

УДК 621.9 : 539.89

**А.И. Боримский, Г.Д. Ильницкая,
В.И. Лавриненко, В.Н. Ткач, В.В. Смоквина**

Институт сверхтвердых материалов
им. В.Н. Бакуля НАН Украины
04074, г. Киев-74, Украина, ул. Автозаводская, 2
E-mail: kybor@ism.kiev.ua

СВОЙСТВА НИЗКОПРОЧНЫХ АЛМАЗОВ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ В СИСТЕМАХ Ni—Mn—C, Fe—Si—C

В промышленности при обработке изделий из твердого сплава, керамики, стекла и других хрупких материалов широко применяются порошки синтетического алмаза низкопрочных марок АС4 и АС6. Алмаз при синтезе в системе $Me-C$ получают в специальных аппаратах при высоких значениях давления и температуры. Синтез порошков алмаза низкопрочных марок, как правило, кратковременен и происходит при большой скорости роста. В процессе роста кристалл алмаза захватывает все побочные фазы, присутствующие в реакционной камере. При этом включения и примеси оказываются объемными дефектами кристаллов алмаза и очень сильно влияют на эксплуатационные свойства его порошков. Исследования проводили на порошках алмаза зернистости 160/125, полученных в системах $Ni-Mn-C$ и $Fe-Si-C$. Алмазы разделяли в магнитном поле разной напряженности на магнитные фракции с разной удельной магнитной восприимчивостью и с разным содержанием внутрикристаллических примесей и включений. Алмазы крайних фракций магнитной и немагнитной обеих систем подвергали термообработке при температуре 800 °С. С помощью растровой электронной микроскопии выполнили оценку содержания в алмазах с разной магнитной восприимчивостью примесей, включений и их элементного состава. Проведенные исследования показали, что алмазы магнитных и немагнитных фракций, синтезированные в системах $Ni-Mn-C$ и $Fe-Si-C$, различаются между собой по магнитным свойствам, а также по содержанию в зернах алмаза примесей и включений. Алмазы магнитной и немагнитной фракций обеих систем различны по величине удельной магнитной восприимчивости (примерно в 10 раз). При этом установлено, что элементы сплава-растворителя во включениях преобладают и составляют 77,9–84,0 % от общего количества имеющихся включений в порошках алмаза немагнитной фракции и 94,5–93,1 % — в магнитной. Таким образом, в результате проведенных экспериментов установлено, что содержание элементов сплава-растворителя во включениях и примесях магнитной фракции выше, чем в немагнитной. Это обеспечивается разделением зерен алмаза в магнитном поле по содержанию в алмазе элементов сплава-растворителя.

Введение. Синтетические алмазы — самый прогрессивный абразивный инструментальный материал, особенно в тех областях производства, где предъявляются высокие требования к качеству обрабатываемых изделий, к точности обработки и к шероховатости поверхности. Один из важнейших путей достижения более высокого класса обрабатываемой поверхности и увеличения износостойкости алмазного инструмента — это повышение прочностных характеристик и размерной однородности зернового состава и формы зерен

порошка алмаза, применяемого в инструменте. Кроме того, на работу алмазного инструмента существенное влияние оказывает наличие примесей и включений, содержащихся в зернах алмаза [3].

В промышленности при обработке изделий из твердого сплава, керамики, стекла и других хрупких материалов широко применяются порошки синтетического алмаза низкопрочных марок АС4 и АС6. Алмаз при синтезе в системе $Me-C$ получают в специальных аппаратах при высоких значениях давления и температуры. Синтез порошков алмаза низкопрочных марок, как правило, происходит быстро и при больших скоростях роста. В про-

© А.И. БОРИМСКИЙ, Г.Д. ИЛЬНИЦКАЯ,
В.И. ЛАВРИНЕНКО, В.Н. ТКАЧ, В.В. СМОКВИНА, 2013

цессе роста кристалл алмаза захватывает все побочные фазы, присутствующие в реакционной камере. При этом включения и примеси оказываются объемными дефектами кристаллов алмаза и очень сильно влияют на эксплуатационные свойства его порошков.

Для снижения необходимых высоких значений параметров синтеза применяют катализаторы в виде сплавов-растворителей. Как правило, в состав сплава-растворителя входят металлы переходной группы типа Co и Ni, а это дорогостоящие материалы. Наши исследования показали возможность проведения синтеза алмаза с использованием сплавов системы железо — углерод в качестве растворителей углерода. При этом синтез алмаза в присутствии более дешевого сплава Fe—Si обеспечивает степень превращения углерода в алмаз на уровне 30—36 % [1, 2].

Целью данной работы было изучение свойств алмазов, полученных в системах Ni—Mn—C и Fe—Si—C.

Методика эксперимента. Исследования проводили на алмазах зернистости 160/125, полученных в ростовых системах Ni—Mn—C и Fe—Si—C. Алмазы разделяли в магнитном поле разной напряженности на фракции с разной удельной магнитной восприимчивостью, в которых измеряли прочность при статической нагрузке по методике ДСТУ 3292-93 [4] и оценивали однородность по прочности [5, 7, 8]. Измерение магнитной восприимчивости производили по методике, разработанной в Институте сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля (ИСМ) НАН Украины [6]. С помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ) проводили оценку содержания в алмазах с различной магнитной восприимчивостью примесей и включений [9]. На приборе *Cameca SX-50* выполняли поэлементный анализ гладких и рельефных поверхностей огранки кристаллов алмазов после термических воздействий в инертной среде при разной температуре в течение 20 мин. Выполненные измерения удельной магнитной восприимчивости и определения элементного состава примесей и включений позволили рассчитать магнитную восприимчивость включений в алмазах разных фракций [11].

Результаты экспериментов и их обсуждение. Алмазы, синтезированные в системах Ni—Mn—C и Fe—Si—C, были разделены в магнитном поле разной напряженности на четы-

ре фракции, различающиеся между собой по величине удельной магнитной восприимчивости. Результаты измерений и расчетов значений удельной магнитной восприимчивости включений для крайних фракций разделения представлены в табл. 1, из которой следует, что алмазы, синтезированные в системах Ni—Mn—C и Fe—Si—C, различаются между собой по магнитным свойствам. Алмазы 1-й магнитной и немагнитной фракций обеих систем различаются по величине удельной магнитной восприимчивости примерно в 10 раз.

При выполнении исследований установлено, что алмазы, полученные в системе Fe—Si—C, обладают хорошо выраженными магнитными свойствами, что находит отражение в значениях величины удельной магнитной восприимчивости ($\chi = 1211 \cdot 10^{-8} \text{ м}^3/\text{кг}$) и величины удельной магнитной восприимчивости включений ($\chi = 16458 \cdot 10^{-8} \text{ м}^3/\text{кг}$) алмазов 1-й магнитной фракции.

Результаты выполненной с помощью РЭМ оценки содержания в алмазах с разной магнитной восприимчивостью примесей и включений и их элементного состава после разделения в магнитном поле крайних фракций (1-й магнитной и немагнитной) представлены в табл. 2 и 3.

Из табл. 2, 3 следует, что элементы сплава-растворителя во включениях преобладают и составляют 77,9—84,0 % от общего количества имеющихся включений в порошках алмаза немагнитной фракции и 94,5—93,1 % — магнитной.

Таблица 1. Характеристики магнитных свойств алмазов зернистости 160/125, синтезированных в системах Ni—Mn—C и Fe—Si—C

Table 1. Characteristics of magnetic properties of diamonds of the granularity 160/125 synthesized in the systems Ni—Mn—C and Fe—Si—C

Ростовая система	Фракция разделения	Удельная магнитная восприимчивость, $\chi \cdot 10^{-8} \text{ м}^3/\text{кг}$	
		алмаза	включений
Ni—Mn—C	1 — магнитная	90,3	2635
	2 — магнитная	60,5	—
	3 — магнитная	22,1	—
	4 — магнитная (немагнитная)	8,8	437
Fe—Si—C	1 — магнитная	1211,0	16458
	2 — магнитная	824,0	—
	3 — магнитная	389,0	—
	4 — магнитная (немагнитная)	123,0	5777

Благодаря проведенным экспериментам установлено, что содержание элементов сплава-растворителя во включениях и примесях (Ni и Mn для алмазов, синтезированных в системе Ni—Mn—C, и Fe для алмазов, полученных в системе Fe—Si—C) магнитной фракции выше, чем в немагнитной. Это обеспечивается разделением зерен алмаза в магнитном поле по содержанию в нем элементов сплава-растворителя.

С помощью электронной микроскопии были исследованы поверхности кристаллов алмаза магнитных и немагнитных фракций, синтезированных в обеих ростовых системах, после их термической обработки в инертной среде при температуре 500, 800 и 1000 °C.

Исследования поверхности кристаллов алмаза, синтезированных в системе Ni—Mn—C, показали, что в результате термообработки алмазов при температуре 500 °C на поверхности кристаллов алмаза магнитной фракции

не проявлялись элементы сплава-растворителя, хотя в свете вторичных электронов установлены дислокации включений в приповерхностном слое кристалла алмаза. На поверхности кристаллов алмаза немагнитной фракции дислокации включений не зафиксированы. После термообработки при 800 °C, как и при температуре 500 °C, в свете вторичных электронов на поверхности кристаллов алмаза магнитной фракции наблюдаются элементы включений сплава-растворителя в виде Ni и Mn. При этом их количество возрастает с увеличением температуры термообработки (рис. 1, а).

Повышение температуры термообработки до 1000 °C способствует выходу включений сплава-растворителя Ni и Mn в виде капель на поверхность кристалла алмаза магнитной фракции (рис. 1, б). При этом для алмазов немагнитной фракции наблюдается незначительное проявление Ni и Mn на поверхности кристаллов.

Таблица 2. Общий и элементный состав примесей и внутрикристаллических включений в порошках алмаза зернистости 160/125, синтезированных в системе Ni—Mn—C

Table 2. The common and element composition of impurities and intracrystal inclusions in powders of diamond of the granularity 160/125 synthesized in the system Ni—Mn—C

Фракция разделения	Общее содержание примесей и включений, мас. %	Элементный состав примесей и включений, мас. %						
		Магнитные					Немагнитные	
		Всего		Сплава-растворителя Ni и Mn		Fe	Всего	Si
		в алмазе	во вкл.	в алмазе	во вкл.			
1-я магнитная	3,631	3,427	94,5	3,337	91,9	0,070	0,204	0,112
2-я магнитная	3,102	2,870	92,5	2,806	90,5	0,044	0,232	0,187
3-я магнитная	2,643	2,643	89,2	2,340	88,5	0,011	0,286	0,255
4-я магнитная (немагнитная)	2,014	2,014	77,9	1,569	77,4	—	0,445	0,386

Таблица 3. Общий и элементный состав примесей и внутрикристаллических включений в порошках алмаза зернистости 160/125, синтезированных в системе Fe—Si—C (при содержании Si в сплаве 7 %)

Table 3. The common and element composition of impurities and intracrystal inclusions in powders of diamond of the granularity 160/125 synthesized in the system Fe—Si—C (at Si content in the alloy of 7 %)

Фракция разделения	Общее содержание примесей и включений, мас. %	Элементный состав примесей и включений, мас. %					
		Магнитные				Немагнитные	
		Всего		Fe		Всего	Si
		в алмазе	во вкл.	в алмазе	во вкл.		
1 — магнитная	1211	6,866	93	6,828	93	0,494	0,193
2 — магнитная	252	2,513	88	2,470	86	0,346	0,184
3 — магнитная	202	2,074	88	2,007	85	0,282	0,146
4 — магнитная (немагнитная)	123	1,794	84	1,733	81	0,319	0,182

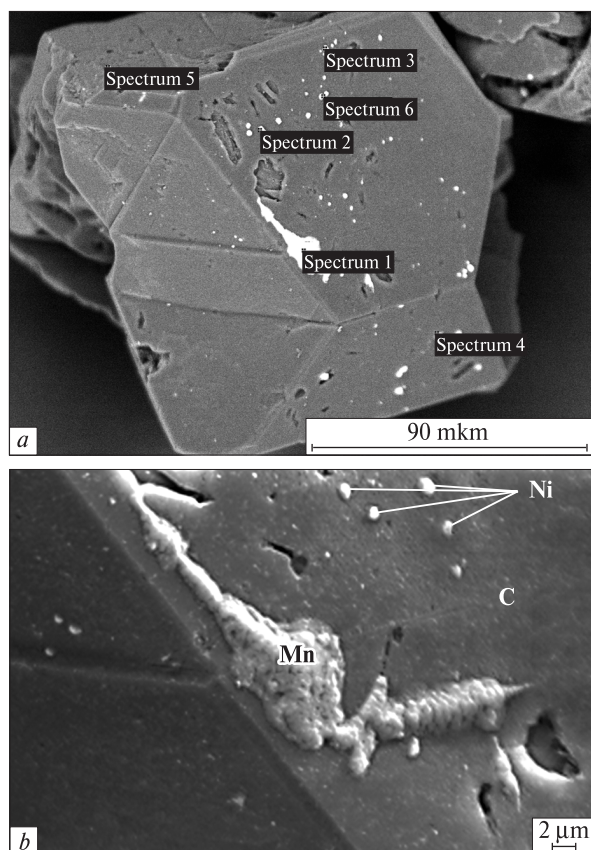


Рис. 1. Изображение поверхности кристалла алмаза магнитной фракции, синтезированного в системе Ni—Mn—C: *a* — видимые включения в свете вторичных электронов после термообработки при температуре 800 °C; *b* — выход включений Ni и Mn на поверхность алмаза после термообработки при температуре 1000 °C

Fig. 1. Picture of a surface of a diamond crystal of magnetic fraction synthesized in the system Ni—Mn—C: *a* — visible inclusions in view of secondary electrons after heat treatment at a temperature of 800 °C; *b* — output of Ni and Mn inclusions on the diamond surface after heat treatment at a temperature of 1000 °C

Исследования поверхности кристаллов алмаза, синтезированных в системе Fe — Si — C, магнитных и немагнитных фракций показали, что после термообработки алмазов при температуре 500 °C включения Si и одиночные включения Fe наблюдаются на поверхности кристаллов алмаза магнитной фракции, а также немагнитной, но в меньшем количестве (рис. 2, *a*). С повышением температуры термообработки до 800 °C на поверхности кристаллов магнитной и немагнитной фракций увеличивается количество Fe (рис. 2, *b*). При этом железо вступает в реакцию с кислородом с образованием оксида железа Fe₂O₃. При температуре термообработки 1000 °C на

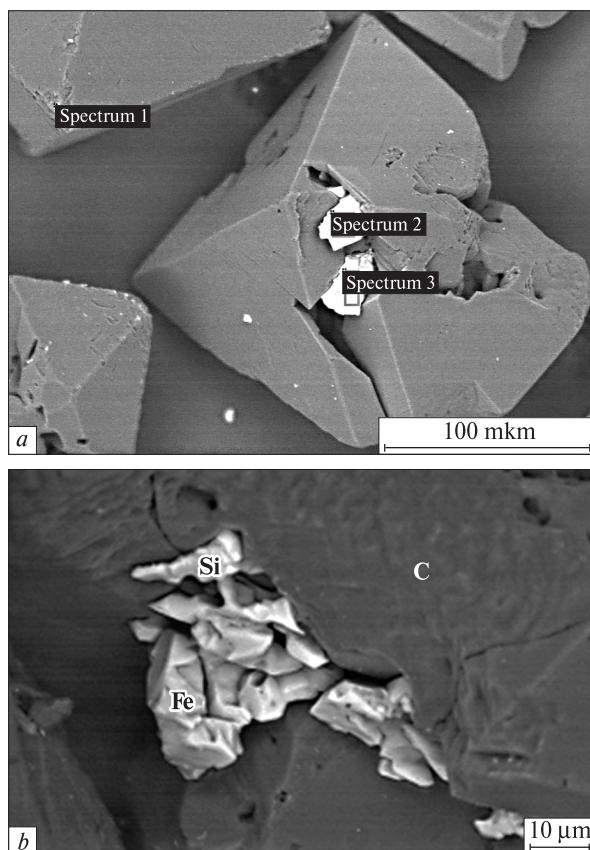


Рис. 2. Изображение поверхности кристалла алмаза магнитной фракции, синтезированного в системе Fe—Si—C: *a* — видимые включения в свете вторичных электронов после термообработки при температуре 500 °C; *b* — выход включений Fe и Si на поверхность алмаза после термообработки при температуре 800 °C

Fig. 2. Picture of a surface of diamond crystal of magnetic fraction synthesized in the system Fe—Si—C: *a* — visible inclusions in view of secondary electrons after heat treatment at a temperature of 500 °C; *b* — output of Fe and Si inclusions on the diamond surface after heat treatment at a temperature of 800 °C

поверхности кристаллов алмаза магнитной и немагнитной фракций увеличивается выход включений Fe и образуется оксид железа.

Результаты изменения прочности алмазов магнитной и немагнитной фракций обеих систем представлены на рис. 3. На этом рисунке видно, что прочность алмазов магнитных фракций обеих систем выше, чем немагнитных. Так, прочность алмазов, полученных в системе Ni—Mn—C (1-й магнитной фракции), увеличивается 1,2 раза по сравнению с прочностью немагнитной фракции. Прочность алмазов, синтезированных в системе Fe—Si—C (1-й магнитной фракции), увеличивается в 4,1 раза. При этом после разделения

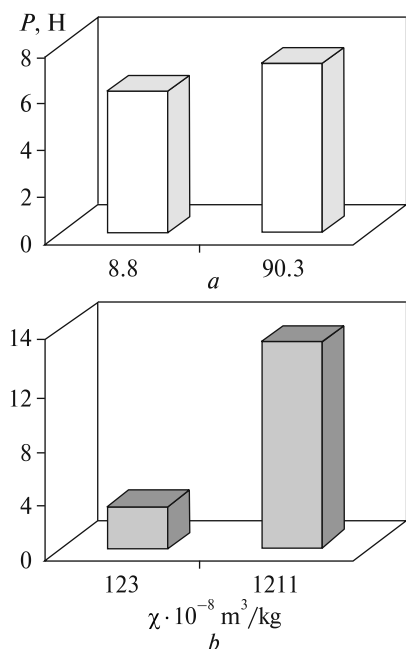


Рис. 3. Зависимость прочности алмазов магнитной и немагнитной фракций, синтезированных в системах Ni—Mn—C (a) и Fe—Si—C (b), от их удельной магнитной восприимчивости

Fig. 3. Dependence of strength of diamonds of magnetic and nonmagnetic fractions synthesized in the systems Ni—Mn—C (a) and Fe—Si—C (b), on their specific magnetic susceptibility

порошков алмаза в магнитном поле на ряд фракций с разной удельной магнитной восприимчивостью увеличивается однородность порошков по прочности по сравнению с однородностью исходных порошков до их разделения. Для алмазов, синтезированных в системе Ni—Mn—C, однородность возрастает в 1,2–1,5, а для алмазов, синтезированных в системе Fe—Si—C, — в 1,9–2,3 раза.

Из полученных шлифпорошков алмазов магнитной и немагнитной фракций, синтезированных в системах Ni—Mn—C и Fe—Si—C, были изготовлены шлифовальные круги формы 12A2-45 100 × 5 × 3 × 32 мм на металлической связке M1-10. Производительность обработки составляла 200 мм³/мин. Испытания проводили на базе модернизированного универсально-заточного станка модели ЗВ642. Шлифовали образцы из твердого сплава ВК8 размером 63 × 15 × 7 мм. Оценку износостойкости инструмента проводили по удельному расходу порошков алмаза q_p , мг/г [10].

Проведенные испытания показали, что износостойкость шлифовальных кругов с использованием алмазов, синтезированных в системе Fe—Si—C, значительно выше. При

этом относительный расход алмазов магнитных фракций, синтезированных в обеих системах, меньше. Результаты испытаний шлифовальных кругов показали, что износостойкость кругов с алмазами 1-й магнитной фракции, синтезированными в системе Fe—Si—C, в 1,3 раза выше, чем износостойкость кругов с алмазами немагнитной фракции. Износостойкость кругов с алмазами 1-й магнитной фракции, синтезированными в системе Ni—Mn—C, незначительно меньше по сравнению с износостойкостью кругов с алмазами немагнитной фракции.

Выводы. В результате исследования физико-механических свойств низкопрочных алмазов, синтезированных в системах Ni—Mn—C и Fe—Si—C, установлено, что алмазы магнитных и немагнитных фракций различаются между собой по магнитным свойствам. Алмазы, полученные в системе Fe—Si—C, обладают хорошо выраженными магнитными свойствами. Удельная магнитная восприимчивость алмазов магнитной и немагнитной фракций обеих систем различается примерно в 10 раз.

Для алмазов обеих систем показано, что элементы сплава-растворителя во включениях преобладают и составляют 77,9–84,0 % от общего количества имеющихся включений в порошках алмаза немагнитной фракции, а в магнитной несколько выше и составляют 94,5–93,1 %.

Установлено, что прочность алмазов магнитных фракций обеих систем выше, чем прочность немагнитных фракций.

ЛИТЕРАТУРА

1. Боримский А.И., Делеви В.Г., Нагорный П.А. Контактное взаимодействие сплавов Fe—Si с графитом при высоких давлениях и температуре // Сверхтвердые материалы. — 1994. — № 1. — С. 13–17.
2. Боримский А.И., Делеви В.Г., Нагорный П.А. и др. Контактное взаимодействие сплавов Fe—Si. Кинетика образования и роста алмазов в системе Fe—Si—C // Там же. — 1999. — № 3. — С. 9–14.
3. Грабченко А.И. Расширение технологических возможностей алмазного шлифования. — Харьков : Вища шк., 1985. — 184 с.
4. ДСТУ 3292-93. Порошки алмазные синтетические. — Киев : Госстандарт Украины, 1996. — 70 с.
5. М.28.5-272 : 2008. Методика аналитической оценки прочностных характеристик шлифпорошков синтетического алмаза. — Киев : ИСМ НАН Украины, 2008. — 15 с.
6. М.88 Украины 90.236-2004. Методика определения удельной магнитной восприимчивости порошков

- сверхтвердых материалов (СТМ). — Киев : ИСМ НАН Украины, 2004. — 9 с.
7. Новиков Н.В., Невструев Г.Ф., Ильницкая Г.Д. Оценка качества порошков сверхтвердых материалов. Ч. 1. Теоретические основы метода оценки характеристик качества // Сверхтвердые материалы. — 2006. — № 5. — С. 74—83.
 8. Новиков Н.В., Невструев Г.Ф., Ильницкая Г.Д. Оценка качества порошков сверхтвердых материалов. Ч. 2. Практическое применение нового метода оценки характеристик качества // Там же. — № 6. — С. 58—67.
 9. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. — М. : Мир, 1979. — 582 с.
 10. Справочник по алмазной обработке металлорежущего инструмента / Под общ. ред. В.Н. Бакуля. — Киев : Техника, 1971. — 208 с.
 11. Физические свойства алмазов : Справ. / Под ред. Н.В. Новикова. — Киев : Наук. думка, 1987. — С. 85—98.

Поступила 12.03.2013

*О.І. Боримський, Г.Д. Ільницька,
В.І. Лавриненко, В.М. Ткач, В.В. Смоквіна*

ВЛАСТИВОСТІ НИЗЬКОМІЦНИХ АЛМАЗІВ, СИНТЕЗОВАНИХ В СИСТЕМАХ N—Mn—C, Fe—Si—C

У промисловості для обробки виробів з твердого сплаву, кераміки, скла та інших крихких матеріалів широко використовують порошки синтетичного алмазу низькоміцних марок AC4 і AC6. Алмаз шляхом синтезу в системі Me—C отримують у спеціальних апаратах за високих значень тиску та температури. Синтез порошків алмазу низькоміцних марок, як правило, короткочасний і відбувається за великих швидкостей росту. Кристал алмазу під час зростання захоплює всі побічні фази, наявні в реакційній камері. При цьому включення і домішки стають об'ємними дефектами кристалів алмазу і дуже сильно впливають на експлуатаційні властивості його порошків. Дослідження проводили на порошках алмазу зернистості 160/125, отриманих у системах Ni—Mn—C і Fe—Si—C. Алмази розподіляли у магнітному полі різної напруженості на магнітні фракції з різною питомою магнітною сприйнятливістю і з різним вмістом внутрішньокристалічних домішок і включень. Алмази крайніх фракцій магнітної і немагнітної обох систем піддавали термообробці за температури 800 °C. За допомогою растрової електронної мікроскопії виконали оцінку вмісту в алмазах з різною магнітною сприйнятливістю домішок і включень та їх елементного складу. Проведені дослідження показали, що алмази магнітних і немагнітних фракцій, синтезовані в системах Ni—Mn—C і Fe—Si—C, відрізняються між собою за магнітними властивостями, а також за вмістом в зернах алмазу домішок і включень. Алмази магнітної та немагнітної фракцій обох систем відрізняються за величиною питомої магнітної сприйнятливості при-

близно в 10 разів. При цьому встановлено, що елементи сплаву-розчинника у включеннях переважають і складають 77,9—84,0 % від загальної кількості включень у порошках алмазу немагнітної фракції та 94,5—93,1 % — в магнітній. Таким чином, завдяки проведеним експериментам встановлено, що вміст елементів сплаву-розчинника у включеннях і домішках магнітної фракції вищий, ніж у немагнітній. Це забезпечується розділенням зерен алмазу у магнітному полі за вмістом в алмазі елементів сплаву-розчинника.

*A.I. Borimskiy, G.D. Ilitskaya,
V.I. Lavrinenko, V.N. Tkach, V.V. Smokvina*

PROPERTIES OF LOW-STRENGTH DIAMONDS SYNTHESIZED IN THE SYSTEMS Ni—Mn—C, Fe—Si—C

The powders of synthetic diamond marks AC4 and AC6 with low strength are widely applied in industry when processing products from a hard alloy, ceramics, glass and other fragile materials. Diamonds synthesized in the system Me — C are produced in special devices at high *P*, *T* conditions. Synthesis of powders of low-strength diamond is usually short-term and proceeds at high growth rates. When the diamond crystal grows it grasps all collateral phases present in the reaction chamber. Thus the inclusions and impurities are volumetric defects of the diamond crystals which render very strong influence on operational properties of diamond powders. Researches were carried out on diamond powders with graininess 160/125, obtained in the systems Ni—Mn—C and Fe—Si—C. Diamonds were separated in a magnetic field of various intensity into magnetic fractions with different specific magnetic susceptibility and with different contents of intracrystal impurities and inclusions. Diamonds of extreme fractions (magnetic and nonmagnetic) of the both systems were subjected to heat treatment at a temperature of 800 °C. With the help of raster electron microscopy (REM) the authors have determined the content of impurities and inclusions in diamonds with different magnetic susceptibility as well as their element composition. The carried out researches have shown, that the diamonds of magnetic and nonmagnetic fractions synthesized in the systems Ni—Mn—C and Fe—Si—C, differ among themselves by magnetic properties, and also by the content of impurities and inclusions in the diamond grains. Diamonds of magnetic and nonmagnetic fraction of the both systems differ almost 10 times in the dimension of specific magnetic susceptibility. Thus it is established, that the elements of the alloy-solvent prevail in the inclusions and make 77.9—84.0 % of the total number of inclusions in the diamond powders of nonmagnetic fraction, while in those of magnetic fraction their amount is a little bit higher and makes 94.5—93.1 %. Thus it is established by the experiments, that the content of the alloy-solvent elements in inclusions and impurities of the magnetic fraction is higher than in the nonmagnetic one. It is provided by the separation of diamond grains in the magnetic field by the content of alloy-solvent elements in the diamond.