

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ УКРАЇНИ
Дніпропетровський інженерно-будівельний
інститут

На правах рукопису

ДІТКОВА Стела Ігорівна

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ ФАЗОВОГО СКЛАДУ
ДИФУЗИЙНИХ ЗОН НА НАДІЙНІСТЬ КАТОДНИХ
ПРИСТРОЇВ, ОТРИМАНИХ ДЗВ

Спеціальність 05.02.01 - Матеріалознавство в
- машинобудуванні

АВТОРЕФЕРАТ

дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата технічних наук

Дніпропетровськ 1992



00819932 (W)

Робота виконана на кафедрі
петровського державного університету.

Науковий керівник - кандидат технічних наук,
доцент С.О.Джур

Офіційні опоненти: доктор технічних наук,
професор У.М.Спіридонова

кандидат технічних наук,
старший науковий співробітник О.І.Бодрова

Провідна установа Дніпропетровський науково-дослідний
інститут технологій машинобудування

Захист відбудеться 10 грудня 1992р. о _____ годині
на засіданні спеціалізованої вченої ради К 068.32.03 Дніпропет-
ровського інженерно-будівельного інституту за адресою: 330600,
м.Дніпропетровськ, вул. Чернявського, 24-а в залі засідань
вченої ради.

З дисертацією можна ознайомитись у бібліотеці Дніпропетров-
ського інженерно-будівельного інституту.

Автореферат розісланий І.Штепана 1992р.

Вчений секретар
спеціалізованої вченої ради,
кандидат технічних наук, доцент

Н.П. Колеснік

Н.П.Колеснік

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

АКТУАЛЬНІСТЬ. Технологія виготовлення катодних пристроїв, які використовуються в електроніці, дуже різноманітна і застосовує численні методи з'єднання еміттерного матеріалу з електродним, серед яких найбільш поширені: механічне закріплення, наплавлення та нанесення пастоподібної маси.

Але, незважаючи на різноманітність, досить надійного технологічного варіанту виготовлення катодів на основі гексабориду лантану ще не знайдено. Дослідження свідчать, що в процесі експлуатації катодних пристроїв в умовах підвищених температур і термоцикування, в контактних площинах еміттерного і електродного матеріалів відбуваються процеси взаємодії, які приводять до утворення нових фаз. Вивчення процесів фазоутворення та регулювання фазового складу в зоні взаємодії практично неможливе.

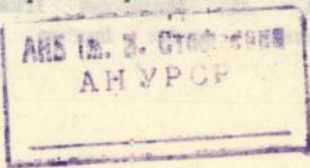
Найбільш перспективним матеріалом для виготовлення катодних пристроїв є гексабориду лантану, який відрізняється унікальними властивостями; низькою роботою виходу, стійкістю до іонної бомбардування.

Так як надійність катодних пристроїв залежить від процесів розвитку взаємодії гексабориду лантану з матеріалом-підлогою, вивчення цих процесів і розробка науково-обґрунтованої технології є важливою задачею. Крім того, існує ряд факторів, відомих у практиці експлуатації, які також суттєво впливають на надійність термокатодів. З'єднані у катодний пристрій, гексаборидний і металевий елементи з часом ретаруються у місцях з'єднання, покриваються сріблясто-білим нальотом, а катодний елемент може просто розсипатися на порошок.

Вивчення цих явищ, пов'язаних із взаємодією матеріалів, які входять до складу катодних пристроїв, ускладнюється мікроскопічністю об'єктів фаз, які утворюються.

Можливість розробки оптимального технологічного варіанту з'єднання гексабориду лантану з тугоплавким матеріалом-мозе бути одержана при використанні прогресивного методу з'єднання - дифузійного зварювання у вакуумі (ДЗВ), яке має наступні переваги:

- можливість введення різноманітних проміжних прокладок;



- окреме регулювання зварювальних параметрами з метою оптимізації фазового складу в дифузійній зоні;
- можливість ретельного дослідження фазових прошарків дифузійної зони різнманітними фізичними методами.

МЕТА РОБОТИ. Дослідження процесів дифузії та фазоутворення у процесі зварювання гексабориду лантану з тугоплавкими металами для виготовлення катодних пристроїв, і з'ясування причин руйнування зварних катодів при зварюванні та експлуатації.

ЗАДАЧІ РОБОТИ: 1. Скласти методичну схему послідовності застосування фізичних методів дослідження для вивчення формування фазових прошарків та наукового обґрунтування оптимального режиму зварювання.

2. Дослідити процеси фазоутворення у дифузійних зонах зварних з'єднань LaB_6 - проміжна прокладка к а \leftarrow ніобій з метою знаходження оптимального сполучення фаз.

3. Дослідити процеси розвитку дифузійних зон при підвищених температурах.

4. Обґрунтувати застосування поєднання матеріалів і технологічного режиму зварювання для одержання надійного катодного пристрою на основі гексабориду лантану.

НАУКОВА НОВИНА.

1. Створені можливості регулювання фазового складу дифузійних зон зварювання з'єднань з метою виготовлення надійного катодного пристрою на основі гексабориду лантану з ніобієм через проміжні прокладки.

Окреме регулювання зварювальними параметрами дозволило змінювати фазовий склад дифузійних зон, їх довжину, досліджуючи їх вплив на якість зварюваного з'єднання і катодів.

2. Розроблена на модельних сплавах $\text{Ni-Ni}_3\text{Ti-Pt}$, методика визначення графічних фазових рефлексів на концентраційних кривих сканування дифузійних зон може бути використана для встановлення складу фазових прошарків зварних з'єднань без застосування рентгенофазового прошаркового аналізу. Метод дає достатньо високу точність визначення довжини фазових прошарків.

3. Одержані результати по фазоутворенню у звар-

них з'єднаннях $LaB_6 - Ti - Nb$; $LaB_6 - Zr - Nb$; $LaB_6 - (Zr - B_2, Ti) - Zr - Nb$, завдяки розробленій схемі. Встановлена довжина фазових про шарків та їх розвиток при збільшенні часу витримки у процесі опалювання.

4. Встановлений факт проникнення лантану у дифузійну зону і зв'язок цього процесу із якістю зварного з'єднання дозволяють оцінити ефективність вибраних проміжних прокладок для вибору оптимального поєднання матеріалів.

5. Досліджені зварні з'єднання гексабориду лантану з ніобієм в умовах підвищених температур, і вибрані оптимальні з'єднання проміжних про шарків для забезпечення достатньої надійності катодних пристроїв.

ПРАКТИЧНА ЦІННІСТЬ. Застосування теми досліджень і оцінка зв'язку фазоутворення з якістю зварних з'єднань на основі гексабориду лантану дають можливість ефективно підібрати проміжні прокладки та режим зварювання для одержання надійних катодних пристроїв.

РЕАЛІЗАЦІЯ РОБОТИ У ПРОМИСЛОВОСТІ. На підставі проведених досліджень розроблено технологічний процес одержання термокатодів $LaB_6 - (Zr - B_2, Ti) - Zr - Nb$ методом ДЗВ для п'яємо-10"тих двигунів. Технологічний процес передано ДЗБ "Фекал" м.Калінінграду для упрощення.

Розроблена і упродовжена технологія виготовлення катодів для електронно-променевих зварювальних установок на виробничому об'єднанні Південний машинобудівний завод. Грок служби катодів складає більше 1000 годин.

АПРОБАЦІЯ РОБОТИ: Матеріали роботи доповідались і обговорювались на конференціях: "Досягнення і перспективи розвитку дифузійного зварювання", м.Москва, 24-26.01.1991р.; "Поверхневі явища у розплавах і технологія нових матеріалів", м.Київ, 1991 р., червень; на нараді "Проблеми створення і з'єднання конструкційних керамічних матеріалів", м.Миколаїв, 18-19 вересня 1990 р.; на підсумкових науково-технічних конференціях Дніпропетровського університету (м.Дніпропетровськ, 1988-1992рр.); на науковому семінарі кафедри технології виробництва ДДУ, липень 1992 р.; на розширеному науковому семінарі кафедри технології

металів ДІБІ, 19 жовтня 1992 р.

ПУБЛІКАЦІЇ. По темі дисертації надруковано 3 статті, 1 доповідь в тезисах.

СТРУКТУРА ТА ОБ'ЄМ. Дисертація складається із вступу, п'яти розділів, загальних висновків, списку використаної літератури та додатків. Основний зміст роботи викладений на 229 сторінках машинописного тексту, містить 101 малюнок, і 23 таблиці. Список використаної літератури складається із 106 найменувань, додатки подані на 1 сторінці.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ.

Вступ містить обґрунтування актуальності роботи, формулювання мети, завдань і наукової новини положень, які висносяться на захист. Приведена загальна характеристика роботи.

РОЗДІЛ I. АНАЛІТИЧНИЙ ОГЛЯД. Гексаборид лантану, як унікальний катодний матеріал, широко застосовується для виготовлення катодних пристроїв, в яких він з'єднується з електродним матеріалом в огне ціле за допомогою різнманітних технологічних прийомів.

Дослідженнями встановлено, що якість гексабориду лантану, як катодного матеріалу, в значчій мірі залежить від технології виготовлення, а параметри роботи катодного пристрою - від способу з'єднання гексабориду лантану з електродним матеріалом.

Основними способами виготовлення гексабориду лантану є пресування у пресформах, метод шлікерного лиття і гарячого пресування, особливості якого впливають на кінцеву якість матеріалу.

Оскільки взаємодія еміттеру і підложки знижує строки служіння катодів, для підвищення надійності вводились проміжні прокладки між гексаборидом лантану і підложкою.

Розробка технологічного процесу, який забезпечує одержання оптимальної фазової будови, міститься у запропонованому способі одержання катодів - дифузійному зварюванні у вакуумі та виборі проміжної прокладки.

Головною перевагою ДЗЕ є можливість проведення широких досліджень дифузійної зони з метом виявлення зв'язків її складу і

товинни фаз, які утворюються, з термостійкості катодного пристрою.

РОЗДІЛ 2. ПІДГОТОВКА ЗРАМКІВ І ЗАСТОСОВУВАНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ. Так як ставилась задача вивчення зв'язку фазового складу дифузійних зон із властивостями зварених з'єднань, вирішальне значення має особливість застосування фізичних методів дослідження, де інформація кожного методу служить для складання плану досліджень іншим методом.

В зв'язку з цим, була складена наступна схема дослідження зварених з'єднань:

1. Мікроструктурний метод поперечного перерізу зварених з'єднань - з метою визначення будови дифузійної зони.

2. Вимірювання мікротвердості дифузійної зони зварених з'єднань - для ідентифікації фаз і визначення ширини дифузійної зони.

3. Рентгенофазовий аналіз - для проваркового аналізу дифузійної зони.

4. Мікрорентгеноспектральний - для вивчення характеру розподілу компонентів у дифузійних проварках і визначення довжини фаз на концентраційних кривих.

З'ясування достовірності визначення фазового складу переліченими методами проводилось на простих з'єднаннях пар $Pt-Ti$ і $Ni-Nb$.

Мікроструктурний метод дав можливість виявити в дифузійних зонах з'єднань $Pt-Ti$ і $Ni-Nb$ декілька фазових проварків, відмінних за зображенням.

Вимірювання мікротвердості дозволило встановити наявність у зварених з'єднаннях інтерметалідів $TiPt$, Ti_3Pt , $TiPt_3$ і $NbNi$, $NbNi_3$. Їх мікротвердість відповідає даним таблиці. Ширину дифузійної зони фазового складу визначались приблизно.

Рентгенофазовий аналіз звареного з'єднання $Ni-Nb$ проводився на приладі ДРОН-1 у монохроматичному випромінюванні молібденового, мідного і залізного анодів.

Об'єктом дослідження була поверхня зразків $Ni-Nb$, розколотих по площинам з'єднань. Дані рентгенофазового аналізу дали змогу встановити в дифузійній зоні з'єднання інтерметаліда $NbNi_3$ і

Визначення фазового складу у дифузійній зоні зварюваного з'єднання Pt-Ti проводилось на приладі ДРОН- I,5 у монохроматичному випромінюванні мідного і кремнієвого анодів.

Розрахунок і ідентифікація ліній рентгенограм показали наявність у дифузійній зоні інтерметалідів $TiPt$, $TiPt_3$, Ti_3Pt та їхніх сумішок із твердими розчинами.

Результати рентгенофазового аналізу дали можливість ідентифікувати фазовий склад дифузійних зон, але чіткої картини розположення, а тим більше, довжини кожного шару одержати не вдається.

РОЗДІЛ 3. МІКРОРЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ ДИФУЗІЙНИХ ЗОН МОДЕЛЬНИХ ЗВАРНИХ З'ЄДНАНЬ. Для визначення послідовності розположення фазових шарів в дифузійній зоні та їх довжини застосовується метод мікрорентгеноспектрального аналізу на приладі MS-46 "Сомеса".

Кількісний метод мікроспектрального аналізу, який проводився підрахунками концентрацій за точками, є точним, так як враховує ряд поправок. Але при ДЗВ утворюються тільки фазові шарів, які при використанні даного методу можуть потрапити у межі ступеня і залишитися невизначеними.

На концентраційних кривих, побудованих за точками для з'єднання Ni-Nb, відсутні графічні ознаки інтерметаліду $NbNi_3$. На концентраційних кривих Pt і Ti відсутні графічні ознаки інтерметалідів Ti_3Pt і $TiPt$ (мал.1).

Якісний метод мікрорентгеноспектрального аналізу, який проводився безперервним переміщенням електронного зонду через дифузійну зону, дозволяє зафіксувати на концентраційних кривих графічні рефлекси зон, які утворились.

На концентраційних кривих з'єднань Ni-Nb інтерметаліди $NbNi$ і $NbNi_3$ мають вигляд горбоподібних площин, а тверді розчини - плавно перехресованих кривих. В результаті проєкції рефлексів на концентраційні криві одержуємо значення концентраційних компонентів, які відповідають діаграмі стану Ni-Nb.

На концентраційних кривих з'єднання Pt-Ti (мал.2), явно виражені графічні ознаки інтерметалідів Ti_3Pt , Pt , $TiPt$, $TiPt_3$. То

перегину на концентраційних кривих, з урахуванням масштабу запису, дозволяють визначити товщину фазових прошарків і всієї дифузійної зони. Ширина прошарків інтерметалідів Ti_3Pt дорівнює 3,2 мкм, $TiPt$ - 2,7 мкм, $TiPt_3$ - 2,5 мкм; ширина зони твердого розчину - 17,6 мкм; загальна ширина дифузійної зони - 35,2 мкм.

Таким чином, враховуючи специфіку дифузійних зон з'єднання при ДЗВ, для достовірного виявлення фазових прошарків і їх товщини необхідно застосувувати якісний мікрорентгеноспектральний аналіз.

РОЗДІЛ 4. ДОСЛІДЖЕННЯ ДИФУЗІЙНИХ ЗОН ЗВАРЖЕНИХ З'ЄДНАНЬ

$LaB_6 - Ti-Nb$ і $LaB_6-Zr-Nb$. Для одержання надійних зваржених з'єднань гексабориду лантану з ніобієм важливе значення має правильний вибір проміжної прокладки, так як саме вона визначає фізсоутворення у дифузійній зоні.

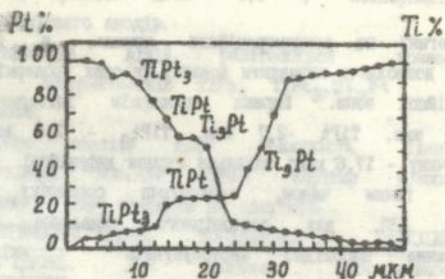
При виборі проміжних прокладок для термокатодів на основі гексабориду лантану і ніобію ставилась задача покращення фізичного контакту зваржених поверхонь і створення прошарку боридів тугоплавких металів, які б стали перешкодою для взаємодії еміттеру і підложки.

На підставі проведених досліджень для проміжних прокладок були вибрані титан і цирконій. Дані метали тяготіють до бору і, згідно з діаграмами стану, утворюють тугоплавкі бориди, сприяючи активізації процесу зварювання і одержання неподільного з'єднання.

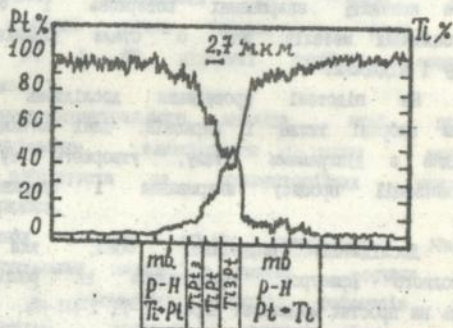
Дослідження дифузійної зони, яка визначає термостійкість катодного пристрою, проводились за розробленою схемою випробувань на простих модельних парах $Pt-Ti$ і $Ni-Nb$.

Мікροструктурні дослідження і вимірювання мікротвердості дозволили встановити в дифузійній зоні з'єднання $LaB_6-Ti-Nb$ бориди титану, тверді розчини і зміну забарвлення гексабориду лантану в приконтактній зоні з фіолетового на сріблясто-біле.

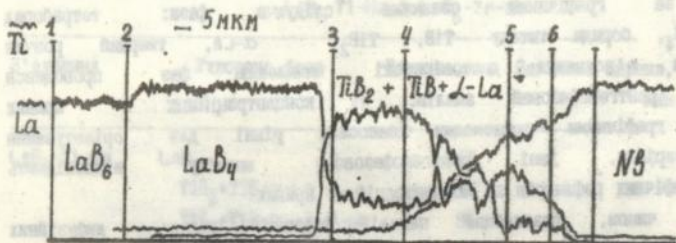
Якісний мікрорентгеноспектральний аналіз, який проводився на приладі МЗ-46 "Сомеса", дозволив встановити розподіл лантану, титану і ніобію у дифузійній зоні. Аналіз концентраційних кривих (мал.3) дозволив, з урахуванням діаграм стану зваржених систем,



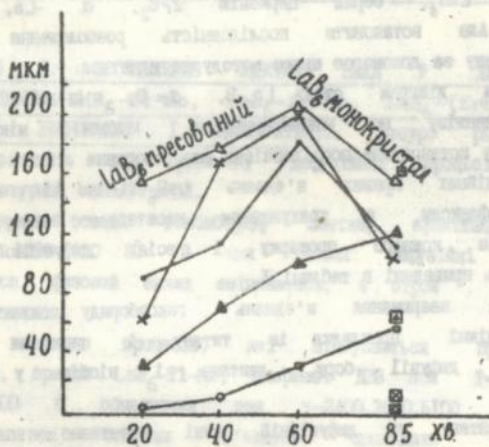
Мал.1 Кількісний метод мікрорентгеноспектрального аналізу



Мал.2 Якісний метод мікрорентгеноспектрального аналізу



Мал.3 Якісний метод мікрорентгеноспектрального аналізу



Δ - загальне шарики;

x - La ; \circ - Nb ; \triangle - борати Ti ; \square - LaB_4 ;

\square - з'єднання $\text{LaB}_6 - (\text{ZrB}_2, \text{Ti})\text{Zr} - \text{Nb}$

Мал. 4

визначити за графічними ознаками наступні фази: тетраборид лантану LaB_4 , борид титану TiB , TiB_2 , $\alpha-La$, твердий розчин $Nb-Ti$. Для з'ясування достовірності виявлених фаз проводився промаркований рентгенофазовий аналіз. На концентраційних кривих (мал.3) за графічними рефлексамі наносили рівні для орієнтування віслю матеріалу. Дані рентгенофазового аналізу відповідають характеру графічних рефлексів на концентраційних кривих.

Таким чином, визначення надалі фазового складу дифузійних зон зварюваних з'єднань можна проводити по концентраційним кривим без промаркованого рентгенофазового аналізу.

Мікροструктурні дослідження і вимірювання мікротвердості дифузійних зон зварюваних з'єднань $LaB_6-Zr-Nb$ свідчать про наявність багатофазовості.

Рентгенофазовий аналіз дозволив виявити наступні фази: тетраборид лантану LaB_4 , борид цирконію ZrB_2 , $\alpha-La$, твердий розчин $Nb-Zr$. Але встановити послідовність розположення фазових промарків і їх довжину за допомогою цього методу не вдається.

З урахуванням діаграм стану $La-B$, $Zr-B$, $Nb-Zr$ і даних рентгенофазового аналізу по концентраційним кривим мікрорентгено-спектрального аналізу встановлена послідовність фазоутворення.

На концентраційних кривих з'єднань $LaB_6-Ti-Nb$ і $LaB_6-Zr-Nb$ по графічним рефлексам, з урахуванням масштабу запису, була підрахована довжина кожного промарку і всієї дифузійної зони. Результати вимірювань приведені в таблиці I.

Таким чином, зварювання з'єднань гексабориду лантану з ніобієм через проміжні прокладки із титану і цирконію відбувається за рахунок дифузії бору, лантану і ніобію у проміжну прокладку.

Наявність лантану в дифузійній зоні негативно впливає на якість зварюваного з'єднання і надійність катодного пристрою, находяться у вільному стані чи твердому розчині, лантан утворює окисли La_2O_3 , які сприяють руйнуванню катодних пристроїв під час зберігання і експлуатації.

Довжина фазових проварків дифузійних зон з'єднань

 $\text{LaB}_6\text{-Ti-Nb}$ і $\text{LaB}_6\text{-Zr-Nb}$

З'єднання	Утворена фаза	Довжина, мм	Загальна ширина, мм
$\text{LaB}_6\text{-Ti-Nb}$	LaB_4	65	157
	$\text{TiB}_2 + \text{TiB} + \alpha\text{-La}$	27	
	$\text{TiB}_2 + \text{TiB} + \alpha \rightarrow \alpha + \beta\text{-Nb}$	35	
	$\alpha\text{-La} + \text{TiB}_2 + \beta\text{-Nb}$	26	
$\text{LaB}_6\text{-Zr-Nb}$	LaB_4	15	152
	$\alpha\text{-La} + \text{ZrB}_2$	70	
	$\text{Nb} + \text{Zr} + \text{Zr}$	100	
	$\text{Nb} + \text{Zr}$	17	

РОЗДІЛ 5. ДОСЛІДЖЕННЯ ФАЗОВИХ ЗМІН У ДИФУЗІЙНИХ ЗОНАХ

ЗВАРНИХ З'ЄДНАНЬ $\text{LaB}_6\text{-Ti-Nb}$, $\text{LaB}_6\text{-Zr-Nb}$, $\text{LaB}_6\text{-(ZrB}_2\text{,Ti)Zr-Nb}$ ПРИ
ТЕМПЕРАТУРАХ ЗВАРЮВАННЯ І ЕКСПЛУАТАЦІЇ. Ресурс роботи катодного
пристрою залежить від розвитку дифузійних процесів в умовах
високотемпературної експлуатації.

Катода на основі гексабориду лантану ефективні при робочій
температурі 1200-1600 К. В цих умовах дифузійні процеси можуть
продовжуватися, фазовий склад змінюється, а строк служби термо-
катоду зникається.

Для вивчення процесів, які відбуваються при температурах
експлуатації, зразки $\text{LaB}_6\text{-Ti-Nb}$, одержані ДЗВ при $T=1673$ К, $P=1,5$
МПа, $\tau=1800$ с, обпалювали при $\tau=2400, 3600, 5100$ с. Дослідження
дифузійних зон зварних з'єднань проводили за допомогою
мікрорентгеноспектрального аналізу. Аналіз концентраційних кривих
встановив, що під час високотемпературної експлуатації з часом
відбуваються ріст проварку LaB_4 і збільшення глибини проникнення
лантану. Обпалювання 2400, 3600 с. піддавались зразки з востосу-

вання пресованого LaB_6 . Зразок, виготовлений з монокристалічним LaB_6 , обпалювали протягом 5100 с. Незважаючи на тривалість обпалювання і збільшення ваги тетраборидного проварку, спостерігається менш інтенсивна дифузія лантану. Причиною цього явища є велика стійкість боридного каркасу кристалічної решітки.

На мал.4. зображені графіки зміни фазових проварків і всієї дифузійної зони для з'єднання $\text{LaB}_6\text{-Ti-Nb}$, підрахованих по концентраційним кривим.

Розглядаючи дифузійні процеси у з'єднанні $\text{LaB}_6\text{-Ti-Nb}$ і $\text{LaB}_6\text{-Zr-Nb}$, можна стверджувати, що бориди цирконію чинять більш ефективну бар'єрну дію на дифузію лантану, але повністю виключити проникнення лантану у дифузійну зону у даному випадку не вдається.

Враховуючи викладені факти, для підвищення строку служіння катодних пристроїв розроблена композиція із порошку ($\text{ZrB}_2 + \text{Ti}$) у співвідношенні (3:1) і цирконієвої фольги. На мал.4 зображені фазовий склад і довжина фазових проварків після обпалювання протягом 5100 с. Лантан у дифузійній зоні відсутній.

Катодні пристрої $\text{LaB}_6\text{-Ti-Nb}$, $\text{LaB}_6\text{-Zr-Nb}$ піддавали стендовим дослідженням у вакуумній камері. Термоциклування проводили, нагріваючи зразки до 1900 К, витримуючи 300с та охолоджуючи до 600 К. Катодний пристрій $\text{LaB}_6\text{-Ti-Nb}$ руйнувався після 50 термоциклів, $\text{LaB}_6\text{-Zr-Nb}$ - після 75. Дані рентгенофазового і мікрорентгеноспектрального аналізів з поверхні зруйнування катодів показали, що руйнування відбувалося по лантанскладовим проваркам.

Катодні пристрої $\text{LaB}_6\text{-(ZrB}_2\text{,Ti)Zr-Nb}$ під час натурних випробувань при робочій температурі 1773 К руйнувались після 100 включень по циклограмі і 1000 годин роботи у натурному двигуні. Руйнування проходило внаслідок розколу еміттерної частини.

ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ

1. Для одержання катодних пристроїв на основі гексабориду лантану і тугоплавкого ніобію запропоновано спосіб дифузійного зварювання у вакуумі.

2. Для вивчення зв'язку будова дифузійних зон зварних з'єднань $\text{LaB}_6\text{-Ti-Nb}$, $\text{LaB}_6\text{-Zr-Nb}$ і їх термостійкості, на підставі проведених досліджень складена і перевірена на модельних сплавах

Pt-Ti і Ni-Nb схема застосування фізичних методів:

- мікроструктурне дослідження - для виявлення наявності і розположення дифузійних зон і визначення мікроструктури фаз;

- вимірювання мікротвердості - для уточнення ширини перехідної зони зварних з'єднань і твердості її складових;

- проварковий рентгенофазовий аналіз - для ідентифікації фазових проварків;

- якісний мікрорентгеноспектральний аналіз сканування електронним зондом через дифузійну зону - для встановлення фазових рефлексів, визначення ширини фазових проварків.

3. Встановлено, що у випадку тонких фазових проварків, які утворюються при ДЗВ, вивчення дифузійної зони доцільно проводити за допомогою мікрорентгеноспектрального аналізу. На модельних сплавах Pt-Ti і Ni-Nb показано, що при застосуванні кількісного мікрорентгеноспектрального аналізу на концентраційних кривих відсутні фазові рефлексії.

4. На концентраційних кривих сканування з'ясовані гріфичні рефлексії фаз, які утворюються в системах Pt-Ti і Ni-Nb, інтерметаліди мають вигляд горизонтальних площин; тверді розчини - плавню перехрещуванням концентраційних кривих. В системах LaB_6 -Ti-Nb і LaB_6 -Zr-Nb бориди представлені у вигляді амплітудних рефлексів по бору і титану, а тверді розчини - у вигляді плавню зміщених ділтонок.

Відповідність цих гріфичних рефлексів вказаним фазам підтверджена проварковим рентгенофазовим аналізом.

5. Встановлено, що зварювання з'єднань LaB_6 -Ti-Nb і LaB_6 -Zr-Nb відбувається за рахунок дифузії бору, лантану і ніобію у проміжні прокладки з утворенням LaB_6 , боридів ZrB_2 , TiB , TiB_2 , твердих розчинів Nb-Zr, Ni-Ti і α -La.

6. Обрана оптимальна температура зварювання $T=1673$ К, тиск $P=1,5$ МПа. Для катодних пристроїв LaB_6 -Ti-Nb вивчені закономірності дифузійних процесів при зварюванні і обпалюванні 1800, 3200, 3600, 5100 с: із збільшенням часу відбувається зростання тетраборидного проварку: дифузія лантану по всій товщині титанової прокладки.

Для катодних пристроїв $\text{LaB}_6\text{-Zr-Nb}$ прокладка цирконію сприяє обмеженню дифузії лантану.

Застосування монокристалічного гексабориду лантану також сприяє обмеженню дифузії лантану у порівнянні із пресованим.

7. На підставі проведених досліджень в'ясовані причини руйнування катодних пристроїв $\text{LaB}_6\text{-Ti-Nb}$, $\text{LaB}_6\text{-Zr-Nb}$ при зберіганні на повітрі; внаслідок дифузії лантану у проміжні прокладки, утворюються окисли La_2O_3 , які є зародженням майбутньої поверхні руйнування.

З метою запобігання дифузії лантану, як проміжний прошарок, обрана композиція із порошку ZrB_2 , Ti (3:1); фольга із цирконію товщиною 0,1 мм. По концентраційним кривим сканування якісного мікроструктурного аналізу вивчено фазовий склад дифузійної зони в'єднання: LaB_6 - (ZrB_2, Ti) Zr - Nb : LaB_4 , ZrB_2 , $\text{ZrB}_2 + \text{TiB}_2$, твердий розчин Nb - Zr , лантан у дифузійній зоні відсутній.

8. Стандові випробування катодних пристроїв при температурі 1673 К показали, що в'єднання $\text{LaB}_6\text{-Ti-Nb}$ в'руйнувалось після 50 термоциклів, $\text{LaB}_6\text{-Zr-Ni}$ - після 70. Дані рентгенофазового і мікрорентгеноспектрального аналізів показали, що руйнування відбулось по LaB_4 , TiB_2 , ZrB_2 та проваркам, які містили велику кількість лантану.

Катодний пристрій $\text{LaB}_6\text{-(ZrB}_2, \text{Ti)}$ Zr-Nb під час стандартних випробувань у робочому режимі в'руйнувався після 100 включень по циклограмі і 1000 годин роботи у в'ятурному двигуні.

ОСНОВНІ ПОЛОЖЕННЯ ДИСКРЕПАЦІЇ ОПУБЛІКОВАНІ У СЛІДУЮЧИХ РОБОТАХ:

1. Дятлова С.І., Бесенко А.Т., Буц Б.Д. Визначення в'язкості руйнувань у дифузійних зонах зварюваних в'єднань $\text{LaB}_6\text{-Ti-Nb}$; $\text{LaB}_6\text{-Zr-Nb}$ // Зб. наук. роб. Проблеми високотемпературної техніки- ДДУ, 1969.-с.145-150.

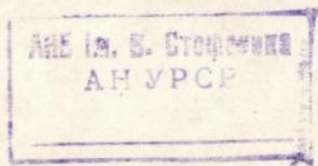
2. Дятлова С.І., Джур Б.О., Кедрін І.Д. Дослідження дифузійного в'єднання гексаборид лантану - метал, одержаного дифузійним зварюванням у вакуумі // XIII науково-технічна конференція по досягненням і розвитку дифузійного зварювання у вакуумі.

Тези допов. - Москва, 1990,- с.56-58.

3. Дятлова С.І., Джур Е.О., Кедрін І.Д. Дослідження фазо-
утворення при дифузійному зварюванні у вакуумі титану з платинов
// Зб.наук.роб. Ресурсообереження матеріалів машинобудування.-
ДДУ, 1991.-с. 154-157.

4. Дятлова С.І., Кедрін І.Д., Джур Е.О. Застосування мікро-
рентгеноспектрального аналізу для формування оптимального
фазового складу в'єднань ДЗВ :: Заводська лабораторія.-1991.-
6.- с. 32-33.

Рату





Ab 26.206

AB 26.206