

Сибиряков М.М.¹, Кузьмин С.А.², Шарин П.П.³, Тарасов П.П.⁴©

¹Зав. лабораторией; ²к.т.н, доцент; ³к.ф-м.н, зав. кафедрой; ⁴к.т.н, доцент,
кафедра физики твердого тела,
Северо-восточный федеральный университет им. М.К. Аммосова

ИССЛЕДОВАНИЕ ГРАФИТИЗАЦИИ ПРИРОДНОГО АЛМАЗА ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ В ВАКУУМЕ

Аннотация

В статье приведены результаты исследования графитизации природного алмаза при высоких температурах в вакууме и его влияния на прочность отожженных кристаллов.

Ключевые слова: природный алмаз, графитизация, прочность.

Keywords: natural diamond, graphitization, strength.

Алмазные материалы стали широко использовать для изготовления износостойких антикоррозионных покрытий, оптических стекол, рассматривается как перспективный материал для применения в области электроники, в качестве структурно-активных добавок и т.д. [1]. Вместе с тем известно, что графитизация алмазных материалов в процессе их эксплуатации при повышенных температурах или в условиях их синтеза существенным образом влияет на их физико-химические свойства, например, изменяет коэффициент трения, прозрачность, тепло- и электропроводность [2]. В связи с этим приобретает особую актуальность проблема устойчивости алмазных материалов при повышенных температурах и, в особенности, устойчивости алмаза, находящегося в контакте с металлами [3].

Однако, на данный момент систематические исследования по данным направлениям весьма немногочисленны. Механизм и кинетика графитизации алмазов в вакууме ранее детально изучались лишь при температурах выше 1800 К [4]. В связи с этим представляет интерес получение информации о механизме и кинетике графитизации алмазов в вакууме при более низких температурах.



Рис. 1. Образцы в исходном состоянии: а- кристалл массой 0,84 карат; б- кристалл массой 0,30 карат; в- кристалл массой 0,18 карат; г- кристаллы размерностью 1000/800; д- шлифпорошок размерностью -30 мкм; е- УДА

Целями данной работы являлись: исследование статической прочности, изменения массы и степени графитизации алмаза при отжиге в условиях вакуума 10^{-6} мм.рт.ст. в интервале температур 800°C-1600°C (1073 К-1873 К). Объектами исследования являлись кристаллы массой 0,84; 0,3; 0,18 карат, кристаллы размерности 1000/800 мкм, шлифпорошок размерности -30 мкм

и ультрадисперсный порошок (УДА) со средней размерностью агрегатов 100-140 нм природного алмаза (рис.1). Термообработка образцов осуществлялась в вакуумной печи СШВ-1.2,5/25 с выдержкой при температуре отжига 1 час. С целью определения степени графитизации после отжига образцы промывались последовательно в «царской водке» и в подогретом хромовом растворе. Взвешивание производилось на электронных весах ВЛ-120 с точностью до 0,0001 г.



Рис. 2. Образцы после отжига при 800°C: а- кристалл массой 0,84 карат; б- кристалл массой 0,30 карат; в- кристалл массой 0,18 карат; г- кристаллы размерностью 1000/800; д- шлифпорошок размерностью -30 мкм; е- УДА

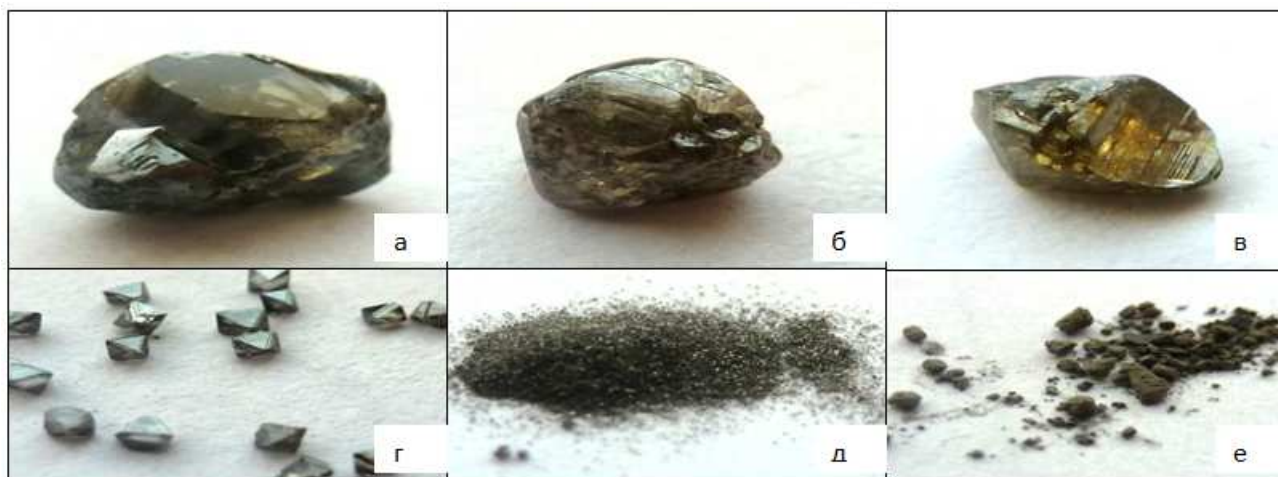


Рис. 3. Образцы после отжига при 1000°C: а- кристалл массой 0,84 карат; б- кристалл массой 0,30 карат; в- кристалл массой 0,18 карат; г- кристаллы размерностью 1000/800; д- шлифпорошок размерностью -30 мкм; е- УДА

Для кристаллов размерности 1000/800 производилось определение статической прочности. Испытания проводились на разрывной машине Roell Amsler Uts 20k согласно ГОСТ Р52370-2005 [5].

Отжиг при температурах 800°C и 1000°C приводит к появлению на поверхности кристаллов незначительного графитизированного слоя, удаляемого промыванием (рис.2, 3).

Потери массы при этом практически не происходит (табл.1), цвет кристаллов после промывания близок к исходному состоянию.Повышение температуры отжига до 1200°C приводит к усилению графитизации, цвет поверхности кристаллов становится темнее, наблюдается потемнение внутренних областей (рис.4). Потери массы при этом практически не происходит (табл.1), после промывания заметно потемнение внутренних областей, вероятно, вследствие графитизации вокруг имеющихся включений, примесей либо дефектов кристаллической решетки. Происходит агрегатизация УДА.

Таблица 1

Изменение массы кристаллов температуре 1400°C приводит к дальнейшему усилению

Состояние	Изменение массы, %		
	Кристалл массой 0,84 кар.	Кристалл массой 0,3 кар.	Кристалл массой 0,18 кар.
После отжига при 800°C	0,13	0,15	0,17
После отжига при 1000°C	0,15	0,17	0,19
После отжига при 1200°C	0,17	0,19	0,20
После отжига при 1400°C	0,19	0,20	0,23
После отжига при 1600°C	12,23	18,95	22,97

Отжиг при графитизации, цвет поверхности кристаллов становится темнее (рис.5). Значительной потери массы кристаллов при этом не наблюдается (табл.1), происходит интенсивная графитизация шлифпорошка размерности -30 и УДА.

Повышение температуры отжига до 1600°C приводит к резкому повышению степени графитизации, исчезает блеск кристаллов, их поверхность покрывается значительным слоем графита темно-матового цвета (рис.6). Происходит интенсивная потеря массы образцов (до 22%), более дисперсные частицы шлифпорошка размерности -30 и УДА полностью выгорают.



Рис. 4. Образцы после отжига при 1200°C: а- кристалл массой 0,84 карат; б- кристалл массой 0,30 карат; в- кристалл массой 0,18 карат; г- кристаллы размерностью 1000/800; д- шлифпорошок размерностью -30 мкм; е- УДА



Рис. 5. Образцы после отжига при 1400°C: а- кристалл массой 0,84 карат; б- кристалл массой 0,30 карат; в- кристалл массой 0,18 карат; г- кристаллы размерностью 1000/800; д- шлифпорошок размерностью -30 мкм; е- УДА

Результаты механических испытаний кристаллов размерности 1000/800 мкм показали, что после отжига при температуре 1000°C наблюдается резкое падение статической прочности (около 30%). Это можно объяснить возникновением значительных внутренних напряжений в начале графитизации во внутренних областях кристаллов, за счет разницы плотностей алмаза и графита.

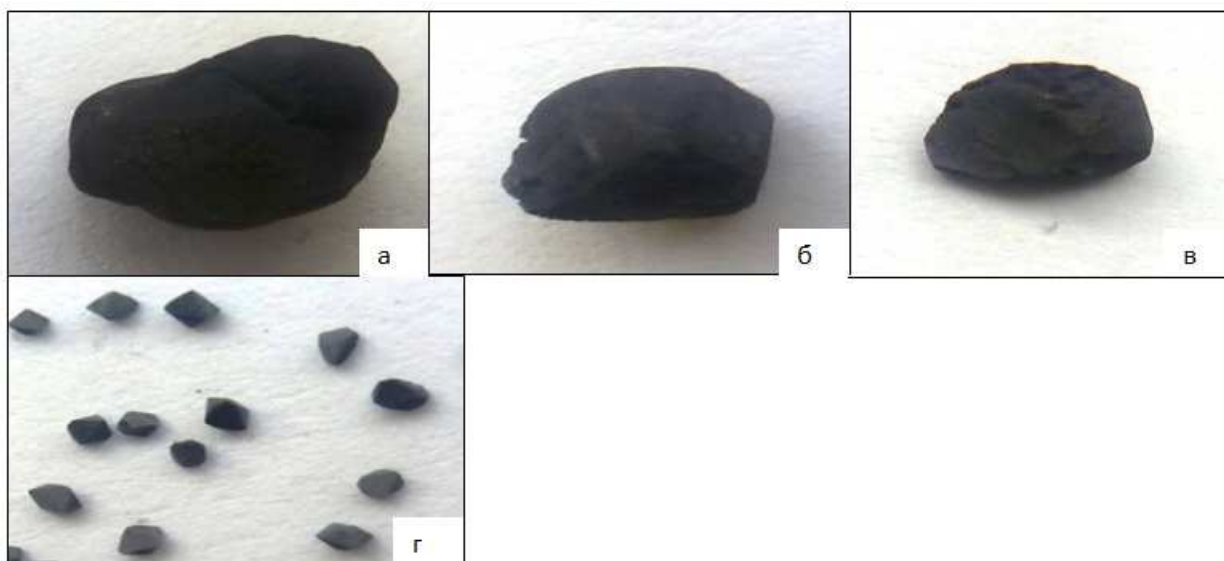


Рис. 6. Образцы после отжига при 1600°C: а- кристалл массой 0,84 карат; б- кристалл массой 0,30 карат; в- кристалл массой 0,18 карат; г- кристаллы размерностью 1000/800.

Последующее повышение статической прочности с увеличением температуры отжига можно объяснить релаксацией внутренних напряжений. При температуре отжига 1600°C прочность возрастает примерно на 30% вследствие, предположительно, снятия внутренних напряжений.

Литература

1. Сафонова М.Н., Тарасов П.П., Сыромятникова А.С., Федотов А.А. Влияние добавок нанодисперсного алмаза на свойства композиционного материала на основе бронзы //Металловедение и термическая обработка металлов. 2013. № 5 (695). С. 3-6.
2. Физические свойства алмаза: Справ./ Новиков Н. В., Кочержинский Ю. А., Шульман Л. А. и др. Под ред. Н. В. Новикова. — Киев: Наук.думка, 1987. — 188 с..
3. Емельянова М.А. Тарасов П.П. Ноев И.И. Формирование абразивного материала на основе медь-титан-алмаз // Наука и мир, №4(4), 2013 - С.74-80.
4. Орлов Ю.Л Минералогия алмаза. Изд. 2-е. М.:Наука, 1984 г.-170 с.
5. ГОСТ Р 52370-2005. Порошки из природных алмазов. Технические условия.