

Ермалицкая К.Ф., Воропай Е.С., Ермалицкий Ф.А.

ПОСЛОЙНЫЙ АНАЛИЗ ЛАТУННОГО ПОКРЫТИЯ ЛАТУНИРОВАННОЙ ПРОВОЛОКИ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ ИСКРОВОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

*Белорусский государственный университет,
г. Минск, Республика Беларусь*

New method for layerwise spectral analysis of brass coating of steel wire is suggested. In this work double laser pulses are used to excite spectra of atoms brass termodiffusional coating. Using spectrometer LSS-1 with a presented methodic one could perform layerwise analysis of thin metal coating with thickness of every layer approximately 0,015 mkm. Provided method reduce mistake of quantitative analysis of thin metallic termodiffusional coating. The technique can be used rather in scientific and industry laboratories.

Латунированная проволока (производства Белорусского металлургического завода) используется для армирования рукавов высокого давления, шин и т.д. Технологический процесс изготовления данного изделия включает в себя лабораторные испытания, в результате которых в ряде случаев обнаруживается, что технические характеристики покрытия латунированной проволоки отличаются от требуемых. Для выявления причин этого отличия необходимо разработать методику послойного анализа латунного покрытия для определения состава и структуры каждого слоя.

Для разработки методики исследования структуры и послойного анализа латунного покрытия на латунированной проволоке использовался многоканальный атомно-эмиссионный спектрометр LSS-1, который имеет ряд преимуществ по сравнению со стандартными спектрометрами, применяемыми для атомно-эмиссионного анализа. Главным отличием LSS-1 является использование в качестве источника возбуждения спектров атомов сдвоенных лазерных импульсов с возможностью регулировки плотности мощности импульса и временного интервала между сдвоенными лазерными импульсами [1].

Параметры многоканального атомно-эмиссионного спектрометра LSS-1:

В качестве источника возбуждения плазмы используется двухимпульсный неодимовый лазер, который может работать с частотой повторения импульсов до $f=10$ Гц на длине волны $\lambda=1064$ нм.

Длительность импульсов $\tau \approx 15$ нс.

1. Временной сдвиг между сдвоенными импульсами может изменяться с шагом от 0 до 100 мкс $\Delta t=1$ мкс.

2. Энергия накачки E_n лазера может изменяться в пределах от 8 до 16 Дж, энергия импульса $E_{имп}$ от 10 до 100 мДж - коэффициент использования энергии излучения $\sim 0,6$ (таблица 1).

3. Лазерное излучение фокусируется на образец с помощью ахроматического конденсора с фокусным расстоянием $F=100\text{мм}$.

4. Минимальный размер пятна фокусировки составляет $d=50\text{мкм}$.

Таблица 1 – Зависимость энергии импульсов излучения от энергии накачки и времени задержки между двоянными лазерными импульсами

Время задержки, мкс	Энергия накачки, Дж						
	10	11	12	13	14	15	16
	Средняя энергия импульса, мДж						
100	17	28,5	39,5	50	60,5	71,5	84
110	22	32,5	44,5	57,5	69	80,5	93
120	26,5	38	51	64	75	86	97,5
130	30	42	54,5	66,5	78,5	89	100
140	32	44	56,5	68	79,5	90	102
150	34	45,5	59	71	81,5	92	102
160	34,5	46,5	57,5	68	78	88,5	99

Запуск системы регистрации спектра осуществлялся синхронно с приходом второго импульса.

Преимущества использования для послойного латунного покрытия, контролируемого посредством спектрометра LSS-1 в совокупности с комплексом разработанных методик:

1. отсутствие необходимости в предварительной механической и химической обработке поверхности образца перед анализом;
2. оперативность количественного экспресс-анализа образца (продолжительность не более 5 минут);
3. возможность регулирования числа и толщины слоев латунного покрытия при проведении послойного анализа;
4. минимальный размер повреждения поверхности исследуемого образца (диаметр кратера $\sim 150\text{мкм}$) [2].

На рис. 1 представлен общий вид проволоки после воздействия на ее поверхность серий из 50 импульсов при различных значениях расфокусировки лазерного луча Δf , энергии накачки лазера E_n и временного интервала между двоянными лазерными импульсами Δt .

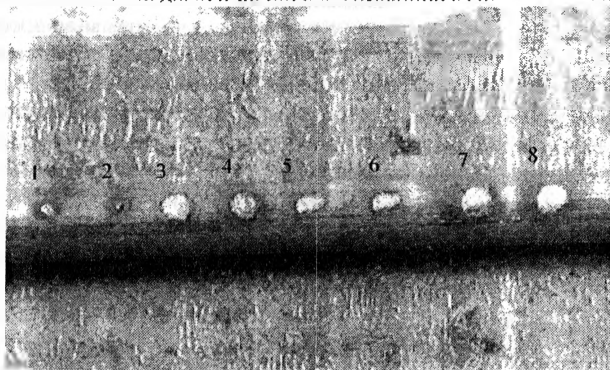
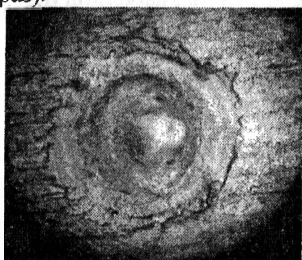


Рисунок 1 – Общий вид поверхности проволоки $d=2.37$ мм после воздействия серий двоянных лазерных импульсов

Кратеры: 1-2 – $\Delta f=0$ мм, $E_n=10$ Дж, $\Delta t=0$ и 10 мкс соответственно; 3-4 – $\Delta f=0$ мм, $E_n=15$ Дж, $\Delta t=0$ и 10 мкс; 5-6 – $\Delta f=4$ мм, $E_n=10$ Дж, $\Delta t=0$ и 10 мкс; 7-8 – $\Delta f=4$ мм, $E_n=15$ Дж, $\Delta t=0$ и 10 мкс.

На рис.2 представлены фотографии кратеров на поверхности латунного покрытия латунированной проволоки после воздействия серий лазерных импульсов сфокусированных и при расфокусировке $\Delta f=4$ мм (увеличение 150 раз).



а



б

Рисунок 2 – Кратеры на поверхности латунного покрытия латунированной проволоки, образовавшиеся при воздействии серии из 50 импульсов при $E_n=15$ Дж, $E_{imp}=80,5$ мДж $\Delta t=10$ мкс; а) $\Delta f=0$ мм, б) $\Delta f=4$ мм

Таким образом, при постоянной энергии импульса и временном интервале между двоянными лазерными импульсами, количество вещества, вырванного каждой парой импульсов с поверхности, а также глубина кратера зависит от расфокусировки луча. Увеличение Δf приводит к росту размера лазерного пятна, что в свою очередь вызывает уменьшение плотности потока излучения, падающего на поверхность, и дает возможность регулировать количество вещества поступающего в плазму при каждой паре импульсов, то есть толщину и число слоев. Однако необходимо учитывать, что при умень-

шении плотности потока энергии снижается относительная интенсивность спектральных линий элементов и повышается погрешность количественного анализа [3].

Экспериментально были определены оптимальные параметры проведения послойного анализа латунного покрытия латунированной проволоки методом лазерной искровой спектрометрии при использовании спектрометра LSS-1 [4]:

- расфокусировка луча лазера на поверхности проволоки – +4 мм;
- временной интервал между удвоенными лазерными импульсами 10 мкс;
- энергия накачки лазера – 14 Дж;
- энергия импульса – 69 мДж

Глубина латунного покрытия определялась по падению относительной интенсивности спектральной линии меди $\lambda=324,754$ нм до уровня фона.

Послойный анализ латунного покрытия с вышеуказанными параметрами позволяет получить одинаковую толщину слоя, снимаемого каждой парой лазерных импульсов – 0,012 мкм, общее число слоев – от 110 до 150 (в зависимости от диаметра проволоки и толщины латунного покрытия).

На рис.3 приведена зависимость концентрации меди, цинка и железа от толщины латунного термодиффузионного покрытия.

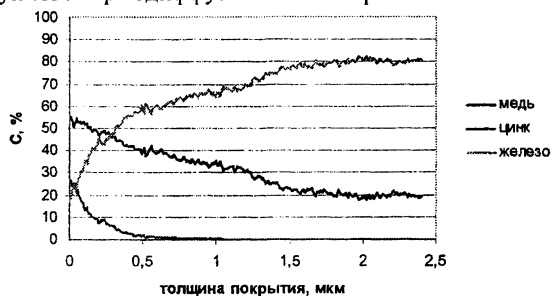


Рисунок 3 – Зависимость относительных интенсивностей спектральных линий меди, цинка и железа от числа импульсов в точку при энергии накачки 14 Дж и временной задержке 10 мкс

Таким образом, латунное термодиффузионное покрытие не является однородным, и можно выделить три различных слоя [5]:

Верхний слой толщиной $\Delta d=0,06$ мкм – двухкомпонентная латунь (сплав меди и цинка).

Средний слой толщиной $\Delta d=0,66$ мкм – трехкомпонентный сплав меди, цинка и железа, причем содержание цинка убывает с глубиной по экспоненциальному закону.

Нижний слой толщиной $\Delta d=1,08$ мкм – преимущественно двухкомпонентный комплекс, состоящий из меди и железа.

Наблюдаемая неоднородность термодиффузионного латунного покрытия может быть объяснена эффектами Киркендалла и Френкеля. При изотермической диффузии в отсутствие внешних сил нарушается механическое равновесие и появляется конвективный поток, одинаковый для всех компонентов. В общем случае это означает, что коэффициенты диффузии D частиц Cu и Zn , способных образовывать соединение, сильно различаются между собой. Так как $D_{\text{Zn}} \gg D_{\text{Cu}}$, то фронт реакции движется в сторону Cu (эффект Киркендалла), а в частицах образуются поры за счет слияния вакансий (эффект Френкеля). Образовавшиеся поры могут занимать атомы железа, в результате чего образуется трехкомпонентное покрытие.

Разработанная методика послойного спектрального анализа латунного покрытия латунированной проволоки методом лазерной искровой спектроскопии при возбуждении спектров атомов сдвоенными лазерными импульсами позволяет определять состав и структуру слоев толщиной порядка 0,015 мкм. Опираясь на полученные экспериментальные данные, количественный анализ покрытия необходимо проводить в три этапа: отдельно для каждого из трех уровней с различным составом. При количественном анализе среднего трехкомпонентного уровня необходимо принимать во внимание тот факт, что концентрация цинка убывает с глубиной по экспоненциальному закону. Для уменьшения погрешности количественного анализа среднего слоя рекомендуется разбить данный уровень на несколько подуровней, и проводить анализ каждого подуровня в отдельности.

ЛИТЕРАТУРА

1. Е.С. Воропай, К.Ф. Ермалицкая, А.П. Зажогин, Е.П. Барадынцева, Т.П. Куренкова, Т.Ю. Труханович. Труды VII Международной научной конференции «Лазерная физика и оптические технологии». Минск. – 2008. – с. 109 – 112.
2. Е.С. Воропай, К.Ф. Ермалицкая, А.П. Зажогин, Е.П. Барадынцева, Т.П. Куренкова, Т.Ю. Труханович. Материалы 7-й Международной научно-технической конференции «Квантовая электроника», Минск. – 2008.
3. Е.С. Воропай, К.Ф. Ермалицкая, А.П. Зажогин, Е.П. Барадынцева, Т.П. Куренкова, Т.Ю. Труханович. Материалы 7-й Международной научно-технической конференции «Квантовая электроника», Минск. – 2008.
4. К.Ф. Ермалицкая. Тезисы докладов 4-й региональной конференции молодых ученых. Гомель. – 2008. – с.110-112.
5. К.Ф. Ермалицкая. Тезисы докладов Международной научно-технической конференции молодых ученых «Новые материалы, оборудование и технологии в промышленности». – Могилев. – 2008.