

## ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИРОДЫ ПЛАСТИНЧАТЫХ ВЫДЕЛЕНИЙ В КАРБИДЕ НИОБИЯ ПОТЕНЦИОСТАТИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Б. И. Мархасев, Г. П. Манжелей, Л. А. Бухтиярова, Л. Н. Ягупольская

В горячепрессованном карбиде ниобия состава, близкого к стехиометрическому, в микроструктуре после травления обнаруживаются пластинчатые выделения. Наиболее характерные виды структуры, содержащей эти выделения, показаны на рис. 1. В некоторых случаях пластинчатые выделения, расположенные в разных кристаллографических плоскостях, смыкаются между собой; при этом после вытравливания

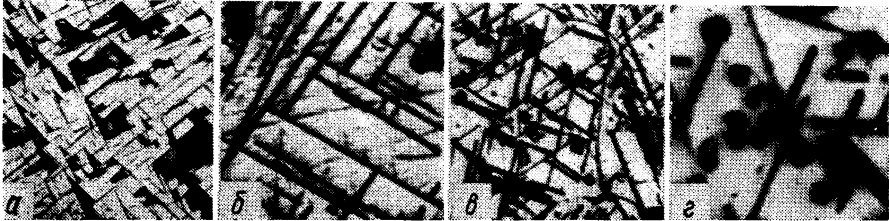


Рис. 1. Пластинчатые выделения в карбиде ниобия после травления: а —  $\times 300$ ; б —  $\times 600$ ; в —  $\times 600$ ; з —  $\times 1350$ .

пластинки материал выкрашивается и формируются своеобразные треугольники (см. рис. 1). После травления шлифов по методу, описанному в [1], как было установлено с использованием растрового электронного микроскопа «Stereoscan S4-10», на месте пластинчатых выделений образуются уходящие в толщу материала щели шириной в десятые доли микрометра. В связи с тем, что пластинчатые выделения могут существенно влиять на эксплуатационные характеристики материала на основе карбида ниобия, они были изучены с помощью потенциостатического метода.

В качестве объекта исследования использовали образец следующего состава, %:  $Nb_{\text{карб}}$  87,4;  $Nb_{\text{мет}}$  1,1;  $Nb_{\text{окис}}$  0,2;  $C_{\text{связ}}$  11,1;  $O_2$  0,14;  $C/Nb_{\text{карб}} = 0,986$ . Раздельное определение ниобия, связанного в карбид и окислы, а также содержащегося в виде свободного металла, проводили по методике, описанной в работе [2]. Содержание кислорода определяли методом восстановительной импульсной плавки с хроматографическим окончанием.

Применение локальных структурных и аналитических методов для выявления природы пластинчатых выделений не было успешным, по-видимому, вследствие высокой дисперсности этих выделений, а также влияния карбидной матрицы на кристаллическую структуру тонких пластин. Рентгено съемка порошка, приготовленного из материала образца, выполнена на установке УРС-2,0 с использованием отфильтрованного  $CuK_{\alpha}$ -излучения и камеры РКУ-114 М. Был выявлен ряд слабых линий, которые можно отнести к металлическому ниобию и окислу ниобия. После кипячения порошка в течение 10 с в травителе [1] эти линии в рентгеновском спектре не наблюдались.

Однако рентгеновских и химико-аналитических данных недостаточно, чтобы считать, что именно металлический ниобий образует пластинчатые выделения. Для подтверждения полученных данных был использован потенциостатический метод, который дает возможность проводить избирательное вытравливание отдельных структурных составляющих материала, если известны их анодные потенциостатические кривые [3].

Анодные потенциостатические кривые карбида ниобия и металлического ниобия определяли на потенциостате П-5848 в 5 %-ном растворе HCl в абсолютном этиловом спирте (рис. 2). Характер и взаимное

расположение полученных анодных потенциостатических кривых свидетельствует, что в материале исследуемого образца содержится металлический ниобий.

Для выявления особенностей расположения металлической фазы в структуре материала было проведено анодное травление шлифов при потенциале 0,5—0,6 В, при котором скорость растворения металлического ниобия на порядок превышает скорость растворения карбида ниобия. После травления на шлифе была обнаружена микроструктура, идентичная показанной на рис. 1. Это свидетельствует о том, что пластинчатые выделения в микроструктуре горячепрессованного карбида ниобия, состава несколько отличающегося от стехиометрического, представляют собой весьма тонкие пластины металлического ниобия.

Вероятный механизм образования дисперсных пластинок металлического ниобия в карбиде ниобия аналогичен механизму образования пластинчатых упорядоченных фаз в нестехиометрическом карбиде тантала. В системе Ta—C кристаллическая решетка упорядоченного Ta<sub>4</sub>C<sub>3</sub> образуется при концентрации углеродных вакансий в каждую четвертую

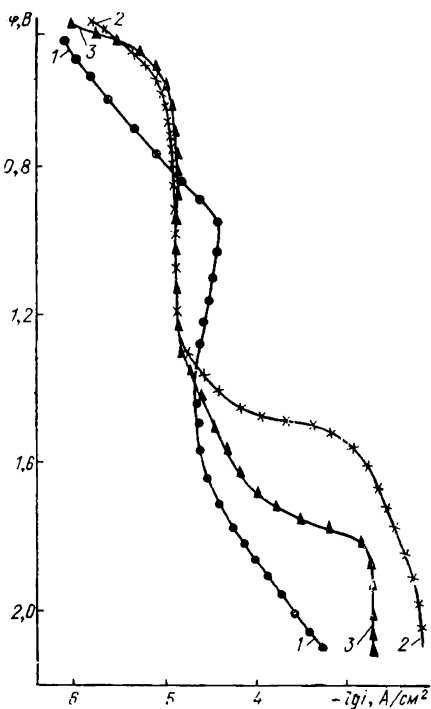


Рис. 2. Потенциостатические кривые, полученные в 5 %-ном растворе HCl в абсолютном спирте. 1 — NbC; 2 — Nb; 3 — NbC, содержащий пластинчатые выделения.

плоскость решетки TaC<sub>x</sub> и сдвиге по этой плоскости в металлической подрешетке, который осуществляется в результате схода в этой плоскости дислокации [4]. Кристаллическая решетка Ta<sub>2</sub>C образуется при концентрации вакансий и сдвиге в каждой второй плоскости. Можно предположить, что в карбиде ниобия, где подвижность углерода повышена по сравнению с карбидом тантала, в участках массового схода дислокации во время горячего прессования происходит последовательное накопление свободных от углерода плоскостей вплоть до образования микроскопических выделений металлического ниобия.

1. Мархасов Б. И., Пиоро Н. Ч., Шумилова Р. Г. Травитель для выявления микроструктуры материалов на основе карбидов ниобия, тантала и гафния. — Завод. лаб., 1979, 45, № 6, с. 543—545.
2. Козырева Л. С., Кутейников А. Ф., Романтовская Н. И. Разделение и определение металлического ниобия, карбида ниобия и пентаоксида ниобия. — Там же, 1967, 33, № 3, с. 295—296.
3. Колотыркин Я. М., Нероденко Л. М., Ягупольская Л. Н. Потенциостатический метод в исследовании в физическом металловедении. — Там же, 1972, 38, № 3, с. 288—292.
4. О природе ε-фазы в системе Ta—C / Б. И. Мархасов, Н. Ч. Пиоро, В. В. Ключевант и др. — Изв. АН СССР. Неорг. материалы, 1982, 18, № 12, с. 2001—2004.

Институт проблем материаловедения  
АН УССР, Киев

Поступила  
30.06.82