



МИНБАЕВА Б.Д., ХАЙДАРОВ К.

¹Институт физики им. акад. Ж. Жеенбаева НАН КР, Бишкек, Кыргызская Республика

MINBAEVA B.D., KHAIDAROV K.

¹Institute of Physics named after J. Jeenbaev National Academy of Science of the Kyrgyz Republic, Bishkek, Kyrgyz Republic
baarigul@mail.ru

**ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И СТРУКТУРА ПОЛИКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА
КАРБОНАДО ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ЛАЗЕРОМ
PHASE COMPOSITION AND STRUCTURE OF CARBONADO DIAMOND
POLYCRYSTALS AFTER LASER TREATMENT**

Синтетикалык поликристаллдык алмаздын курамында негизинен графиттин жана катализатор металлынын (Me) кошулмалары бар. Бул кошулмалардын болушу жана алардын саны алмаздын көптөгөн физикалык жана механикалык касиеттерине жана акырында алмаз аспаптарынын иштөөсүнө олуттуу таасир этет. Синтетикалык алмаздын (СА) сандык фазалык курамын изилдөө абдан маанилүү. Бул иште СА поликристаллдарынын жана никельдин (Ni) аралашмаларынын кристаллдык торчолорунун тузулушунун өзгөрүшү толкун узундугу 1,06 мкм болгон лазердик нурлануунун таасири астында каралат. Лазердик нурлануу убакыты 3 дан 60 сек чейин өзгөргөн өлчөмү 315/250, 200/160 жана 100/80 мкм болгон порошктор колдонулган. Изилденген алмаздын кристаллдык торчо мезгилинин азайышы табылган. Бул алмаз-металл-катализатор системасынын металл менен байытылган аймактары локалдуу ысытылганда алмаз торчолорун тартпке келтирүүнүн диффузиялык процессине таасир этиши деп ойлойбуз. Натыйжада, белгилүү шарттарда лазер нурларынын таасири астында изилденген кристаллдардын катуулугун жогорулатуунун физикалык механизм түшүнүүгө мүмкүндүк берет.

Өзөк сөздөр: синтетикалык алмаздар, лазердик нурлануу, фазалык курамдар, кристаллдык торчо, бекемдик.

Синтетические поликристаллические алмазы имеют в своем составе в основном включения графита и металла-катализатора (Me). Присутствие этих включений и их количество существенным образом влияет на многие физико-механические свойства алмазов и, в конечном счете, на работоспособность алмазов в инструменте. Поэтому изучение количественного фазового состава синтетических алмазов (СА) очень важно. В работе рассмотрено изменение периода кристаллической решетки поликристаллы СА и примеси никеля (Ni) после воздействия лазерным излучением (ЛИ) с длиной волны 1,06 мкм. Время лазерного облучения варьировалось от 3 до 60 сек. Для определения периода кристаллической решетки поликристаллов СА использовались порошки зернистостью 315/250, 200/160 и 100/80 мкм. Обнаружено уменьшение периода кристаллической решетки исследованных алмазов. Предполагаем, что это связано с диффузионным процессом упорядочения решетки алмаза, когда при локальным нагреве обогащенных металлом участков системы алмаз-металл-катализатор. Полученные результаты позволят понять физический механизм увеличения прочности исследованных кристаллов после воздействия лазерными лучами при определенных условиях.

Ключевые слова: синтетические алмазы, лазерные излучение, фазовый состав, кристаллические решетки, прочность.



Synthetic polycrystalline diamonds are mainly composed of inclusions of graphite and catalyst metal (Me). The presence of these inclusions and their amount significantly affects many of the physical and mechanical properties of diamonds and, ultimately, the performance of diamonds in a tool. Therefore, the study of the quantitative phase composition of synthetic diamonds (SD) is very important. The paper considers the change in the period of the crystal lattice of SD polycrystals and nickel (Ni) impurities after exposure to laser radiation with a wavelength of 1.06 μm . The time of laser irradiation varied from 3 to 60 sec. To determine the crystal lattice period of SA polycrystals, powders with a grain size of 315/250, 200/160, and 100/80 μm were used. A decrease in the crystal lattice period of the studied diamonds was found. We assume that this is due to the diffusion process of ordering of the diamond lattice, when the metal-enriched sections of the diamond-metal-catalyst system are locally heated. The results obtained will make it possible to understand the physical mechanism for increasing the strength of the studied crystals after exposure to laser beams under certain conditions.

Key words: *synthetic diamonds, laser radiation, phase composition, crystal lattices, strength.*

Введение. Одной из важных задач физики конденсированного состояния является улучшение свойств материалов. В этом плане нами было обнаружено увеличение показателя прочности поликристаллов синтетического алмаза (СА) карбонадо после воздействия лазерным излучением [1]. Это указывает на возможность получения карбонадо с необходимыми для промышленности характеристиками. С целью выявления в данной работе приводились и проводятся результаты фазового состава и структуры карбонадо, облученных лазером, рентгенографическим методом.

Подготовка образцов и методика исследований. В экспериментах использованы поликристаллические СА, имеющие цилиндрическую форму, и их порошки. Поликристаллы карбонадо после синтеза очищались от металла-катализатора (Me) и графита в «царской водке» и хлорной кислоте. Из них же путем дробления и ситовой классификации получали порошки зернистостью: 100/80, 200/160, 315/200, 400/315, 500/400 мкм.

Для обработки образцов карбонадо лазерным излучением (ЛИ) использовался твердотельный неодимовый лазер, работающий в непрерывном режиме, мощностью 39 Вт, генерирующий на длине волны 1,06 мкм. Время экспозиции варьировалось от 3 до 60 сек.

Эксперименты по облучению образцов ЛИ проводили при тех режимах, близких к условиям достижения максимального увеличения разрушающего усилия для каждой зернистости исследованных порошков, приведенных в [2].

Фазовый состав и структуру облученных ЛИ алмазов определяли рентгенографическим методом на дифрактометре ДРОН-2,0.

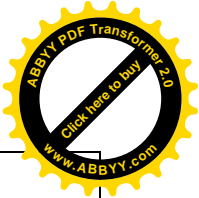
Результаты и их обсуждения. Распределения интенсивности дифрагированного рентгеновского излучения от угла 2θ были сняты для всех исследованных образцов.

В процессе лазерного облучения происходит термическое воздействие на исходный образец, что может повлиять на фазовый состав и структуру алмаза. Участки дифрактограмм для средних и малых значений θ , снятых при одинаковых условиях, на примере для порошков поликристаллов СА зернистостью 100/80 мкм после воздействия ЛИ в течение 30 сек показаны на рис. 1. Определение фазового состава образцов по полученным дифрактограммам было проведено по методике, описанной в [3].

Результаты расчета фазового состава синтетического карбонадо на примере образцов зернистостей 400/315 и 200/160 мкм приведены в табл. 1.

Таблица 1 - Содержание графита и металла на поверхности поликристаллов СА карбонадо, (%)

№	Фракция	До облучения	После облучения лазером
---	---------	--------------	-------------------------



		графит	металл	графит	металл
1.	400/315	2,9	5,5	3,8	13,2
2.	200/160	4,3	7,0	5,1	14,4

Из табл. 1 видно, что после лазерной обработки содержание графита в поликристалле СА карбонадо изменяется незначительно, в то время, как концентрация металлической фазы увеличивается в 2-2,5 раза, что говорит о выходе Me из объема алмазных зерен на их поверхность.

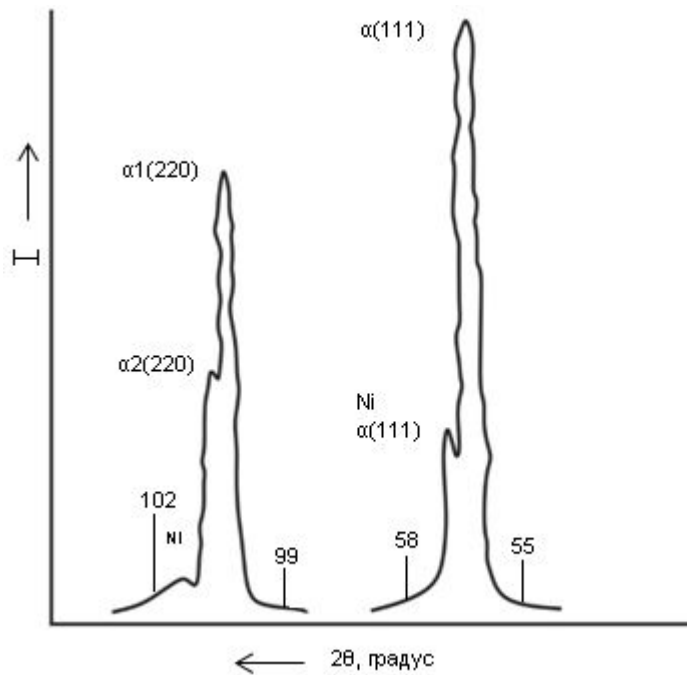


Рис. 1. Участки диффрактограмм, снятых в одинаковых условиях, для порошков поликристаллов СА зернистостью 100/80 мкм после лазерного облучения в течение 30 сек.

Параметры кристаллической решетки фаз, содержащихся в порошках поликристаллов СА зернистостью 200/160 мкм до и после облучения лазером в течение 20 сек. представлены в табл. 2 и 3, соответственно. Анализ полученных результатов показывает, что поликристаллы синтетического карбонадо состоят в основном из алмаза, а также содержит никель воздействие ЛИИ приводит к уменьшению абсолютной величины периода кристаллической решетки (а) как основной алмазной фазы, так и примеси Ni.

Таблица 2 - Кристаллографические характеристики и фазовый состав поликристаллов СА зернистостью 315/250 мкм в исходном состоянии.

№	θ	$d_{HKL}, 10^{-10} \text{ м}$	HKL	α, β	$a, 10^{-10} \text{ м}$	вещество
1	25,40	2,048	111	β	$3,5472 \pm 5,4 \times 10^{-4}$	$C_{алм}$
2	28,25	2,047	111	α	$3,5455 \pm 4,8 \times 10^{-4}$	$C_{алм}$
3	28,45	2,033	111	α	$3,5213 \pm 4,8 \times 10^{-4}$	Ni
4	33,32	1,7648	200	α	$3,5358 \pm 3,9 \times 10^{-4}$	Ni
5	64,25	1,0755	311	α	$3,56702 \pm 6,5 \times 10^{-5}$	$C_{алм}$
6	64,45	1,0755	311	α	$3,56866 \pm 6,5 \times 10^{-5}$	$C_{алм}$



Таблица 3 - Кристаллографические характеристики и фазовый состав порошка поликристаллов СА зернистостью 315/250 мкм после облучения лазерным излучением в течение 15 сек

№	θ	$d_{\text{HKL}}, 10^{-10} \text{ м}$	HKL	α, β	$a, 10^{-10} \text{ м}$	вещество
1	25,6	2,033	111	β	$3,5213 \pm 5,4 \times 10^{-4}$	$C_{\text{алм}}$
2	28,3	2,044	111	α	$3,5403 \pm 4,8 \times 10^{-4}$	$C_{\text{алм}}$
3	28,6	2,022	111	α	$3,5022 \pm 4,8 \times 10^{-4}$	N_i
4	33,5	1,755	200	α	$3,5103 \pm 3,9 \times 10^{-4}$	N_i
5	64,3	1,0750	311	α	$3,56537 \pm 6,5 \times 10^{-5}$	$C_{\text{алм}}$
6	64,5	1,0750	311	α	$3,56537 \pm 6,5 \times 10^{-5}$	$C_{\text{алм}}$

Для сравнения относительного изменения (a) порошков поликристаллов СА различной зернистости в табл. 4 приведены кристаллографические параметры для порошка зернистостью 100/80 мкм после облучения ЛИ в течение 60 сек.

Таблица 4 - Кристаллографические характеристики и фазовый состав поликристаллов СА зернистостью 100/80 мкм после лазерного облучения в течение 60 сек.

№	θ	$d_{\text{HKL}}, 10^{-10} \text{ м}$	HKL	α, β	$a, 10^{-10} \text{ м}$	вещество
1	28,3	2,044	111	α	$3,5504 \pm 1 \times 10^{-4}$	$C_{\text{алм}}$
2	28,5	2,03	111	α	$3,5161 \pm 5 \times 10^{-4}$	N_i
3	33,4	1,759	200	α	$3,5178 \pm 4 \times 10^{-4}$	N_i
4	50,3	1,258	220	α	$3,5576 \pm 1 \times 10^{-4}$	$C_{\text{алм}}$
5	50,5	1,2579	220	α	$3,5579 \pm 1 \times 10^{-4}$	$C_{\text{алм}}$
6	50,9	1,2486	220	α	$3,5316 \pm 1 \times 10^{-4}$	N_i
7	64,3	1,0739	311	α_1	$3,56172 \pm 7 \times 10^{-5}$	$C_{\text{алм}}$
8	64,6	1,0742	311	α_2	$3,56263 \pm 7 \times 10^{-5}$	$C_{\text{алм}}$

Результаты определения периода кристаллической решетки для порошков поликристаллов СА зернистостью 100/80 мкм (табл. 4) также свидетельствуют об уменьшении величины (a) алмаза и Ni после воздействия ЛИ. Следует отметить, что абсолютные значения (a) исследованных порошков поликристаллов СА различны для зернистостей 315/250, 200/160 и 100/80 мкм. Однако тенденция к уменьшению параметра (a) как алмаза, так и никеля после воздействия ЛИ для всех исследованных образцов сохраняется.

Нетрудно заметить, что относительное изменение периода кристаллической решетки алмаза и никеля в зависимости от времени воздействия ЛИ различно. Например, для порошка поликристаллов СА зернистостью 315/250 мкм эта величина составляет $(\Delta a_{\text{алм}})/(a_{\text{исх}}) = 0,0004$ и $(\Delta a_{\text{Ni}})/(a_{\text{Ni}}) = 0,0007$, соответственно, для алмаза и никеля, а для порошка зернистостью 200/160 мкм $(\Delta a_{\text{алм}})/(a_{\text{исх}}) = 0,0004$ и $(\Delta a_{\text{Ni}})/(a_{\text{Ni}}) = 0,002$. Таким образом, период кристаллической решетки алмаза под действием лазера уменьшается на меньшую величину, чем (a) никеля.

Обнаруженное явление уменьшения периода кристаллической решетки алмаза при воздействии ЛИ, по-видимому, связано с диффузионным процессом упорядочения решетки алмаза. Дело в том, что кристаллы алмаза для лазерных лучей (ЛЛ) с длиной волны 1,06 мкм являются прозрачными, а поглощения ЛЛ происходят в дефектах и примесях. А это, в свою очередь, приводит к быстрому локальному нагреву этих микрообъемов (участков) СА карбонадо. Если учесть, что коэффициенты термического расширения (КТР) алмаза, КТР которого равен $1,2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, и никеля (КТР равно $1,4 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$) отличаются по величине на порядок, то нетрудно понять, что при воздействии ЛИ сильно нагретый Ni в вязко-расплавленном состоянии расширяется и испытывает



напряжение сжатие со стороны кристаллической решетки «холодного» алмаза. При этом вязко-расплавленный Ni будет вытекать (выталкивается) из внутреннего объема кристалла карбонадо на поверхность по микротрещинам, микропорам. После прекращения воздействия ЛИ вязко-расплавленный Ni остывает на поверхности и во внутреннем объеме карбонадо, заполняя микротрещины и микропоры, как-бы «залечивая» микро-, макродефекты карбонадо, что в конечном итоге, приводит к увеличению прочности поликристаллов СА карбонадо.

Диффузия-миграция металлических включений из кристаллической решетки алмаза, на наш взгляд, приводит к наблюдаемому уменьшению периода кристаллической решетки поликристаллического СА карбонадо.

Поскольку температура плавления графита очень высокая ($\sim 3600\text{K}$), поэтому при этих режимах воздействия ЛИ его концентрация в карбонадо не претерпевает заметных изменений.

В результате проведенных исследований показано, что периоды кристаллической решетки как алмаза, так и Ni уменьшается после воздействия ЛИ. Полученные результаты позволят понять физический механизм увеличения прочности исследованных кристаллов после воздействия ЛИ.

Список литературы

1. Минбаева Б.Д. Влияние лазерного излучения на структуру синтетического поликристаллического алмаза [Текст] Б.Д.Минбаева, К.Хайдаров // Физика (научный журнал). - 2013. – 3. – 41-45с.
2. Минбаева Б. Д. Воздействий лазера на фазовый состав поликристаллов синтетического алмаза [Текст] / Б.Д.Минбаева, К.Хайдаров // Материалы XII Международной научной конференции «Физика твердого тела». – Астана: 2014. - С.127-130.
3. Борсокеев А. Б. Количественный рентгенографический анализ трехфазной алмазосодержащей системы [Текст] / А.Б.Борсокеев, К.Хайдаров / Заводская лаборатория. - 1990. - Т.56. - №9. –С. 64-65.