

- технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – Вып. 11. – С. 188–191.
5. Зміна електроопору алмазних порошків, синтезованих в системі Mg–Zn–B–C, при пресуванні / К. А. Свирид, Г. А. Петасюк, Л. О. Романко та ін. // Породоразрушаючий і металлообробляючий інструмент – техніка і технологія його виготовлення і застосування: сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – Вып. 12 – С. 370–374.
 6. Куцай О. М. Лінійне спектральне картографування полікристалічних алмазних плівок // Породоразрушаючий і металлообробляючий інструмент – техніка і технологія його виготовлення і застосування: сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2012. – Вып. 15. – С. 370–376.
 7. А.с. 2050326. RU. МПК G 01 R 31/28. Способ измерения поверхностных потенциалов / А.В. Суворинов, С.В. Титов, Т.С. Филиппчук, С.Ю. Шахбазов. – Заяв. № 5016072/21. Опубл. 20.12. 95; Бюл. №35.
 8. Возможности цифровой растровой микроскопии высокого разрешения при исследовании структуры режущей двухслойной пластины / С. В. Ткач, Е. Ф. Кузьменко, В. Н. Ткач и др. // Сверхтвердые матер. – 2003. – № 5. – С. 33–39.
 9. Определение удельного электрического сопротивления режущей двухслойной пластины на основе sBN с использованием цифровых методов растровой электронной микроскопии / С. В. Ткач, Е. Ф. Кузьменко, В. Н. Ткач и др. // Сверхтвердые матер. – 2004. – № 2. – С. 28–34.
 10. Ajaio J. A. Phase transitions in some nickel-rich nickel–boron–titanium hard alloys // J. of Alloys and Comp. – 2010. – N 493. – P. 314–321.

Надійшла 23.06.16

УДК: 539.4.01 (575.2) (04)

Б. К. Хайдаров, канд. физ.-мат. наук

*Институт физико-технических проблем и материаловедения им. Ж. Жеенбаева НАН КР,
г. Бишкек, Кыргызстан*

ВЛИЯНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ОБРАБОТОК НА ПОКАЗАТЕЛЬ ПРОЧНОСТИ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ СИНТЕТИЧЕСКОГО АЛМАЗА КАРБОНАДО

Приведены результаты упрочнения поликристаллов синтетического алмаза карбонадо после криогенной обработки. Предложены возможные механизмы этого явления.

Ключевые слова: алмаз, карбонадо, прочность, криогенная обработка

В современных условиях развитие промышленности невозможно без широкомасштабного применения синтетических алмазов (СА). В этой связи актуальны исследования влияния внешних воздействий на физико-механические свойства кристаллов СА в целях получения СА с заданными и улучшенными характеристиками. Цель настоящей работы – изучить влияние обработки поликристаллов СА при низких температурах на их механические свойства.

Получение, подготовка образцов и методика эксперимента

Исследовали поликристаллы СА, полученные в аппаратах высокого давления типа «наковальня с лункой» и «тороид» при давлении порядка 7,7 ГПа и температуре 1400–1500 К [1]. При таких термодинамических условиях устойчивости алмазной фазы синтезировались поликристаллические алмазы карбонадо цилиндрической формы диаметром ~4,0 мм и высотой 3–5 мм. Порошковые образцы для исследований получали из этих поликристаллических образований механическим дроблением в специальной пресс-форме с последующей ситовой классификацией по зернистости. Для получения порошковых образцов с близкой к сфере формой их дополнительно овализировали.

Низкую температуру создавали с помощью жидкого азота, температура кипения которого составляет 77 К.

Исследование прочности алмаза очень затруднено из-за сложности выбора метода и условий механических испытаний такого сверхтвердого и хрупкого материала. В этой связи для наблюдения за изменением прочностных характеристик порошков синтетического карбонадо при воздействии жидкого азота (77 К) использовали общепринятую методику испытания алмазных зерен [2]. Сущность ее заключается в определении статической нагрузки, разрушающей алмазные зерна, помещенные между параллельными пластинами из высокотвердого материала. В качестве показателя прочности при этом используют разрушающую нагрузку. Для испытания использовали прибор ДА-2М конструкции Института сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины.

Методика воздействия низкой температурой на исследуемые образцы поликристаллического СА заключалась в том, что их опускали в жидкий азот, находящийся в сосуде Дьюара, полностью в пакете из эластичного материала и выдерживались в течение 1–30 мин с момента окончания кипения жидкого азота. После этого пакет с образцами вынимали из жидкого азота и отогревали до температуры окружающей среды. Показатель прочности обработанных образцов поликристаллов СА, измеряли при комнатной температуре вышеописанным способом.

Погрешность в определении показателя статической прочности образцов поликристаллов СА (ΔP) рассчитывали по формуле

$$\Delta P = \frac{1}{n} \left(|P_1 - P_{cp}| + |P_2 - P_{cp}| + |P_3 - P_{cp}| + \dots + |P_n - P_{cp}| \right)$$

где n – число измерений, P_1, P_n – результаты отдельных измерений показателя прочности, P_{cp} – среднее значение показателя прочности, определяемое по результатам последовательного разрушения случайно отобранных зерен по формуле

$$P_{cp} = \sum P_i / n.$$

Результаты эксперимента и их обсуждение

Результаты измерений статической прочности на сжатие образцов поликристаллов СА типа «карбонадо» приведены в таблице, где в первой графе указана зернистость порошков кристаллов; во второй – продолжительность выдержки образцов в жидком азоте t ; в третьей – разрушающая нагрузка (показатель прочности P); в четвертой – разрушающее напряжение $\sigma = P/S = P/\langle D \rangle^2$, где S – средняя площадь сечения поликристаллов СА для рассматриваемой фракции; $\langle D \rangle$ – средний линейный размер поликристаллов для этой же фракции.

Различия значений разрушающей нагрузки указаны только для исходных образцов, не подвергавшихся криогенному воздействию.

Характеристики поликристаллов СА различных фракций при варьировании продолжительностью выдержки в жидком азоте

| Зернистость порошков поликристаллов СА, мкм | Время выдержки, t , мин | Прочность, P , Н | Разрушающее напряжение, σ , ГПа |
|---|---------------------------|--------------------|--|
| 630/500 | 0 | 80±36 | 0,27 |
| | 3 | 84 | |
| | 5 | 99 | |
| | 8 | 85 | |
| | 10 | 100 | |
| | 20 | 89 | |
| | 30 | 99 | |
| 500/400 | 0 | 57±20 | 0,28 |
| | 3 | 62 | |
| | 5 | 74 | |
| | 8 | 70 | |
| | 10 | 75 | |
| | 20 | 68 | |
| | 30 | 73 | |
| 400/315 | 0 | 36±10 | 0,28 |
| | 3 | 43 | |
| | 5 | 50 | |
| | 8 | 43 | |
| | 10 | 47 | |
| | 20 | 45 | |
| | 30 | 48 | |
| 315/250 | 0 | 23±7 | 0,29 |
| | 3 | 27 | |
| | 5 | 36 | |
| | 8 | 27 | |
| | 10 | 34 | |
| | 20 | 31 | |
| | 30 | 33 | |
| 250/200 | 0 | 15±5 | 0,30 |
| | 3 | 20 | |
| | 5 | 27 | |
| | 8 | 24 | |
| | 10 | 26 | |
| | 20 | 23 | |
| | 30 | 26 | |

Как видно из приведенных данных, эти различия составляют 30–40% средних значений. Это связано прежде всего с вариациями линейных размеров кристаллов в каждой фракции, достигающими 10–12%. Следовательно, только за счет «размерного фактора» разрушающая нагрузка кристаллов может отклоняться от среднего значения на 20–25%. Отклонения могут быть также связаны с особенностями структуры, состава материала,

погрешностью измерений. Погрешности сведены до возможного минимума тем, что измерения в каждом случае проводились для 50 образцов, так что приведенные в таблице данные обобщают результаты измерений на более чем 1700 образцах.

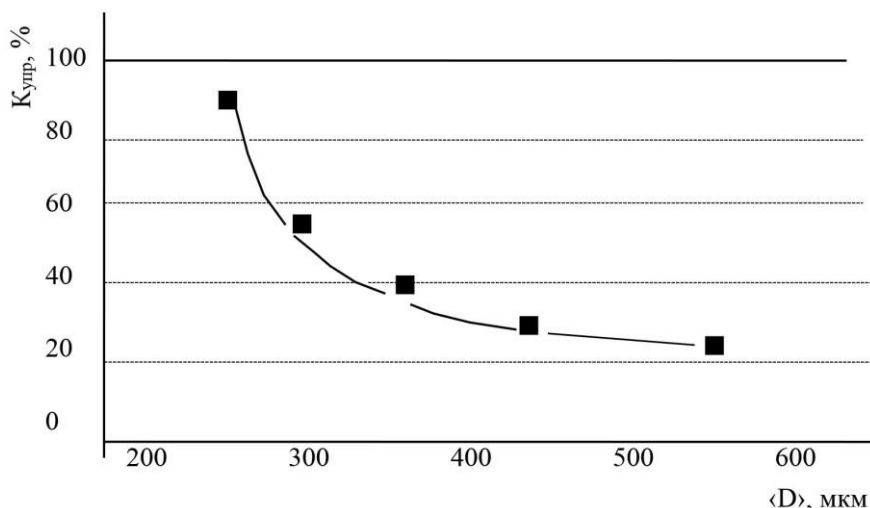
Как следует из анализа данных таблицы, выдержка порошков поликристаллов СА карбонадо в среде жидкого азота приводит к увеличению их показателя прочности P , более всего при продолжительности выдержки t образцов 5–10 мин. Дальнейшее увеличение t не приводит к повышению прочности P , наступает некое насыщение прочности.

В целях сравнения эффекта повышения P исследуемых образцов рассчитали коэффициент относительного упрочнения $K_{\text{упр}}$ по формуле

$$K_{\text{упр}} = \frac{(P_{\text{обр}} - P_{\text{исх.}})}{P_{\text{исх.}}} \cdot 100\%,$$

где $P_{\text{обр}}$, $P_{\text{исх}}$ – показатели статической прочности соответственно обработанных в жидком азоте образцов и исходных.

Зависимость $K_{\text{упр}}$ образцов поликристаллов СА, подвергнутых обработке в жидком азоте ($T=77$ К) в течение 5 минут, от среднего линейного размера алмазных зерен ($\langle D \rangle$) показана на рисунке.



Коэффициент упрочнения поликристаллов СА различной зернистости после 5-минутной обработки в жидком азоте

Как видим, наблюдается увеличение прочности всех исследуемых образцов. Однако это увеличение различно у образцов различных средних линейных размеров. С увеличением $\langle D \rangle$ алмазных зерен $K_{\text{упр}}$ снижается, а при уменьшении среднего линейного размера образца существенно повышается, достигая 80% у алмазных зерен при $\langle D \rangle = 225$ мкм.

Полученные результаты указывают на тенденцию к повышению прочности порошковых образцов поликристалла СА при их обработке жидким азотом.

Повышение прочности поликристалла СА карбонадо обусловлено тем, что синтетические поликристаллические алмазы состоят из собственно алмаза, металлической и графитовой фаз со значительно различающимися коэффициентами теплового расширения (КТР) и теплопроводностью (для никеля $\text{КТР} = 14 \cdot 10^{-6} \text{ К}^{-1}$, хрома – $7,78 \cdot 10^{-6} \text{ К}^{-1}$ алмаза – $1,2 \cdot 10^{-6} \text{ К}^{-1}$) и содержат структурные микро- и макродефекты. При быстром охлаждении

образцов в жидком азоте в них возникает градиент температур. При этом поверхностные слои образцов испытывают напряжение растяжения, а этому препятствуют более теплые слои сердцевины, испытывающие напряжение сжатия, что приводит к изменению границ зерен и микропор, усилению сцепления между фазами, кристаллитами. Последующий отогрев образцов до комнатной температуры также может за счет остаточных термических напряжений привести к уплотнению алмазных кристаллитов (так как металлические включения сжимаются сильнее, чем алмаз), усилению их взаимосвязи.

Следует отметить, что при резком охлаждении образцов возможен фазовый переход типа мартенситного превращения в металлических включениях, содержащихся в поликристаллах СА карбонадо. При синтезе алмазов карбонадо использовали сплав нихрома в качестве металла катализатора-растворителя. Содержание металлических включений в СА карбонадо составляет в среднем 8–10% [3]; именно они в основном определяют прочностные свойства исследуемых поликристаллов СА. При обратном процессе – отогреве охлажденных при 77 К образцов – релаксация внутренних напряжений может привести к неполной обратимости мартенситного превращения, т. е. возникновению гистерезиса. Это также может быть одной из возможных причин повышения прочности поликристаллов СА карбонадо при обработке жидким азотом (77 К).

Вероятно, в итоге при воздействии низких температур поликристаллы СА карбонадо в целом упрочняются.

Выводы

Таким образом, воздействие низкой температуры (77 К) на поликристаллы СА карбонадо приводит к повышению их прочности.

Наведено результати зміцнення полікристалів синтетичного алмазу карбонадо після криогенної обробки. Запропоновано можливі механізми цього явища.

Ключові слова: алмаз, карбонадо, міцність, криогенна обробка

EFFECT OF LOW TEMPERATURE TREATMENTS FOR STRENGTH INDEX POLYCRYSTALLINE SYNTHETIC DIAMOND CARBONADO

The results of hardening of polycrystalline synthetic diamond carbonado after cryogenic treatment are presented. Possible mechanisms of this phenomenon have been proposed.

Key words: diamond, black diamond, strength, cryogenic treatment

Литература

1. Верещагин Л. Ф. Синтетические алмазы и гидроэктрузия // Сб. статей. – Ленинград: Наука, 1982. – 328 с.
2. Порошки алмазные. Технические условия. – ГОСТ 9206-80. – М.: Издательство стандартов, 1989. – 45 с.
3. Борсокеев А., Хайдаров К. Количественный рентгенографический анализ трехфазной алмазосодержащей системы / Заводская лаборатория. – 1990. – № 9 – С. 64–65.

Поступила 01.06.15