

Чесноков Дмитрий Андреевич

**РАЗРАБОТКА АНОДА ДЛЯ МОЩНЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ ТРУБОК
МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ**

Специальность: 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Автор:



Москва - 2021

Работа выполнена в Федеральном Государственном Унитарном Предприятии «Научно-исследовательский институт Научно-производственное объединение «ЛУЧ».

Научный руководитель:

Таубин Михаил Львович,
доктор технических наук, профессор,
главный научный сотрудник
ФГУП «НИИ НПО «ЛУЧ»

Официальные оппоненты:

Потрахов Николай Николаевич,
доктор технических наук, профессор, зав.
кафедрой электрических приборов и устройств
СПбГЭТУ «ЛЭТИ»

Зеликман Михаил Израилевич,
доктор технических наук, профессор,
научный руководитель
ООО «КБ РентгенТест»

Мазуров Анатолий Иванович,
кандидат технических наук, заместитель
генерального директора по науке
АО «НИПК «Электрон»

Защита состоится «29» июня 2021г. в ____ часов на заседании диссертационного совета НИЯУ МИФИ по адресу: 115409, г. Москва, Каширское шоссе, д. 31

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЯУ МИФИ и на сайте <http://ds.mephi.ru>

Автореферат разослан «__» _____ 20__ г.

Ученый секретарь диссертационного совета

к.т.н.

Куликов Е.Г.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Рентгеновские методы диагностирования широко зарекомендовали себя в современной медицине. Существующая тенденция повышения качества получаемого изображения при диагностике с одновременным уменьшением дозовых нагрузок на пациента определяет переход от «рентгенографии» к «рентгеноскопии», что требует использования мощных рентгеновских излучателей. Основным элементом, определяющим нагрузочные характеристики рентгеновского излучателя, является анод-мишень, на которой происходит торможение ускоренно движущихся электронов.

В трубках с вращающимся анодом за время одиночного импульса фокусная дорожка подвергается значительным температурным колебаниям (до 1000 °С на 1 мм). Вследствие таких изменений температуры возникают резко меняющиеся напряжения, которые сопровождаются появлением микротрещин на поверхности анода, подплавлением металла и его испарением. Происходит деградация поверхности анода, которая приводит к уменьшению интенсивности рентгеновского излучения за счет увеличенного поглощения излучения развитой поверхностью анода. Таким образом, необходимо решать важную задачу отвода тепла от фокусной дорожки анода.

Реализация эффективного способа отвода тепла от анода определяется его конструктивным исполнением и выбором материалов, входящих в состав анода.

Материалы анода должны обеспечивать высокое теплосодержание анодного диска при условии согласованности коэффициента термического линейного расширения (КТЛР) основы анода и материала фокусной дорожки, работающих в условиях термоциклических нагрузок (локальный перегрев достигает 2500 °С). Большее значение теплоемкости материала основы анода позволяет увеличить количество включений рентгеновской трубки без её перегрева и позволяет минимизировать размеры анодного диска. Должна обеспечиваться механическая прочность анодного диска при минимально возможном моменте инерции (частота вращения анода составляет 150 Гц и более).

В настоящее время производителями мощных рентгеновских трубок выпускаются комбинированные аноды типа «тринотекс» - (W-Re/Mo/C), хорошо зарекомендовавшие себя в работе. В целях повышения эксплуатационных свойств, среди прочих ключевых вопросов снижение массогабаритных характеристик представляет особый интерес. В частности, уменьшение числа слоев анода позволяет облегчить его конструкцию и снизить инерционность, что дает возможность использовать подшипник вращения более простой конструкции.

Разработка анодов с высоким теплосодержанием и высокой нагрузочной способностью для высокоинтенсивных источников рентгеновского излучения, включающая методы изготовления, проведение ресурсных испытаний анодов диаметром до 250 мм, создание эффективных диффузионных барьеров, использующих эффект химического взаимодействия с углеродом, являются актуальными задачами.

Цель работы

Создание анода с высоким теплосодержанием и сопротивлением повышенным удельным термомеханическим нагрузкам для высокоинтенсивных источников рентгеновского излучения (применительно для томографии, ангиографии, маммографии).

Для достижения поставленной цели решены следующие **задачи**:

- проведено расчетное обоснование геометрических размеров анода мощных рентгеновских трубок (100 кВт) и обоснован выбор технологии формирования фокусной дорожки на поверхности основы;
- отработана технология пайки графитового аккумулятора с молибденовой основой для комбинированного анода и пайки молибденовой втулки с графитовой основой для графитового анода;
- проведен анализ и определены диффузионные защитные барьеры между материалом фокусной дорожки и основой анода с обоснованием их эффективности;
- разработан экспериментальный высокотемпературный высоковакуумный стенд для испытания анодов диаметром до 250 мм, имеющий узел вращения, окно для вывода рентгеновского излучения и устройство измерения фокусных пятен;
- разработана специальная конструкция эмиттера с повышенными эмиссионными характеристиками $A_{\text{вых}} = (4,10 \pm 0,05)$ эВ для оптимизации процесса испытаний анодов;
- выполнено экспериментальное обоснование работоспособности анода с повышенными эксплуатационными характеристиками.

Научная новизна работы

1. Впервые рассчитаны температурные поля анода на основании данных комплексных исследований теплофизических свойств материалов, входящих в его состав.
2. Предложен критерий прогнозирования остаточного ресурса работы рентгеновской трубки по данным деградации фокусной дорожки.
3. Впервые получена экспериментальная зависимость КТЛР поликристаллического вольфрама, осажденного из газовой фазы, в диапазоне температур (250 – 1900) °С.
4. Впервые определена эффективность использования защитных диффузионных барьеров между вольфрамовой фокусной дорожкой и графитовой основой из карбида кремния (SiC), нитрида титана (TiN) и их взаимных комбинаций для графитового анода.

Новизна технических решений подтверждается 1 патентом на полезную модель и 1 актом внедрения предложенных технических решений.

Практическая значимость работы

На сегодняшний день в России отсутствует производство анодов для мощных рентгеновских излучателей. Российские производители рентгеновского оборудования заинтересованы в локализации производства анодов на территории РФ, однако в настоящее время такие аноды производят только в Европе (Plansee для Philips и Siemens) и США (GE). Иностранные производители изготавливают строгую номенклатуру анодов с определенным углом, диаметром и толщиной изделия, конструкционные изменения которого возможны только после проведения научных исследований. К тому же покупка таких анодов сопряжена с рядом сложностей, заключающихся в их высокой стоимости, особенностях логистики и коммуникативных барьерах при работе с поставщиками.

Совокупность разработанных автором новых технических решений по созданию анодов для мощных рентгеновских трубок медицинского назначения представляет собой объективную практическую значимость для развития рынка отечественных рентгеновских аппаратов.

В рамках данной работы изготовлен графитовый анод с защитным диффузионным слоем из SiC, который использовался в составе опытных образцов рентгеновских излучателей для компьютерного томографа и ангиографа в рамках выполнения работ по разработке технологии изготовления мощных рентгеновских излучателей (договор № Т22 от 24.10.2013 «Разработка рентгеновского излучателя для ангиографа»), что подтверждается актами оценки результатов приемочных технических испытаний № 2015-4604 от 18.11.2015 и № 2015-4605 от 18.11.2015 (акт внедрения № 1 от 25.11.2019).

Достоверность научных положений, результатов и выводов

Полученные результаты подтверждаются применением общепризнанных экспериментальных методик и современного сертифицированного высокоточного аналитического оборудования. При выполнении работы использованы методы математического моделирования, инструменты электронной микроскопии, металлографического анализа и измерения теплофизических свойств: КТЛР, удельной теплоемкости, теплопроводности.

Личный вклад автора

Проведена оценка и проведен анализ температурных полей анода рентгеновского излучателя для ангиографа мощностью 100 кВт.

Проведено осаждение вольфрама из газовой фазы на различные подложки.

Проведены ресурсные испытания модельных образцов графитового анода с различными защитными слоями (SiC, TiN и их комбинаций), на основании которых определена эффективность использования SiC в качестве защитного слоя.

Разработан режим пайки графитового аккумулятора с молибденовой основой для комбинированного анода и пайки молибденовой втулки с графитовой основой для графитового анода.

Предложена конструкция биметаллического эмиттера с высокими эмиссионными характеристиками, проведены исследования эмиссионных характеристик эмиттера.

Разработана конструкция высокотемпературного высоковакуумного стенда для испытания анодов диаметром 250 мм. Проведены испытания изготовленных опытных образцов анодов с использованием разработанного стенда.

Апробация работы

Основные положения и результаты работы докладывались и обсуждались на следующих научных семинарах и конференциях:

3-я Международная конференция по материаловедению и инженерии (CMSE) (Шанхай, 2014); 4-я Международная конференция по материаловедению и инженерии (CMSE) (Макао, 2015); 2-й Байкальский материаловедческий форум (Улан-Удэ, 2015); научно-практическая конференция «Научная сессия НИЯУ МИФИ-2015» (Москва, 2015); 2-я Всероссийская научно-практическая конференция производителей рентгеновской техники (Санкт-Петербург, 2015); IX Всероссийская конференция «Керамика и композиционные материалы» (Сыктывкар, 2016); XXXVI Всероссийская конференция по проблемам науки и технологий (Миасс, 2016); 4-я Всероссийская научно-практическая конференция производителей рентгеновской техники (Санкт-Петербург, 2017); 5-я Всероссийская научно-практическая конференция производителей рентгеновской техники (Санкт-Петербург, 2018); 6-я Всероссийская научно-практическая конференция производителей рентгеновской техники (Санкт-Петербург, 2019).

Публикации

По материалам, вошедшим в диссертацию, опубликовано 23 работы (из них 2 статьи в журналах, рецензируемых высшей аттестационной комиссией (ВАК), 5 статей в журнале Scopus, 10 тезисов и докладов на конференциях и семинарах, 1 патент Российской Федерации, 5 научно-технических отчетов).

Основные положения, выносимые на защиту

1. Предложенный автором комплекс технических решений по созданию многослойных вращающихся анодов мощных рентгеновских трубок медицинского назначения.

2. Результаты расчета температур и напряженно-деформированного состояния фокусной дорожки многослойного анода с определением предельных значений нагрузочных характеристик анода.

3. Предложенная автором конструкция графитового анода, представляющая собой графитовую основу, вольфрамовый слой, нанесенный на поверхность графитовой основы, защитный барьерный слой SiC между графитовой основой и вольфрамовым слоем.

4. Результаты измерения КТЛР вольфрама, осажденного из газовой фазы.

5. Технологические аспекты изготовления комбинированного и графитового анодов и анализ эффективности использования диффузионных барьеров между вольфрамовым покрытием и графитовым аккумулятором графитового анода.

6. Разработанная автором конструкция экспериментального высокотемпературного высоковакуумного стенда для проведения модельных испытаний крупногабаритных анодов, содержащего вакуумную, высоковольтную электротехническую, контрольно - измерительную системы, а также устройство для контроля рентгенооптических характеристик.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, 5 глав, выводов, 1 приложения, содержит 155 страниц, 118 рисунков, 28 таблиц и списка литературы из 68 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность, сформулированы цели и задачи диссертационной работы, указаны научная новизна, практическая значимость полученных результатов, защищаемые положения и результаты, личный вклад автора и апробация работы.

В первой главе сформулированы основные требования к анодам диагностических рентгеновских трубок и проведен обзор существующих конструкций комбинированного и графитового анодов с точки зрения обеспечения конструктивной прочности, высокого теплосодержания и ресурса.

На основании анализа технологий изготовления анодов, результатов исследований современных подходов к их конструированию и факторов, влияющих на максимальную температуру фокусной дорожки, предложен к разработке анод с вольфрамовым слоем, нанесенным из газовой фазы (Chemical Vapor deposition – CVD) непосредственно на графитовый аккумулятор без использования промежуточной молибденовой подложки. Использование CVD-технологии при нанесении рабочего вольфрамового покрытия позволяет достичь повышения теплопроводности слоя и снизить за счет этого максимальную температуру фокусной дорожки T_v более чем на 750 К. Снижение T_v , в свою очередь,

позволяет решить актуальную задачу уменьшения повреждаемости фокусной дорожки и повышения ресурса работы анода в целом.

Выбор габаритных размеров анода осуществлялся из условия обеспечения температуры фокусной дорожки менее 2700 °С (температуры начала испарения вольфрама).

$$T_v = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot \frac{P \cdot (1-K) \cdot G}{S_f} \cdot \frac{1}{\sqrt{\lambda \cdot \rho \cdot c_p}} \cdot \sqrt{\frac{f}{2 \cdot \pi \cdot R_f \cdot v}}, \quad (1)$$

где P – входная мощность анода, S_f – площадь действительного фокуса, K – коэффициент вторичных электронов, G – коэффициент, учитывающий глубину проникновения электронов в материал фокусной дорожки, λ – теплопроводность материала фокусной дорожки, ρ – плотность материала фокусной дорожки, c_p – удельная теплоемкость материала фокусной дорожки, f – ширина действительного фокуса (в общем случае совпадает с номинальным размером фокусного пятна), R_f – средний радиус фокусной дорожки, v – частота вращения анода [1, 2].

Проведенные расчеты по выбору оптимального размера анода (рисунок 1) для мощности 100 кВт и заданных начальных условий показали, что его диаметр не должен быть менее 120 мм. При меньшем диаметре анода T_v превысит критическое значение 2700 °С, характерное для интенсивного испарения материала.

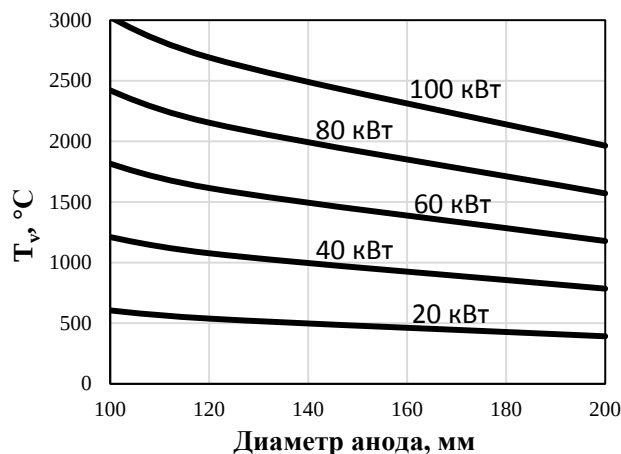


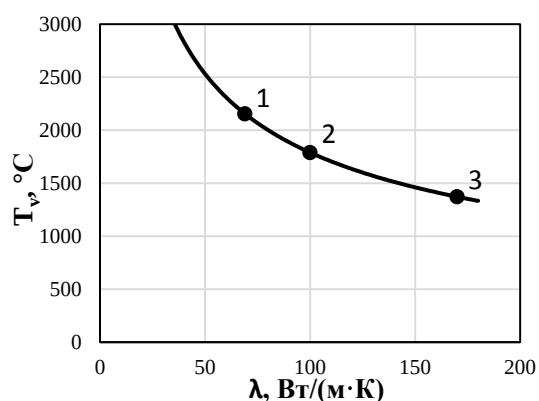
Рисунок 1 – Зависимость T_v от диаметра анода (угол анода – 7 °; номинальный размер фокусного пятна – 1,0 x 1,0 мм; частота вращения – 150 Гц)

Представлены расчетные зависимости (рисунок 1) T_v от коэффициента теплопроводности материала фокусной дорожки для анода диаметром 120 мм (угол анода – 7°; номинальный размер фокусного пятна – 1,0 x 1,0 мм; частота вращения – 150 Гц; входная мощность – 80 кВт). Точками на графике отмечены значения теплопроводности материалов фокусной дорожки, взятые из различных источников. Полученная закономерность свидетельствует о ключевой роли теплопроводности материала фокусной дорожки в оценке её максимальной температуры.

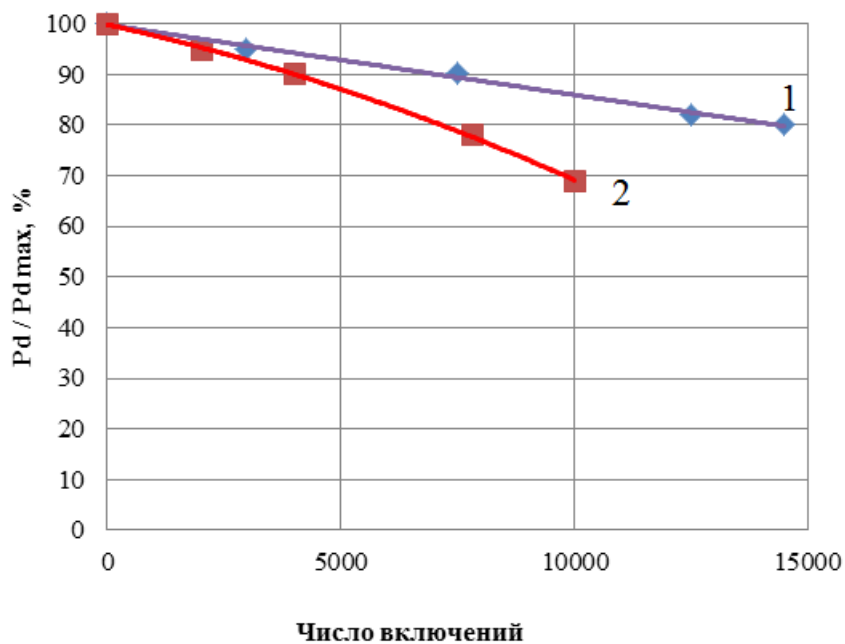
По результатам исследований в качестве основной технологии формирования слоя вольфрама на поверхности графитовой основы выбрана технология осаждения вольфрама из газовой фазы. Из анализа проведенных расчетов видно, что вольфрам, полученный по такой технологии, позволит снизить температуру T_v на более чем на 750 К (рисунок 2). Рисунок 2 наглядно иллюстрирует то, насколько неточность определения теплопроводности влияет на оценку максимальной температуры анода.

1 – сплав W-10 % Re (порошковая металлургия) [3]; 2 – чистый вольфрам (порошковая металлургия) [4]; 3 – W-6 % Re (CVD) [5]

Рисунок 2 – Расчетная зависимость T_v от теплопроводности материала фокусной дорожки



В работе [6] авторами показано, что интенсивность рентгеновского излучения для мишени, полученной с помощью методов порошковой металлургии, снижается значительно быстрее, чем для мишеней, полученных осаждением вольфрама из парогазовой фазы (рисунок 3).



1 – мишень из вольфрама, осажденного из парогазовой фазы; 2 – мишень, полученная методами порошковой металлургии

Рисунок 3 – Зависимость значения мощности дозы от количества включений рентгеновской трубки

Во второй главе рассмотрены особенности метода газозафазного формирования вольфрамового покрытия на поверхности графитовой основы с описанием схемы процесса (рисунок 4), принципиальной схемы технологической установки (рисунок 5) и представлены результаты исследований:

- структуры полученного вольфрамового покрытия;
- адгезии вольфрама на графите по результатам испытаний экспериментальных образцов на разрыв;
- коэффициента термического линейного расширения, осажденного из газовой фазы вольфрама в сравнении с поликристаллическим вольфрамом, полученным методом порошковой металлургии, и молибденом марки TZM.

Газовая смесь (1), состоящая из гексафторида вольфрама и водорода, в определенном соотношении вводится через распределительное устройство сверху реакционной камеры (2) и выводится с противоположного конца (рисунок 6). Газораспределительное устройство обеспечивает равномерный состав газовой смеси по всему объему реакционной камеры.

Гексафторид вольфрама восстанавливается с образованием плотного покрытия. Взаимодействие газообразного гексафторида вольфрама с водородом описывается суммарным уравнением реакции:

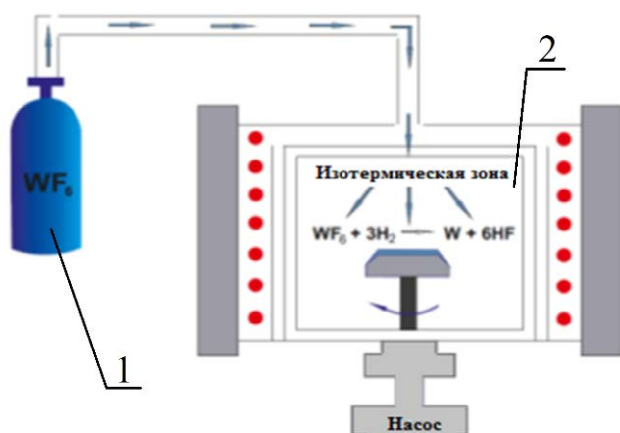
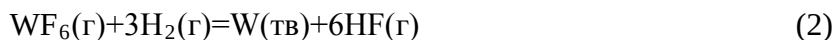


Рисунок 4 – Общая схема процесса нанесения вольфрамового покрытия на поверхность основы анода

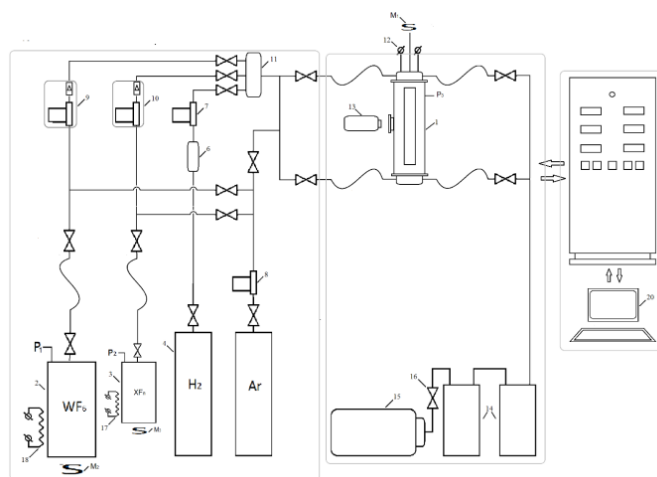


Рисунок 5 - Принципиальная схема установки получения покрытий и изделий из вольфрама

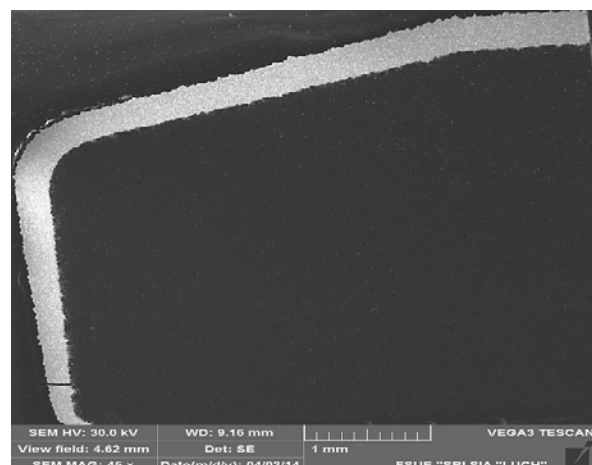
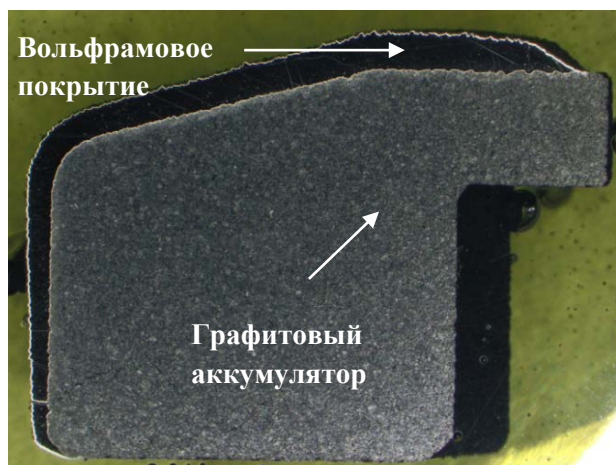


Рисунок 6 – Продольный шлиф графитового имитатора аккумулятора с нанесенным вольфрамовым покрытием

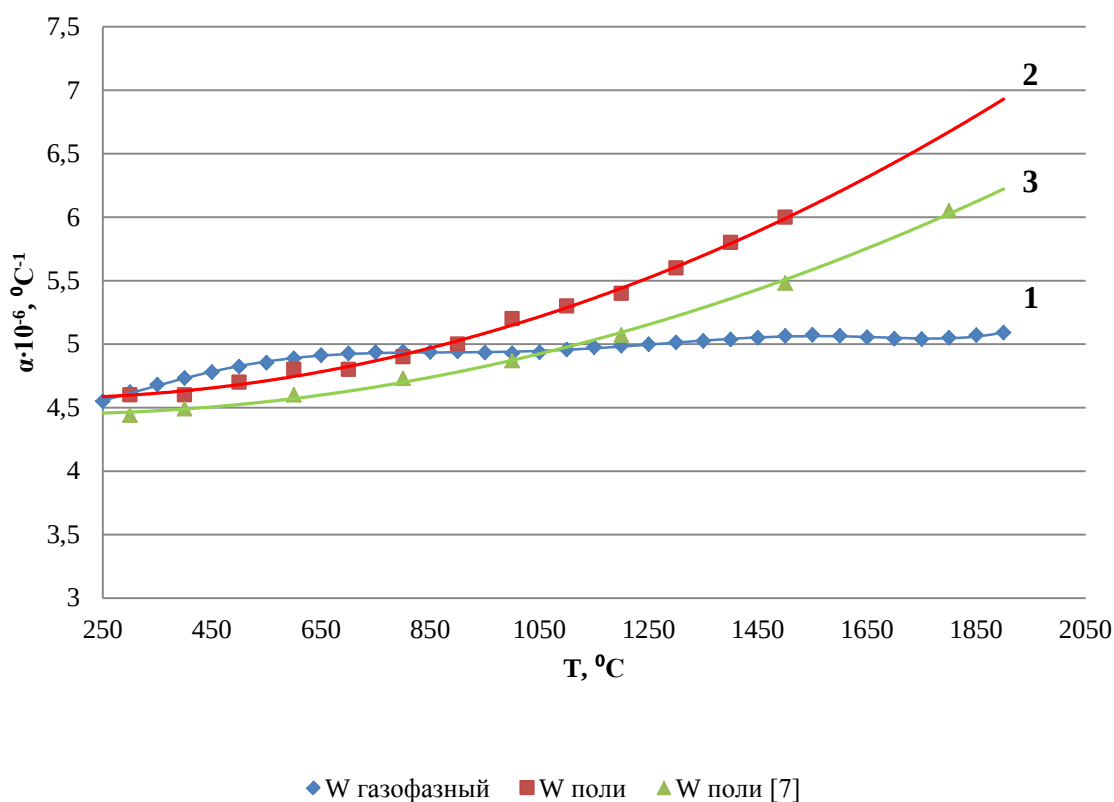
Основным преимуществом кристаллизации из газовой фазы является то, что осаждение происходит на атомарном уровне. Это позволяет получить тугоплавкий материал с плотностью, близкой к теоретической, и наносить покрытие на изделие любой формы. Рельеф поверхности вольфрамового покрытия составляет 40 мкм. Качество сцепления нанесенного слоя с основой характеризуется высокой адгезионной прочностью. Структура осажденного вольфрамового покрытия представлена на рисунке 7. Открытых пор, раковин, трещин на границе графит-вольфрам не обнаружено. В результате осаждения на поверхности графита сформировался осадок, обладающий столбчатой структурой, высокой плотностью и наличием определенной текстуры роста. Начальные слои осажденного вольфрама состоят из мелких зерен (≤ 1 мкм), что свидетельствует о наличии множества центров кристаллизации. При дальнейшем осаждении происходит преимущественное развитие тех зародышей, ориентация которых оказалась термодинамически наиболее выгодной - вершинами в направлении роста.



Рисунок 7 – Структура осажденного вольфрамового покрытия

Результаты испытаний образцов из графита с вольфрамовым покрытием (CVD) на разрыв показали удовлетворительную адгезионную прочность осажденного вольфрамового покрытия, что подтверждается разрушением экспериментальных образцов по телу графита с пределом прочности 38 МПа.

Анод – изделие, работающее в условиях циклических нагрузок. Для работоспособности анода требуется согласование КТЛР материалов, входящих в его состав. По результатам измерения КТЛР вольфрама, осажденного из газовой фазы и полученного методом порошковой металлургии, показано, что значение КТЛР для обоих видов материала отличается на значение, не превышающее 20 %. При этом отмечается менее сильная зависимость КТЛР вольфрама (CVD) от температуры (рисунок 8), значение которого составляет $(5,1 \pm 0,2) \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ в диапазоне от 400 до 2000 °С.



1 – вольфрам поликристаллический (CVD); 2 – вольфрам поликристаллический (порошковая металлургия); 3 – вольфрам поликристаллический (порошковая металлургия) [7]

Рисунок 8 - Зависимость КТЛР вольфрама от температуры

Значение КТЛР молибдена при температуре 1700 °С составляет $(6,1 \pm 0,2) \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ (рисунок 9). Такая разница в значениях КТЛР вольфрама (CVD) и молибдена не должна вызывать существенных растягивающих напряжений на границе молибден-вольфрам (для

комбинированного анода), создавая тем самым условия для достижения необходимой механической прочности данной границы в условиях эксплуатации анода.

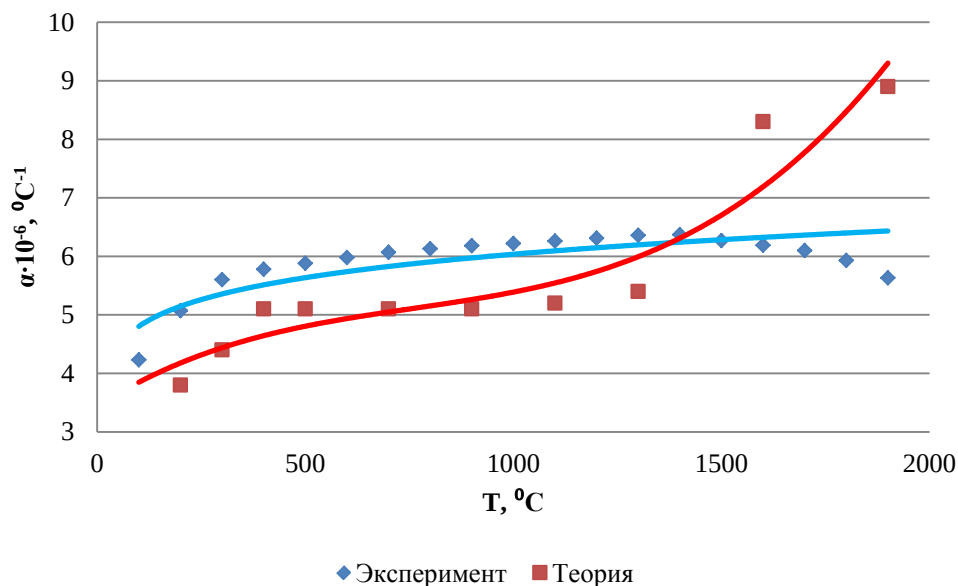


Рисунок 9 - Зависимость КТЛР молибдена от температуры (экспериментальные и литературные данные [7])

Экспериментальные и литературные данные КТЛР молибдена хорошо согласуются до температуры 1400 °C. После этой температуры возникает существенное расхождение, которое может быть связано с тем, что литературные данные приведены для иного химического состава молибдена, отличного от молибдена марки TZM. С другой стороны, для молибдена и вольфрама, осажденного из газовой фазы, данное расхождение идет в сторону уменьшения разности КТЛР и, как следствие, уменьшения растягивающих напряжений на границе молибден-вольфрам (для комбинированного анода).

В третьей главе рассмотрены вопросы выбора и обоснования работоспособности диффузионного защитного барьера между графитом и вольфрамом графитового анода. Показано, что за время, равное 50 ч, при температуре 1450 °C (температура определена как максимальная температура на границе вольфрам/графит для входной мощности 100 кВт, фокус 1,0 x 1,0 мм, угол анода 7°, время 1 с) образуется карбидный слой WC толщиной 80 мкм, существенно ухудшающий механические и теплофизические свойства анода. В качестве защитного слоя рассматривались четыре различных варианта: SiC, TiN и их комбинации.

Формирование слоя SiC на графите происходит при температуре 1570 °C при условии обеспечения постоянного потока кремния к границе взаимодействия в инертной атмосфере. Необходимое время для формирования слоя SiC толщиной 10 мкм составляет 20 мин.

Важным аспектом в вопросе формирования равномерного плотного слоя SiC является выбор плотного графита с низкой открытой пористостью и близким к вольфраму КТЛР.

В результате измерения КТЛР графитов разных марок для дальнейших экспериментов выбраны графиты марки DE-24 и E-30 (рисунок 10, 11). Результаты измерений КТЛР показывают, что разница значений КТЛР W, полученного методом CVD, графита марки DE-24 и E-30 не превышает $1 \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ в интервале рабочих температур.

Для более детального понимания процессов, проходящих при нагревании и охлаждении анода в процессе работы, проведена расчетная оценка внутренних механических напряжений (ВМН), возникающих на границе «фокусная дорожка/основа анода» при условии нагрева границы до $1450 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Полученные расчеты показывают, что меньшие ВМН возникают при использовании графита марки E-30.

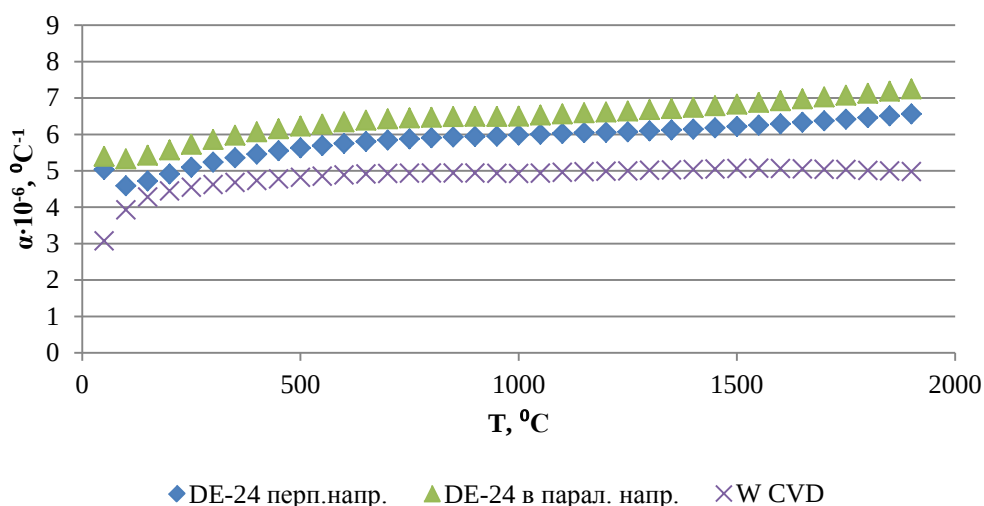


Рисунок 10 - Значения КТЛР графита марки DE-24

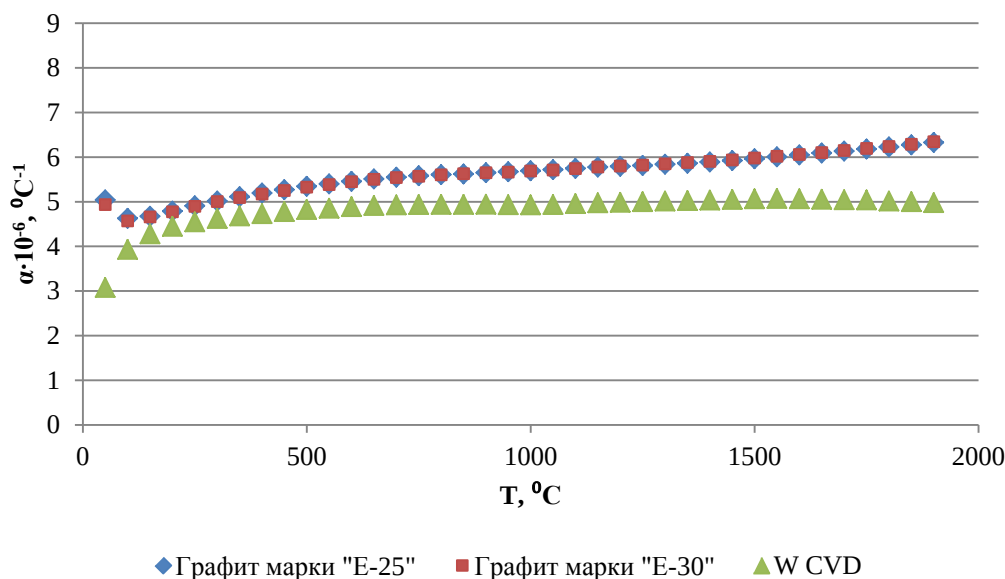
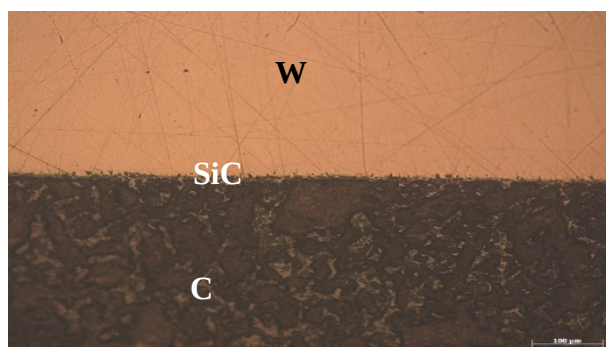


Рисунок 11 - Значения КТЛР графита марок E-25, E-30

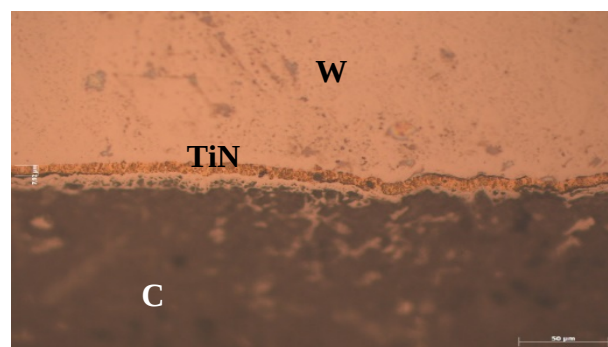
Для исключения дополнительных неопределенностей и соблюдения идентичных условий эксперимента вольфрамовый слой формировался на всех образцах в одном технологическом процессе. Результаты металлографического анализа образцов показаны на рисунке 12.

Из-за развитого рельефа поверхности графитовой основы покрытие нитрида титана, толщиной не более 6 мкм, в своей структуре имеет дефекты, по которым осаждаемый из газовой фазы вольфрам, имеющий высокую проникающую способность, диффузионно перемещается до границы графита. В результате чего происходит перемещение нитридного покрытия от поверхности графита и хаотичное расположение его в осажденном вольфрамовом осадке (рисунок 13). При взаимодействии с графитом вольфрам активно проникает через открытую пористость внутрь графитовой основы.

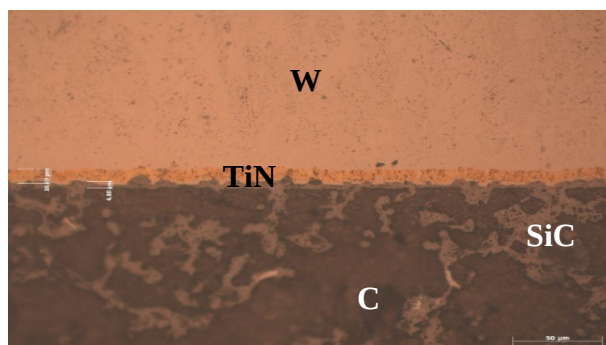
В случае осаждения покрытия TiN на плотный слой SiC, не имеющий такого развитого рельефа как у графитовой основы, осажденный нитридный слой не имеет дефектов, и последующее осаждение вольфрамового покрытия не приводит к проникновению вольфрама до границы SiC (рисунок 14).



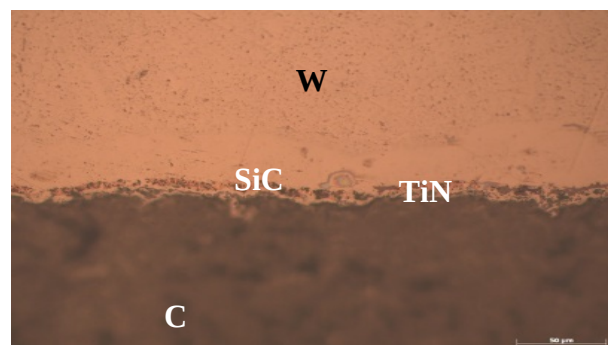
а) W/SiC/C



б) W/TiN/C



в) W/TiN/SiC/C



г) W/SiC/TiN/C

Рисунок 12 - Экспериментальные образцы после нанесения вольфрамового покрытия

Формирование карбида кремния на осажденном нитридном покрытии приводит к тому, что кремний, благодаря высокой проникающей способности в жидкой фазе, диффузионно мигрирует через дефекты нитридного покрытия. В результате идет химическое взаимодействие углерода и кремния с образованием покрытия SiC. Происходит отслоение нитридного слоя от графитовой основы и «хаотичное» его распределение. Вольфрам при последующем осаждении проникает до границы SiC/C.

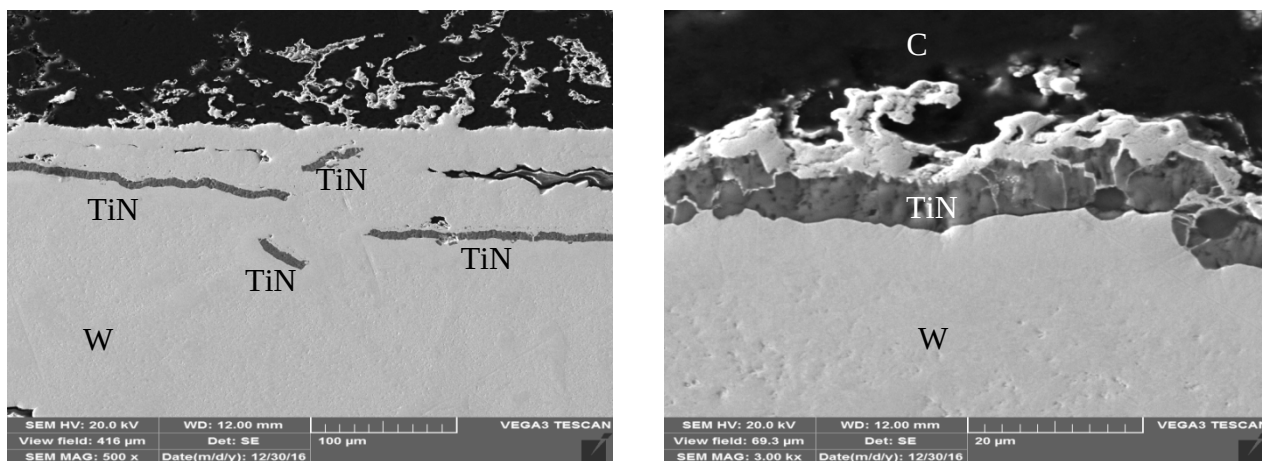


Рисунок 13 – Микроструктура графитового образца с покрытием TiN после осаждения W

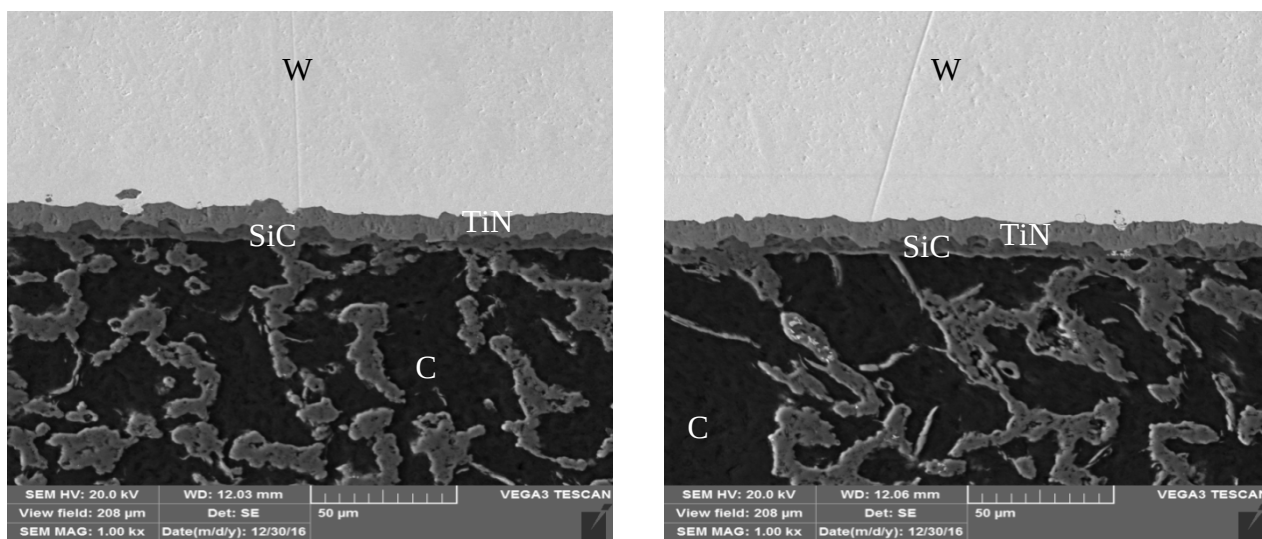


Рисунок 14 - Микроструктура графитового образца с покрытием SiC и TiN после осаждения W

Проведенная серия термоциклических испытаний показала, что в случае использования защитных слоев TiN, SiC/TiN, TiN/SiC наблюдается отслоение в краевой зоне модельных образцов. Этот эффект отсутствует при использовании SiC в качестве защитного покрытия. Для оценки работоспособности защитного слоя SiC, а также альтернативного слоя TiN и их комбинаций, проведен комплекс материаловедческих исследований и ресурсные испытания (отжиги) в условиях, близких к условиям эксплуатации анода. Проведенные

имитационные отжиги и материаловедческий анализ структуры подтвердили эффективность использования SiC в качестве промежуточного защитного слоя для обеспечения работоспособности анода. Во всех других случаях наблюдали локальное отслоение покрытий в центральной и краевой зонах, что является критическим признаком и не позволяет их использовать в рабочем изделии.

Проведенные ресурсные испытания показали, что содержание углерода в приповерхностном слое на образцах, прошедших отжиги при температуре 1450 °С в диапазоне от 1 до 50 ч, находится на уровне, характерном для исходного образца (без отжига). Последнее позволяет заключить, что защитный слой SiC эффективно сдерживает диффузионные потоки углерода в сторону вольфрама за время работы анода рентгеновской трубки равное 50 ч.

В четвертой главе описаны основные аспекты технологии изготовления комбинированного и графитового анодов. Предварительная подготовка используемых при изготовлении анодов технологических газов позволяет создать условия для снижения остаточного газовыделения из нанесенного покрытия в процессе эксплуатации анода в составе рентгеновской трубки. С этой же целью проводится предварительный отжиг графита, используемого в качестве основы анода.

Учет влияния неравномерности температурных полей термического оборудования и температуры эвтектического перехода молибден-цирконий позволили определить режимы и температуру пайки (1670 °С) графитового аккумулятора с молибденовой основой (комбинированный анод) (рисунок 15) и молибденовой втулки с графитовой основой (графитовый анод).

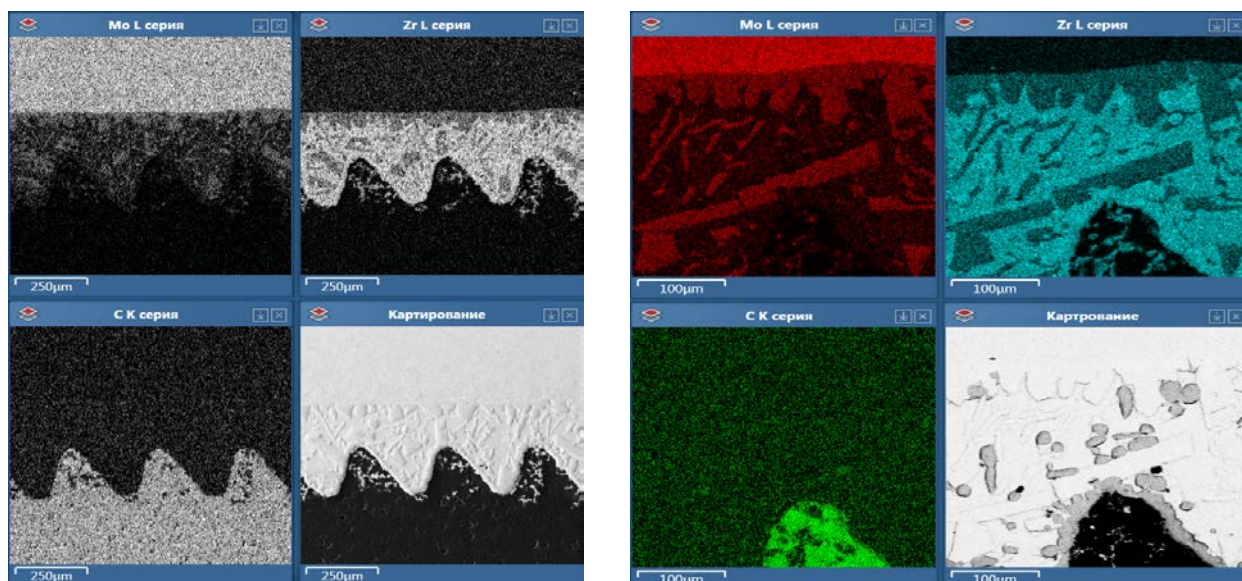
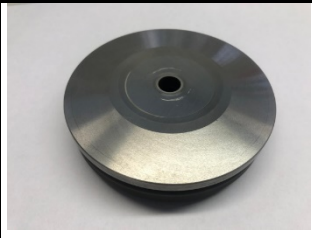
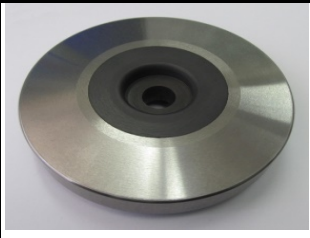


Рисунок 15 - Карта распределения элементов в паяном соединении молибден – графит (биметаллический анод)

Представлено описание основных технологических этапов изготовления анода рентгеновской трубки для компьютерного томографа и ангиографа. В результате выполнения работы были изготовлены опытные образцы комбинированного и графитового анодов для компьютерного томографа и ангиографа (таблица 1).

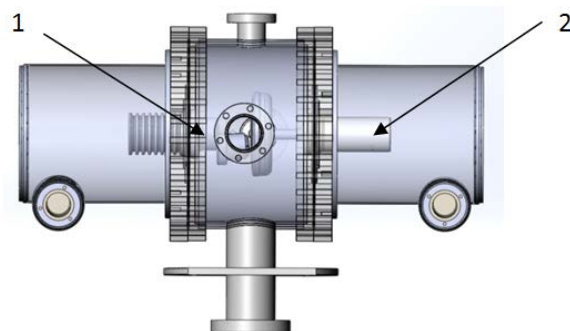
Таблица 1 – Опытные образцы анодов

Комбинированный (биметаллический) анод		Графитовый анод	
			
для ангиографа ($\varnothing=120$ мм)	для компьютерного томографа ($\varnothing=200$ мм)	для ангиографа ($\varnothing=120$ мм)	для ангиографа ($\varnothing=120$ мм, с Мо втулкой)

Расчеты тепловых характеристик изготовленных анодов, проведенные методом конечных элементов, показали хорошую сопоставимость температур анодов (2350 – 2400) °С (при значениях фокуса 0,3 x 0,3 мм и мощности 20 кВт), что говорит о незначительном влиянии на температурный профиль молибденового основания в комбинированном аноде. Температура анода, соответствующая его максимальной теплоемкости, зависит от коэффициента теплового излучения и площади его поверхности, составляет порядка 1000 °С. Проведенная расчетная оценка максимальной теплоемкости анодов обеих конструкций показала их хорошую сопоставимость: 1,15 МДж (при максимальной мощности длительного облучения 6,4 кВт) – для комбинированного и 1,1 МДж (при максимальной мощности длительного облучения 5,3 кВт) – для графитового анода.

В пятой главе рассмотрены вопросы разработки и изготовления экспериментального высоковакуумного стенда (рисунок 16) для проведения испытаний анодов с целью обоснования их работоспособности в условиях эксплуатационных нагрузок.

Рисунок 16 – Схематическое расположение катодной (1) и анодной (2) сборок внутри экспериментального высоковакуумного стенда



Высоковакуумный стенд представляет собой разборную рентгеновскую трубку, позволяющую производить испытания анодов диаметром до 250 мм. Разработанный стенд имеет вакуумную, высоковольтную, электротехническую, контрольно-измерительную системы, а также устройство для контроля рентгенооптических характеристик.

Анод в разработанном стенде, как и в штатной рентгеновской трубке, закрепляется на молибденовом валу ротора, который впоследствии устанавливается на опору вращения. Ротор состоит из медного стакана и биметаллического вала, представляющего собой молибденовый вал и шайбу из ковара, соединенные с помощью пайки аморфным припоем СТЕМЕТ 1412 ТУ 1872-85-13-29-30-50-12 (разработка специалистов НИЯУ МИФИ, Севрюков О.Н., Федотов И.В.) при температуре (1000 - 1050) °С в течение 20 мин.

При разработке экспериментального вакуумного стенда решены вопросы конструктивного исполнения металлокерамических узлов, обеспечивающих возможность подачи разности потенциалов между электродами (катод, анод) до 150 кВ. Показано, что использование дополнительного оребрения в конструкции катодного гермоввода и конусообразная форма анодного гермоввода обеспечивают необходимую диэлектрическую прочность. Важной особенностью при изготовлении металлокерамических узлов является обеспечение диффузионного проникновения металлизированного слоя в приповерхностный слой керамики (рисунок 17).

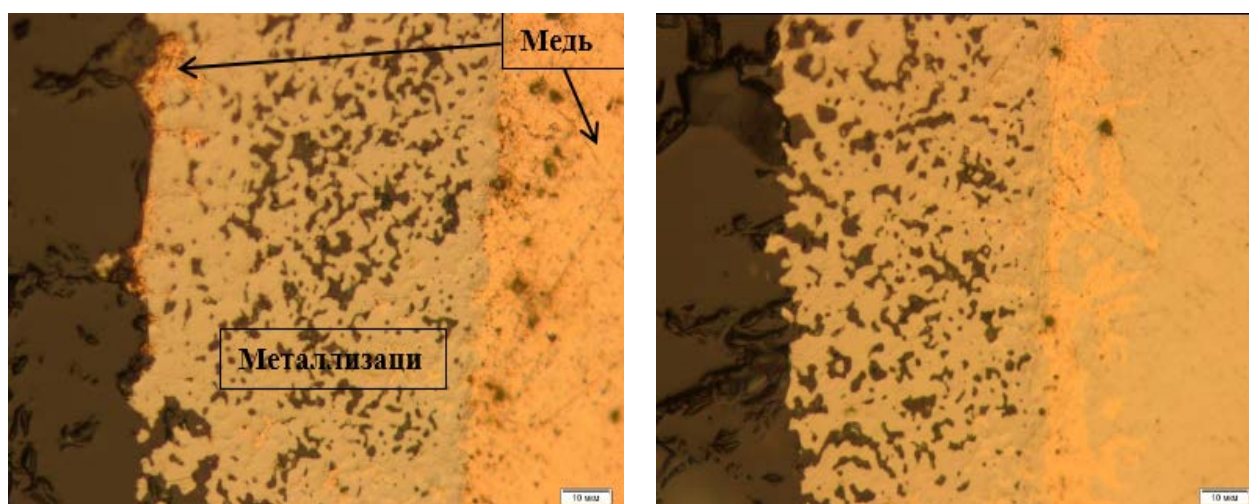


Рисунок 17 – Микроструктура образца после вжигания металлизации при температуре 1900 °С в течение 15 мин

В качестве высокоэффективного эмиттера выбран биметаллический материал Ta/W/Ta, полученный методом диффузионной сварки тонкой фольги вольфрама и тантала. Высокие эмиссионные свойства такого эмиттера ($4,10 \pm 0,05$) эВ обеспечиваются за счет физических

свойств Та, а механическая прочность и работоспособность в условиях высоких температур (до 2100 °С) обеспечивается за счет промежуточного вольфрамового слоя.

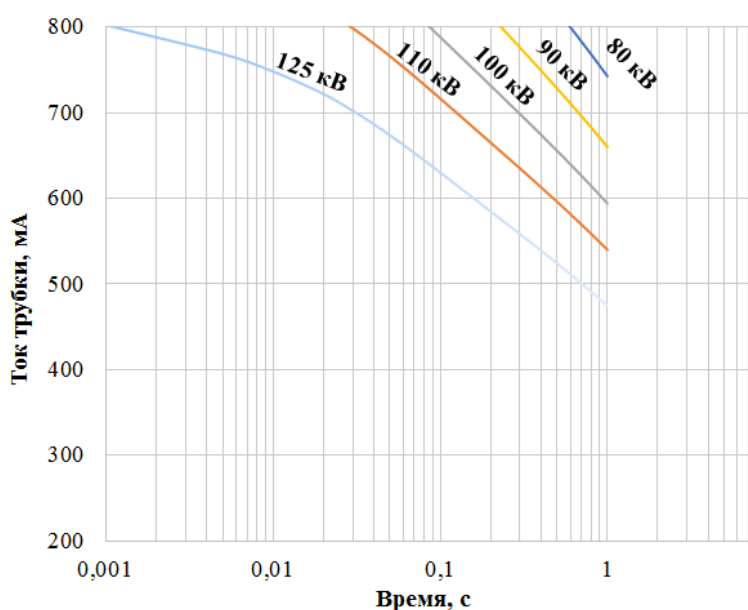
В разработанном экспериментальном высоковакуумном стенде проведены испытания графитового анода, состоящие из 300 импульсов, направленные на подтверждение его работоспособности.

Испытания проводились по следующему режиму:

- время экспозиции – 1,0 с;
- мощность экспозиции – 60 кВт;
- количество импульсов в серии – 30;
- перерыв между импульсами – 10 с;
- перерыв между сериями – 40 мин;
- число серий – 10;
- размер фокусного пятна – 1,0 x 1,0 мм;
- частота вращения анода – 150 Гц.

Значения тока и напряжения (480 мА, 125 кВ) выбраны из расчетных нагрузочных кривых максимального времени экспозиции (рисунок 18).

Рисунок 18 – Максимальное время экспозиции графитового анода диаметром 120 мм (размер фокусного пятна 1,0 x 1,0 мм)



Критерием работоспособности графитового анода является условие сохранения его механической целостности, что подтверждается испытаниями, проведенными в данной работе.

Предложен критерий количественной оценки числа оставшихся включений рентгеновской трубки, анод которой имеет вольфрам-рениевое покрытие по уровню

уменьшения интенсивности генерируемого рентгеновского излучения в процессе эксплуатации трубки (рисунок 19).

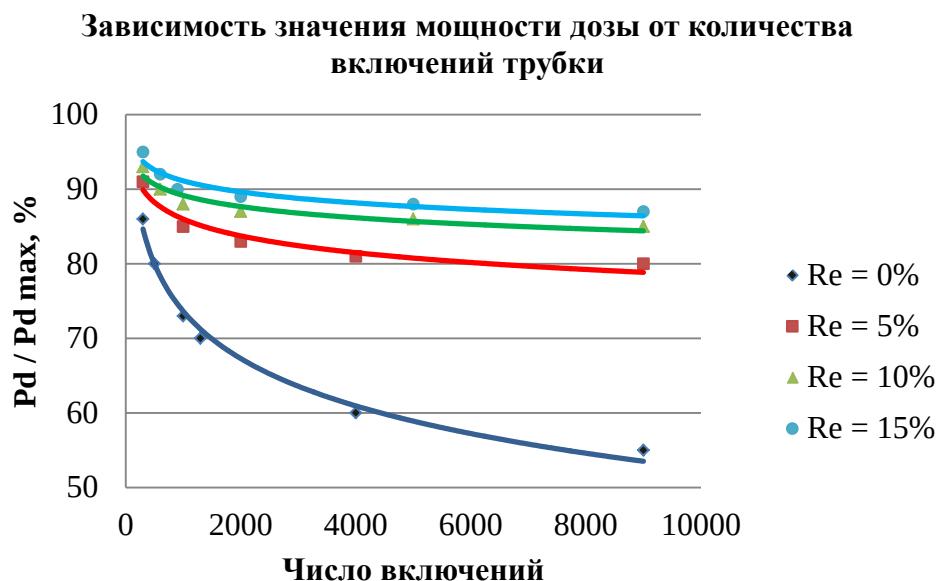


Рисунок 19 – Влияние процентного содержания рения в вольфрамовом аноде на уменьшение интенсивности рентгеновского излучения при разном числе включений в процессе эксплуатации трубки

По характеру этих кривых видно, что анод, состоящий из чистого вольфрама, после 8000 включений теряет около 50 % интенсивности излучения, в то время как у вольфрамового анода с 10 % рения интенсивность рентгеновского излучения уменьшается только на 15 %. Увеличение содержания рения свыше 10 % является нецелесообразным, так как это дает незначительный выигрыш в интенсивности генерируемого излучения.

Таким образом, зная процентное содержание рения в вольфрамовом покрытии, можно прогнозировать примерный остаточный ресурс работы рентгеновской трубки.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. На основе представленного комплексного подхода по разработке анодов мощных рентгеновских трубок медицинского назначения изготовлены опытные образцы анодов и экспериментально обоснована их работоспособность.

2. В результате проведенных расчетов температурных полей анода в зависимости от различных значений входной мощности показано, что при мощности 100 кВт минимальный размер анода должен быть более 120 мм. При этом максимальная температура фокусной дорожки T_v , характерная точкам на аноде в момент прохождения ими действительного

фокуса, не превышает критического температурного значения 2700 °С, при котором происходит интенсивное испарение вольфрама.

3. Предложено использование технологии CVD для формирования вольфрамовой фокусной дорожки, что позволяет получить вольфрам теоретической плотности с повышенным значением теплопроводности (170 Вт/(м · К)) по сравнению с классическим вольфрамом, полученным методами порошковой металлургии (70 Вт/(м · К)), с целью обеспечить снижение температуры T_v более чем на 750 К.

4. Проведенные исследования оптимальных сочетаний материалов для формирования слоев - диффузионных барьеров (SiC, TiN и их комбинации), предотвращающих карбидообразование на границе раздела двух материалов графитового анода, показывают, что использование тонкого слоя SiC (10 мкм), в качестве защитного барьера между вольфрамом и графитом, эффективно замедляет диффузионные потоки углерода в сторону вольфрама.

5. В результате проведенных расчетных исследований определены значения максимального теплосодержания графитового и комбинированного анодов для исполнения диаметром 120 мм, составляющие 1,10 и 1,15 МДж соответственно. Тем самым показано, что при сохранении геометрии и параметров теплосодержания конструкция графитового анода позволяет до 3 раз снизить массу изделия, что существенно упрощает конструкцию подшипниковой опоры вращения.

6. Экспериментально обоснована работоспособность изготовленных опытных образцов комбинированного и графитового анодов с использованием разработанного высоковакуумного стенда. Показано, что по нагрузочным характеристикам испытанные изделия не имеют существенных отличий, а в совокупности со снижением нагрузок на опору вращения и массогабаритных характеристик рентгеновского излучателя делают использование графитового анода предпочтительным при проектировании мощных рентгеновских трубок для ангиографии и компьютерной томографии.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Оценка температуры фокусного пятна анодов мощных рентгеновских трубок / М.Л. Таубин, А.А. Ясколко, Д.А. Чесноков // Медицинская техника. – 2017. - № 5. – С. 18-20.
2. Миниатюрный источник ионизирующих излучений для электронной брахитерапии / М.Л. Таубин, Д.А. Чесноков // Медицинская техника. – 2019. - № 1. – С. 20-23.
3. Thermal analysis of the focal spot of anodes of powerful x-ray tubes / M.L. Taubin, D.A. Chesnokov, A.A. Yaskolko // Biomedical engineering. - 2018. – V. 51 – No. 5.- P. 328-331.

4. Investigations of the thermophysical properties of monocrystalline tungsten / M.L. Taubin, D.A. Chesnokov, E.S. Solntseva // Int. J. of Hydrogen Energy. - 2017. – V. 42 – No. 38.- P. 24541-24548.
5. Two-ply material with anisotropic substrate / D.A. Chesnokov, M.L. Taubin, D.N. Ignatyev, A.A. Yaskolko // The 3-rd global conference on materials science and engineering, Oct. 20th-23rd 2014, Shanghai, China. – V.1 – P. 31-34.
6. Two-ply anode X-ray tube for computed tomography scanner / D.N. Ignatyev, M.L. Taubin, D.A. Chesnokov, A.A. Yaskolko // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 130 (2016) 012035 (Open Acces).
7. Development and application of nano-and monocrystalline materials for medical miniatures X-ray tubes / A.A. Pavlov, M.L. Taubin, D.A. Chesnokov, A.A. Yaskolko // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 175 (2017) 012010 (Open Acces).
8. Investigation of nanostructural and monocrystalline materials for units of high intensive X-ray sources / A.A. Pavlov, M.L. Taubin, D.A. Chesnokov, A.A. Yaskolko // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 130 (2016) 012031 (Open Acces).
9. Зайцев П.А., Таубин М.Л., Чесноков Д.А., «Миниатюрный источник рентгеновского излучения» патент на полезную модель РФ № 179629 с приоритетом от 16.01.2018.

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Денискин Ю.Д., Чижунова Ю.А. Медицинские рентгеновские трубки и излучатели. - М., Энергоатомиздат, 1984 - 209 с.
2. Krestel E. Imaging Systems for Medical Diagnostics: Fundamentals and Technical Solutions. 1st ed. Siemens, 1990.
3. Plankensteiner A., Rödhammer P. Finite Element Analysis of X-Ray Targets // 15th International Plansee Seminar. Reutte, Austria. 2001. pp. 9-22.
4. Wong C. P. C. IEEE 14th Symp. on Fusion Eng. // ARIES-III Divertor Engineering Design. San Diego. 1991.
5. Huot G., Fellman V., and Poirel V. 18th Plansee Seminar // Chemical Vapor Deposition of Tungsten Coatings on X-ray Rotating Light Anodes Made of Carbon-Based Materials- 2013.
6. Таубин М.Л., Выбыванец В.И. Влияние плотности материала подложки на тепловые и прочностные характеристики анодов МБ-70, предназначенных для работы в рентгеновских трубках 20-40БД-125 // Отчет, Подольск, ФГУП «НИИ НПО «ЛУЧ» 1999, №108/120-99, 88 с.
7. Чиркин В.С. Теплофизические свойства материалов ядерной техники. – М., Атомиздат, 1968 - 484 с.