

Колінсько С.О., Бутенко Т.І.
Черкаський державний технологічний університет, м. Черкаси
**ВПЛИВ ЛАЗЕРНОГО ВИПРОМІНЮВАННЯ
НА СТРУКТУРУ БОРИДІВ ПРИ МАС-СПЕКТРОМЕТРИЧНОМУ
КОНТРОЛІ ЕЛЕМЕНТНОГО СКЛАДУ**

Анотація. Колінсько С.О., Бутенко Т.І. Вплив лазерного випромінювання на структуру боридів при мас-спектрометричному контролі елементного складу.

Досліджено фазовий склад порошків боридів методом рентгеноструктурного аналізу до та після дії лазерного випромінювання. Представлено результати, які використовуються для вибору оптимальних умов роботи мас-спектрометра при атестації боридів на вміст домішок та для контролю технологічних процесів.

Аннотация. Колинько С.А., Бутенко Т.И. Влияние лазерного излучения на структуру боридов при масс-спектрометрическом контроле элементного состава.

Исследован фазовый состав порошков боридов методом рентгеноструктурного анализа до и после воздействия лазерного излучения. Представлены результаты, используемые для выбора оптимальных условий работы масс-спектрометра при аттестации боридов на наличие примесей и для контроля технологических процессов.

Abstract. Kolinko S.A., Butenko T.I. Influence of laser radiation on borides structure at the mass spectrometer control of element structure.

The phase structure of powders borides by the x-ray structures analysis is investigated at laser radiations influence for definition structure separate borides and a choice of operation modes of a mass-spectrometr. Techniques of certification of element structure borides on presences of impurity, the control of technological processes of refractory materials reception and preservation into of phase structure are developed.

Постановка задачі. Лазерний мас-спектрометричний аналіз (ЛМСА) використовується для визначення елементного складу композиційних матеріалів, характеризується високою локальністю відбору проби, можливістю проведення безеталонного аналізу (після попереднього юстирування приладу) та іншими перевагами. Відмінності елементного складу тугоплавких сполук (боридів, карбідів, силіцидів, нітридів) обумовлюють різноманітність фізико-хімічних властивостей, при цьому наявність домішок є визначальною. Широкий спектр тугоплавких сполук супроводжується відсутністю стандартних зразків матеріалів та виробів з них [1]. Для отримання таких матеріалів важливим є визначення хімічного складу. Ефективне управління технологічними процесами отримання тугоплавких матеріалів залежить від експресності визначення вмісту основних компонентів і домішок. Метод лазерної мас-спектрометрії дозволяє отримувати достовірні відомості про елементний склад без використання еталонних зразків: визначення домішкового складу окремих боридів з попереднім вибором режимів роботи мас-спектрометра у відповідності з стехіометричним складом боридів (потужність випромінювання, напруга та струм аналізатора, ширина щілини).

Метою даної роботи є дослідження фазового складу порошків боридів методом рентгеноструктурного аналізу (РСА) для виявлення змін при дії на зразки лазерного випромінювання (ЛВ), яке застосовується при визначенні домішкового складу окремих боридів методом лазерної мас-спектрометрії. Для дослідження вибрані зразки порошків TiB_2 , CoB , Co_3B , Ni_2B , HfB_2 , LaB_6 стехіометричного складу з мінімальним вмістом домішок після тривалого зберігання.

Методи дослідження: дифрактометричний аналіз проведено на дифрактометрі ДРОН-3М при таких умовах дослідження: $Co_{K\alpha}/Si_{K\alpha}$, 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]. Мікроструктура зразків досліджена методом растрової електронної мікроскопії (РЕМ), хімічний склад кратерів досліджено методом мікрорентгеноспектрального аналізу (МРСА) на РЕМ-100У.

Бориди застосовуються для створення сплавів, які мають стійкість при високих температурах, високу вогнетривкість, зносостійкість. Бориди металів (зокрема, титану, хрому, цирконію) достатньо термостійкі, жароміцні та мають хороші теплофізичні характеристики, використовуються як захисні покриття поверхонь деталей, які підпадають під дію агресивних середовищ. Метрологічні характеристики методу ЛМСА безпосередньо залежать від вибору умов дослідження композиційних матеріалів з урахуванням фізико-хімічних характеристик компонентів. Оптимальні умови лазерного мас-спектрометричного контролю складу визначаються за встановленими характеристиками випромінювача, результатами спланованого експерименту: напруга конденсаторного накопичувача; прискорююча напруга; частота слідування імпульсів ЛВ; струм магнітного аналізатора. Важливим є питання дослідження впливу ЛВ на структуру багатокомпонентного композиційного матеріалу[3]. Залежність структури поверхні досліджуваних матеріалів від характера ЛВ встановлена в результаті дослідження кратерів після багаторазової дії лазерного пучка с $P_{\text{пит.}} = 6 \cdot 10^9 \text{ Вт/см}^2$, $d_{\text{пучка}} = 50 \text{ мкм}$ (рис. 1): размір області взаємодії лінійно зростає з кількістю ударів. Поверхня кратерів по всій площині нерівномірно оплавлена. Після 5-кратної дії спостерігається прогресуючий ефект спікання з утворенням тріщин.

Кратери, одержані від первинної та вторинної дії лазерного пучка, досліджені на мікроскопах "Біолам", МІІ-4, методом РЕМ у вторинних електронах. З'ясовано, що розмір "первинних" кратерів складає 50 мкм, а "вторинних" – 60 мкм. Проведений МРСА по поверхні кратера для елементів В і Ті в інтегральному варіанті показав плавне збільшення вмісту атомів В по поверхні кратера та зменшення вмісту атомів Ті в залежності від кількості лазерних імпульсів [3].

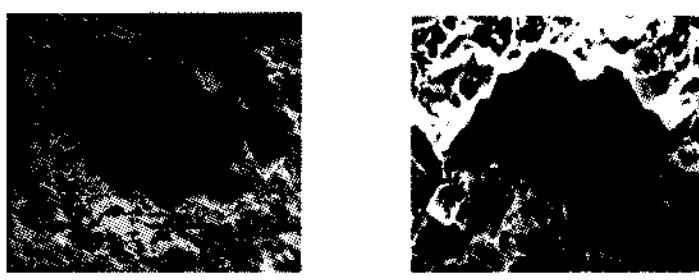


Рис. 1. Мікроструктура поверхні LaB_6 при лазерній дії: а, б – 1, 5 ударів.

Експериментальне дослідження LaB_6 проводили на зразках спресованих і спечених порошків. Методом РСА встановлено в необробленому зразку LaB_6 вміст фаз: LaB_6 , В, B_3LaO_6 , La_2CO_3 , тоді як оброблений містить LaB_6 , La_2O_3 і La_2CO_3 . Елементний склад поверхні LaB_6 досліджували на первинно оброблений зоні з урахуванням зміни фазового складу. За результатами дослідень борида лантана можна свідчити про гомогенність зразка та зміну елементного складу бора майже на 5%, вуглецю – 69%, лантану – 2,4%, вміст кисню при цьому зменшився до границі виявлення при даних умовах ЛМСА.

При використанні результатів рентгенофазового аналізу проведено розрахунок коефіцієнтів відносної чутливості ЛМСА складу бориду титану за новою методикою [4], для чого використано відомості по елементний склад атестованого зразка (рис. 2).

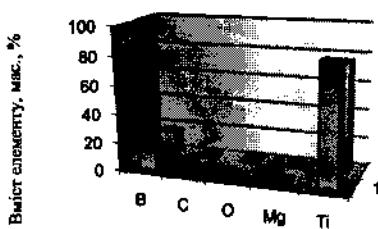


Рис. 2. Гістограма порівняльного аналізу елементного складу спеченого порошку TiB_2 (1) та атестованого зразка (2).

Висновки. Досліджено зміну фазового складу (РСА) при дії на зразки ЛВ та визначено елементний склад (ЛМСА) боридів LaB_6 та TiB_2 . Атестація проведена на наявність домішок та для контролю технологічних процесів одержання та зберігання тугоплавких матеріалів. По дифрактограмах зразків до та після лазерної дії зроблено порівняльний аналіз, в результаті якого встановлено зміщення дифракційних максимумів, що свідчить про наявність мікронапружень.

Література

- Серебрякова Т.И., Неронов В.А., Пешев П.Д. Высокотемпературные бориды. - Г.: Металлургия, Челябинское отд., 1991. - 336 с.
- Вегман Э.Ф., Руфанов Ю.Г., Федорченко И.Н. Кристаллография, минералография, петрография и рентгенография. - Г.:Металлургия, 1991.- 210 с.
- Дубровська Г.М., Бутенко Т.І., Григор'єва Г.В. Переваги і можливості атомно-абсорбційної спектрофотометрії та лазерної мас-спектрометрії при контролі елементного складу порошкових матеріалів // Вісник ЧДТУ. - №2. - 2004. - С. 96-100.
- Дідковський Р.М., Бутенко Т.І., Олексієнко Н.В., Бутенко Д.В. Вдосконалення методу мас-спектрометричного контролю елементного складу тугоплавких матеріалів// Вісник ЧНУ. 2010. - 2010.- Випуск 173. - С. 27-35.