

**АНАЛІЗ ЗМІНИ ФАЗОВОГО СКЛАДУ LaB_6 ПРИ АТЕСТАЦІЇ
МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЇ МАС-СПЕКТРОМЕТРІЇ**

Анотація. Колінько С.О., Бутенко Т.І., Бутенко Д.В. Аналіз зміни фазового складу LaB_6 при атестації методом лазерної мас-спектрометрії.

У роботі представлені результати рентгеноструктурного аналізу бориду лантана до та після дії лазерного випромінювання. Досліджуються проблемні питання, пов'язані з вибором оптимальних режимів роботи мас-спектрометра ЕМАЛ-2 при атестації тугоплавких матеріалів.

Аннотация. Колинько С.А., Бутенко Т.И., Бутенко Д.В. Анализ изменения фазового состава LaB_6 при аттестации методом лазерной масс-спектрометрии.

В работе представлены результаты рентгеноструктурного анализа борида лантана до и после воздействия лазерного излучения. Исследуются проблемные вопросы, связанные с выбором оптимальных параметров работы масс-спектрометра ЭМАЛ-2 при аттестации тугоплавких соединений.

Abstract. Kolinko S.A., Butenko T.I., Butenko D.V. The analysis of change of phase structure LaB_6 at certification by a method of laser mass spectrometry.

In work the results of X-ray structural analysis of the borides LaB_6 up to and after influence of laser radiation are presented. The problem questions connected with a choice of optimum parameters of work of mass spectrometer ЭМАЛ-2 at certification of refractory compounds are investigated.

Постановка задачі. Тугоплавкі сполуки характеризуються широким спектром властивостей та відсутністю стандартних еталонних об'єктів як самих матеріалів, так і виробів з них. На даний час найбільш вивченими є чотири групи тугоплавких сполук: бориди, карбіди, нітриди та силіциди. Наявність домішок в боридах має суттєвий вплив на їх фізико-хімічні властивості [1]. Методи їх отримання, що існують, так чи інакше пов'язані з контролем хімічного складу. Оперативність визначення вмісту домішок дозволяє більш ефективно керувати технологічними процесами отримання цих матеріалів.

Метою даної роботи є дослідження фазового складу порошку LaB_6 до і після дії лазерного випромінювання, яке використовується під час лазерного мас-спектрометричного аналізу.

Методи досліджень: рентгеноструктурний аналіз на ДРОН-3М, лазерна мас-спектрометрія на ЕМАЛ-2, растроva електронна мікроскопія на РЕМ-100У.

Дослідження фазового складу проведено при таких умовах: $\text{Co}_{\text{K}\alpha}/\text{Си}_{\text{K}\alpha}$ швидкість лічильника – 2 град./хв., діапазон – $1 \cdot 10^3$ імп/с, стала часу – 1,0, $U_a=30/35$ кВ, $I_a=25/30$ мА [2]. Умови дослідження вибиралися з урахуванням розмірів та форми частинок і конгломератів матеріалів. Для спресованих зразків CoB , CoB_3 розмір частинок склав 2–6 мкм, TiB_2 – 1–3 мкм, Ni_2B – 2–15 мкм, HfB_2 – 10–25 мкм. Зразки боридів титану і кобальту мають форму частинок, близьку до сфери; бориди нікелю і гафнію – багатогранну. Після пресування даних матеріалів шорсткість поверхні склала 0,3–0,5 величини розміру частинок.

Встановлено, що необрблений зразок LaB_6 містить фази: LaB_6 , В, B_3LaO_6 , La_2CO_3 , тоді як оброблений містить LaB_6 , La_2O_3 і La_2CO_3 (табл.). По дифрактограмах зразків до та після лазерної дії проведено порівняльний аналіз, в результаті чого встановлено зміщення дифракційних ліній, що свідчить про наявність мікронапружень [2].

Таблиця

Результати РСА фазового складу зразка до та після впливу ЛВ

№ п/п	d, Å						
	Розраховані значення		Табличні значення				
	Зразок необрбл.	зразок обрбл.	LaB_6	В	B_3LaO_6	La_2O_3	La_2CO_3
1	5,088	-	-	5,030	5,076	-	-
2	4,133	4,178	4,149	-	-	4,2	-
3	4,133	-	-	4,110	-	-	-
4	2,921	2,913	2,941	-	-	2,905	2,936
5	2,504	-	-	2,520	2,513	-	-
6	2,075	2,079	2,079	-	2,088	-	2,035
7	1,850	1,857	1,859	-	-	1,857	1,91

Методом растрової електронної мікроскопії досліджували результат взаємодії лазерного випромінювання з поверхнею матеріалу (рис. 1). Встановили, що після багатократної дії лазерного пучка з $P_{\text{літ.}}=6 \cdot 10^9 \text{ Вт}/\text{см}^2$, $d_{\text{пучка}}=50 \text{ мкм}$ розмір області взаємодії лінійно зростає з кількістю ударів. Поверхня кратерів по всій площині нерівномірно оплавлена. Кратер від одноразової лазерної дії має форму не суцільну, а, швидше, плями. Цей факт може бути пояснений нещільністю упаковки частинок при пресуванні та відхиленням параметрів лазерного пучка від ідеального. Після 5-та 10-кратної дії спостерігається прогресуючий ефект спікання з утворенням тріщин. При 20-кратній дії спостерігається зменшення тріщин в центральній частині кратера та формування нових по краях. Тобто відбувається зміна первинної структури матеріалу.

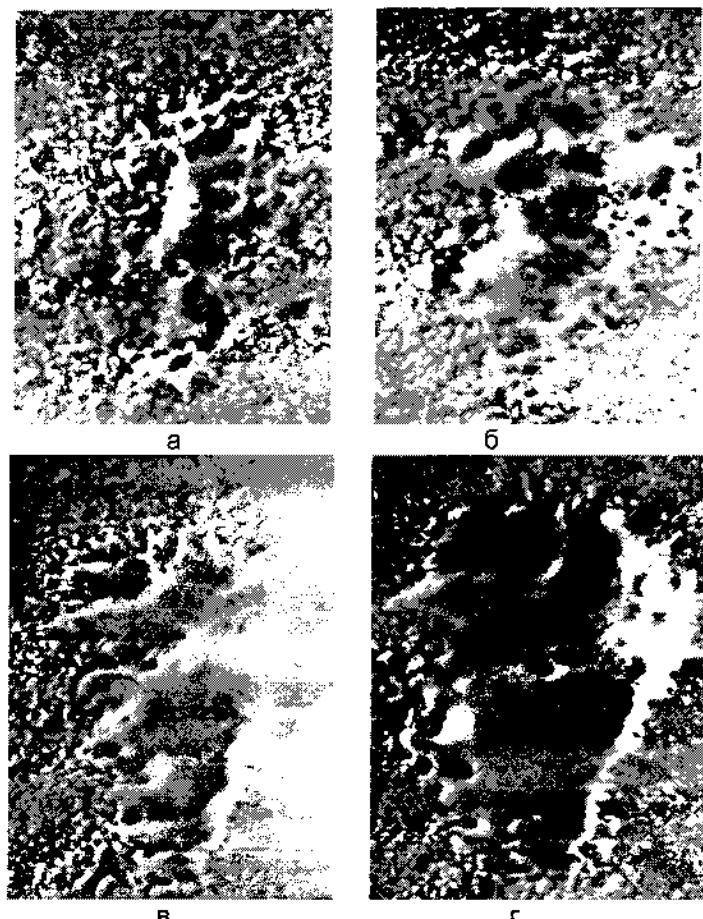


Рис. Мікроструктура кратерів при багатократній дії: а, б, в, г – 1, 5, 10, 20 ударів

Кратери, одержані від первинної та вторинної дії лазерного пучка, досліджено також на мікроскопах "Біолам", МІІ-4. З'ясовано, що розмір "первинних" кратерів складає 50 мкм, а "вторинних" – 60 мкм.

Висновки: проведені дослідження вказують на наявність змін фазового складу бориду лантана при багатократній дії на зразок лазерного випромінювання. Результати досліджень можуть бути використані для вибору оптимальних режимів роботи мас-спектрометра ЕМАЛ-2 при атестації тугоплавких матеріалів. Зокрема, щоб підвищити точність аналізу LaB₆ ми пропонуємо використовувати режим динамічної фотoreєстрації мас-спектра [3].

ЛІТЕРАТУРА

- Серебрякова Т.И., Неронов В.А., Пешев П.Д. Высокотемпературные бориды. – М.: Металлургия, Челябинское отд., 1991. – 336 с.
- Вегман Е.Ф., Руфанов Ю.Г., Федорченко И.Н. Кристаллография, минералография, петрография и рентгенография. - М.:Металлургия, 1991.- 210 с.
- Дубровська Г.М., Бутенко Т.І. Підвищення метрологічних характеристик лазерного мас-спектрометричного контролю складу композиційних матеріалів // Вісник ЧДТУ. №4 - Черкаси: ЧДТУ, 2006.- С. 158-162 .