

*Д.А. СТРАТИЙЧУК*, канд. техн. наук, ст. научн. сотруду.;

*А.Н. КАТРУША*, канд. техн. наук, научн. сотруду.;

*И.П. ФЕСЕНКО*, докт. техн. наук, ст. научн. сотруду.;

*Т.И. СМИРНОВА*, канд. техн. наук, ст. научн. сотруду.,

ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, Киев

## **ИЗУЧЕНИЕ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО ДИСПЕРГИРОВАНИЯ AlN, КАК СРЕДЫ, ПЕРЕДАЮЩЕЙ ДАВЛЕНИЕ ПРИ ТЕРМОБАРИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ СИНТЕТИЧЕСКИХ АЛМАЗОВ**

В роботі розглянуто процеси подрібнення мікропорошку AlN шляхом диспергування твердосплавними шарами в низькоенергетичному активаторі без використання рідких середовищ. Згідно даних гранулометричного аналізу та SEM мікроскопії простежено залежність середнього розміру частинок та їх морфології від тривалості диспергування. Також, на кінцевій стадії диспергування була приготовлена суміш AlN/графіт, використання якої дозволило провести термобаричну обробку алмазних кристалів з метою покращення їх фізичних характеристик.

В работе рассмотрены процессы измельчения микропорошка AlN путём диспергирования твёрдосплавными шарами в низко-энергетическом активаторе без использования жидких сред. Согласно данным гранулометрического анализа и SEM микроскопии, изучена зависимость среднего размера частиц и их морфологии от продолжительности диспергирования. Также, на конечной стадии диспергирования была приготовлена смесь AlN/графит, использование которой позволило провести термобарическую обработку алмазных кристаллов с целью улучшения их физических характеристик.

The processes of grinding of AlN micropowder by its dispersing with carbide balls in the low-energy activator without fluids was discussed in the paper. According to data of the particles size analysis and SEM microscopy, the dependence of the average particle size and their morphology on the duration of grinding was determined. A mixture of AlN/graphite was prepared at the final stage of the dispergation. This mixture use allows to perform thermobaric treatment of diamond crystals in order to improve their physical characteristics.

Для изготовления композиционных материалов из тугоплавких соединений важное значение имеет приготовление гомогенных смесей, что в конечном итоге обеспечивает изотропность свойств получаемых изделий [1, 2].

Основная масса карбидных, нитридных и боридных порошков производится карботермическим или иным высокотемпературным способом [3, 4], а конечный продукт зачастую представлен грубоагломератным составом.

Данное исследование является частью научно-поисковой работы по выбору оптимальной среды, передающей давление, для использования в технологии термобарической обработки монокристаллов синтетического алмаза.

Разработанная методика обработки предполагает одновременное воздействие на монокристаллы высокого давления до 10 ГПа и температуры до 2400 °С с целью создания и трансформации в них примесных центров окраски. В связи с высокой стоимостью некоторых объектов такой обработки удачный выбор среды контактирования с поверхностью алмаза определяет в конечном счёте продуктивность и общую себестоимость всей технологии за счет исключения случаев разрушения монокристаллов при обработке. Нитрид алюминия в виду своей высокой термостойкости, химической инертности по отношению к углероду, а также высоких упругих модулей является универсальным исходным материалом при работе с алмазным сырьём. В представленной работе рассмотрены процессы измельчения порошка нитрида алюминия в низкоскоростном смесителе с целью получения однородной по гранулометрическому составу смеси AlN/графит. В качестве исходного материала был выбран порошок AlN с средним размером частиц 47 мкм. Гранулометрические исследования порошков AlN проводили с помощью установки LMS-30 (SEISHIN ENTERPRISE, Япония).

Установка LMS-30 проводит анализ распределения частиц по размерам на основе дифракции и рассеяния излучения лазера, что позволяет измерять частицы размером от 0,1 до 1000 мкм. Для калибровки установки применяли эталонную пластину PPGP (Particle Pattern Glass Plate), благодаря чему получили результаты, близкие к абсолютному значению размера частиц. Для диспергирования пробы порошка использовали ультразвуковой осциллятор.

Электронномикроскопические исследования проводились на микроскопе фирмы Zeiss.

Типичное SEM- изображение исходного AlN приведено на рис. 1.

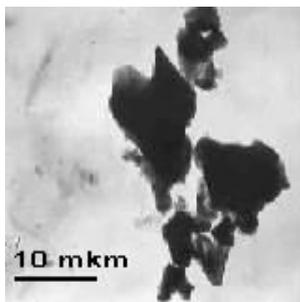


Рис. 1. SEM изображение исходного AlN

Процесс размол осуществлялся в цилиндрическом смесителе объёмом 5000 мл, стенки которого изготовлены из высококачественной легированной стали на основе никелевых и титановых сплавов. Размольными телами служили твёрдосплавные шары (ВК6), средний размер которых составлял 12 мм.

Размол осуществляли без использование жид-

ких сред в атмосфере воздуха, соотношение порошок/размольное тело был выбран 1/3. Время размола составляло от 1 до 12 часов, в промежутках которого периодически изымались пробы для анализа.

Перед проведением исследований в смесителе была предварительно размолота нулевая партия AlN с целью шаржирования стенок барабана и размольных тел, что позволило снизить количество намола при проведении экспериментов.

На рис. 2 и рис. 3 показано данные гранулометрического состава в зависимости от времени размола.

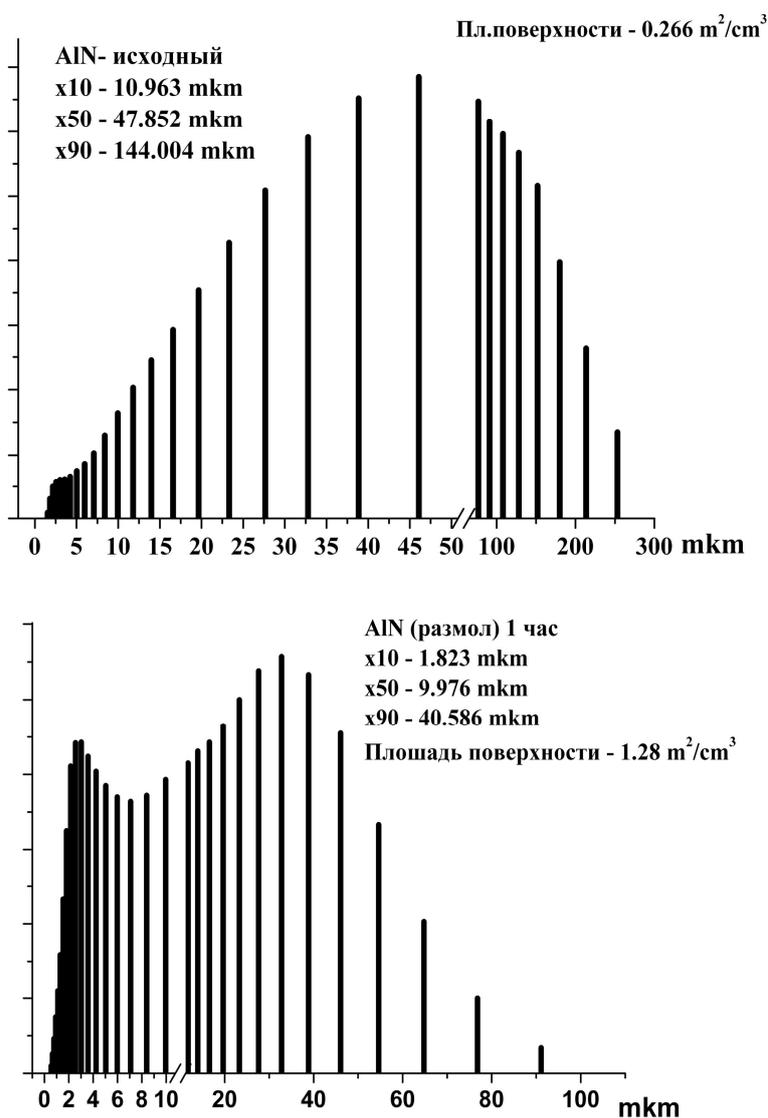


Рис. 2. Зависимость гранулометрического состава от времени размола

Анализируя полученные данные, видно, что количество крупной фракции резко уменьшается уже при первом часе размола, а средний размер частиц снижается в пять раз.

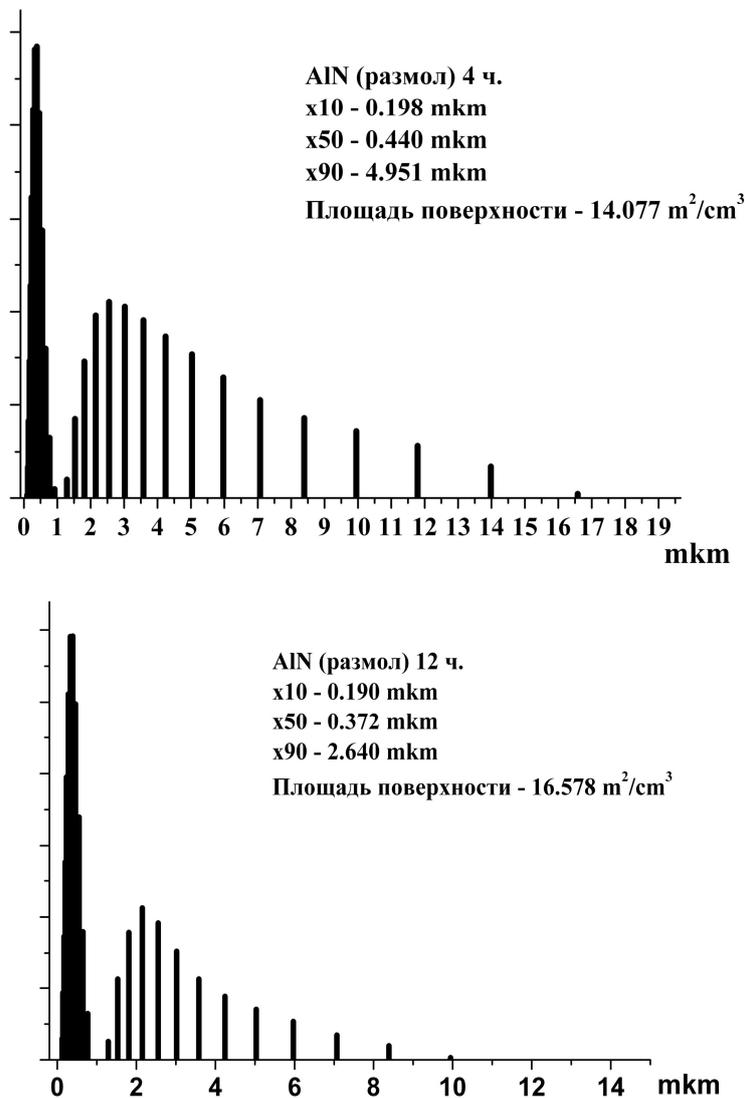


Рис. 3. Зависимость гранулометрического состава от времени размола

В дальнейшем происходит выравнивание гранулометрического состава, что свидетельствует о стадии насыщения системы.

На рис. 4 (а) показаны зависимости среднего размера частиц и поверхности от времени размола.

Как видно из графиков, стабилизация системы происходит на 3-м часу размола и дальнейшее диспергирование лишено экономической целесообразности.

Используя энергодисперсионную насадку при анализе морфологии поверхности, был также проведён элементный анализ исходного AIN и последующих размольных проб.

На рис. 4 (б) показана зависимость содержания Si, Fe, W в отобранных порошках.

Как видно из зависимостей, период насыщения для данной системы

продолжается до 4-х часов, достигая максимума для вольфрама на уровне 0,54 масс. %.

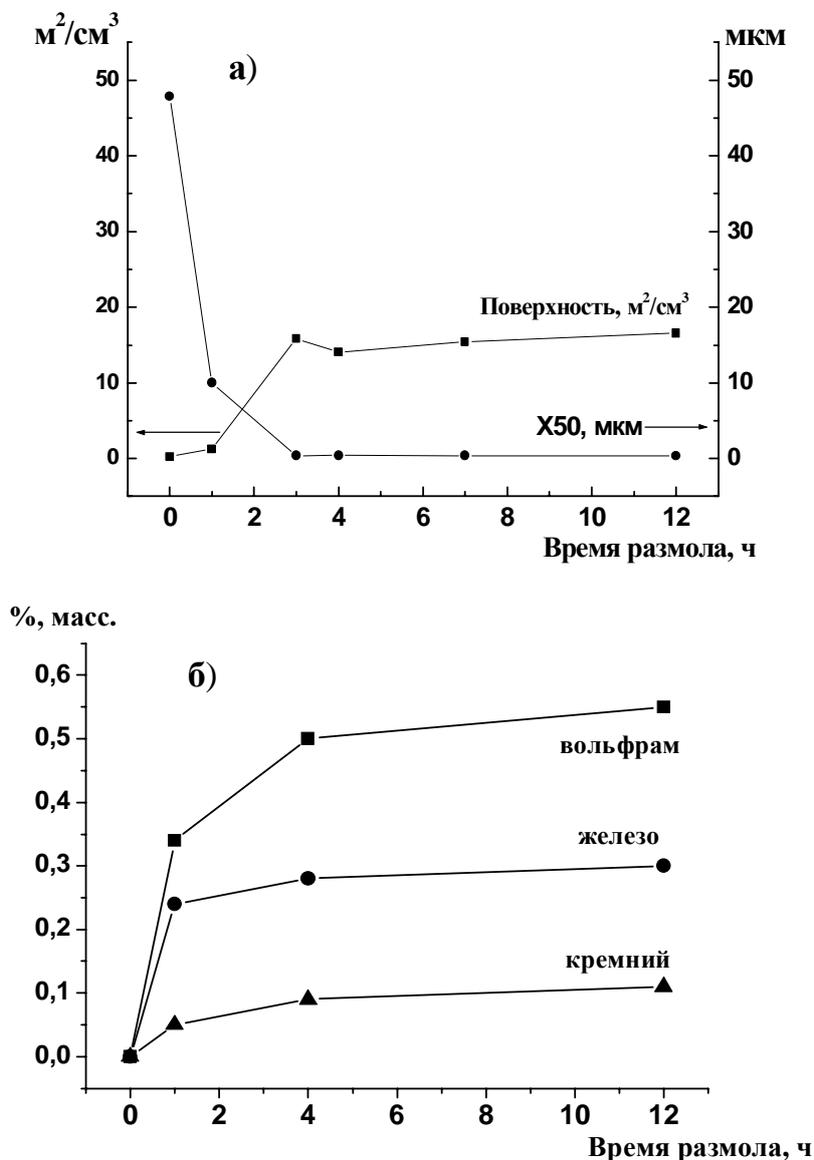


Рис. 4. Зависимость среднего размера частиц ( $\times 50$ ), площади поверхности и примесей намола от времени диспергирования

Полученные таким образом данные хорошо согласуются с результатами гранулометрических исследований, показывая, что процессы активного размола происходят на протяжении первых 3 – 4-х часов.

Общая энергонасыщенность системы составляла 2,5 Вт на 1 г AlN.

Также было проведено изучение морфологии частиц нитрида алюминия в зависимости от времени диспергирования.

На рис. 5 показаны микрофотографии порошковых проб: исходного AlN

(а), после 20 мин (б), 1 часа (в) и 4-х часов (г) размола.

Как видно из представленных изображений, на первых стадиях происходит размельчение крупных агрегатов с появлением мелкой составляющей, количество которой стремительно увеличивается.

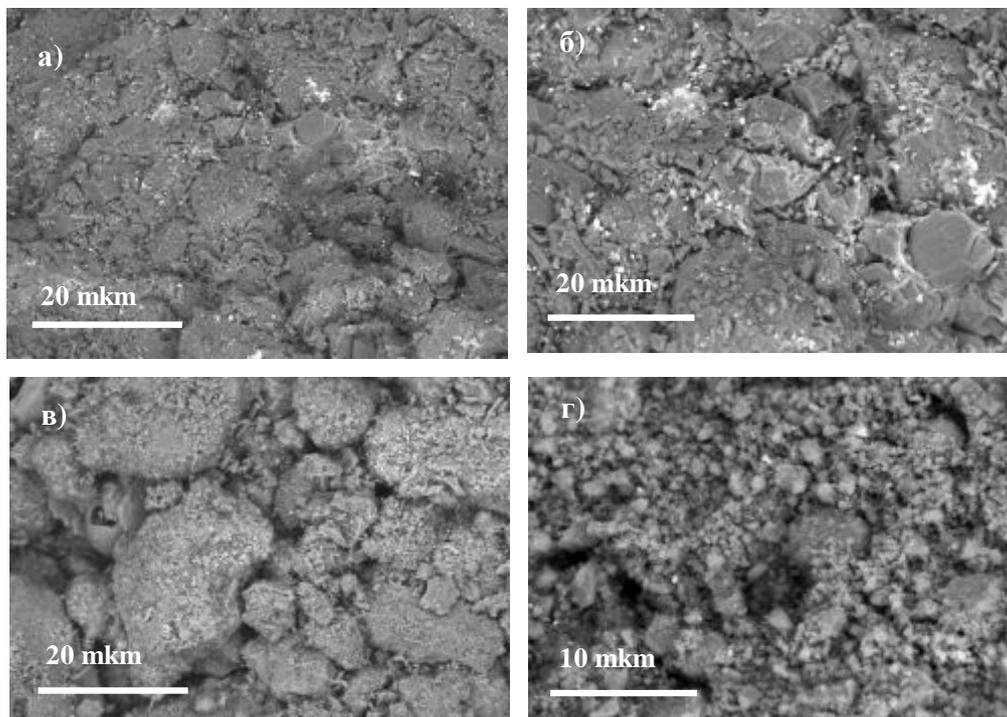


Рис. 5. SEM-изображение порошка AlN после размола:  
а) исходный, б) после 20 мин., в) 1 ч и г) 4 ч размола.

В конечном продукте (когда система достигает дисперсионного максимума) практически отсутствуют крупные агломераты.

Следует отметить хорошую согласованность двух методов исследования: гранулометрию посредством рассеивания лазерного луча и непосредственного наблюдения за размерами частиц при большом увеличении.

Также меняется внешняя форма частиц от остроугольной исходной (рис. 1) к скоплению мелкозернистых агломератов продолговатой и сферической формы.

Всё это позволяет получить исходный порошок, который не содержит множество остроугольных форм, способных повредить поверхности алмазных кристаллов.

Следует отметить, что другие способы размола, а именно высокоэнергетические в планетарном активаторе, не позволяют достичь таких особенностей внешней морфологии.

В дальнейшем, в полученную смесь, после 4-х часов размол, добавлялось определённое количество чешуйчатого графита (ГСМ-1) и дополнительным 3-х часовым смешиванием была получена гомогенная AlN/графит смесь.

Проводя дополнительные электронномикроскопические исследования, было показано, что средний размер частиц AlN после добавления графита не претерпевает изменений, а в результате размол происходит только интенсивное смешивание и распределение мягкой графитовой фазы среди высоко-модульного AlN.

Таким образом, проведя низкоэнергетический размол в стальном смесителе, используя твёрдосплавные размольные тела, была получена токопроводящая резистивная смесь AlN/графит, в которой мелкие частички нитрида алюминия равномерно распределены в графитовой пластичной матрице.

Эта смесь была использована в качестве среды, передающей давление и непосредственно контактирующей с алмазными кристаллами.

В результате проведения термобарической обработки монокристаллов алмаза в такой среде установлено, что при заданных параметрах обработки ( $p = 10$  ГПа и  $T = 2300$  °С) поверхностной графитизации не возникает, разрушения кристаллов не зафиксировано.

**Список литературы:** 1. Бальшин М.Ю. Основы порошковой металлургии / М.Ю. Бальшин, С.С. Кипарисов. – М.: Металлургия, 1978. – 184 с. 2. Елютин В.П. Высокотемпературные материалы / [В.П. Елютин, В.Н. Костиков, Б.С. Лысов и др.]. – М.; Л.: Наука, 1973. – 464 с. 3. Кислый П.С. Спекание тугоплавких соединений / П.С. Кислый, М.А. Кузенкова. – К.: Наук. думка, 1980. – 167 с. 4. Гнесин Г.Г. Бескислородные керамические материалы / Г.Г. Гнесин. – К.: Техника, 1987. – 151 с.

*Поступила в редакцию 21.06.11*