

PACS: 62.20.-x

О.М. Супрун, І.С. Білоусов, А.М. Катруша, О.О. Заневський

ПІДБІР МАТЕРІАЛУ ПІДЛОЖКИ ДЛЯ ЗАКРІПЛЕННЯ МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ ПРИ ВИМІРЮВАННІ ВИСОКОТЕМПЕРАТУРНОЇ ТВЕРДОСТІ

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України
вул. Автозаводська, 2, м. Київ, 04074, Україна

Стаття надійшла до редакції 15 липня 2013 року

Для визначення механічних властивостей монокристалів алмазу, вироцених методом температурного градієнта, розроблено конструкцію спеціального тримача, що дозволяє їх нерухомо закріпити. Визначено матеріали для виготовлення підложки-утримувача з метою сумісного використання з приладом УИМВ-1 дисків з оксиду цирконію, оксиду магнію та нітриду алюмінію. Дослідження їхніх властивостей і випробування на міцність дозволили встановити, що диски, виготовлені з нітриду алюмінію, найбільш придатні для проведення досліджень при 900 °С.

Ключові слова: алмаз, мікротвердість, механічні властивості, індентування, нітрид алюмінію

Для определения механических свойств монокристаллов алмаза, выращенных методом температурного градиента, разработана конструкция специального держателя, позволяющего их неподвижно закрепить. Определены материалы для изготовления подложки-держателя с целью совместного использования с прибором УИМВ-1 дисков из оксида циркония, оксида магния и нитрида алюминия. Исследование их свойств и испытания на прочность позволили установить, что диски, изготовленные из нитрида алюминия, наиболее пригодны для проведения исследований при 900 °С.

Ключевые слова: алмаз, микротвердость, механические свойства, индентирование, нитрид алюминия

Вимірювання мікротвердості надтвердих матеріалів, особливо алмазу, має великий практичний інтерес, оскільки це найбільш швидкий, простий, неруйнівний метод аналізу. Разом з тим даний метод є високочутливим для дослідження механізмів пластичної деформації, старіння, наклепу, відновлення, рекристалізації та інших фазових і структурних перетворень [1]. Тому твердість займає окреме місце серед методів контролю якості та властивостей матеріалів. Результати багатьох досліджень свідчать про те, що мікротвердість матеріалу пов'язана з багатьма механічними та фізичними

характеристиками, у першу чергу з границями міцності, текучості, втоми, з повзучістю й тривалою міцністю. Мікротвердість також взаємопов'язана з деякими магнітними й електричними властивостями.

Вивчення механічних властивостей та механічної поведінки синтетичних алмазів, вирощених методом температурного градієнта, є досить важливим, оскільки дозволяє виявити вплив на механічні властивості різних особливостей росту, зокрема складу ростової системи, тиску, температури, кількості та типу домішок.

Для вивчення механічних характеристик було використано зразки алмазу розмірами 2–4 mm (масою 0.1–0.16 ct), вирощені методом температурного градієнта, з використанням відповідних розчинників [2]. Монокристали алмазу мали кубооктаедричний габітус з незначним розвитком граней ромбо-додекаедра (110) та тетрагонтриоктаедра (311) (рис. 1).

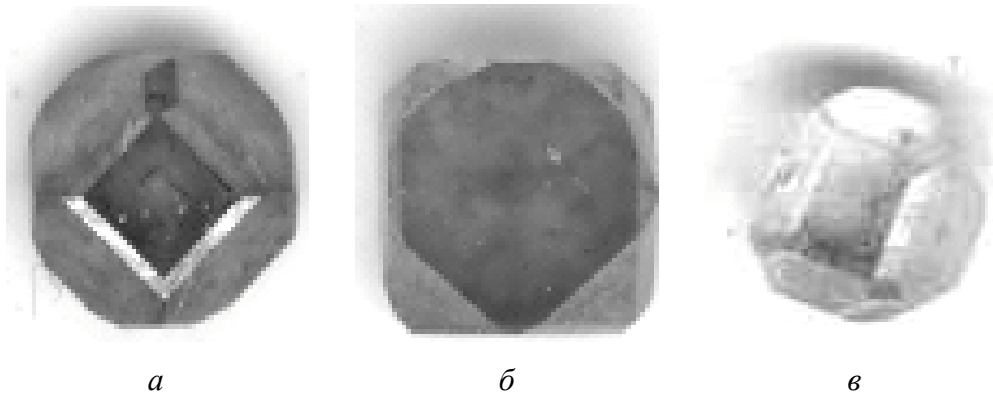


Рис. 1. Монокристали алмазу: *a* – типу $3b$, масою 0.1 ct; *b* – типу $1b$, масою 0.16 ct; *v* – типу $1a$, масою 0.14 ct

Дослідження проводили при температурі 900°C з використанням установки УІМВ-1 (рис. 2) [3]. Вимірювання мікротвердості здійснювали методом вдавлення в нагріту поверхню зразків 1 та індентора 3, які за допомогою вертикальних штоків 4 з'єднані з тягарцями 5. Зразки та індентор нагрівали молібденовим нагрівачем. Залишковий тиск повітря в робочій камері при нагріві складав близько 0.0013 Pa. Тягарці опиралися на рухому площадку, при опусканні якої індентор разом з тягарцями опускався на зразки лише під дією сили тяжіння, завдяки чому навантаження відбувалося рівномірно. Вісі індентора та тримача зразків були зміщені одна відносно одної на 5 mm.

Складність вимірювання мікротвердості при високих температурах становить закріплення зразків у тримачі 2 (рис. 2), який має форму диска діаметром 15 mm і висотою 5 mm. Нами була розроблена методика підготовки зразків монокристалів алмазу з їхнім фіксуванням у спеціально розроблених керамічних дисках.

Для виготовлення керамічних дисків було вивчено процес спікання матеріалу тримача зразка з можливістю закріплення в них алмазних кристалів.

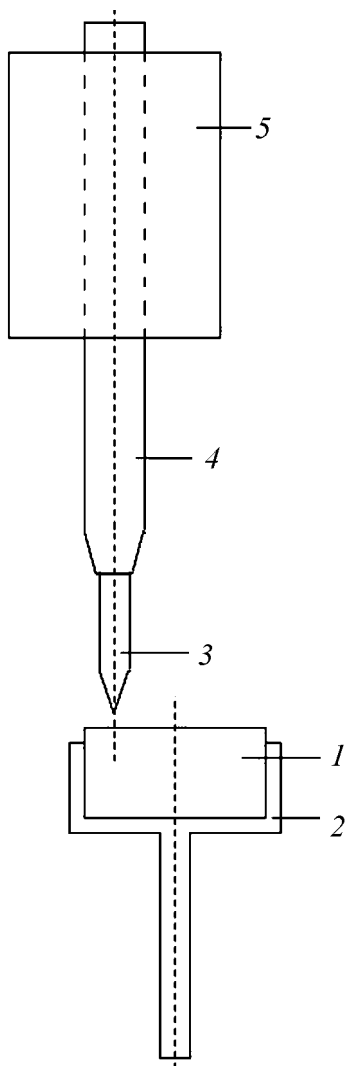


Рис. 2. Схема комірки установки УІМВ-1 [3]: 1 – диск зі зразками синтетичного алмазу, 2 – тримач диска зі зразками, 3 – алмазний індентор Берковица, 4 – шток, який з’єднує важки з індентором, 5 – тягарці масою 50–1000 г

На запресованих таким чином кристалах синтетичного алмазу типу *Пb*, вирощених методом температурного градієнта, проводили дослідження методом локального навантаження жорстким індентором. За допомогою цього методу було отримано значення твердості по Мейєру, розраховано пружну, пластичну та загальну деформацію, границю текучості, побудовано криву деформації алмазу даного типу [4].

Диски виготовляли з термостійких матеріалів – нітриду алюмінію, оксиду магнію та оксиду цирконію з використанням зв’язуючого на основі силікатного клею. Порошки цих матеріалів зернистістю 40–100 μm змішували зі зв’язкою та формували шляхом пресування при тиску 0.2–0.3 ГПа в циліндричній прес-формі діаметром 15 mm. Після спресування витримували при $t = 900^\circ\text{C}$ з попередньою сушкою при 110–120 $^\circ\text{C}$.

Пластинки, виготовлені з оксиду магнію, після термічної обробки зазнали руйнування, тому цей матеріал одразу вилучили з подальших експериментів.

Для досліджень з визначення міцності на стискання було обрано диски з AlN та ZrO₂.

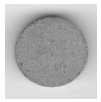
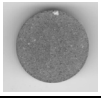
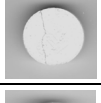
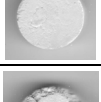
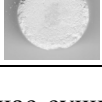
Руйнівне навантаження, яке прикладалося до зразків з оксиду цирконію, не перевищувало 1 kN. Якість виготовлених зразків не дозволяла отримати більш точні значення руйнівного зусилля і визначити величину R_{compr} . Навантаження, яке прикладали до зразків з нітриду алюмінію, в середньому становило 27.05 kN. Міцність на стискання зразків, виготовлених з AlN, досягало $R_{\text{compr}} = 160 \text{ MPa}$.

Дані з температурної сушки й термообробки, міцності на стискання, а також зовнішній вид дисків з нітриду алюмінію, оксиду магнію та оксиду цирконію наведено в таблиці.

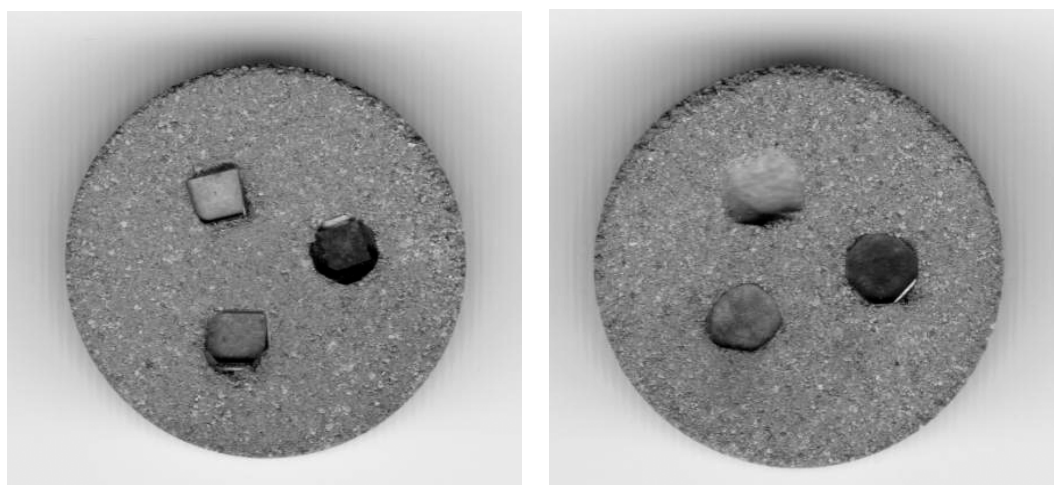
Після проведення досліджень було зроблено висновок про те, що запресовувати алмази для подальших досліджень найбільш доречно у підложку-утримувач, виготовлену з нітриду алюмінію. Після попереднього спресування диска нітриду алюмінію зразки алмазів розміщували так, щоб центр зразка збігався з віссю індентора. З метою збільшення міцності диска його формували із запресованими в ньому алмазами з гранями (100), які збігаються з верхньою поверхнею диска (рис. 3).

Таблиця

Параметри термічної обробки дисків із термостійких матеріалів

Матеріал	№ зразка	τ_1	τ_2	τ_3	P , kN	Зображен- ня зразків
		h				
AlN	1-1	12	12	10	25.6	
	1-2				28.5	
MgO	2-1				-	
	2-2					
ZrO ₂	3-1				1	
	3-2				0.9	

Примітки. τ_1 – час витримки зразків при кімнатній температурі; τ_2 – час сушки при 110–120°C; τ_3 – час відпалу при 900°C; P – навантаження при випробуванні на міцність.



а

б

Рис. 3. Зображення зразків алмазів, запресованих у підложку-утримувач із нітриду алюмінію

Таким чином, в результаті проведених досліджень було підібрано ма-
теріал для виготовлення підложок-утримувачів, розроблено спосіб
закріплення в них зразків синтетичного алмазу, що дозволило успішно про-

води вимірювання твердості при високих (до 900°C) температурах. Встановлено, що після циклічного багаторазового нагрівання й охолодження підложка не зазнає руйнування.

1. М.М. Алексюк, Механические испытания материалов при высоких температурах, Наукова думка, Киев (1980).
2. *Сверхтвердые материалы*. Получение и применение, Т. 1. Синтез алмаза и подобных материалов, А.А. Шульженко (ред.), ИСМ им. Бакуля, ИПЦ «Алкон» НАНУ, Киев (2003).
3. Н.Т. Гудцов, М.Г. Лозинский, ЖТФ **22**, 1249 (1952).
4. Ю.В. Мильман, Е.М. Пидгорнюк, А.Н. Катруша, С.И. Чугунова, А.А. Голубенко, С.А. Ивахненко, Сверхтвердые материалы № 5, 37 (2012).

О.М. Suprun, I.S. Bilousov, А.М. Katrusha, О.О. Zanevskii

SELECTION OF THE SUBSTRATE MATERIAL FOR THE HOLDERS OF DIAMOND SINGLE CRYSTALS AT THE MEASUREMENTS OF HIGH-TEMPERATURE HARDNESS

The study of the mechanical properties is important because it allows establishing the effect of growth features: the composition of growth system, the temperature, the amount and the type of impurities.

To test mechanical properties, diamond samples of 2–4 mm in size and 0.1–0.16 ct in weight were used, being obtained by the method of temperature gradient. The tests were performed at the temperature of 900°C in UIMB-1 plant [1]. The problem was fixing of the samples by a holder of 5 mm in height and 15 mm in diameter. The samples were decided to be fixed in ceramic disks.

Thermally stable materials (aluminum nitride, manganese oxide, zirconia) were selected for producing the substrate. The powders of these materials were mixed with the silicate-based binder and pressed under the pressure of 0.2–0.3 GPa in a cylindrical mould. After the pressing, the plates were allowed at the room temperature and sintered at 900°C.

The plates made of manganese oxide were destroyed and eliminated from the succeeding tests. Compressive strength of the AlN and ZrO₂ plates was measured. The breaking load of the ZrO₂ samples did not exceed 1 kN. The quality of the samples did not allow evaluation of R_{compr} . The loading of the AlN samples was 27.05 kN and the compressive strength reached $R_{\text{compr}} = 160$ MPa. Naturally, a conclusion was made that the aluminum nitride substrate is the proper material for diamonds to be pressed in.

So, the material of the substrates was selected where the crystals of synthetic diamonds should be pressed in. This fact provided successful measurements of the hardness at high temperatures [2].

Keywords: diamond, microhardness, mechanical properties, identification, aluminium nitride

Fig. 1. Diamond single crystals: *a* – type IIb, weight 0.1 ct; *b* – type Ib, weight 0.16 ct; *c* – type Ia, weight 0.14 ct

Fig. 2. The cell design for YIMB-1 [3]: 1 – disk with synthetic diamond samples, 2 – holder of the disk with the samples, 3 – Berkovich diamond indenter, 4 – rod, which connects weights with the indenter, 5 – sinkers of 50–1000 g in weight

Fig. 3. Diamond samples pressed into the aluminum nitride substrate-holder