

## ТЕРМОСТІЙКІСТЬ ВЕЛИКИХ МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ

С.М. Шевчук, О.О. Заневський

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України  
вул. Автозаводська 2, 04074 Київ-74*

*Досліджено термостійкість великих синтетичних монокристалів алмазу при температурах до 1000°C. Вивчено вплив термічної обробки на монокристали, вирощені за допомогою методу температурного градієнта в системі Fe-Al-C при  $P=6,6$  ГПа і  $t=1420-1480^\circ\text{C}$ . Досліджено деградацію поверхні на гранях кристалів, пов'язану з відпалом, вплив включень металу розчинника на напружений стан кристалів алмазу та магнітна сприйнятливність кристалів. Встановлено, що навіть при відпалі на протязі 8 год. при 1000°C, товщина деградованого шару не перевищує 150 мкм.*

*The thermostability of large synthetic single diamond crystals has been examined at the temperatures up to 1000°C. An analysis has been made on effect of heat treatment on single crystals grown by the temperature gradient method in the system of Fe-Al-C at  $P=6,6$  GPa and  $t=1420-1480^\circ\text{C}$ . The surface degradation has been studied of crystal faces connected with annealing as well as an effect of solved metal on the strained state of diamond crystals and their magnetic perceptivity. It has been found that even if annealed for 8 h at 1000°C, the degrading layer has a thickness not exceeding 150 microns.*

### Вступ

Вивченню поведінки різних вуглецевих матеріалів, зокрема алмазів, при нагріванні на повітрі середовищі присвячено значна кількість досліджень [1-5]. Попри різницю умов проведення досліджень та неадекватні підходи авторів, на сьогодні встановлені основні закономірності окиснення шліф- та мікропорошків алмазу при температурах до 1000°C. Проте окиснюваність великих синтетичних монокристалів алмазу в цих умовах вивчена недостатньо.

Дана робота присвячена вивченню впливу відпалу монокристалів алмазу на структуру поверхні граней та можливостей застосування цих матеріалів для роботи в інструменті після такої термообробки.

### Експериментальна частина

Синтетичні монокристали алмазу були вирощені методом температурного градієнта в апаратурі високого тиску типу тороїда при  $P=6,6$  ГПа і  $t=1420-1480^\circ\text{C}$ . Як розчинник вуглецю використовувались стопи залізо-алюміній. Швидкості росту склали 0,5–0,7 мг/год.

Зразки монокристалів масою 0,55–0,70 карата піддавались відпалу на повітрі при 1000°C на протязі часу від 40 до 490 хв., після чого досліджувались зміна маси кристалів, структура поверхні граней, магнітна сприйнятливність. Досліджувані кристали мали кубооктаедричний габітус з незначним розвитком граней {110} і {311}. Кристали містили по 2–3 включення розчинника розміром 0,3–0,8 мм. Відбір таких кристалів дозволяв вивчати поведінку включень при високих температурах і визначити їхній вплив на напружений стан кристала в процесі відпалу.

## Результати та їхнє обговорення

Дані про кристали, температуру та тривалість відпалу, а також про зміну магнітної сприйнятливості при цьому наведені в таблиці. Зміна структури поверхні при термообробках протягом 40-490 хв. спостерігалась на найбільш упакованій грані {111} за допомогою мікроскопа МБС-10 при шістнадцятикратному збільшенні. Як видно з рис. 1, 40-хвилинна обробка при 1000°C (рис.1, а) призводить до утворення на гранях {111} безформних лунок травлення, які пов'язані з окисненням поверхні – взаємодією вуглецю на поверхні алмазної структури з киснем повітря. Втрата маси при цьому становить 0,23%. Товщина деградованого шару складає 60–80 мкм. Присутність включень в кристалах призводить до їхнього розколу на декілька пластин. Збільшення часу термообробки до 130 хв. призводить до збільшення розміру лунок травлення і зростання товщини деградованого шару на поверхні до 100–110 мкм; втрата маси при цьому склала 0,84% (рис.1, б). Витримка кристалу при 1000°C протягом 310 хв. – (рис. 1, в) призводить до подальшої деградації поверхні граней {111} – лунки травлення з'єднуються у більші поверхневі дефекти, товщина деградованого шару складає 120 мкм, втрата маси – 0,98%. Після 8 год. витримки при 1000°C форма лунок травлення змінюється. Вони являють собою від'ємні форми росту у вигляді тетраєдрів (рис. 1, г). Товщина деградованого шару складає 140–150 мкм, втрата маси – 1,07%.

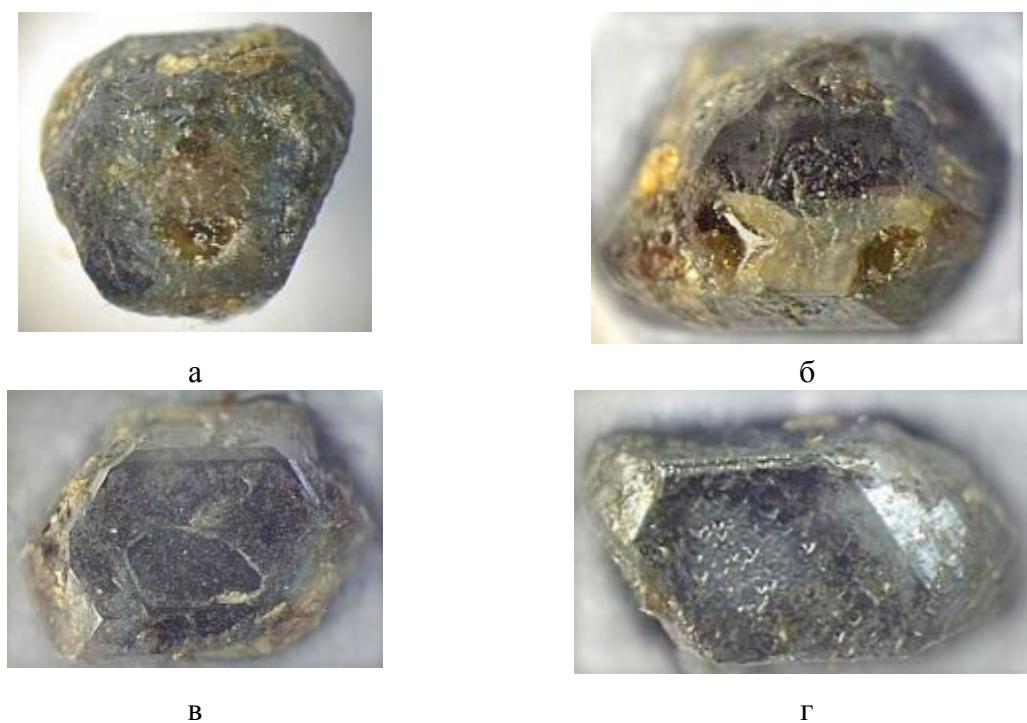
**Таблиця.** Вплив відпалу при 1000°C на повітрі на магнітну сприйнятливість монокристалів алмазу, вирощених в системі залізо-алюміній-бор

Номер кристала	Маса, карат	Магнітна сприйнятливість ( $10^8$ м <sup>3</sup> /кг) після відпалу протягом					Примітка
		0 хв.	40 хв.	130 хв.	310 хв.	490 хв.	
270	0,55	380	710	592	310	-	Кристал розколовся на 5 частин
260	0,60	262	538	526	-	-	Кристал розколовся на 3 частини
264	0,70	190	342	283	156	125	Кристал не зруйнувався
267	0,70	515	840	-	-	-	Кристал розколовся на 3 частини

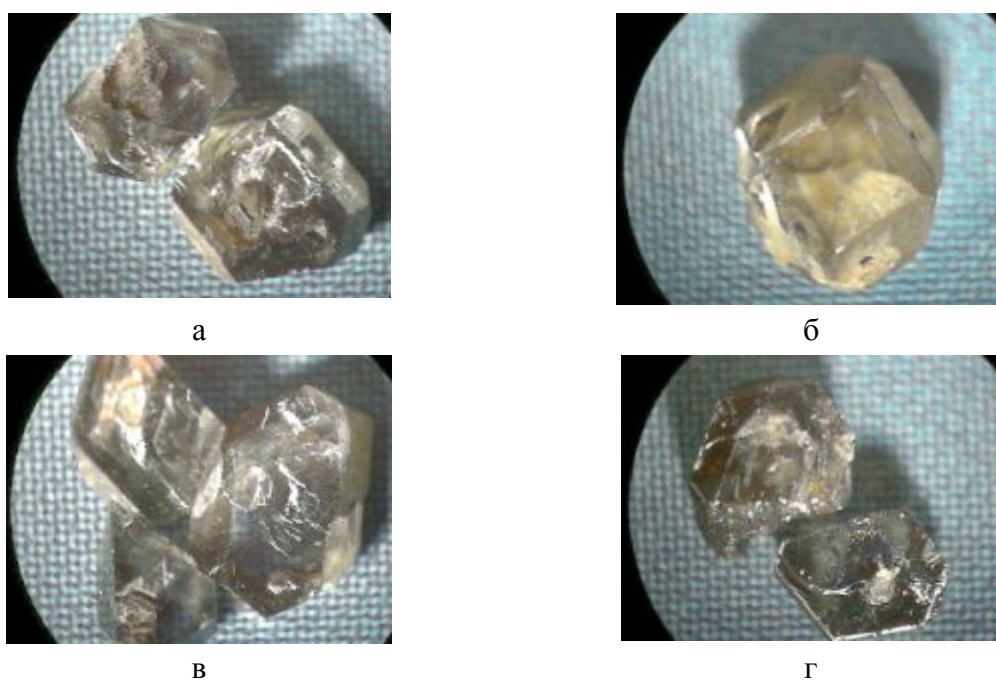
Варто відмітити, що при термообробці при 1000°C змінюється лише поверхнева структура граней кристала, видалення деградованого шару шляхом шліфування показує, що внутрішня структура монокристала алмазу не змінюється.

Було вивчено зміну магнітної сприйнятливості монокристалів алмазу в залежності від часу витримки. Магнітна сприйнятливість та її зміна є характеристикою якості вирощуваних монокристалів алмазу, оскільки найменші включення розчинника призводять до її зміни.

Як видно з табл., після 40 хв. відпалу при 1000°C магнітна сприйнятливість всіх зразків різко зростає, а потім плавно зменшується. Природа зміни магнітної сприйнятливості остаточно не з'ясована і потребує подальших досліджень.



**Рис. 1.** Зміна структури поверхні монокристалів алмазу при термообробці на повітрі ( $1000^{\circ}\text{C}$ ) протягом 40 (а), 130 (б), 310 (в) і 490 хв. (г)



**Рис. 2.** Частина монокристалів алмазу, утворені в результаті розколу по площинах  $\{111\}$  при термообробці на повітрі ( $1000^{\circ}\text{C}$ ) протягом 40 (а), 130 (б), 310 (в) і 490 хв. (г)

Включення металічного розчинника, що містяться в досліджуваних зразках, при термообробці призводять до розколу кристала і виходу включень на поверхню. Вивчення частин кристалу після відпалу показує, що розкол відбувається по площинах октаедра  $\{111\}$ ; пластини, які утворюються при цьому, мають досконалу структуру і придатні для подальшого використання. На рис. 2 представлені частини кристалів, які утворились в результаті розколу монокристала по площинах  $\{111\}$  в результаті відпалу.

## Висновки

Виконані експерименти показали, що термообробка синтетичних монокристалів алмазу масою 0,55 – 0,70 карата при 1000°C протягом 40-490 хв. призводить до деградації поверхні кристалів шляхом утворення лунок травлення, розміри яких збільшуються з часом. При тривалих витримках лунки травлення являють собою від'ємні форми росту у вигляді тетраєдрів. Товщина деградованого шару поверхні алмазу збільшується від 60 до 150 мкм, а втрата маси від 0,23 до 1,07%. Внутрішня частина кристала при цьому не змінює свої властивості. Кристали придатні до подальшого використання навіть при термообробках протягом 6–8 год. Наявність включень призводить до розколу кристалів по площині {111}; цю властивість можна використовувати для одержання пластин шляхом цілеспрямованого вводу металічних включень в кристал в процесі вирощування з наступним розколом на шари термообробкою при 1000°C.

## Література

1. Огородник В.В. Влияние термической обработки эпитаксиально выращенного алмазного порошка АСВ 125/100 на его термохимические свойства// Синтез и применение сверхтвердых материалов. - Киев: ИСМ АН УССР, 1981. - С.3-7.
2. Огородник В.В., Иваськевич Я.В., Лавриенко Л.Н. Преемственность окислительных свойств графитов и алмазов, полученных на их основе// Там же. - С.17-22.
3. Пугач Э.А., Огородник В.В., Симкин Э.С., Цыпин Н.В. Влияние высоких давлений на устойчивость алмазов к окислению// Влияние высоких давлений на вещество. - Киев: Наук. думка, 1979. - С.56-62.
4. Федосеев Д.В., Успенская К.С. Окисление алмаза// Синтет. алмазы. - 1977. - Вып.4. - С.18-24.
5. Федосеев Д.В., Новиков Н.В., Вишнеvский А.С., Теремецкая И.Г. Алмаз: Справочник. - Киев: Наук. думка, 1981.