

## Влияние предобработки исходного порошка алмаза в среде водорода на твердость поликристаллов на его основе

Г. С. Олейник, В. Ф. Горбань, А. В. Котко, В. М. Верещака,  
А. А. Бочечка\*

Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН  
Украины, Киев, e-mail: oleynik@ipms.kiev.ua

\*Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, Киев

*Представлены результаты исследования микроструктуры и твердости двух групп монофазных поликристаллов алмаза, полученных при  $P = 8$  ГПа,  $T = 1700$ – $2100$  °С на основе порошков алмаза исходной зернистости 1/0 и 20/14 мкм, которые предварительно обработаны в среде водорода. Твердость определяли методом инструментального автоматического индентирования. Установлено, что пластическая деформация зерен алмаза при спекании осуществляется полными дислокациями и множественным двойникованием, а при  $T > 1700$  °С проходит также ротационная деформация. Для мелкозернистых образцов твердость достигает 81 ГПа, для крупнозернистых — 94 ГПа.*

**Ключевые слова:** алмаз, деформация, двойникование, дислокации, спекание, водород, зернистость.

Создание новых высокотвердых алмазосодержащих материалов идет по пути разработки композитов. Это обусловлено тем, что при формировании монофазных материалов на основе исходных порошков алмаза при высоких давлениях и температурах всегда образуется неалмазный углерод. Это вызвано наличием пористости в поликристаллах из-за трудности уплотнения таких порошков без каких-либо добавок. По данным работы [1], в условиях спекания при  $P = 8,5$  ГПа порошка алмаза зернистости 1/0 мкм разуплотнение поликристаллов, обусловленное образованием графита на поверхности частиц, проходит уже при  $T \geq 1500$  °С, а порошка зернистости 5/3 мкм — при  $T > 1500$  °С. В настоящее время можно выделить три основных подхода для активации уплотнения и спекания в целом порошков алмаза: а) добавки к порошку алмаза металлов и неметаллических веществ, то есть создание композитов на основе алмаза; б) добавка неалмазного углерода, в том числе и осаждением его слоев на поверхности исходных частиц, с целью его превращения в процессе спекания в алмаз, как связующей составляющей исходных зерен, и получения так называемого самосвязанного алмазного материала; в) деформационная предобработка порошков, в том числе и при ударно-волновом воздействии [2]; г) отжиг порошков в среде водорода. В последнем случае это установлено на примере уплотнения при высоком давлении и комнатной температуре исходного ультрадисперсного алмаза (УДА), полученного при детонационном синтезе [3], а также при спекании нанодисперсных

© Г. С. Олейник, В. Ф. Горбань, А. В. Котко, В. М. Верещака,  
А. А. Бочечка, 2013

порошков алмаза, образующегося из графита в условиях ударно-волновой обработки [4]. В случае нитрида алюминия также выявлено активирующее влияние предобработки его порошков в среде водорода на уплотнение (снижение температуры формирования высокоплотного состояния) в условиях горячего прессования при обычных давлениях [5].

Положительное влияние обработки порошка алмаза в среде водорода объясняется главным образом очисткой его частиц от примесей, содержащихся на поверхности, и, прежде всего, от неалмазного углерода и адсорбированного кислорода. Для алмаза примесь кислорода оказывает каталитическое воздействие на реакцию обратного фазового превращения алмаз  $\rightarrow$  графит. Известны также данные, что водород может оказывать более радикальное влияние на структуру и свойства алмаза, алмазоподобных фаз (нитрид алюминия, карбид кремния) и веществ с решеткой алмаза (кремний). Для алмаза — это изменение электронной структуры в приповерхностных зонах (толщиной в два или три атомных слоя) кристаллических пленок [6], для карбида кремния — аморфизация поверхностных слоев поликристаллов [7], для нитрида алюминия — изменение диэлектрических характеристик [5], кремния — возможное изменение межатомной энергии химической связи в кристаллической решетке [8]. Данные о растворимости водорода в решетке алмаза нам неизвестны. Однако, учитывая очень низкую плотность упаковки атомов в решетке алмаза (0,36) и близость размеров пустот в решетке и узловых атомов, такая растворимость может быть значительной.

В данной работе представлены результаты исследований микроструктуры и микропрочностных свойств поликристаллов, полученных на основе порошков алмаза, которые обработаны в среде водорода. Для исследований использовали образцы, полученные на основе порошков двух зернистостей — 1/0 и 20/14 мкм. Предобработка порошков осуществлена на первом этапе в среде активного водорода (при  $T = 700$  °С в течение 40 мин), а на втором этапе — в среде проточного аргона (при  $T = 500$  °С в течение 30 мин). Второй этап обработки проведен с целью удаления с поверхности частиц адсорбированного водорода.

По данным микрорентгеноспектрального анализа, в порошках после обработки содержались только следы кальция, кислород не обнаружен. Известно [1], что в исходных порошках алмаза обычно присутствуют примеси металлов, однако они находятся в виде изолированных включений в объеме частиц.

Спекали образцы при  $P = 8$  ГПа в интервале  $T = 1700$ — $2100$  °С. Длительность спекания при каждой температуре составляла  $\tau = 40$  с. Плотность образцов после спекания определяли методом гидростатического взвешивания в воде. Деформационную субструктуру зерен образцов исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии тонких фольг в сочетании с микродифракцией. Рентгенофазовым анализом выявляли содержание неалмазного углерода в образцах. Характеристики образцов приведены в табл. 1. Как следует из табл. 1, в исследованных образцах количество графита весьма незначительное. По результатам электронно-микроскопических исследований, графит находится в сильно разупорядоченном состоянии и расположен только в локальных микрообъемах образцов в границах зерен в виде тонких прослоек. Методом микрорентгеноспектрального анализа

**Т а б л и ц а 1. Характеристики исследованных поликристаллов алмаза**

Номер образца	Размер зернистости исходного порошка алмаза, мкм	Температура спекания, °С	Плотность образца, г/см <sup>3</sup>	Содержание графита в образце, % (мас.)
1	1,0/0	1700	3,369	2,4
2	1,0/0	1900	3,395	3,2
3	20/14	1700	3,4	1,0
4	20/14	1900	3,38	1,45
5	20/14	2100	3,38	1,32

**Т а б л и ц а 2. Прочностные характеристики исследованных поликристаллов алмаза (номера образцов соответствуют номерам в табл. 1)**

Номер образца	$h_{\max}$ , мкм	$h_c$ , мкм	$H_{IT}$ , ГПа	$H_{IT}/E^*$	$E^*$ , ГПа	$E$ , ГПа	$\epsilon$ , %
1	0,743	0,502	81	0,153	526	931	4,72
2	0,921	0,623	78	0,153	508	875	4,70
3	0,71	0,458	89	0,176	504	863	5,41
4	1,004	0,672	82	0,158	517	904	4,86
5	0,964	0,623	94	0,175	535	963	5,38

Примечание:  $h_{\max}$ ,  $h_c$  — максимальная и контактная глубина внедрения индентора соответственно;  $H_{IT}$  — твердость;  $H_{IT}/E^*$  — нормированная твердость;  $E^*$  — контактный модуль упругости;  $E$  — модуль Юнга;  $\epsilon$  — величина упругой деформации.

наличие примесей металлов в границах зерен в исследованных поликристаллах нами не выявлено.

Твердость образцов определяли индентированием на установке Микронгамма при комнатной температуре (нагрузка в пределах до  $F = 5$  Н) алмазной пирамидой Берковича ( $\alpha = 65^\circ$ ) с автоматически выполняемыми нагружением и разгрузением на протяжении 30 с. Методика определения прочностных характеристик таким методом описана в работе [9]. Полученные данные представлены в табл. 2.

В табл. 3 приведены литературные данные о твердости наиболее известных монофазных алмазных материалов для сравнения с полученными нами данными определения твердости поликристаллов из порошков алмаза, предварительно обработанных в среде водорода.

Далее рассмотрим результаты электронно-микроскопических исследований микроструктуры образцов. В образцах обеих групп, полученных даже при  $T = 1700$  °С, границы зерен являются сплошными (рис. 1, 2, *a*). Однако на них не выявляется полосчатый контраст, характерный для хорошо сформированных высокоугловых границ, что свидетельствует об их высокой дефектности. В образцах на основе мелкозернистого порошка алмаза, полученных при  $T = 1700$  °С, имеется значительная доля тонких границ сопряжения зерен по плоским поверхностям огранки (рис. 1, *a*). Такая огранка морфологически плоскими поверхностями является

**Т а б л и ц а 3.** Данные о микротвердости по Виккерсу для некоторых поликристаллических монофазных алмазных материалов

Условия получения поликристаллов			Микротвердость $H_V$ и нагрузка $P$ при ее определении		Источ-ник
Размер частиц исходного порошка, мкм	Давление при спекании, ГПа	$T_{\text{спек.}}$ , °С	$H_V$ , ГПа	$P$ , Н	
*не >20	7—10	2100	80	2	[10]
**200—300 и больше	7—9	>2100	50—80	2	[10]
***0,1—0,05	8	1600	30—38	5	[11]
Пиролитическое осаждение					
Мелкозернистые образования			92—85	5—10	[12]
Крупнозернистые образования			77	5	[12]
Пленка толщиной 400 мкм, размер зерен 2—20 мкм			65—78	7	[13]

\*, \*\* — торговые марки материалов мегаймайд и СВ. \*\*\*Предобработку порошка проводили в вакууме.

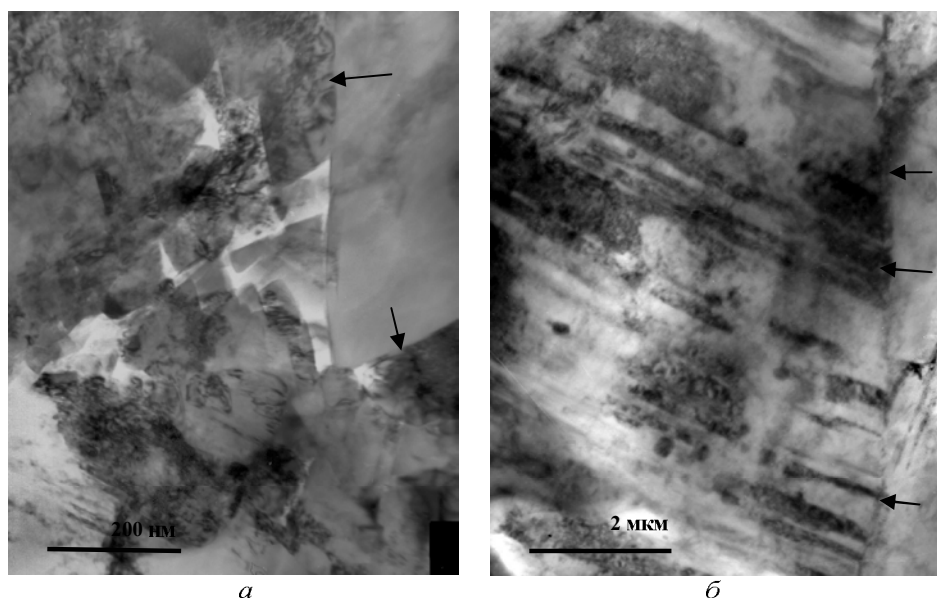


Рис. 1. Типичные фрагменты микроструктуры поликристаллов алмаза на основе мелкозернистого порошка, полученного при  $T = 1700$  °С (*а*, несплошности, выявляемые в микроструктуре, обусловлены выкрашиванием зерен при подготовке тонкой фольги образца), и крупнозернистого, полученного при  $T = 2100$  °С (*б*); стрелками указаны границы зерен.

характерной для большинства частиц алмаза зернистости  $\leq 1$  мкм. В образцах, спеченных при  $T \geq 1700$  °С, такие границы становятся сильно дефектными (рис. 2, *а*).

Анализ субструктуры зерен в поликристаллах позволяет заключить, что решеточная пластическая деформация в образцах на основе порошков

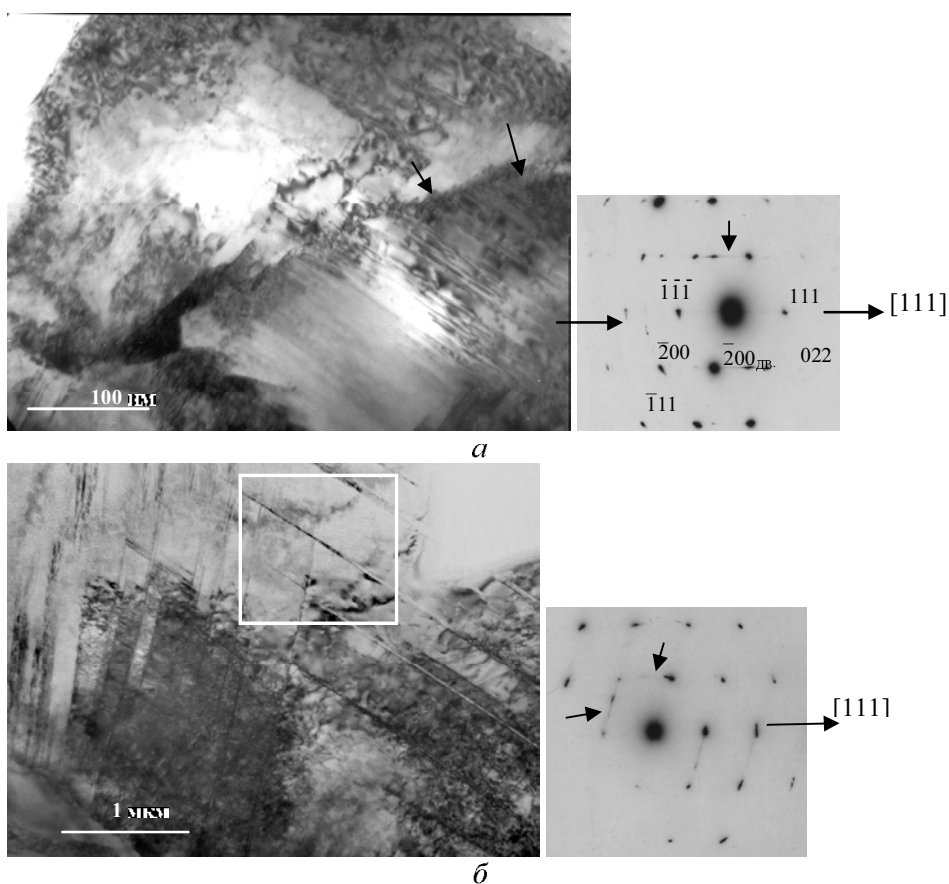


Рис. 2. Деформационные двойники в зернах алмаза поликристаллов, спеченных при  $T = 1700\text{ }^{\circ}\text{C}$ , на основе исходного порошка зернистости 1,0/0 мкм (а, стрелкой указано зерно, от которого получена МЭГ, на изображении стрелками указана граница сопряжения двух зерен) и 20/14 мкм (б, выделена область, от которой получена МЭГ); на обеих МЭГ стрелками указаны тяжи между узловыми рефлексам (ориентировка обеих МЭГ типа [011]).

алмаза различной зернистости осуществляется полными дислокациями и множественным параллельным двойникованием. В случае мелкозернистых образцов двойникование проходит в основном по одной системе плоскостей типа (111). В крупнозернистых образцах наблюдается в целом бóльшая склонность к двойникованию (в основной доле частиц выявляются преимущественно системы тонких двойников и в меньшей мере — скоплений полных дислокаций), при этом двойникование проходит по непараллельным плоскостям типа (111) (рис. 2). Важной особенностью является то, что в большинстве зерен образцов обоих типов, полученных при  $T = 1900$  и  $2100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , происходит сильное формоизменение с сохранением сплошности (изгибы, изломы, фрагментация и смещение фрагментов) как единичных двойников, так и их групп (рис. 3). Это свидетельствует о развитии в зернах алмаза этих образцов также пластической деформации путем сбросообразования, то есть за счет кооперативных некристаллографических поворотов. Наблюдаются деформационные субструктуры, где отчетливо видна также связь таких поворотов (и, соответственно, возникновение разориентированных областей в

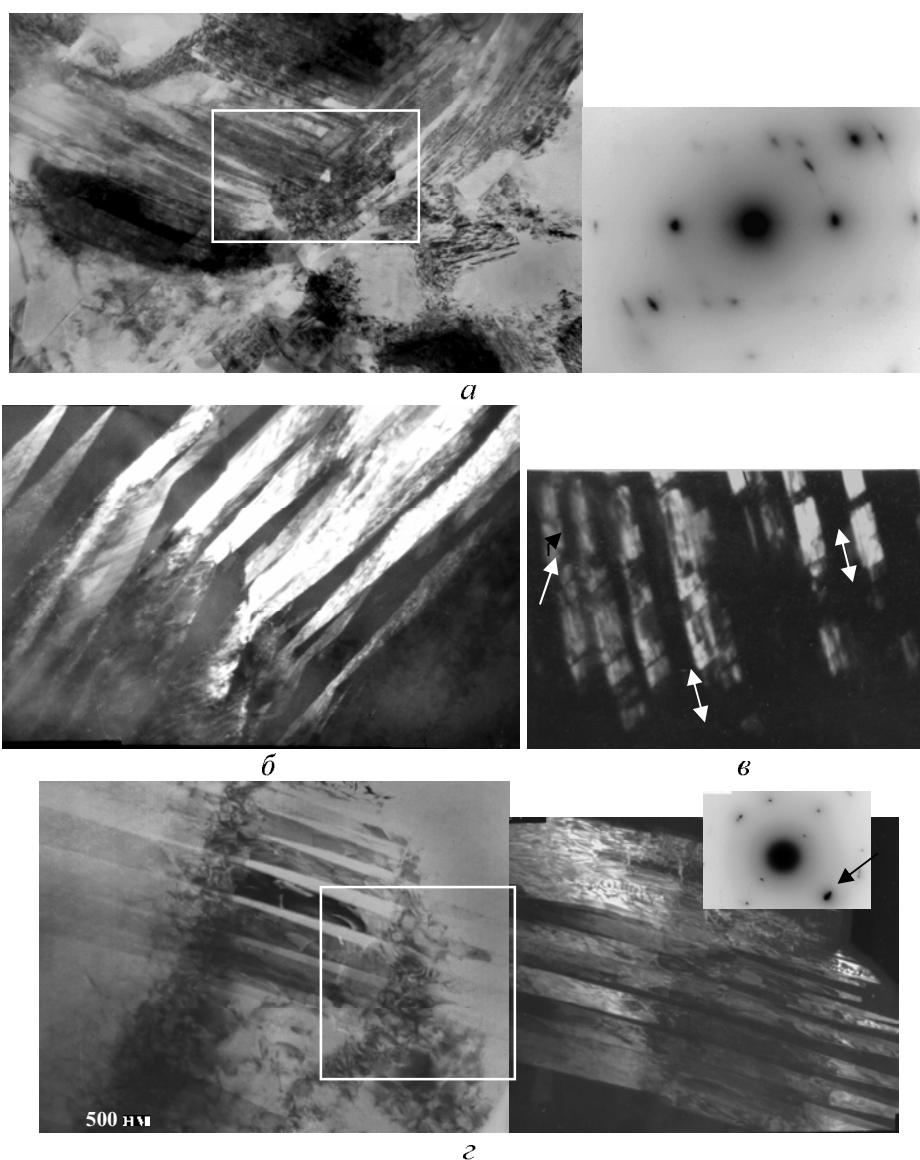


Рис. 3. Деформационные двойники в зернах поликристаллов, спеченных при 1900 °С, на основе порошка зернистости 20/14 мкм: область формоизменения пакетов двойников по пересекающимся плоскостям (111) и МЭГ (ориентировки типа [011]) от выделенной области (а), изломы двойников в пакете (б), фрагментация двойников (в — произвольная и за счет пересечения двойниками другой системы, указано стрелками одно- и двухсторонней соответственно), разориентированная область в пакете двойников, окаймленная границей на основе скопления дислокаций — изображения светло- и темнопольное и МЭГ (ориентировка типа [112]) от выделенной области (на МЭГ стрелкой указано отражение, состоящее из двух рефлексов, в одном из которых и получено темнопольное изображение (г)).

зерне) с формированием протяженных высокоплотных скоплений дислокаций. На МЭГ от зерен с такими субструктурами узловые отражения обычно размыты в дуги, что указывает на наличие в них разориентированных областей (рис. 3, г). Двойникование в образцах,

полученных во всем интервале температур спекания, проходит также со значительным разупорядочением в направлении осей типа [111]. На это указывает наличие на МЭГ в рядах, параллельных этим осям, сплошных тяжей между узловыми отражениями (рис. 2 и 3, *а*). В зернах крупнозернистых образцов, полученных при  $T = 1900$  и  $2100$  °С, выявлено два типа субструктур, которые редко наблюдаются в мелкозернистых образцах, полученных при  $T = 1900$  °С. Первая из них — с очень высокой дефектностью в виде фрагментов дислокаций в сочетании с мелкими изгибными контурами и двойниковыми границами с высокой плотностью дислокаций в них. На МЭГ от участков таких субструктур выявляется диффузное размытие узловых отражений в сочетании с размытием в дуги (рис. 4, *а*). На МЭГ от зерен с протяженными образованиями подобных дефектов видно значительное азимутальное размытие рефлексов, а на темнопольных изображениях в таких рефлексах выявляются отдельные области, ограниченные высокоплотными скоплениями дефектов в виде взаимодействующих дислокаций и двойников (рис. 4, *б, в*). Второй тип субструктур (они обнаружены главным образом в образцах, полученных при  $2100$  °С) — это области, для которых характерно множественное непараллельное двойникование. В таких областях содержатся изолированные поры, имеющие в плоскости изображения форму равнобедренных треугольников; их размеры по высоте треугольника составляют 30—100 нм (рис. 4, *з*). Возникновение таких пор может быть вызвано формированием так называемых каналов Розе (канальных пор правильной огранки), которые появляются в минералах (например, кальците) и металлах с ГПУ решеткой (например, цинке) при пересечении двойников различных систем [14]. Отметим, что такие поры нами наблюдались в зернах в областях пересечения непараллельных двойников по плоскости (111) в сильно деформированных образцах монофазного сфалеритного нитрида бора, имеющего алмазоподобную кубическую решетку.

Ранее исследована деформационная субструктура алмаза в поликристаллах, полученных на основе исходных порошков без каких-либо предварительных обработок [15, 16]. (Отметим, что в работе [16] использованы порошки природного алмаза). Установлено, что деформация проходит сочетанием двойникования и скольжения полными дислокациями. Выявлено также, что ротационная деформация в отдельных зернах может осуществляться в крупнозернистых образцах при  $T > 2000$  °С и способствовать фрагментации зерен на разориентированные области [15]. При этом двойники сохранялись морфологически прямолинейными, их формоизменения (изгибы, изломы) и фрагментации не наблюдалось вплоть до температуры деформации  $2300$  °С и выше. Особенностью является то, что в таких образцах при  $T > 1800$  °С имеет место начальная стадия перестройки субструктуры в зернах. В работе [17] сделано предположение, что перестройка может осуществляться за счет взаимодействия двойников и полных дислокаций и проходит по такой схеме: сток полных дислокаций в двойники с нарушением когерентности их границ → повышение плотности дислокаций в двойниках вплоть до формирования на их основе объемных субграниц → перестройка дислокаций в объемных скоплениях с образованием новых элементов субструктуры. Такая перестройка способствует уменьшению плотности

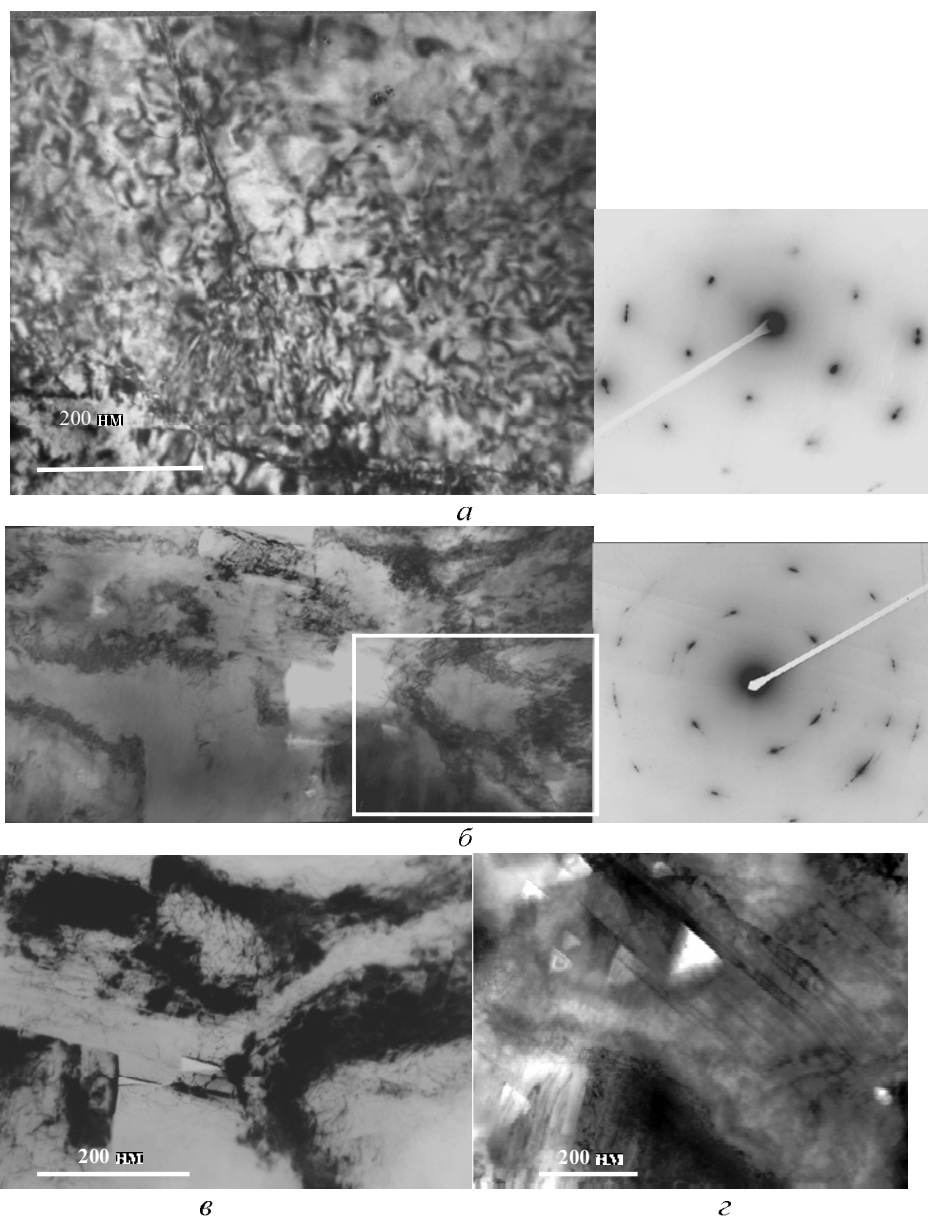


Рис. 4. Деформационная субструктура в зернах поликристаллов, спеченных при  $T = 1900\text{—}2100\text{ }^\circ\text{C}$ , на основе порошка зернистости 20/14 мкм: область высокоплотных сгущений дислокаций и МЭГ от нее (а), фрагментированное зерно за счет протяженных скоплений дислокаций и двойников (б, в — изображения светлопольное с МЭГ от выделенной области и увеличенный фрагмент после наклона темнопольного соответственно), участок зерна с двойниками и порами (г); ориентировки обеих МЭГ типа [011].

дислокаций и двойников в зернах и может рассматриваться как один из механизмов динамического возврата с участием двух видов дефектов — деформационных двойников и полных дислокаций. Отметим также, что, по данным работы [18], при спекании поликристаллов на основе порошка алмаза зернистости 1/0 мкм (используемых в состоянии поставки) деформационное двойникование в зернах наблюдалось редко.



Представляется, что изложенные данные о различии деформационной субструктуры в исследованных поликристаллах алмаза и образцах, полученных на основе порошков в состоянии поставки, могут быть основанием для заключения, что предобработка в среде водорода исходного порошка повышает деформативность алмаза. Веским подтверждением этого является пластическое формоизменение деформационных двойников, образование разориентированной субструктуры, а также сильно дефектной субструктуры за счет взаимодействия полных дислокаций и двойников, проявление двойникования в зернах поликристаллов на основе алмаза зернистости 1,0/0 мкм. Отметим, что значительное формоизменение двойников в зернах наблюдалось также при спекании порошка алмаза после ударно-волновой обработки [19]. На примере многих керамических материалов, в том числе и на основе веществ с решеткой алмаза (кремний, германий), установлено, что деформационная предобработка способствует повышению пластичности неметаллических кристаллов [20, 21]. Безусловно, что вопросы растворимости водорода в алмазе в целом и в выбранных в данной работе условиях отжига в среде водорода, а также его влияния на механические свойства алмаза требуют дальнейших исследований.

Из сравнения данных табл. 2 и 3 следует, что твердость в исследованных нами образцах алмаза близка к величинам, характерным для некоторых известных монофазных поликристаллических алмазных материалов, включая монолитные, полученные методом пиролитического осаждения. Охарактеризованные в табл. 3 поликристаллы, созданные на основе исходных порошков в состоянии поставки, спекают обычно при  $T > 2100$  °С. Таким образом, можно заключить, что применение предобработки в среде водорода исходного порошка алмаза позволяет получить высокотвердые монофазные поликристаллы при температурах спекания  $\leq 2100$  °С. Столь высокая твердость поликристаллов (более 80 ГПа) может быть объяснена двумя основными факторами: незначительным содержанием в них неалмазного углерода (из данных табл. 1 и 2 видно, что чем ниже в поликристалле содержание такого углерода, тем выше величина его нормированной твердости) и наличием сплошных границ и сильно деформированных (упрочненных) зерен. Эти факторы определяются положительным влиянием обработки в среде водорода на технологические характеристики порошка алмаза (очистка поверхности частиц от кислорода и повышенная уплотняемость), а также на увеличение склонности алмаза к пластической деформации при высоких давлениях и температурах. Важнейшим фактором в определении твердости поликристаллов алмаза является, по-видимому, наличие в зернах высокой плотности двойников. Ранее на примере природных монокристаллов алмаза установлено [22], что присутствие в них двойников способствует повышению твердости.

1. Новиков Н. В. Синтез алмазов / [Н. В. Новиков, Д. В. Федосеев, А. А. Шульженко, Г. П. Богатырева]. — К. : Наук. думка, 1987. — 159 с.
2. Быков А. И. Влияние обработки высоким давлением без нагрева на структурное состояние порошковых частиц алмаза / [А. И. Быков, И. И. Тимофеева, Г. С. Олейник и др.] // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент — техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. — К. : ИСМ НАНУ, 2005. — Вып. 9. — С. 205—215.

3. Долматов В. Ю. Ультрадисперсные алмазы детонационного синтеза. — Санкт-Петербург : Изд-во СПбГПУ, 2003. — 343 с.
4. Олейник Г. С. Роль предобработки в среде водорода порошка алмаза, полученного из графита, в его уплотнении при высоких давлениях и температуре / [Г. С. Олейник, А. И. Быков, Р. А. Морозова и др.] // Наноструктурное материаловедение. — 2005. — № 1. — С. 73—81.
5. Ткаченко Ю. Г. Влияние химико-термической обработки порошков нитрида алюминия на структуру и свойства горячепрессованной керамики на его основе / [Ю. Г. Ткаченко, Р. А. Морозова, Д. З. Юрченко и др.] // Порошковая металлургия. — 1995. — № 1/2. — С. 76—80.
6. Lowther J. E. Hydrogen adsorption of the (001) diamond surface // Solid State Commun. — 1985. — **56**, No. 2. — P. 243—245.
7. Fischman G. S. Effect of hydrogen on the microstructure and stability of a structural SiC / G. S. Fischman, A. Zangvil, S. D. Brown // Adv. Ceram. Mater. — 1988. — **3**, No. 1. — P. 66—70.
8. Глазов В. М. Принципы легирования кремния для повышения его термостойкости / В. М. Глазов, Г. Г. Тимошин, М. М. Михайлова // Докл. НАН Украины. — 1996. — **347**, № 3. — С. 352—353.
9. Фирстов С. А. Связь прочностных характеристик материалов с показателями автоматического индентирования / [С. А. Фирстов, В. Ф. Горбань, Э. П. Печковский, Н. А. Мамека] // Материаловедение. — 2007. — № 11. — С. 26—31.
10. Поляков В. П. Алмазы и сверхтвердые материалы / В. П. Поляков, А. В. Ножкина, Н. В. Чириков. — М. : Металлургия, 1990. — 263 с.
11. Шульженко А. А. Спекание алмазного нанопорошка статического синтеза и свойства поликристаллов на его основе / [А. А. Шульженко, А. А. Бочечка, Г. С. Олейник и др.] // Сверхтвердые материалы. — 2001. — № 5. — С. 29—37.
12. Шульженко А. А. Роль пластической деформации в процессе спекания алмазного гибридного материала на структуру и твердость CVD-алмаза / [А. А. Шульженко, Е. Е. Ашкинази, А. Н. Соколов и др.] // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов. — К. : Ин-т сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля, 2011. — С. 77—89 (Серия Материаловедение).
13. Mumm D. R. High-temperature hardness of chemically vapor-deposited diamond / [D. R. Mumm, K. T. Faber, M. D. Drory, C. E. Gardinier] // J. Amer. Ceram. Soc. — 1991. — **76**, No. 1. — P. 238—240.
14. Финкель В. М. Разрушение кристаллов при механическом двойниковании / В. М. Финкель, В. А. Федоров, А. П. Королев. — Ростов-на-Дону : Изд-во Ростовского ун-та, 1990. — 172 с.
15. Britun V. F. Deformation process during high pressure sintering of the diamond powders produced by catalytic synthesis / V. F. Britun, G. S. Oleynik, N. P. Semenenko // J. Mater. Sci. — 1992. — **27**. — P. 4472—4476.
16. Lee M. Deformation substructure of diamonds subjected to high pressure and temperature / M. Lee, R. S. De Vries, E. F. Koch // Sci. Hard Mater. Proc. Internat. conf., Rhodes, 22—28 Sept. 1984. — Bristol-Boston, 1986. — P. 221—232.
17. Олейник Г. С. Природа термомеханической нестабильности деформационных двойников в кристаллах алмаза и VN, SiC с решеткой сфалерита // Электронная микроскопия и прочность материалов. — К. : Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. — 2001. — Вып. 11. — С. 1452—145.
18. Олейник Г. С. Влияние дисперсности исходных порошков алмаза на особенности формирования микроструктуры материалов на их основе / [Г. С. Олейник, А. А. Шульженко, А. А. Бочечка и др.] // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент — техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. — К. : ИСМ НАНУ. — 2005. — Вып. 8. — С. 205—215.

19. Олейник Г. С. Влияние ударной предобработки исходного порошка алмаза на формирование микроструктуры поликристаллического материала на его основе / [Г. С. Олейник, В. В. Ярош, Н. В. Даниленко, Т. Р. Балац] // Сверхтвердые материалы. — 2000. — № 1. — С. 12—21.
20. Demenet J. L. In the plasticity of silicon below 650 °C / J. L. Demenet, J. C. Desouer, J. Rabier // Scripta Metallurgica. — 1984. — **18**, No. 1. — P. 41—45.
21. Хижковский В. П. Влияние условий предварительного деформирования на пластичность монокристаллов германия / В. П. Хижковский, С. А. Хижковая // Изв. вузов. Физика. — 1980. — № 6. — С. 114—116.
22. De Vries R. S. Plastic deformation and “work”-hardening of diamond // Mater. Res. Bulletin. — 1975. — **10**, No. 11. — P. 1193—1199.

### **Вплив попередньої обробки вихідного порошку алмазу в середовищі водню на твердість полікристалів на його основі**

Г. С. Олейник, В. Ф. Горбань, А. В. Котко, В. М. Верещака, А. А. Бочечка

*Представлено результати дослідження микроструктури та твердості двох груп монофазних полікристалів алмазу, одержаних при  $P = 8$  ГПа,  $T = 1700\text{—}2100$  °С, на основі порошків алмазу вихідної зернистості 1/0 и 20/14 мкм, що попередньо оброблені в середовищі водню. Пластична деформація зерен алмазу при спіканні здійснюється повними дислокаціями і множинним двійникуванням, а при  $T > 1700$  °С проходить також ротаційна деформація. Для дрібнозернистих зразків твердість сягає 81 ГПа, для крупнозернистих — 94 ГПа.*

**Ключові слова:** алмаз, деформація, двійникування, дислокації, спікання, водень, зернистість.

### **Effect of pretreatment of starting diamond powder in a hydrogen medium on the hardness of polycrystals obtained**

H. S. Oleynik, V. F. Horban, A. V. Kotko, V. M. Vereshchaka,  
A. A. Bochechka

*The results of investigation of the microstructure and hardness of two sets of single-phased diamond polycrystals obtained at  $P = 8$  GPa and  $T = 1700\text{—}2100$  °C on the basis of diamond powders sizing 1/0 and 20/14 mcm which were prior treated in a hydrogen medium are presented. It has been shown that plastic deformation of diamond grains under sintering proceeds via perfect dislocations and multiple twinning. Also, at  $T > 1700$  °C rotary deformation takes place. Hardness reaches 81 and 94 GPa for fine- and coarse-grained samples, respectively.*

**Keywords:** diamond, deformation, twinning, dislocation, sintering, grain size, microhardness.