气体通过已被加热到高温的固体表面。碳氢化合物气体遇热即开始分解，产生碳和其他中间物，这种碳沉积在固体表面，即称之为热解石墨。

热解石墨是层状结构，它具有高度的各向异性性能。它除了普通石墨具有的耐高温，比重小，强度随温度升高而增加等性能外，还有其独特的优良性能，在与表面平行的方向（简称a方向），和与垂直于表面的方向（简称c方向），其热、电、磁、力学等性能相差很大。以导热性能来说在a方向上和铜相似，而在c方向上却和氧化锆陶瓷相当。热解石墨的密度接近搞理论计算值，如在2000℃以上沉积的可达2.2克/厘米³以上。它不透气，有很大的强度重量比。它又是现代已知材料中抗磁最强的材料。

据报导，国外在五十年代开始研究热解石墨，规模最大要算美国；它拥有热区直径最大达70吋（1.8M）的大型沉积炉，其年产量达20吨，热解石墨主要用于宇航技术方面，如作火箭发动机喷管的喉衬材料，卫星和飞船上的小型姿态控制用喷管和其他重要零件。近几年来，法国、西德等也积极研究和制造热解石墨，主要用于宇航工业和电子管工业。其他一些资本主义国家也在研究和应用热解石墨。在原子能、医学、半导体等等领域内，热解石墨得到越来越广泛的应用。

我所在1962年初就开始热解石墨的研究，始终结合应用，对工艺、结构及性能进行了研究。作为工作重点应用范围涉及到粉末冶金、化工、半导体、电子、原子能及宇航等技术领域。

我们先后就直接通电法，感应加热（中频和高频）法及辐射法制取热解石墨的工艺进行了研究和比较，并建立了相应的设备，对一些主要性能进行了测定。

二、热解石墨的主要性能

1. 密度

热解石墨的密度（在低真空度条件下），随着沉积温度的不同而不同，在密度温度曲线图上呈马鞍形曲线。从图1可看到当沉积温度在1600℃~1700℃范围时，密度为低值级为

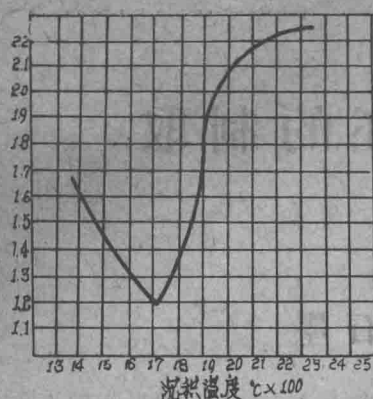


图1 沉积温度与密度之关系
炉压-360 $\frac{\text{mm}}{\text{g}}$ 流量-600cc/min原料
一苯(15℃) 运载气体-N₂

1.2克/厘米³。低于或高于这温度，密度又上升，当沉积温度超过2000℃时密度可达2.1克/厘米³，很快达到2.2克/厘米³以上。

2. 机械性能

a) 拉伸强度

热解石墨c方向的拉伸强度很低，而a方向的强度较高，二者相差可达10—30倍，我们用自制的高温短时拉伸试验机测定从室温到2900℃的拉伸强度，结果见表1。在室温时表现为脆性破坏，变形极小，但在高温时却发生显著的塑性变形。从2400℃开始，强度和变形量都急剧增加，2750℃达最大值，平均为 3.15×10^{-3} 公斤/厘米²，为室温时的二倍多。

表1 “a”向抗拉强度及变形值

NO	试验温度	拉伸强度 $\delta \times 10 / \text{cm}^2$			试验数	形变 $\delta(\%)$			试验数
		δ_{max}	δ_{min}	δ_{cr}		δ_{max}	δ_{min}	δ_{cp}	
75-24 $\frac{1}{7}$	室 温	1.15	0.63	0.86	7				
75-24 $\frac{8}{13}$	1600℃	1.31	0.78	1.05	5				
75-24 $\frac{14}{20}$	2000℃	1.56	0.77	1.00	7				
75-24 $\frac{21}{26}$	2400℃	1.30	0.87	1.13	5			6	1
75-24 $\frac{27}{32}$	2600℃	1.53	1.06	1.26	6	8.7	6.6	7.7	4
75-24 $\frac{33}{38}$	2750℃	4.05	1.57	3.15	6	23.8	12.5	18.5	4
75-24 $\frac{40}{44}$	2850℃	2.81	2.18	2.46	3	39.6	22.9	31.9	3
75-24-47	2900℃			2.34	1				

b) 压缩强度

样品为7×7×7mm的小立方体，用五吨试验机进行试验，加载速度1毫米/分，其结果列于表2，从表2可看到，加载方向平行于“c”向时，压缩强度高而垂直于“c”向时，压缩强度较低而且较为分散。其原因：一为材料本身层间结合较弱，二为试验表面不够平行，加载时不完全是面接触。

表2 热解石墨的压缩强度

NO	加载方向	压缩强度 δ 压 $\times 10\text{kg/cm}$			试 验 数
		$\delta_{\max}$	$\delta_{\min}$	δ_{Gp}	
75—87— $\frac{1}{10}$	力 $\parallel c$	4.71	3.19	3.53	10
75—87— $\frac{11}{20}$	力 $\perp c$	1.25	0.408	.881	10

c)变曲强度

加载卡具为三点式，支点间距为21.2mm，刀口为 $\phi 5.0\text{mm}$ 的圆柱，上下刀口相对运行，速度为1.25毫米/分。试样尺寸为 $5\times 5\times 40$ 毫米。所得结果列表3

表3 热解石墨的变曲强度

NO	加载方向	变曲强度 δ 压 $\times 10^3\text{kg/cm}^2$			试 验 数
		$\delta_{\max}$	$\delta_{\min}$	δ_{cp}	
75—25	力 $\parallel c$	1.28	0.60	1.05	7
75—25	力 $\perp c$	2.32	1.45	1.78	7

从表3 可看到加载方向平行于“c”向者强度较小，且分层破坏，在分层碎片的表面，常常可看到不同程度的碳墨夹层，碳墨夹层的存在大大削弱层间的结合力，因而显著地降低了平行“c”向的变曲强度。

3. 热学性能

表4

温度 $^{\circ}\text{C}$	比 热 $c_p(\text{卡/克度})$	“c” 向		“a” 向	
		热扩散率 $\alpha(\times 10^{-8}\text{cm}^2/\text{秒})$	热 导 率 $k \times 10^{-8}\text{卡/cm秒度}$	热扩散率 $\alpha\text{厘米}^2/\text{秒}$	热 导 率 $k\text{卡/厘米秒度}$
200	0.280	8.2	5.08	1.40	0.865
400	0.355	6.0	4.71	1.20	0.941
600	0.409	4.4	3.98	1.02	0.923
800	0.445	3.5	3.05	0.92	0.905
1000	0.480	2.8	2.96	0.80	0.848
1200	0.495	2.6	2.84	0.72	0.787
1400	0.502	2.7	2.99	0.66	0.732
1600	0.496	2.9	3.18	0.60	0.657
1800	0.464	3.1	3.19	0.56	0.575
2000	0.426	3.5	3.29	0.52	0.490
2200	0.386	3.9	3.33	0.48	0.409
2400	0.361	4.3	3.43	0.44	0.350
2600	0.354	4.6	3.60	0.42	0.328

比热用铜卡计法测定，用激光热导仪测定了热扩散率，用这比热及热扩散率算出热导率，结果列于表4。

热膨胀，热解石墨的热膨胀表现出显著的各向异性。“c”方向的热膨胀大于“a”方向的热膨胀。“a”方向的热膨胀系数在室温到300℃之间是负的。超过此温度才开始变为正值。其值列于表5。

表5 热解石墨的热膨胀

T℃	“c” 向 $\Delta e/e \times 100\%$	“a” 向 $\Delta e/e \times 100\%$
0—300	$2.8 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	$-0.13 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
300—600	$25 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	$1 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
600—700	$29 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	$2.5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
700—800	$32 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	$3 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
1000	2.36	0.075
1200	2.88	0.115
1400	3.40	0.145
1600	3.96	0.195
1800	4.48	0.250
2000	5.04	0.16
2200	5.60	0.380
2300	5.88	0.380

4. 电阻

热解石墨的电阻具有高度的各向异性。“a”向和“c”向之间的电阻率之差高者可达1000倍。室温时“a”方向的电阻率约为700微欧——厘米。而“c”方向的电阻为5000,000微欧——厘米，热解石墨的电阻率随沉积温度不同而异，“a”方向之电阻率随着沉积温度的提高而降低，而“c”方向的电阻率却增加。

5. 其他性能

抗氧化：热解石墨的氧化速度随氧化温度的上升而急剧变大，但优于高强石墨KS-8。在300℃以下更为突出。用低倍（20倍）显微镜观察可发现氧化首先从小“瘤”边界开始，氧化区域有分层现象。尤其是对低温沉积的样品更为明显。

纯度：热解石墨的纯度主要决定气体原料；基体及热区其它石墨部件的纯度，分析结果表明，分解于0.001—0.005%之间，光谱分析（定性）证实杂质主要为硅、铝、钙、镁、铜、钛等，含量甚微，可和高纯石墨相比，甚致更纯。高温时不放出有害气体。

概括起来，热解石墨作为电子管栅极基于下列特性：

1. 耐高温：强度随着温度的增加而增加，因此热解石墨栅极能承受更高的功率。
2. 由于热膨胀系数小，栅极直径尺寸变化小，可使极间距离缩小。

3. 二次发射小，且接近于黑体，“a”向热传导大，从而降低栅极的温度。
4. 可做成整体栅极，简化了工艺，节省了稀贵金属。

三、热解石墨栅极毛坯的制取

制取热解石墨所用的加热方法虽有不同，但其工艺流程基本相同，以感应炉为例，其工艺流程如下：

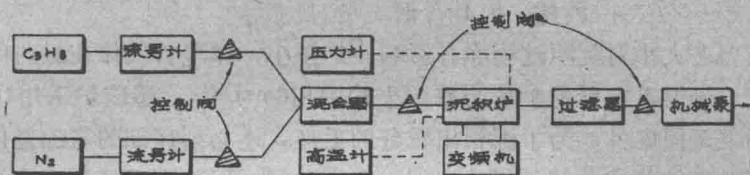


图2 工艺流程方框示意图

首先将栅极毛坯基体放入沉积炉内，用机械泵将沉积炉内空气抽至1~2 mm-Hg以下，变频机组开始供电，加热基体直到所需的温度，然后按一定的比例和流量（由控制阀控制）将碳氢气体（丙烷）和氮气通入沉积炉，此时开始记录时间，根据需保持一定的时间。在沉积期间，废气及未完全反应的气体由机械泵连续排除，到一定的时间后，停止供气供电，让其自然冷却，冷后取出毛坯及基体，将沉积在基体上的热解石墨毛坯取下，清理炉膛准备下次沉积。沉积炉内压力用压力计测量，炉内温度经反射镜用光学高温计测量而得。

原料：制取栅极毛坯所用的丙烷其丙烷含量为75-85%左右，氮气纯度为99.99%。

基体：我们选择哈尔滨电碳厂的SD石墨根据其膨胀量。计算出毛坯尺寸，这样毛坯从基体上取下，毛坯表面光洁度要高，需要进行抛光。

沉积方式：目前我们采用外沉积式，即热解石墨毛坯沉积在基体外表面。这样的方式毛坯厚度不能太厚，超过1.5—2 mm就要发生较明显的分层。在以后的车制和制网过程中将起皮、破裂而不能使用。一般在1 mm左右为最宜。加工余量不能太大，用外沉式制取热解石墨栅极毛坯基体，加工较方便，取下毛坯也较容易。制取栅极毛坯亦可用内沉式即热解石墨毛坯沉积在基体的内表面，这样得到的毛坯可能较为致密些，但基体加工及毛坯的取下较复杂。

设备：我们制取栅极毛坯采用了碳管炉和感应炉，二者的基本原理是一样的，碳管炉由于炉膛大小的限制，每炉每次只能制取一个毛坯。感应炉每炉每次可制取三个毛坯，炉内结构和装炉方式基本相同，举感应炉为例，结构如图3。丙烷和氮气混合后由下部通入，而由上部排出。

感应炉发热体大小为 $\phi_{内}240 \times 370\text{mm}$ ，碳管炉发热体 $\phi 170 \times 300\text{mm}$ 。

工艺条件：控制热解石墨工艺的重要因素是温度、流量和炉压。热解石墨栅极毛坯同样也必须很好控制这三个因素。

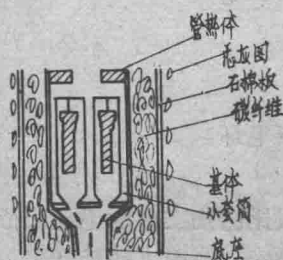


图3 感应炉结构图

温度：碳管炉制取栅极毛坯的温度为 1800°C 。用感应炉制取毛坯的温度为 2100°C 。实践证明，沉积温度低，热解石墨各向异性度较低，应力较小，制得的毛坯分层较小。这对随后的车制、喷网等工序有利，在 2100°C 沉积的石墨虽表现出较为光滑细致，但在随后的车制和喷网过程，往往引起分层而造成失败。

流量：指每分钟进入沉积炉的丙烷和氮气的体积，流量的大小及丙烷和氮气的比例，将影响沉积过程的进行，碳管炉的流量为：

氮气— $2100\text{cc}/\text{分}$	丙烷— $1600^{\circ}\text{C}/\text{分}$
感应炉的流量：	氮气— $0.8\text{m}^3/\text{时}$
	丙烷— $0.4\text{m}^3/\text{时}$

炉压：炉内压力之大小对沉积过程亦有影响，炉压小，体现着气体在炉内的流量大，停的时间短，一般大炉子要求有低的炉压为好，小炉采用 6mm-Hg ，感应炉采用 16mm-Hg 。

除了上述三个主要因素外，为了沉积出较好的毛坯，还必须仔细的考虑基体及其他部件的形状、大小、原料气体的成分及氮气的比例、沉积时间（反映在毛坯厚度上）等。

四、热解石墨栅极毛坯的加工

热解石墨的性质和普通金属材料不同，它比较脆，具有分层现象，而且往往不均匀。因此必须根据热解石墨的特点用独特的办法进行加工。

我们初步的摸索，简单的叙述加工步骤：

外表面加工

- 1) 车制比毛坯内径稍小的心轴。
- 2) 心轴和毛坯之间用白蜡灌铸，使毛坯粘在心轴上。如图4所示
- 3) 用四爪卡盘夹住心轴，调整中心，使毛坯中心处于车床转动轴线上。以避免某一边车削过多，另一片车削太少，造成毛坯厚度不均和“起皮”现象。
- 4) 车削时每次进刀量不要过多，要胆大心细，仔细观察车削过程中的每一次变化，直到所需要的尺寸。

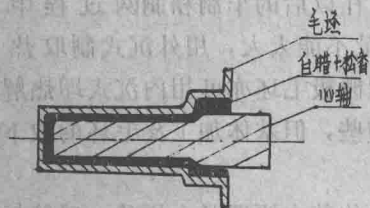


图4

内表面加工

- 1) 外表面车削完毕后连心轴一起用温火熔化白蜡，轻轻地取下毛坯。
- 2) 车制一胎具，其内部尺寸稍大于毛坯外表面的尺寸。
- 3) 胎具内表面灌铸一层白蜡（加少许松香）。冷凝后，车制成比已加工好的毛坯表面稍大。把毛坯轻轻推入，使既不太紧，又不太松，车削时不会转动为宜。如图五所示。
- 4) 调平中心。
- 5) 车削毛坯内表面，直到符合尺寸。

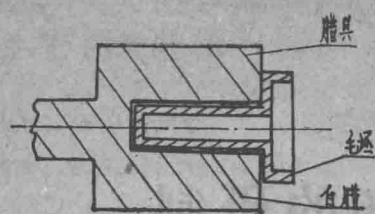


图 5

6) 加热胎具，熔化白腊，轻轻取出毛坯。
用这样方法车削毛坯受外应力较少，不易破裂，成品率较高，但手续较为麻烦，不适宜成批生产。



图 6 铸造工艺流程图

铸造工艺流程图，是根据铸造工艺过程，将各个环节，按先后顺序，用线条连接起来，形成一个完整的流程图。图中各个环节，包括：造型、制芯、熔炼、浇注、冷却、落砂、清理、检验等。每个环节都有相应的操作说明，如：造型时，要注意砂的湿度和紧实度；制芯时，要注意芯子的强度和透气性；熔炼时，要注意温度和化学成分的控制；浇注时，要注意浇注速度和高度；冷却时，要注意冷却时间和方式；落砂时，要注意落砂的方法和速度；清理时，要注意清理的方法和工具；检验时，要注意检验的方法和标准。这个流程图可以帮助操作人员了解整个铸造过程，提高生产效率和产品质量。

铸造工艺流程图

铸造工艺流程图，是根据铸造工艺过程，将各个环节，按先后顺序，用线条连接起来，形成一个完整的流程图。图中各个环节，包括：造型、制芯、熔炼、浇注、冷却、落砂、清理、检验等。每个环节都有相应的操作说明，如：造型时，要注意砂的湿度和紧实度；制芯时，要注意芯子的强度和透气性；熔炼时，要注意温度和化学成分的控制；浇注时，要注意浇注速度和高度；冷却时，要注意冷却时间和方式；落砂时，要注意落砂的方法和速度；清理时，要注意清理的方法和工具；检验时，要注意检验的方法和标准。这个流程图可以帮助操作人员了解整个铸造过程，提高生产效率和产品质量。

热解石墨栅极毛坯的研制

执笔人 兰州炭素厂研究所 肖耀冠

一、工艺过程及设备

热解石墨栅极的制备，我厂采用中频感应加热法，其工艺流程示意图如图 1 所示。

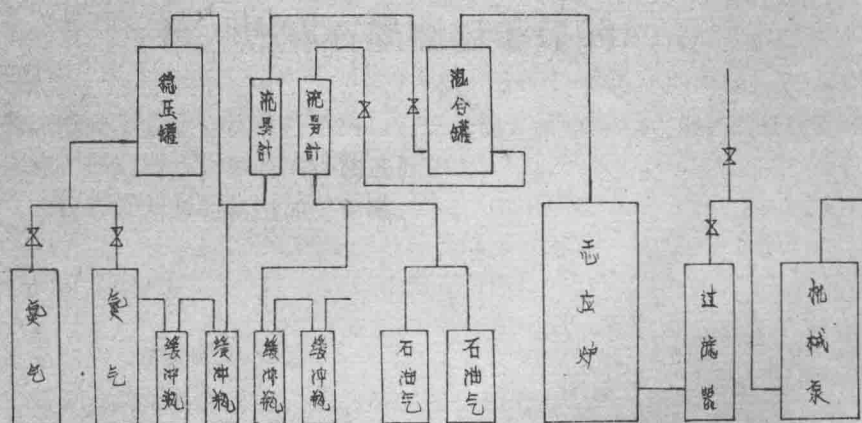


图 1 工艺流程示意图

主要设备采用ZG—0.2中频感应电炉，而在炉顶原来的捣料装置处，装上带冷却水套的通气管和观测的装置。在炉室感应线圈的下部，装配了铜制水冷管盘，以备打结坍塌。作为稀释剂的氮气，经稳压罐，浮子流量计，进入混合器；石油气经浮子流量计后亦进入混合器；氮气和石油气在混合器混合后，由炉顶进入沉积室。石油气在高温条件下进行热分解，于是热解炭沉积在基体表面，废气与热分解不完全的石油气，由炉底排气口进入过滤器，经机械泵排出室外大气中。

二、热解石墨栅极的制备

我厂热解石墨栅极毛坯的制备，是以普通石墨为基体，以石油气为原料，在高温的条件下进行热分解沉积在基体表面上的一种碳。由于这种碳（热解石墨）和石墨基体的热膨胀系数不同，因而容易产生脱模成形。其具体制备过程如下：

1. 石墨发热体

石墨发热体的尺寸大小，是根据感应线圈（内径420mm，高度620mm）的尺寸，欲制样品的尺寸及温度情况而定的。经过工艺的有关试验比较，本试验发热体选用 $\phi 320 \times 520 \times 15\text{mm}$ 较好。如发热体的外形尺寸过大，则周围填充保温料太薄，热载过程保温效果不佳，热损失较大，因而使内贴感应圈的绝缘层较易烧穿。在一定情况下，感应圈容易产生电弧或击穿现象。发热体的外形尺寸过小，沉积室的体积相应减小，欲制样品的尺寸和数量不能保证。发热体的壁厚太薄，机械强度不够，由于石墨板在高温下变形弯曲等影响，发热体容易产生破裂，使炉芯的热效率降低。

2. 坩埚的制备（装炉）

制备坩埚的材料是：工业应用的大张云母纸；粒度4—0mm的煅后纯石油焦；不含金属杂质3—5mm厚度的石棉板，用以卷成其高度不低于感应圈，外径与感应圈内径相同的石棉板圆筒；工业用玻璃布，缝成高于感应圈100mm，直径与感应圈内径相同的袋。此外，根据炉盘形状，加工耐火砖使其厚度、形状与炉盘相适应。按工艺要求，加工所需尺寸的发热体、石墨基体、底盘、支筒、板、盖、导气管等石墨件。

坩埚的制备与装炉如图2所示。

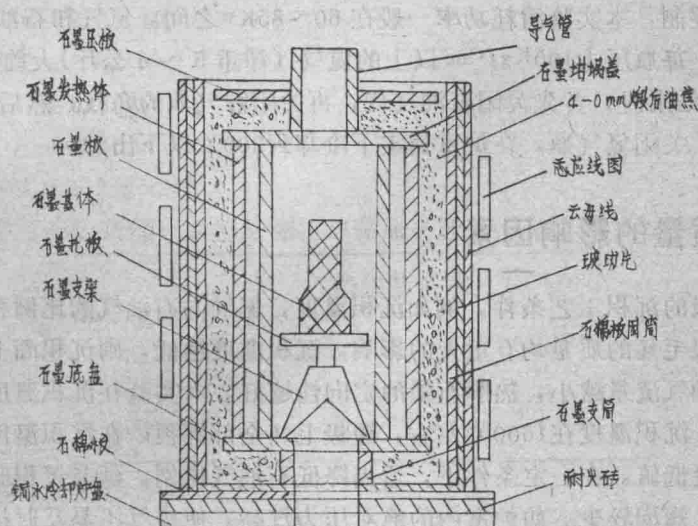


图2 装炉图

当炉盘抽气口与感应圈的中心对正后，在炉盘上铺好耐火砖，砖上面放一层石棉板。感应圈内装好云母纸，使各部均与感应圈的内壁贴合，云母纸的内侧妥善放入玻璃布袋，使上下左右均称，然后装入石棉板圆筒，使石棉板圆筒的外壁与云母纸紧靠相贴。装支筒，使其与炉盘抽气口吻合。放入4—0mm石油焦（炉底保温），边放边轻轻的捣固，直至与支筒同高为止。放好石墨底盘，便将石墨发热体装入感应圈内，底盘及发热体均处于感应圈的中央，在发热体与石棉圆筒间的间隙填入4—0mm石油焦（坩埚保温），边填边捣固，各部

要均匀,受力要一致,防止疏密不一,直至与发热体同高为止。在捣固过程中,钎子要垂直,切勿将外层石棉板圆筒戳穿。感应圈的匝间均匀抹上石棉泥。

3. 热解石墨栅极的沉积

坩埚制备完毕烘干后,装好石墨板、石墨支架和石墨托板,然后把石墨基体放在托板上,盖好石墨坩埚盖,加顶部保温料,再放石墨压板,以防散热和在抽真空时保温料不被抽跑。清理后合炉,装好导气管,安装好观察孔玻璃片,上述工作完整后,方可进行热解栅极沉积试验。

热解石墨栅极沉积实验的进行,首先是启动机械泵,排除系统中的空气,约5分钟后炉室的绝对压力达到 $2 \sim 3$ mmHg柱。启动变频器,配电升温,当炉温达到 1850°C 左右,缓慢打开氮气伐,至转子流量计的转子上下微动为止。送氮气,转子流量计的转子慢慢上升。调节氮气伐,使转子指示所需流量(本实验为 $40 \sim 60$ 刻度)。如果水银缓冲瓶冒出气泡或汞柱上升,应小心调节减压伐的手把,至气泡停止冒出或汞柱保持原来汞面时为止。然后,送石油气,打开石油气瓶之角伐,使水银缓冲瓶保持一定的压力,缓慢地打开石油气伐,至转子流量计的转子指示所需的流量(本实验 $3 \sim 5$ 刻度)。通气后炉压在 $6 \sim 11$ mmHg柱。在通气前应该注意观察炉内情况,无异常现象方可送气。在通气后亦需观察炉内的变化,防止炉温过高将保温层烧穿。

在试验过程中,每隔20分钟测炉温一次,使炉温保持在 1800°C 左右。炉温的高低由调节电炉功率大小来控制,本实验消耗功率一般在 $60 \sim 85$ Kw之间。氮气和石油气的消耗量随时间的增加而增加,每瓶压力 100 Kg/Cm^2 以上的氮气(净重 $5 \sim 6$ 公斤)大约每小时消耗 $0.5 \sim 0.6$ 公斤。当试验结束时,首先关闭石油气伐,再关闭贮气瓶的角伐,然后关闭氮气伐,最后松开调节手把,关闭氮气瓶,在炉室真空下冷却到 200°C 以下出炉。

4. 栅坯质量的影响因素

热解石墨栅极的沉积工艺条件,例如沉积温度,氮气与石油气的比例和流量,炉室内的压力等,对于栅极毛坯的质量均有重大的影响。沉积温度越低,则沉积面上的晶粒越大;沉积温度越高,石油气流量越小,热解石墨的定向性越好。本实验在沉积温度 1850°C 以上,栅极毛坯破裂较多;沉积温度在 1600°C 左右,栅极毛坯全部碎裂;在沉积温度 1700°C 左右,是热解石墨密度的最低值。在一定条件下,适当降低石油气比例,延长沉积时间,栅极毛坯的外表面比较光滑,瘤泡较少。如炉室内的绝对压力过高,使废气不易及时排除,栅极毛坯表面粗糙,瘤泡较多,色泽不亮,较易夹带炭黑。通过观察分析,我厂目前采用沉积温度 1800°C 左右,氮气与石油气的比例 $10:1 \sim 17:1$,通常情况是氮气50刻度(转子流量计),石油气3刻度。炉室内的绝对压力 $6 \sim 8$ mmHg柱。

热解石墨栅极的沉积速度和质量均与氮气纯度和石油气的成分有关。在相等时间内不同的氮气纯度其沉积厚度不等。我厂目前采用的有高纯氮气和一般氮气,高纯氮气(纯度 $98.8 \sim 99.3\%$)每炉沉积时间9小时左右,热解栅坯的沉积厚度达 $0.9 \sim 1.00$ mm,平均沉积速率 $0.096 \sim 0.107$ mm/小时,栅坯的外表光滑,瘤泡较少,色泽黑亮。一般氮气(纯度 $94 \sim 93\%$)每炉沉积时间11小时左右,沉积厚度 $0.75 \sim 0.98$ mm,平均沉积速率 $0.069 \sim 0.086$ mm

/小时，栅坯的色泽为银灰亮色。所采用的石油气的丙烷含量约30%左右。

石墨基体的热膨胀对热解栅极毛坯的尺寸有较大的影响。我厂基体是用上海炭素厂冷压石墨。在沉积温度1800℃左右，基体FU-105的一、二栅直径膨胀均为0.5~0.7mm；高度膨胀一栅为0.8~1.0mm左右，二栅1.5mm左右。基体6017二栅直径膨胀0.3~0.5mm；高度膨胀0.4~0.5mm。因此，材料膨胀直接影响基体尺寸，只有石墨基体外形尺寸合理，才能沉积出尺寸合格的栅极毛坯。

装炉的石墨基体相互间隙过小，则沉积的栅极毛坯的厚度不均。在截面积为200×200mm²的沉积室内，曾选用160×160mm²的石墨托板，在托板的四角对称地放四个小基体，托板的中心放一大基体，沿基体周围对托板钻孔为φ8mm左右，通过试验证明，由于托板的孔径较小，影响大小基体之间的距离，因而通过的气体流量不足，沉积量局部地降低，在同一基体上形成厚薄不均。采用170×170mm²的托板，沿基体周边在托板上钻孔为φ12mm左右，则基体之间的距离比较合理，在相同的条件下，沉积厚度比较均匀。

三、对热解栅坯的分析测定结果

根据现有的测试条件，我们对热解栅坯进行了物理测定和光谱化学分析。其结果如下：

1.称量法测定容量（栅坯顶盖取样）

$$dv=2.10g/cm^3$$

2.电位差计法测定a、c向比电阻（栅坯顶盖取样）

$$\rho a=5.4\times10^{-4}\Omega\cdot cm$$

$$\rho c=2.3\times10^{-4}\Omega\cdot cm$$

3.X光粉末测定c₀、a₀、d_h

$$c_0=6.80\text{\AA}^\circ$$

$$a_0=2.46\text{\AA}^\circ$$

$$d_h=2.24g/cm^3$$

4.利用UBC型万能膨胀仪，照相法测定热膨胀系数，以每分钟4℃的速率升温。

测试温度（℃）	热膨胀系数×10 ⁻⁶ 1/℃	
	a向	c向
15-500	1.2±0.1	20±2

5.直流电弧粉末光谱法分析

有害元素光谱定量分析结果如下：

试 样	元素含量 (PPM)							
	As	Sb	Bi	Zn	Cd	Hg	P	Cl
1	0.71	≤0.1	≤0.1	≤0.1	≤0.3	≤0.1	≤0.1	
2	0.64	≤0.1	≤0.1	≤0.1	≤0.3	≤0.1	≤0.1	
3	0.42	≤0.1	≤0.1	≤0.1	≤0.3	≤0.1	≤0.1	
4	≤0.1	≤0.1	≤0.1	≤0.1	≤0.3	≤0.1	≤0.1	11.9

其它有关元素光谱定量分析结果如下

试样	元素含量 (PPM)								
	Mn	Mg	Si	Ni	Fe	Al	Ca	V	Ti
1	0.83	1.18	9.89	∠0.2	5.88	2.29	5.62	∠0.1	0.37
2	0.129	1.60	23.97	∠0.2	9.97	5.30	7.13	∠0.1	1.64
3	0.120	1.04	9.48	0.46	19.80	2.77	4.51	∠0.1	0.66

四、存 在 问 题

1. 工作做得比较粗, 所采用的技术方案及温度、流量、压力条件, 各参数的关系, 都需要继续探讨和试验。

2. 热解栅坯的内应力较大, 此外, 还存在着分层、起泡和破裂的现象,

3. 测试工作还未能跟上需要, 栅坯的各种理化性能不能及时的指导生产, 对工艺条件的改进带来较大的困难。

大功率电子管热解石墨栅极

执笔人 777厂 冯士昌

大功率发射管的栅极一般都采用钨、钼材料。随着电子管的发展,采用栅极涂复的办法,改善了栅极的性能。

但是,用钼做的栅极,经过涂复处理后装成的电子管,在应用时如果增加栅极耗散,也会出现:热发射、二次发射和机械稳定性能差等缺陷。严重影响电子管的寿命、电气参数和整机的正常使用、特别是在做丁类放大器时更为明显。采用热解石墨做栅极材料,成功地克服了以上缺点,提高了电子管的栅极耗散,使电子管又向前发展了一步。

热解石墨栅极具有机械稳定性好,热电子发射、二次电子发射都比钨钼材料小得多,放气少,辐射系数大,平行于沉积平面方向导热、导电好,而径向导热导电差,这样就能使栅极上的热量迅速散发出去。热解石墨栅极的功率密度比钼栅极高五倍以上,可达 $60\text{w}/\text{cm}^2$ 。

热解石墨材料的来源,是利用碳氢化合物(甲烷、丙烷等)在温度为 $1800\sim 2300^\circ\text{C}$ 左右的高温下分解沉积而成。在沉积前,把栅极基体放入沉积炉中。沉积成后,由于热解石墨和基体石墨的膨胀系数不同,冷却后热解石墨从基体上自由脱落下来,抽出基体即可获得石墨栅极毛坯。

下面我们谈谈对热解石墨栅极的加工工艺的粗浅认识。

一、热解石墨栅极的机械加工

沉积成的热解石墨毛坯首先必须经机械加工,使其达到所要求的尺寸。

由于我们用的热解石墨这种材料较脆,而且栅极壁厚很薄,容易破裂,按一般的金属切削加工方法很难保证质量和成品率。我们经过多次试验,采用下述方法,基本上能保证加工质量,并有较高的合格率,如图一所示。

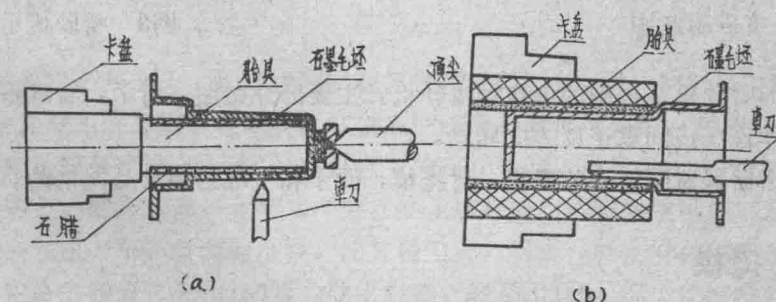


图1

首先，是在车床上再加工一个胶木内胎具（图一、a），外形尺寸与毛坯内孔径相配合。将热解石墨毛坯套在内胎具上，并同时采用活顶尖顶住毛坯，使其与内胎具同步转动。将热解石墨栅极毛坯外圆车成要求尺寸。然后在车床上用胶木棒加工外胎具，使胎具内孔径和加工好的外园相配合（图一、b）。将毛坯装进外胎具，车热解石墨栅极毛坯内孔达到要求尺寸。为了保证壁厚尺寸精度，所以要求加工精度应不低于4级，而不同心度也应控制在0.05毫米以内。为此胎具的工作部位的尺寸是在装卡后加工的。为了节省胎具材料，可以在胎具（3）工作面上涂一层松香石蜡（5）然后把蜡层加工到所需尺寸，使石墨筒与石蜡接触，这样就可以使胎具多次使用。取工件时稍一加温就可以顺利取出，也有利于保护石墨筒，提高成品率。

机械加工中的测量，我们采用塞规和内径千分表测内孔，千分尺测外园，板厚千分尺测壁厚的方法。保证了加工精度。

二、栅网的制造方法

热解石墨栅极栅网的制造方法有几种，诸如：电火花加工，激光加工，超声波加工、化学腐蚀法等。但是由于热解石墨具有耐高温、导电、导热性能好，化学稳定性好等特点，采用以上方法很难加工出合格的热解石墨栅极。

实践证明，采用喷砂法加工热解石墨栅极是比较切实可行的，它具有工艺简单成本低，成品率高等优点。喷砂原理是利用高速气流携带金刚砂或刚玉砂冲刷工件将工件要加工部份冲刷掉，喷成栅网。在喷砂前，将掩模套在经机械加工后合格的热解石墨栅极筒上，放于喷砂机中进行喷制。掩模的作用是复盖住不需喷制的部分，要求掩模与热解石墨筒表面配合严密，如图二所示。

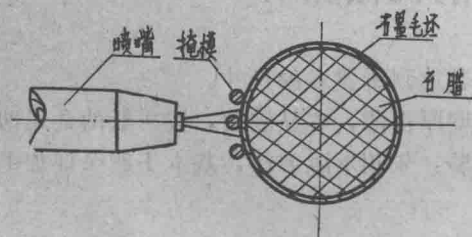


图2 喷砂示意图

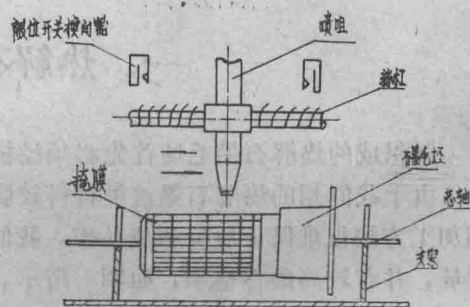


图3 喷砂机示意图

我们所用的喷砂机是自制的半自动喷砂机，主要部分如图三所示：喷咀作往复运动，热解石墨栅极筒作连续或间歇正反方向转动。

为了喷制出栅丝断面整齐的栅极，对掩模，砂子和喷咀的要求是严格的。

（一）掩模

在热解石墨栅极的制造工艺中，用喷砂法加工热解石墨栅极，掩模是很关键的。对掩模