

УДК 621.3032.273

**ИССЛЕДОВАНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА ДИФфуЗИОННОГО
СОЕДИНЕНИЯ ГЕКСАБОРИД ЛАНТАНА–НИОБИЙ**

М. В. Могила, С. И. Мамчур, Т. В. Носова, Н. Е. Калинин

Днепропетровский национальный университет им. Олеся Гончара

В связи с развитием электронных устройств новой техники различного назначения основным направлением разработки термокатодов является обеспечение хороших эмиссионных характеристик в жестких условиях эксплуатации. К таким условиям относятся высокие и низкие температуры, низкий и сверхвысокий вакуум, агрессивные и инертные среды, интенсивные ионные и электронные среды, интенсивные ионы и электронные бомбардировки, различные облучения.

Ведутся интенсивные исследования по изысканию материалов катода с оптимальными свойствами, которые обеспечивают заданную плотность тока эмиссии с однородным ее распределением на поверхности. От термокатодных материалов требуется устойчивость эмиссии при изменении внешних условий, долговечности.

К наиболее перспективным материалам для термокатодов относится гексаборид лантана. Он обладает целым комплексом уникальных свойств – высокой температурой плавления, химической инертностью, низкой работой выхода, высокой плотностью эмиссионного тока.

Гексаборид лантана находит широкое применение во многих областях техники для изготовления катодов прямого и косвенного подогрева и в приборах с тонкофокусируемым пучком.

Трудности применения гексаборида лантана как катодного материала для изготовления устройств различной конструкции связаны с недостаточно хорошо разработанной технологией.

Применяют перспективную технологию изготовления эмиттеров нанесением эмиссионного слоя путем напыления на металлическую подложку. Такая технология позволяет получать катоды больших размеров. Однако эта технология имеет много технологических сложностей.

При эксплуатации плазменных покрытий имеет место быстрый износ катода в связи с низкой прочностью сцепления, из-за чего происходит отслоение эмиссионного слоя от металлической подложки. В процессе эксплуатации имеет место взаимодействие гексаборида лантана с материалом подложки, что приводит к изменению состава эмиссионного слоя.

Широкое применение этого метода затрудняет тот факт, что при непосредственном нанесении гексаборида лантана на подложку из тугоплавкого металла (задающую форму эмитирующей поверхности) происходит взаимодействие материалов. Это приводит к тому, что при рабочей температуре образуется борид металла подложки и покрытие отслаивается.

Предотвращения этого процесса добиваются размещением промежуточной прокладки, исключаяющей или замедляющей процесс взаимодействия контактирующих слоев. Ресурс работы катода в этом случае определяет твердофазное взаимодействие нескольких слоев, и отработка надежной технологии будет зависеть от изучения процессов в тонких слоях композиционного

покрытия при нанесении и последующей эксплуатации.

Непосредственное нанесение гексаборида на тугоплавкие металлы типа вольфрама, молибдена, тантала или ниобия обеспечивает ресурс работы до 50 часов. Промежуточный слой увеличивает ресурс работы до 300 часов при непрерывной работе. Трудности у исследователей возникают при оценке эффективности защиты поверхности от диффузионного взаимодействия с промежуточными слоями.

Таким образом, возникает необходимость в изучении характера взаимодействия гексаборида лантана с тугоплавкими металлами для разработки оптимальной технологии изготовления катодных узлов.

Для изготовления катодов наиболее подходящей является диффузионная сварка в вакууме. Используя технологические особенности этого метода – совместный нагрев соединяемых по рабочей поверхности элементов в вакууме, приложение необходимого давления и выдержку, можно получить соединение, в котором изменение сварочных параметров меняет состав слоев, а значит и свойства соединения.

Рассматривая металлы, склонные к образованию боридов и применяемые в качестве подложки в изготавливаемых термокатадах, можно указать в качестве основных: тантал, молибден, вольфрам, но способность к образованию боридов у них различна.

Наиболее активно бор диффундирует в титане, затем в цирконии и ниобии. Большая склонность титана и циркония к образованию боридов делает их применение предпочтительным для ограничения диффузии бора и повышения термостойкости, но использование их в качестве подложки ограничивается довольно низкой температурой плавления.

В то же время, ниобий, имея более высокую температуру плавления, может рассматриваться как наиболее подходящий для соединения с гексаборидом лантана в качестве токоподвода.

Так как обязательным условием проведения диффузионной сварки является приложение сжимающих напряжений при повышенных температурах, в качестве оценочного параметра, связанного с температурой сварки, может быть принята пластичность. При температурах выше 1 473 К в ниобии наступает значительное увеличение пластичности, что может привести к потере формы металлического элемента.

Термообработка, температура сварки конструкции, включающей ниобиевый и гексаборидовый элементы, может быть выбрана 1 473 К и выше, но при этом должны быть подобраны ограничения во времени выдержки, исключающие потерю формы ниобиевого элемента. Потеря формы элемента из высокопрочного и непластичного гексаборида лантана не возникает.

Анализ диаграммы состояния Nb – La и Nb – В показывает, что в случае диффузии лантана из LaB₆ в ниобий, в диффузионной зоне со стороны ниобиевого сплава возможно образование легкоплавких фаз. При диффузии бора из LaB₆ в ниобий в диффузионной зоне со стороны ниобия возможно образование области твердых растворов и ряда боридов с повышенной температурой плавления.

Для активации процесса сварки и выполнения специфичных функций

при эксплуатации сварных конструкций применяли промежуточный слой из титана. Титан обладает достаточно высокой пластичностью, что важно при образовании физического контакта элементов конструкции.

При образовании диффузионного соединения гексаборида обеспечивается свариваемость. Образование боридов титана способствует повышению термостойкости соединения. Измерения микротвердости сварного соединения показывают, что в пределах диффузионной зоны наблюдается значительная фазовая неоднородность.

Максимальное значение микротвердости соответствует значениям микротвердости боридов – 14 000 МПа. Они сохраняются у поверхности сварки в направлении титановой прокладки.

Следующий слой по направлению к ниобию имеет значение микротвердости 11 000 МПа.

На основании этих данных можно предположить о диффузии бора в титан и образовании боридов титана и их смеси с твердым раствором.

Общая ширина диффузионной зоны при заданном режиме сварки составляет 80 мкм.

Качественный микрорентгеноспектральный анализ, проводимый на приборе МС-46 «Сатесса», позволил определить распределение в титановый слой нескольких компонентов – лантан, бор, ниобий.

Первый слой представляет собой тетраборид лантана. Он образуется в результате диффузии бора в титан и обеднения LaB_6 по бору. Его ширина 65 мкм.

Второй слой состоит из смеси боридов титана TiB_2 и TiB с $\alpha-La$. Его ширина 27 мкм.

Третий слой содержит $TiB+TiB_2+\alpha-La$ соединения La и Nb с титаном. Ширина – 35 мкм.

Четвертый слой со стороны ниобия состоит из твердых растворов и незначительного количества TiB_2 . Ширина слоя – 30 мкм.

Испытания образцов на работоспособность проводились термоциклированием по циклограмме:

Время нагрева до рабочей температуры – 180 с.

Время работы на режиме – 60 с.

Время охлаждения до температуры 473 К – 900 с.

Испытуемые образцы выдержали 300 часов при температуре 1 473 К и токе разряда 50 А.

Литература

1. Кресанов В. С. Высокоэффективный эмиттер электронов на основе гексаборида лантана / В. С. Кресанов, Н. П. Малахов. – М. : Энергоиздат, 1987.
2. Морозов В. В. Анизотропия работы выхода электронов зонноплавленного гексаборида лантана / В. В. Морозов, И. П. Лобода // Тез. докл. XVIII Всесоюз. Конф. по эмиссионной электронике. – М., 1981.