УДК 621.762.4.04.016.2

# ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ СТРУКТУРЫ И ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА НА РАБОТОСПОСОБНОСТЬ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ КАТОДОВ LaB6

А.В. Славин	slavinav@viam.ru
Е.А. Лукина	lukinaea@viam.ru
Д.А. Мовенко	damovenko@gmail.com

Всероссийский институт авиационных материалов, Москва, Российская Федерация

Аннотация	Ключевые слова
Изучено влияние химического состава и структурно-	Катод, гексаборид лантана,
фазового состояния катодного керамического материа-	электронно-лучевая сварка
ла на основе гексаборида лантана на работоспособность	
в условиях электронно-лучевой сварки. Для исследова-	
ния выбраны поликристаллические катоды трех разных	
производителей (партий) в исходном состоянии и после	
горячих испытаний в установке электронно-лучевой	
сварки. По результатам испытаний проведена каче-	
ственная оценка работоспособности катодов. На основе	
анализа химического состава материала катодов выяв-	
лено, что для образцов всех партий характерно измене-	
ние общего содержания примесей после горячих испы-	
таний. Качественный фазовый анализ показал, что	
полуширина рентгеновской линии в образцах катодов	
всех партий в исходном состоянии и после горячих	
испытаний имеет разные значения. Таким образом,	
обнаружено изменение размера кристаллитов на эми-	
тирующей поверхности катодов. Методами растровой	
электронной микроскопии и рентгеноспектрального	
микроанализа исследованы размер и морфология зерен,	
пористость, элементный состав примесных фаз в струк-	
туре катодов. На основании результатов исследования	
сделаны выводы о влиянии содержания примесных	
элементов, размера и морфологии зерен, объемной доли	
пор в структуре материала катодов LaB <sub>6</sub> на их работо-	Поступила в редакцию 26.12.2017
способность в условиях электронно-лучевой сварки	© МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2018

**Введение.** Электронно-лучевая сварка (ЭЛС) относится к методам сварки высококонцентрированными источниками энергии, имеет широкие технологические возможности, а также ряд преимуществ по сравнению с другими способами сварки плавлением: широкий диапазон толщин свариваемых деталей; возможность получения узких швов с глубоким проплавлением; меньший рост зерна в шве и зоны термического влияния сварки; высокие физико-механические свойства сварного соединения [1, 2].

Условия работы катода электронной пушки в процессе ЭЛС весьма неблагоприятны. Пары свариваемого металла оседают на эмитирующей поверхности

ISSN 0236-3941. Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Машиностроение. 2018. № 5

катода и изменяют ее геометрию и физико-химические свойства материала катода. К катодам предъявляют высокие требования: обеспечение высокой плотности тока эмиссии с равномерным распределением ее по поверхности катода; сохранение неизменной формы катода, его размеров и расположения в катодном узле; минимальное отклонение электронного облака от оси прожектора; устойчивость к разрушению от взаимодействия с металлизированными пленками. Материал катода должен допускать высокую температуру нагрева и иметь небольшую работу выхода электронов [3, 4]. В современных электронных пушках для изготовления катодов применяют гексаборид лантана [5–8].

Технология изготовления катодов из гексаборида лантана направлена на получение монокристаллов LaB<sub>6</sub> либо поликристаллического материала. Для изготовления поликристаллических катодов, как правило, используют различные варианты прессования: горячее, холодное, мундштучное. Известно также, что для изготовления поликристаллического керамического материала в ряде случаев целесообразно использовать искровое плазменное спекание [9–11]. Для снижения содержания примесей дополнительно проводят термическую обработку прессованных или спеченных изделий. Также практикуют добавку легирующих элементов для повышения эмиссионных свойств катодов.

Технология изготовления и обработки керамического материала для катодов определяет его структуру и химический состав. Влияние этих параметров на основные рабочие характеристики электронно-лучевой сварки рассмотрено в настоящей работе.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления «Фундаментально ориентированные исследования, квалификация материалов, неразрушающий контроль» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [12, 13].

Материалы и методы. Согласно поставленной задаче разработана программа исследований, включающая в себя определение химического состава катодов, рентгеноструктурный анализ, исследование микроструктуры и определение локального элементного состава [14].

Химический состав образцов в исходном состоянии определяли рентгенофлюоресцентным методом на установке S8 Tiger (диапазон анализируемых элементов от бора до урана), химический состав катодов после испытаний — методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой на установке iCAP-Qc.

Исследование микроструктуры материала катодов проводили методом растровой электронной микроскопии на микроскопе Zeiss EVO MA 10 (Carl Zeiss, Великобритания).

Локальный элементный состав определяли в соответствии с ГОСТ 22309–2015 методом качественного и количественного рентгеноспектрального микроанализа с применением энергодисперсионного спектрометра X-Max (Oxford Instruments, Великобритания). Калибровку проводили по сертифицированным эталонам. Диапазон регистрируемых элементов для качественного анализа — от Ве (атомный номер Z = 4) до U (Z = 92).

Качественный фазовый анализ образцов выполнен методом рентгеновской дифракции на многофункциональном дифрактометре EMPYREAN фирмы PanAlytical. Дифрактограммы регистрировали в монохроматическом CoK<sub>α</sub>-излучении в геометрии Брэгга — Брентано с шагом  $2\theta = 0,016^{\circ}$  и выдержкой 20 с на точку, расшифровывали с помощью специализированной программы HighScore и базы данных PDF-2. Рентгеновская съемка проводилась с поверхности катодов без приготовления шлифов в диапазоне углов  $2\theta = 10...140^{\circ}$ . Дифрактограммы представлены в координатах интенсивности от углового положения  $2\theta$  в диапазоне  $20...60^{\circ}$ .

Для исследований выбраны три партии поликристаллических катодов разных производителей. Для каждой партии изучено структурно-фазовое состояние катодов в исходном состоянии и после горячих испытаний.

Эмиссию катодов (горячие испытания на установке ЭЛУ АЭЛТ-11-486) контролировали на технологическом образце толщиной 90 мм из титанового сплава ВТ6ч, при этом мощность нагрева катода во всех случаях составляла 50 Вт, ускоряющее напряжение 60 кВ.

По результатам горячих испытаний проведена качественная оценка работоспособности катодов. Катоды первой партии показали низкую работоспособность. Наблюдалась кратковременная эмиссия при токе сварки  $I_n = 500$  мА. В процессе работы катодов первой партии были отмечены скачки потенциала управляющего электрода, а также многочисленные случаи прерывания электронного луча между катодом и анодом (пробои). Катоды второй партии показали высокую работоспособность. Отмечена стабильная эмиссия при  $I_n = 500$  мА. Скачков потенциала управляющего электрода и пробоев электронного луча не было. Катоды третьей партии в целом показали удовлетворительную работоспособность. Полученная кратковременная при  $I_n = 900$  мА эмиссия в процессе испытаний снижалась. Зафиксированы единичные случаи пробоев электронного луча.

**Результаты исследования.** *Анализ химического состава* проведен для катодов трех партий. Содержание примесных элементов определяли для двух катодов партии: первого — в исходном состоянии, второго — после сварки. Химический состав примесей катодов трех партий приведен в табл. 1–3.

Таблица 1

Состояние	Содержание элементов, % масс.								
катода	Fe	Zn	Ni	Cl	Al	Si	Р	W	Ce
Исходное	0,0763	0,0596	0,0080	0,0288	0,023	0,016	-	-	-
После сварки	0,008	0,002	0,26	-	0,13	< 0,005	0,07	0,04	0,006
Исхолиоо	Cu	Ca	Mn	K	Zr	S	Pr	Nd	Gd
исходное	0,0160	0,003	0,010	-	-	0,003	-	-	-
После сварки	0,007	0,023	0,00004	-	0,0066	_	0,0012	0,0012	0,0068

Химический состав примесей катодов первой партии

Таблица 2

ртии
й па
торо
атодов н
римесей к
состав п
ический
Химл

	$\Lambda$	0,00004	0,00024	ΥS	< 0,00001	< 0,00001	qS	< 0,00001	< 0,00001	qd	< 0,00001	< 0,00001
	Sc	0,0006	0,0008	Ga	< 0,00003	< 0,00003	Sn	0,00001	< 0,00001	IT	0,00001	0,00001
	Ca	0,002	0,001	Zn	0,0007	0,0016	Cd	< 0,00001	0,00001	M	0,011	0,011
, % масс.	K	0,002	< 0,001	Cu	0,0024	0,0045	Ag	< 0,00001	< 0,00001	Gd	0,012	0,011
ие элементов	Р	0,002	0,002	Νi	< 0,0003	< 0,0003	oM	0,0006	0,0058	PN	0,00004	0,00003
Содержан	Si	0,018	0,011	Co	0,00004	0,00004	Γr	0,00002	0,00010	$\mathbf{Pr}$	0,00012	0,00016
	AI	0,0107	0,0083	Fe	0,0019	0,0002	Υ	0,00016	0,00019	Ce	0,006	0,007
	Mg	< 0,0005	< 0,0005	Mn	0,00005	0,00005	Sr	< 0,00004	< 0,00004	Ba	0,00007	0,00006
	Na	0,001	< 0,001	Cr	< 0,0001	< 0,0001	Se	< 0,00003	< 0,00003	Te	0,00001	0,00001
Состояние	катода	Исходное	После сварки	Mevoninoe	лгоднос	После сварки	Mevoninoe		После сварки	Mevoninoo		После сварки

Химический состав примесей катодов третьей партии

Таблица 3

				Содержание	примесей, % ма	ICC.		
СОСТОЯНИЕ КАТОДА	Mg	AI	Si	d	Ca	Sc	Λ	uM
Исходное	0,0012	0,029	0,009	900'0	0,042	9000'0	0,0016	0,00011
После испытаний	0,0002	Ι	0,007	0,004	0,038	Ι	I	-
Merconnos	Fe	Ni	Cu	uZ	Мо	M	Υ	Ce
лисходнос	0,009	0,001	0,027	0,0097		< 0,0005	0,0009	0,020
После испытаний	0,003	0,0008	I	I	0,0007	0,009	I	I
Истоннов	Zr	Pr	PN	PÐ				
	Ι	I	I	I				
После испытаний	0,0011	0,0004	0,0017	0,006				

Для катодов первой партии характерно содержание каждого примесного элемента в количестве, не превышающем сотые доли массовых процентов. В материале катодов в исходном состоянии количество определенных элементов меньше, чем в образце, использованном для сварки. Отметим, что содержание Fe, Zn, Cu, S после сварки уменьшается на порядок. Элементы Pr, Nd, Gd обнаружены только в образце после сварки в следовых количествах. Общее содержание примесных элементов для образцов катодов в исходном состоянии составляет 0,24 %, а для отработавшего катода — 0,18 %.

Катоды второй партии в исходном состоянии содержат примесные элементы в следовом количестве. Наибольшее содержание Al и Si — 0,0107 и 0,018 %. Содержание остальных элементов находится на уровне тысячных долей процента и менее. После использования катода для сварки количество примесей уменьшается на порядок, как и для катодов первой партии. Общее содержание примесных элементов для образцов катодов в исходном состоянии не превышает 0,05 %, а для отработавшего катода — на уровне тысячных долей процента. По данным химического анализа в катодах второй партии содержание примесей наименьшее из всех исследованных образцов.

Процентные соотношения примесных элементов в катодах третьей и второй партий аналогичны и находятся на уровне тысячных долей процента и менее. Содержание алюминия, кальция и меди составляет 0,03...0,04 % масс. Общее содержание примесных элементов для образцов катодов в исходном состоянии не превышает 0,15 % масс., а для отработавшего катода — на порядок меньше и составляет ~0,05 % масс.

Макроструктура катодов. Исследования макроструктуры катодов трех партий показали, что материал содержит поры по всему сечению в продольном направлении (рис. 1). В образцах катодов первой и третьей партий поры равномерно распределены в продольном сечении. Качественная оценка пористости исследованных катодов первой и второй партий до и после горячих испытаний показала, что характер распределения пор для двух партий одинаков, а объемная доля в образцах первой партии меньше, чем в образцах третьей партии. Существенных отличий по объемной доле и характеру распределения пор для образцов после проведения горячих испытаний не наблюдалось.



Рис. 1. Макроструктура, типичная для катодов первой и третьей партий

В образцах катодов второй партии поры также равномерно распределены в продольном сечении, однако после горячих испытаний наблюдается особенность в распределении пор, связанная с их локализацией в зернах крупного размера (рис. 2). Количество и размер пор уменьшаются по сравнению с исходным состоянием.



б

**Рис. 2.** Макроструктура катодов второй партии в исходном состоянии (*a*) и после горячих испытаний (*б*)

Результаты качественного рентгеновского фазового анализа. Анализ дифракционных спектров показал, что основной фазой для образцов всех партий является LaB<sub>6</sub> с примитивной кубической решеткой.

В образцах катодов первой партии после горячих испытаний обнаружена вторая фаза с рентгеновскими линиями низкой интенсивности — борид WB (тетрагональный). На рис. 3 приведена типовая дифрактограмма в координатах интенсивности от углового положения 20 в диапазоне 20...100°.

Для всех образцов рассчитан период решетки основной фазы и полуширина линии (041) на  $2\theta = 125^{\circ}$  (табл. 4). Период решетки и полуширина линии являются структурно-чувствительными параметрами. На параметр решетки влияют растворенные в фазе атомы, а на полуширину — микродеформация решетки и размер кристаллитов. Расчет полуширины и периода решетки выполнен в прецизионной области углов  $2\theta > 110^{\circ}$ . Из данных табл. 4 следует, что значения периодов решетки различаются в третьем знаке, а диапазон их разброса составляет 0,001 Å. Изменение полуширины рентгеновской линии после горячих испы-



Рис. 3. Дифракционные спектры образца первой партии после горячих испытаний

таний по сравнению с исходными для образцов всех партий обусловлено укрупнением кристаллитов, что в дальнейшем было подтверждено структурными исследованиями (рис. 4).

Таблица 4

### Период решетки LaB<sub>6</sub> и изменение полуширины рентгеновской линии

Партия	Период решетки <i>а</i> , Å		Изменение полуширины рентгеновской
образца	в исходном состоянии	после сварки	линии образца после испытания b <sub>исп</sub> / b <sub>исх</sub>
Первая	4,156452	4,15679	~1
Вторая	4,15673	4,15702	0,59
Третья	4,15656	4,15640	0,56



**Рис. 4.** Типичная структура поверхности катода в исходном состоянии (*a*) и после горячих испытаний (*б*)

ISSN 0236-3941. Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Машиностроение. 2018. № 5

Анализ дифрактограммы исходного образца третьей партии показал, что период решетки LaB<sub>6</sub> a = 4,15656 Å, ширина линии (041) на полувысоте 0,1972 град, что соответствует размеру областей когерентного рассеяния (ОКР) — размеров блоков ненарушенной структуры ~ 0,3 мкм.

Малые значения полуширины линии в образце после горячих испытаний указывают на то, что размер кристаллитов во всех образцах более 150 нм (значение 150 нм является верхним пределом чувствительности рентгеновского метода оценки размера кристаллитов).

Исследование микроструктуры и локальный элементный анализ. Исследование поверхности катодов всех партий показало, что после горячих испытаний на поверхности катодов наблюдаются кристаллиты, размер которых больше, чем на образцах в исходном состоянии. Кроме того, на поверхности образца после горячих испытаний обнаружены частицы, содержащие тантал, вольфрам, молибден и титан.

Микроструктура катодов всех партий представлена равноосными зернами гексаборида лантана, межзеренные границы четкие (табл. 5).

Таблица 5

Номер	Средний размер	зерна, мкм	Объемная дол	я пор, %
партии	Исходное состояние	После сварки	Исходное состояние	После сварки
Первая	20	20	5,5	4,5
Вторая	150	110	2,5	0,5
Третья	11	11	20	18

Средний размер зерна и объемная доля пор в катодах трех партий

В образцах катодов первой партии зерна гексаборида лантана равноосные, разнозернистости нет. На границах зерен обнаружены бораты лантана. Размер и объемная доля этих примесей значительно больше, чем в катодах третьей партии. Кроме того, на границах зерен обнаружены интерметаллиды субмикронного размера на основе лантана, бора, никеля и железа. Отличий в структуре катодов до и после горячих испытаний не выявлено.

Структура катодов второй партии — разнозернистая. В то время как структура катодов первой и третьей партий после горячих испытаний не меняется, для образца из второй партии отмечено снижение степени разнозернистости. Более того, некоторые зерна приобретают кубическую форму. Что касается содержания примесных фаз на границах зерен как в исходном состоянии, так и после горячих испытаний обнаружены интерметаллиды вытянутой формы, содержащие тантал, вольфрам и молибден.

Структура катодов третьей партии аналогична образцам из первой партии и представлена равноосными зернами гексаборида лантана, меньшими по размеру, чем в катодах первой партии. Следует отметить отсутствие дополнительных фаз на границах зерен.

Образцы катодов трех партий различаются особенностями морфологии пор (рис. 5).

ISSN 0236-3941. Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Машиностроение. 2018. № 5



Рис. 5. Микроструктура катодов:

*Первая партия.* Наблюдаются преимущественно замкнутые поры округлой формы.

*Вторая партия.* Можно отметить, что поры замкнуты, имеют округлую форму.

*Третья партия*. Обнаружены как замкнутые, округлые поры, так и сообщающиеся, образующие извилистые каналы. Размеры пор также различны. В отдельных порах выявлены мелкодисперсные частицы на основе боратов лантана LaBO<sub>3</sub> с примесью кремния.

*а*, *б* — первая партия; *в*, *г* — вторая партия; *д*, *е* — третья партия

Влияние параметров структуры и химического состава на работоспособность...

Обсуждение результатов. Материал катодов исследованных партий на 99,7 % масс. состоит из LaB<sub>6</sub>. Суммарное содержание примесей небольшое, а содержание примесей отдельных элементов находится на уровне тысячных долей процента и менее. Отметим, что после горячих испытаний катодов всех партий содержание примесей уменьшается на порядок. Этот процесс обусловлен высокой рабочей температурой катодов из LaB<sub>6</sub> (~1800 °C), при которой проходят процессы разложения и горения примесей. В то же время в процессе сварки интенсивно окисляется поверхность катода, в результате чего в материале катода могут образовываться бораты, оксиды и гидроксиды примесных элементов. Такие соединения (особенно содержащие W, Ta, Nb) могут приводить к пробоям электронного луча во время сварки. Наиболее чистыми по содержанию примесей являются катоды второй партии, суммарное содержание примесей в исходном состоянии в которых не превышает 0,05 % масс.

Структура катодов первой партии до и после горячих испытаний — поликристаллическая и представляет собой равноосные зерна гексаборида лантана. На границах зерен находятся оксиды на основе лантана и бориды на основе вольфрама, содержащие примесные элементы (никель, железо, кремний, алюминий и др.). Отмечено, что на эмитирующей поверхности катода размер кристаллитов увеличивается после проведения горячих испытаний. В то же время размер зерен в продольном сечении катода не изменяется и составляет в среднем 20 мкм (см. табл. 5). В материале наблюдаются поры, расположенные по границам зерен. Объемная доля пор в продольном сечении катода уменьшается от 5,5 до 4,5 % после горячих испытаний (см. табл. 5).

Структура катодов второй партии, показавших самую высокую работоспособность, разнозернистая, средний размер зерна составляет 110 мкм. После горячих испытаний отдельные зерна имеют кубическую форму. Крупные зерна достигают 640 мкм. Поры распределены по площади сечения неравномерно, скопления пор наблюдаются на участках с крупным зерном. Объемная доля пор составляет 0,5 %. Средний диаметр пор 7,6 мкм. В процессе нагрева катода и его последующей эмиссии происходит уменьшение среднего размера зерна основного материала в продольном сечении с 150 до 110 мкм.

Структура катодов третьей партии однородная по сечению, имеет наибольшую пористость. На границах зерен дополнительных фаз не обнаружено. Оксиды распределены равномерно и находятся в порах. Боридов примесных элементов обнаружено не было. Высокая плотность замкнутых пор в структуре катодов этой партии способствует удовлетворительной эмиссии, но не обеспечивает ее стабильности. Средний размер зерна в продольном сечении катода не изменяется и составляет 11 мкм (см. табл. 5). Объемная доля пор в продольном сечении катода снижается с 20 до 18 % после горячих испытаний (см. табл. 5).

**Выводы.** 1. Установлено, что содержание примесных элементов в материале катодов LaB<sub>6</sub> снижается после горячих испытаний.

2. Обнаружено, что размер кристаллитов на эмитирующей поверхности катодов LaB<sub>6</sub> увеличивается после горячих испытаний.

ISSN 0236-3941. Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Машиностроение. 2018. № 5

3. Проведена качественная оценка работоспособности катодов LaB<sub>6</sub>, основанная на данных о стабильности эмиссии, скачках бомбардировки и пробоях электронного луча. Показано, что самую высокую работоспособность имеют катоды LaB<sub>6</sub> с наименьшим содержанием примесей (0,05 % масс.), крупными зернами (средний размер 150 мкм в исходном состоянии) и наименьшей пористостью (2,5 % об. в исходном состоянии).

### ЛИТЕРАТУРА

1. *Паршуков Л.И., Гильмутдинов* Ф.З. Электронно-лучевая сварка и локальная термообработка сварных швов из жаропрочных сплавов // Труды ВИАМ. 2017. № 5. DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-5-3-3

URL: http://www.viam-works.ru/ru/articles?art\_id=1101

2. Каблов Е.Н., Лукин В.И., Оспенникова О.Г. Сварка и пайка в авиакосмической промышленности // Всеросс. науч.-практ. конф. «Сварка и безопасность». Якутск: ИФТПС СО РАН, 2012. С. 21–30.

3. Истомин С.Я., Антипов Е.В. Катодные материалы на основе перовскитоподобных оксидов переходных металлов для среднетемпературных твердооксидных топливных элементов // Успехи химии. 2013. Т. 82. № 7. С. 686–700.

4. Фоменко В.С. Эмиссионные свойства материалов. Киев: Наукова думка, 1981. 339 с.

5. *Field* emission characteristics of single crystal LaB<sub>6</sub> field emitters fabricated by electrochemical etching method / X. Wang, Y. Jiang, Z. Lin, K. Qi, B. Wang // Journal of Physics D: Applied Physics. 2009. Vol. 42. No. 5. P. 1–4. DOI: 10.1088/0022-3727/42/5/055409

6. Самсонов Г.В., Кондрашов А.И., Охремчук Л.Н., Подчерняева И.А. Термоэмиссия сложных сплавов с участием гексаборида лантана // Порошковая металлургия. 1977. № 1. С. 21–28.

7. Бустани И., Бюнкер Р., Хирш Г., Гурин В.Н. и др. Полевое испарение гексаборида лантана и оценка стабильности образующихся кластеров // Письма в ЖТФ. 1999. Т. 25. № 23. С. 43–49.

8. *Гращенков Д.В.* Стратегия развития неметаллических материалов, металлических композиционных материалов и теплозащиты // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 264–271.

9. Ваганова М.Л., Сорокин О.Ю., Осин И.В. Соединение керамических материалов методом искрового плазменного спекания // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 306–317.

10. *Volkogon V.M., Paderno V.N., Martynenko A.N.* Formation of lanthanum hexaboride structure during electric-pulse sintering under conditions of high pressure // Poroshkovaya metallurgiya. 1984. No. 2 (254). P. 36–41.

11. Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Хасанов А.О. и др. Определение оптимальных режимов изготовления высокоплотной керамики из порошка карбида бора методом спекания в плазме искрового разряда // Известия Томского политехнического университета. 2012. Т. 320. № 2. С. 58–62.

12. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. С. 7–17. Влияние параметров структуры и химического состава на работоспособность...

13. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения // Защита и безопасность. 2014. № 4. С. 28-29.

14. *Чабина Е.Б., Алексеев А.А., Филонова Е.В., Лукина Е.А.* Применение методов аналитической микроскопии и рентгеноструктурного анализа для исследования структурнофазового состояния материалов // Труды ВИАМ. 2013. № 5. URL: http://viam-works.ru/ru/articles?art\_id=37

Славин Андрей Вячеславович — д-р техн. наук, начальник Испытательного центра Всероссийского института авиационных материалов (Российская Федерация, 105005, Москва, ул. Радио, д. 17).

Лукина Ева Александровна — канд. техн. наук, начальник лаборатории металлофизических исследований Всероссийского института авиационных материалов (Российская Федерация, 105005, Москва, ул. Радио, д. 17).

**Мовенко Дмитрий Александрович** — канд. техн. наук, научный сотрудник лаборатории металлофизических исследований Всероссийского института авиационных материалов (Российская Федерация, 105005, Москва, ул. Радио, д. 17).

#### Просьба ссылаться на эту статью следующим образом:

Славин А.В., Лукина Е.А., Мовенко Д.А. Влияние параметров структуры и химического состава на работоспособность поликристаллических катодов LaB<sub>6</sub> // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Машиностроение. 2018. № 5. С. 94–107. DOI: 10.18698/0236-3941-2018-5-94-107

# EFFECT OF STRUCTURAL PARAMETERS AND CHEMICAL COMPOSITION ON THE POLYCRYSTALLINE LaB<sub>6</sub> CATHODE PERFORMANCE

A.V. Slavin	alexlifting@mail.ru
E.A. Lukina	shmeliov.alexei@gmail.com
D.A. Movenko	a_g_kononov@mail.ru

## All-Russian Scientific Research Institute Of Aviation Materials, Moscow, Russian Federation

Abstract	Keywords
The investigation considers how chemical composition and	Cathode, lanthanum hexaboride,
phase structure in a ceramic cathode material based on	electron-beam welding
lanthanum hexaboride affect cathode performance during	
electron-beam welding. We chose to study polycrystalline	
cathodes from three different manufacturers (that is,	
different batches) in their initial state and after hot testing in	
an electron-beam welding facility. We used the test results to	
qualitatively evaluate cathode performance. A chemical	
composition analysis of the cathode material revealed that	
total impurity content in samples from all batches tended to	
change after hot testing. A qualitative phase analysis showed	
that the X-ray full width at half maximum for samples from	
all batches in the initial state differs from that after hot	

testing. This is how we detected changes in crystallite size on	
the emission surfaces of the cathodes. We used scanning	
electron microscopy and electron microprobe analysis to	
study grain size and morphology, porosity and element	
composition of contaminant phases in the cathode structure.	
These results enabled us to draw conclusions regarding the	
effect that impurity element content, grain size and	
morphology, as well as volumetric pore fraction in the LaB <sub>6</sub>	
material structure have on cathode performance during	Received 26.12.2017
electron-beam welding	© BMSTU, 2018

### REFERENCES

[1] Parshukov L.I., Gil'mutdinov F.Z. Electron beam bonding and local heat treatment welded seams from hot strength alloys. *Trudy VIAM* [Proceedings of VIAM], 2017, no. 5. DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-5-3-3

Available at: http://www.viam-works.ru/ru/articles?art\_id=1101

[2] Kablov E.N., Lukin V.I., Ospennikova O.G. [Welding and soldering in aerospace industry]. *Vseross. nauch.-prakt. konf. «Svarka i bezopasnost'»* [Russ. Sci.-Pract. Conf. "Welding and safety"]. Yakutsk, IFTPS SO RAN Publ., 2012, pp. 21–30 (in Russ.).

[3] Istomin S.Ya., Antipov E.V. Cathode materials based on perovskite-like transition metal oxides for medium-temperature solid oxide fuel cells. *Uspekhi khimii (Russian Chemical Reviews)*, 2013, vol. 82, no. 7, pp. 686–700 (in Russ.). DOI: 10.1070/RC2013v082n07ABEH004390

[4] Fomenko V.S. Emissionnye svoystva materialov [Emission properties of materials]. Kiev, Naukova dumka Publ., 1981. 339 p.

[5] Wang X., Jiang Y., Lin Z., Qi K., Wang B. Field emission characteristics of single crystal LaB<sub>6</sub> field emitters fabricated by electrochemical etching method. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2009, vol. 42, no. 5, pp. 1–4. DOI: 10.1088/0022-3727/42/5/055409

[6] Samsonov G.V., Kondrashov A.I., Okhremchuk L.N., Podchernyaeva I.A. Thermal emission of complex alloys based on lanthanum hexaboride. *Poroshkovaya metallurgiya* [Powder Metallurgy], 1977, no. 1, pp. 21–28 (in Russ.).

[7] Bustani I., Byunker R., Khirsh G., Gurin V.N., et al. Field evaporation of lanthanum hexaboride and stability estimation of formed clusters. *Pis'ma v ZhTF*, 1999, vol. 25, no. 23, pp. 43–49 (in Russ.).

[8] Grashchenkov D.V. Strategy of development of non-metallic materials, metal composite materials and heat-shielding. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii* [Aviation materials and technologies], 2017, no. S, pp. 264–271 (in Russ.).

[9] Vaganova M.L., Sorokin O.Yu., Osin I.V. Joining of ceramic materials by the method of spark plasma sintering. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii* [Aviation materials and technologies], 2017, no. S, pp. 306–317 (in Russ.).

[10] Volkogon V.M., Paderno V.N., Martynenko A.N. Formation of lanthanum hexaboride structure during electric-pulse sintering under conditions of high pressure. *Poroshkovaya metallurgiya* [Powder Metallurgy], 1984, no. 2 (254), pp. 36–41 (in Russ.).

[11] Khasanov O.L., Dvilis E.S., Khasanov A.O., et al. Finding optimum regimes for producting heat-resistant ceramics from boron carbide powder by spark plasma sintering. *Izvestiya Tomskogo politekhnicheskogo universiteta* [Bulletin of the Tomsk Polytechnic University], 2012, vol. 320, no. 2, pp. 58–62 (in Russ.). Влияние параметров структуры и химического состава на работоспособность...

[12] Kablov E.N. Strategical areas of developing materials and their processing technologies for the period up to 2030. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii* [Aviation materials and technologies], 2012, no. S, pp. 7–17 (in Russ.).

[13] Kablov E.N. Materials of a new generation. *Zashchita i bezopasnost'* [Protection and Security], 2014, no. 4, pp. 28–29 (in Russ.).

[14] Chabina E.B., Alekseev A.A., Filonova E.V., Lukina E.A. The use of methods of analytical microscopy and X-ray diffraction analysis for the study of the structural phase state materials. *Trudy VIAM* [Proceedings of VIAM], 2013, no. 5 (in Russ.). Available at: http://viam-works.ru/ru/articles?art\_id=37

**Slavin A.V.** — Dr. Sc. (Eng.), Head of Test Centre, All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials (Radio ul. 17, Moscow, 105005 Russian Federation).

**Lukina E.A.** — Cand. Sc. (Eng.), Head of Laboratory of Metal Physics, All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials (Radio ul. 17, Moscow, 105005 Russian Federation).

**Movenko D.A.** — Cand. Sc. (Eng.), Research Fellow, Laboratory of Metal Physics, All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials (Radio ul. 17, Moscow, 105005 Russian Federation).

## Please cite this article in English as:

Slavin A.V., Lukina E.A., Movenko D.A. Effect of Structural Parameters and Chemical Composition on the Polycrystalline LaB<sub>6</sub> Cathode Performance. *Vestn. Mosk. Gos. Tekh. Univ. im. N.E. Baumana, Mashinostr.* [Herald of the Bauman Moscow State Tech. Univ., Mech. Eng.], 2018, no. 5, pp. 94–107 (in Russ.). DOI: 10.18698/0236-3941-2018-5-94-107