

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 512 633 A2**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **92201234.9**

(51) Int. Cl.⁵: **H01J 35/10**

(22) Anmeldetag: **04.05.92**

(30) Priorität: **07.05.91 AT 947/91**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
11.11.92 Patentblatt 92/46

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT CH DE FR GB IT LI NL

(71) Anmelder: **METALLWERK PLANSEE
GESELLSCHAFT M.B.H.**

A-6600 Reutte, Tirol(AT)

(72) Erfinder: **Rödhammer, Peter, Dr.**
Kirchweg 20
A-6600 Reutte(AT)

(74) Vertreter: **Lohnert, Wolfgang, Dr.**
Metallwerk Plansee AG
A-6600 Reutte, Tirol(AT)

(54) **Verfahren zur Nachbehandlung der Brennbahn von Röntgendrehanoden.**

(57) Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode mit einem Brennbahnbereich aus hochschmelzenden Metallen. Der Brennbahnbereich ist mittels pulvermetallurgischer Verfahren oder mittels CVD- oder PVD-Verfahren gefertigt. Gemäß der Erfindung wird der Brennbahnbereich vorzugsweise unter Anwendung hochenergetischer Elektronen oder Photonen in einer Tiefe von kleiner 1,5 mm mittels lokaler, oberflächlicher Aufschmelzung nachbehandelt. Dadurch reduziert sich insbesondere die Restporosität im Brennbahnbereich. Das führt zu verbesserten mechanischen Eigenschaften, höherer Röntgenstrahlenausbeute und zu deutlich verbesserter Lebensdauer derartiger Drehanoden.

EP 0 512 633 A2

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode mit einem auf pulvermetallurgischem Wege oder mittels CVD- oder PVD-Verfahren gefertigten ringförmigen Brennbahnbereich aus hochschmelzenden Metallen, z.B. Wolfram bzw. Wolfram-Rhenium.

Als Basiswerkstoff für Röntgendrehanoden werden heute hochschmelzende Metalle oder Graphit, bzw. ein Verbund beider Materialien verwendet. Der eigentliche Erzeugungsbereich der Röntgenstrahlung, der Brennbahnbereich, besteht aus Wolfram, Molybdän oder deren Legierungen.

Metallische Röntgendrehanoden werden aus Gründen der Form, der verwendeten Werkstoffe sowie der geforderten Eigenschaften nach sintermetallurgischen Verfahren hergestellt; der Brennbahnbereich selbst wird nach sintermetallurgischen Verfahren oder neuerdings vermehrt auch mittels CVD- oder PVD-Beschichtungsverfahren erzeugt. Derartige Drehanoden bzw. Brennbahnbereiche besitzen eine Restporosität im Bereich von 0,1 - 10 % im endgefertigten Zustand, gemessen an der theoretischen Dichte.

Eine derartige Röntgendrehanode ist in der EP-A1-0 116 385 beschrieben, wobei gemäß dem dortigen Verfahren die Drehanode nach Aufbringen der Brennbahnschicht wahlweise nach- und wärmebehandelt wird.

Diese Restporosität hat für den Betrieb von Röntgendrehanoden, der grundsätzlich im Hochvakuum erfolgt, eine Reihe von störenden Nachteilen. Die Porosität verursacht die Abgabe von in den Poren eingeschlossenen Gasen. Das wiederum führt zu Gasentladungen im Hochvakuum der Röhre mit unerwünschten Röhrenkurzschlüssen, die ihrerseits Anodenansmelzungen verursachen. Die für eine Belastbarkeit von Röntgenröhren so wichtige Wärmeleitfähigkeit nimmt etwa mit dem Quadrat der Porosität ab. Porosität der Brennbahnoberfläche bedingt erhöhte Oberflächenrauigkeit und vermindert die Röntgenstrahlenausbeute wegen Selbstabsorption. Poröse Oberfläche bedeutet aber auch die Gefahr von Partikelaustritten aus der Oberfläche, was die negativen Auswirkungen von Gasaustritten noch wesentlich verstärkt.

Die mechanische Bindung der einzelnen Kristallite im Gefüge ist von der Porosität, aber auch von den metallurgischen Zuständen an den Korngrenzen, insbesondere von Verunreinigungen an den Korngrenzen abhängig. Im Zuge pulvermetallurgischer Herstellungsverfahren ist aber eine Konzentration von im Metall unlöslichen Verunreinigungen an den Korngrenzen unumgänglich; dies bedeutet einen weiteren Störfaktor beim Betrieb von Röntgendrehanoden.

Nach sintermetallurgischen Verfahren hergestellte Brennbahnbeläge, insbesondere aus Wolfram-Rhenium, weisen fallweise lokal eine sprö-

de, intermetallische Wolfram-Rhenium-Phase, die sogenannte Sigmaphase auf, die auf Inhomogenitäten durch unzureichendes Vermischen der einzelnen Legierungsanteile im Pulveransatz zurückzuführen ist. Die unvermeidliche Thermoschockbelastung von Drehanoden im Betrieb führt dann insbesondere in diesen, und in von diesen ausgehenden Bereichen, zu höchst unerwünschter Rißbildung, mit einer Verminderung der Röntgenstrahlenausbeute im Brennbahnbereich als Folge.

Die vorbeschriebenen, unterschiedlich häufig auftretenden Störungen begrenzen die Lebensdauer und führen in Einzelfällen zu vorzeitigem Ausfall der Röntgendrehanoden.

Aufgabe vorliegender Erfindung ist danach die Beseitigung, oder doch eine wesentliche Herabsetzung der vorgenannten Nachteile. Aufgabe ist insbesondere die Verringerung der Porosität und der Verunreinigungen, insbesondere an den Korngrenzen im Brennbahnbereich. Die bisherigen Herstellungsverfahren (Pulvermetallurgie und CVD- bzw. PVD-Verfahren) sollen wegen deren Wirtschaftlichkeit und der daraus resultierenden guten Werkstoffeigenschaften beibehalten werden.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Verfahren gelöst, nach dem der Brennbahnbereich einer Röntgendrehanode in einer Tiefe kleiner 1,5 mm mittels lokaler, oberflächlicher Aufschmelzung nachbehandelt wird.

Die erfinderische Nachbehandlung mittels oberflächlicher Aufschmelzung erfolgt entsprechend einem in Praxis bewährten Verfahren durch Einwirken gebündelter Strahlen von hochenergetischen Elektronen oder Photonen auf die Oberfläche des Brennbahnbereiches von Röntgendrehanoden bis in eine bestimmte Einwirktiefe. Mit dem Aufschmelzen bildet sich in diesem Bereich ein verändertes metallisches Gefüge, die Porosität und der Anteil an Verunreinigungen, insbesondere im Korngrenzenbereich, werden ganz wesentlich gesenkt. Wegen des sehr lokalen Aufschmelzens und sehr raschen Abkühlens nach dem Aufschmelzen bleibt im Unterschied zu üblichen schmelzmetallurgischen Verfahren das Korngefüge vergleichsweise fein. Die erreichbare Korngröße entspricht derjenigen, wie sie in pulvermetallurgisch oder mittels Auftragverfahren hergestellten Brennbahnbereichen üblich ist.

Das Aufschmelzen kann ein einziges Mal oder auch mehrmals hintereinander erfolgen und beeinflusst die im Endzustand erzielbare metallische Struktur des Brennbahnbereiches. Mit der Beseitigung der Restporosität verschwinden auch die eingangs aufgezeigten bisherigen Störungen beim Betrieb von Röntgendrehanoden.

Als geeignete fokussierbare Energiequellen für den Aufschmelzprozeß kommen der Laser, Geräte zur Erzeugung von Teilchenstrahlen, insbesondere

Elektronenstrahlen, sowie hochfokussierbare Hochleistungslampen in Betracht. Für die im Einzelfall gewählte Energiequelle ist der werkstoffbedingte Umwandlungsgrad eingestrahle Energie/Wärme von Bedeutung. Weiters spielen der apparative Aufwand und die Verfahrensabwicklung, z. B. Behandlung unter Schutzgas oder im Hochvakuum, eine Rolle. Wegen des hohen Reflexionsvermögens hochschmelzender Metalle für elektromagnetische Wellen im Spektralbereich 0,3 - 20 μm ($> 80\%$) bietet der Einsatz von Elektronenstrahlen mit einem Wirkungsgrad $\geq 60\%$ in der Regel Vorteile.

Die anzustrebende Aufschmelztiefe gemäß erfinderischem Verfahren ist auf die im Betrieb zu erwartenden, thermomechanischen Belastungen des Brennbahnbereiches abgestimmt zu bemessen. Eine Aufschmelztiefe zwischen 0,05 und 1,5 mm hat sich als brauchbar erwiesen. In der überwiegenden Zahl der Anwendungsfälle bietet eine Aufschmelztiefe zwischen 0,5 und 0,8 mm das beste Kosten-/Nutzenverhältnis.

Der Prozeß des Aufschmelzens und raschen Abkühlens ergibt je nach Prozeßführung die Gefügestände amorph, sehr feinkörnig isotrop, feinstengelig oder grobkristallin. Dabei auftretende Spannungen im Gefüge können durch eine nachgeschaltete Vakuumglühung im Bereich 900 - 1600°C abgebaut werden.

Der Aufschmelzprozeß führt im Brennbahnbereich zu einer sehr glatten Oberfläche von geringer Oberflächenrauhtiefe. Dennoch ist es aufgrund der extrem hohen Anforderungen an die Oberflächenglattheit von Röntgendrehanoden im Brennbahnbereich in der Regel unumgänglich, die Oberfläche nach dem Aufschmelzungsprozeß zu überschleifen.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird anhand eines Beispiels näher beschrieben. Ein auf üblichem pulvermetallurgischem Wege hergestellter Drehanoden-Grundkörper mit Wolfram/Rhenium-Brennbahnbereich wird - so wie auch später im Betrieb - auf eine rotierende Haltewelle montiert und in einen auf Hochvakuum evakuierbaren Kolben eingesetzt. Der Drehanoden-Brennbahnbereich wird dabei gegenüber einer fokussierenden Glühmissionskathode angeordnet. Zunächst wird die langsam rotierende Drehanode mittels eines defokussierten Elektronenstrahles einheitlich auf ca. 800°C gebracht. Dabei wird die Drehanode entgast, das heißt, es werden Fremdatome und nicht ausreichend haftende Materialteilchen von der Oberfläche entfernt. Dann wird der Elektronenstrahl auf einen Strichfokus von 20 mm Länge und 2 mm Breite sowie auf eine Leistung von 6 kW gebracht und es wird die mit 3-6 Umdrehungen pro Minute rotierende Drehanode in drei aufeinanderfolgenden Umläufen oberflächlich aufgeschmolzen. Dabei entsteht eine Schmelzzone von ca. 17 mm Breite und 0,7 mm mittlerer Tiefe. Die aufgrund der Anord-

nung jeweils horizontal liegende Schmelze erstarrt beim anschließenden Abkühlen so glatt, daß bereits bei einer anschließenden Abtragung von 0,2 - 0,3 mm durch Überschleifen eine anforderungsgerechte, glatte Brennbahnbelagsoberfläche erzielt wird.

Das Gefüge eines derart aufgeschmolzenen Brennbahnbereiches weist gerichtet erstarrte Kristallite eines mittleren Durchmessers von 150 μm auf. Es zeigt keinerlei Poren und gibt zuverlässige Hinweise für eine ausgezeichnete Bindung der einzelnen Körner bzw. Kristallite aneinander.

Eine gemäß vorliegender Erfindung hergestellte Röntgendrehanode wurde mit einer nach dem Stand der Technik gefertigten Drehanode verglichen. In einem sogenannten Röhrenprüfstand, in dem die Belastung der Röntgendrehanode derjenigen im späteren Betrieb völlig identisch simuliert werden kann, wurden beide Vergleichsdrehanoden mit folgenden Belastungszyklen getestet:

Elektronenstrahlleistung 60 kW, Fokus 12 x 1,8 mm², Bestrahlungszyklus 7 x 0,1 S mit jeweils 0,1 S Pause (entspricht einer Röntgenaufnahme) und 59 S Abkühlung, gesamte Aufnahmenzahl 1200.

Nach Beendigung dieses Tests wurden die beiden Vergleichsdrehanoden hinsichtlich ihrer oberflächlichen Strukturänderungen sowohl im Rasterelektronenmikroskop geprüft, als auch mittels des Abtaststiftes auf Oberflächenrauigkeit vermessen.

Die mittlere Rauhtiefe R_a bei der Drehanode gemäß Stand der Technik betrug $R_a = 5,5 \mu\text{m}$, die Drehanode gemäß vorliegender Erfindung hatte eine mittlere Rauhtiefe von $R_a = 3,5 \mu\text{m}$. Die Aufrauung der Drehanode gemäß vorliegender Erfindung infolge Materialermüdung war nicht nur geringer, sondern, bezogen auf den gesamten Brennbahnoberflächenbereich, gleichmäßiger als bei der Drehanode gemäß Stand der Technik. Entsprechend zeigte die erfindungsgemäße Röntgendrehanode ein gleichmäßigeres und weniger dichtes Rißnetzwerk mit geringeren Rißbreiten als die Vergleichsanode gemäß Stand der Technik. Die erfindungsgemäße Drehanode weist eine sehr hohe Vakuumstabilität auf. Dadurch läßt sich die sogenannte Einlaufphase deutlich verkürzen, in welcher eine Drehanode in der Röhre unter dem Elektronenstrahl bei fortlaufendem Abpumpen von austretenden Restgasen erwärmt und erstmals auf Betriebsbedingungen gebracht wird. Die elektrische Stabilität der Drehanode im Betrieb war einwandfrei.

Die bei Testende gemessene Röntgenstrahlendosis pro Aufnahme lag bei der gemäß Erfindung hergestellten Drehanode um 20 % höher als bei der Vergleichsanode nach dem Stand der Technik.

Die Lebenserwartung der Röntgendrehanode lag aufgrund der vorgenannten Qualitätsverbesserungen somit deutlich höher als die der Vergleichsanode.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode mit einem auf pulvermetallurgischem Wege oder mittels CVD- oder PVD-Verfahren gefertigten ringförmigen Brennbahnbereich aus hochschmelzenden Metallen, **dadurch gekennzeichnet,**
daß der Brennbahnbereich in einer Tiefe von kleiner 1,5 mm mittels lokaler, oberflächlicher Aufschmelzung nachbehandelt wird. 5
10
2. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufschmelzung bis in eine Tiefe zwischen 0,05 und 1,5 mm erfolgt. 15
3. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufschmelzung bis in eine Tiefe zwischen 0,5 und 0,8 mm erfolgt. 20
4. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufschmelzung mittels eines fokussierten Elektronenstrahles erfolgt. 25
5. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufschmelzung mittels eines Laserstrahles erfolgt. 30
6. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberfläche des aufgeschmolzenen Bereiches mechanisch geglättet wird. 35
7. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß der aufgeschmolzene Bereich zusätzlich einer Glühbehandlung unterzogen wird. 40
8. Verfahren zur Herstellung einer Röntgendrehanode nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Aufschmelzen des Brennbahnbereiches ein- oder mehrmals wiederholt wird. 45
50
9. Röntgenröhre, hergestellt nach dem Verfahren gemäß Anspruch 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Werkstoff des Brennbahngebietes eine Wolfram-Rhenium-Legierung ist. 55