

## КОНФЕРЕНЦИИ И СИМПОЗИУМЫ

**Сверхтвёрдые композиты на основе алмаза:  
новые подходы в синтезе и перспективы применения**

В.П. Филоненко, И.П. Зибров, А.С. Анохин, Е.В. Кукуева

*Представлены экспериментальные результаты синтеза в условиях высоких давлений и температур (НРНТ) алмазоподобного нитрида бора (сBN) и алмаза с высокой концентрацией точечных дефектов. Наличие активных флюидов позволяет получать сBN с содержанием углерода до 10%. Концентрация бора в реиётке алмаза составляет около 2%, а число вакансий в два раза выше. Количество и позиции атомов замещения уточнялись с помощью метода Ритвельда. НРНТ-синтез с участием флюидных фаз использован при реакционном спекании алмазных микропорошков с целью получения сверхтвёрдых композитов. Для изучения микроструктуры и границ раздела применялась просвечивающая и растровая электронная микроскопия. Тестирование износостойкости новых композитов алмаз-сBN подтвердило хорошие перспективы их применения в различных практических приложениях.*

**Ключевые слова:** алмаз, нитрид бора, сверхтвёрдые композиты, высокие давления, спекание, точечные дефекты, рентгеновский анализ, электронная микроскопия

PACS numbers: 81.10. -h, 89.20.Bb

DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNr.2018.04.038403>**Содержание**

1. Введение (217).
  2. Синтез алмазоподобных кристаллов в системе В–С–N (218).
  3. Реакционное спекание алмазных порошков (221).
  4. Заключение (222).
- Список литературы (222).

**1. Введение**

От момента первого успешного синтеза алмазных микрокристаллов в условиях высоких давлений и температур (High Pressure, High Temperature — НРНТ) прошло более полувека. За это время развиты способы получения монокристаллов массой в несколько десятков карат, алмазных плёнок и пластин с использованием различных методов осаждения углерода из газовой фазы. Но самым масштабным остаётся промышленный синтез алмазов в виде частиц размером до 1 мм. Согласно отчёту "Рынок синтетических алмазов — глобальный отраслевой анализ, размер, доля, рост, тенденции и прог-

ноз 2015–2023" (<https://www.transparencymarketresearch.com/synthetic-diamond-market.html>) мировой рынок синтетических алмазов в 2014 г. составил 15,7 млрд долларов, а к 2023 г. ожидается его рост до 28,8 млрд долларов.

Алмазные микропорошки могут использоваться в качестве свободного абразива или как материал для получения композитов методами спекания. Процесс консолидации микрочастиц алмаза следует проводить при высоких давлениях, при которых алмаз является термодинамически стабильной фазой. Диапазон давлений, приемлемый для массового воспроизводства на аппаратах различных типов, составляет 5–8 ГПа. Однако даже в этих условиях связывание микроалмазов в прочный компакт (плотный однофазный поликристаллический материал) невозможно из-за графитизации их поверхности. Поэтому при спекании микроалмазов используются различные добавки. По принципу воздействия их можно разделить на две основные группы. К первой следует отнести металлы группы железа (Fe, Co, Ni) и марганец, обладающие каталитической активностью фазового перехода графит–алмаз. Высокая растворимость углерода в расплавах этих элементов даёт возможность графитизированному поверхностному слою растворяться и повторно осажаться в виде алмаза, образуя прочные связи между частицами. Базовые методы получения алмазных композитов с металлической связкой представлены в работах [1–3]. Они развивались в двух вариантах: спекание гомогенных порошковых смесей или инфильтрация в алмазный слой металлического расплава из твердосплавной (WC–Co) подложки. Улучшение комплекса физико-механических свойств таких композитов достигалось за счёт уменьшения

**В.П. Филоненко, И.П. Зибров.** Институт физики высоких давлений им. Л.Ф. Верещагина РАН, Калужское шоссе 14, 108840 Троицк, Москва, Российская Федерация  
E-mail: [filv@hppi.troitsk.ru](mailto:filv@hppi.troitsk.ru)

**А.С. Анохин.** Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Ленинский просп. 49, 119991 Москва, Российская Федерация

**Е.В. Кукуева.** Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", пл. Академика Курчатова 1, 123182 Москва, Российская Федерация

Статья поступила 1 августа 2018 г.

алмазных частиц [4] и снижения количества металлической связки [5].

Второй подход связан с добавкой к алмазу компонентов, например кремния и титана, которые в результате химического взаимодействия образуют тугоплавкие карбиды. Кремний получил наибольшее распространение, поскольку его температура плавления под давлением снижается, а карбид кремния имеет алмазоподобную решётку. Композиты алмаз–карбид кремния выгодно отличаются от алмазных поликристаллов с металлической связкой высокой термической устойчивостью. Они могут выдерживать в течение нескольких часов температуру до 1200 °С, в то время как стойкость алмазных композитов с металлами ограничивается температурами около 700 °С. Однако в керамических материалах алмаз–карбид практически отсутствуют связи алмаз–алмаз, что приводит к повышению их хрупкости и, как следствие, снижению износостойкости. Для улучшения комплекса физико-механических и эксплуатационных характеристик используют исходные компоненты и методы консолидации, обеспечивающие наноструктурированность композитов алмаз–SiC. Так, в работе [6] показано, что после обработки в шаровой мельнице и спекания порошковых смесей алмаза с кремнием вязкость разрушения алмазного композита увеличивается на 50 % при уменьшении размера кристаллитов карбида кремния от 10 мкм до 20 нм.

Плотная и полностью нанокристаллическая алмазная керамика была синтезирована путём инфильтрации жидкого кремния в слой из наноалмазов при давлении около 8 ГПа и температурах до 2000 °С. Твёрдость такого нанокompозита была выше 50 ГПа [7].

В публикации [8] даны свойства алмазных композитов, синтезированных при давлении  $\approx 8$  ГПа и температуре около 2070 К. В качестве исходных смесей использовались алмазные порошки, карбид кремния и карбид титана. В спечённом композите кристаллы алмаза были разделены тонкими прослойками связки с размерами частиц менее 0,5 мкм. Предпочтительными для практического применения оказались композиты со связкой  $Ti_3SiC_2$ , так как они показали самую высокую износостойкость.

Рекордные показатели твёрдости для алмазных поликристаллов были получены при реализации объёмного превращения в алмаз графитовой заготовки. При полном фазовом переходе графит–алмаз образуется прозрачный нанополукристаллический компакт, твёрдость которого превышает 100 ГПа [9]. Для получения такого материала использовался многопуансонный аппарат с модулем Каваи [10]. Но термобарические режимы, необходимые для этого процесса ( $\approx 15$  ГПа,  $\geq 2000$  °С), позволяют синтезировать только уникальные лабораторные образцы без возможности их масштабирования.

Вторым сверхтвёрдым материалом является алмазоподобный нитрид бора. По твёрдости он уступает алмазу, но имеет ряд преимуществ в термической стойкости и инертности к металлам группы железа. Прямой переход графитоподобной модификации нитрида бора в алмазоподобную происходит при более мягких термобарических параметрах. Например, объёмная трансформация цилиндрических образцов пиролитического нитрида бора с гексагональной решёткой в кубическую структуру реализуется при давлении около 8 ГПа и

температурах 1600–1800 °С. При повышении давления размеры зёрен нитрида бора в компакте уменьшаются от субмикрометровых до наноразмерных. В работе [11] показано, что при использовании давлений 18–20 ГПа кристаллиты нитрида бора имеют размеры около 50 нм.

Сверхтвёрдые компакты из нитрида бора без активирующих добавок могут быть также получены спеканием смесей высокодисперсных монокристаллических порошков кубической фазы (cBN) и нанополукристаллических частиц вюрцитной модификации (wBN) [12]. Для достижения требуемой прочности спекание необходимо проводить при термобарических параметрах, которые предотвращают обратный фазовый переход в графитоподобную фазу на межзёренных границах и в порах компакта.

Поскольку сверхтвёрдые материалы из алмазоподобного нитрида бора могут быть получены при давлениях 6–8 ГПа, представляется перспективным использовать различные варианты добавки нитрида бора в качестве связки для спекания микроалмазов. При синтезе таких композитов необходимо обеспечить подавление графитизации и формирование прочных связей кристаллов алмаза между собой и с нитридом бора. Однако задача получения сверхтвёрдых композитов алмаза с нитридом бора до сих пор не решена из-за низкой диффузионной активности компонентов при параметрах спекания.

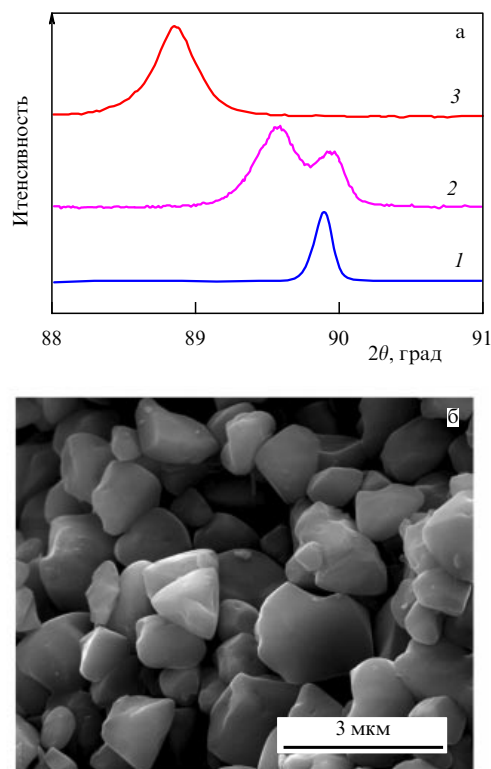
Поэтому целью настоящего исследования являлась разработка новых подходов для получения сверхтвёрдых композитов на основе алмаза в системе B–C–N. В статье представлены результаты по синтезу и анализу порошков нитрида бора с высокой концентрацией точечных дефектов и их роль в формировании структуры при спекании микро- и наноалмазов.

## 2. Синтез алмазоподобных кристаллов в системе B–C–N

Синтез проводился в камерах высокого давления типа "тороид", представляющих собой две соосные твердосплавные наковальни со специальным профилем, скреплённые стальными кольцами [13]. Между наковальнями помещалась и сжималась ячейка из литографского камня. Калибровку камер по давлению проводили в предварительных экспериментах по фиксации фазовых переходов в висмуте, а для измерения температуры в ячейку вводили хромель–алюмелевую или вольфрам–рениевую термопару. Рабочий объём разогревался пропусканием переменного тока через цилиндрический графитовый нагреватель. Синтез проводили на специализированной прессовой установке усилием 2000 тс (тонна-сила), оснащённой системой программируемого управления мощностью на базе рабочей станции Advantech AWS-8129.

В качестве исходных материалов использовали порошки синтетических алмазов размерами около 10 мкм и около 0,1 мкм, полученные дроблением более крупных кристаллов, а также порошки бора, меламин ( $C_3N_6H_6$ ) и нитрида углерода со стехиометрией  $C_3N_4$ .

Для рентгенофазового анализа образцов использовали дифрактометр Huber (излучение  $CuK_{\alpha 1}$ ). Изучение исходных компонентов и микроструктуры сколов проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа FEI HELIOS NanoLab 660 и просвечивающих электронных микроскопов JEM-2100 JEOL и FEI Tecnai G2 F20.



**Рис. 1.** Анализ алмазоподобных кристаллов, синтезированных в системе В–С–N. (а) Участок дифрактограммы в области пика 311 алмазоподобных образцов  $sBC_xN$  ( $\theta$  — угол дифракции рентгеновского излучения): 1 — нитрид бора, 2 — образец из смеси меламина с 50 % бора, 3 — образец из смеси нитрида углерода с 50 % бора. (б) Морфология кристаллов  $sBC_xN$  из смеси меламина с бором.

Рамановские спектры получали при комнатной температуре с использованием спектрометра TriVista 555.

Ранее было установлено, что при термобарической обработке смесей нитрида углерода или меламина с бором образуются кристаллы  $sBC_xN$  с алмазной решёткой. Кубическая фаза, включающая бор, азот и углерод, имеет структуру сфалерита (пространственная группа F-1m). Параметр решётки кристаллов  $sBC_xN$  изменяется в некотором интервале. В случае использования для синтеза меламина параметр решётки  $sBC_xN$  близок к параметру нитрида бора, а из смесей бора с нитридом углерода формируются кристаллы, ячейка которых может быть увеличена на 1 % (рис. 1а). Морфология и размеры частиц (рис. 1б) зависят от исходного состава смесей и термобарических параметров синтеза.

Уточнение структуры по рентгеновским данным [14] показало, что атомы бора и азота занимают в решётке разные позиции, как в кубическом нитриде бора, а углерод распределяется статистически. Максимальное значение параметра решётки (3,65515 Å) имели кристаллы, синтезированные из наносферической модификации  $C_3N_4$ . Результат уточнения структуры таких кристаллов по рентгеновским данным приведён в таблице. Для сравнения была уточнена структура кубического нитрида бора, полученного при аналогичных *P-T*-параметрах из смеси бора с азидом натрия ( $NaN_3$ ).

Согласно уточнению состав кристаллов алмазоподобной фазы соответствует формуле  $B_{0,918}C_{0,139}N_{0,943}$ . Поскольку в наносферическом нитриде углерода содержалось около 15 % хемсорбированного кислорода, он

**Таблица.** Результаты уточнения структуры кристаллов с решёткой сBN

Химическая формула	BN	$B_{0,918}C_{0,139}N_{0,943}$
Пространственная группа	F-43m	F-43m
Число атомов в ячейке <i>Z</i>	4	4
Молекулярный вес	99,341	99,247
Параметр ячейки <i>a</i> , Å	3,616915(4)	3,65515(3)
Объём ячейки <i>V</i> , Å <sup>3</sup>	47,317(0)	48,833(1)
Плотность <i>d</i> (вычисленная), г см <sup>-3</sup>	3,486	3,375
Полнопрофильный анализ — GSAS*		
<i>R<sub>F</sub></i>	0,0112	0,0575
<i>R<sub>P</sub></i>	0,0363	0,033
<i>R<sub>WP</sub></i>	0,0607	0,0429

\* GSAS — General Structure Analysis System [15].  
*R<sub>F</sub>* — структурный фактор достоверности,  
*R<sub>P</sub>* — профильный фактор достоверности,  
*R<sub>WP</sub>* — взвешенный профильный фактор достоверности.

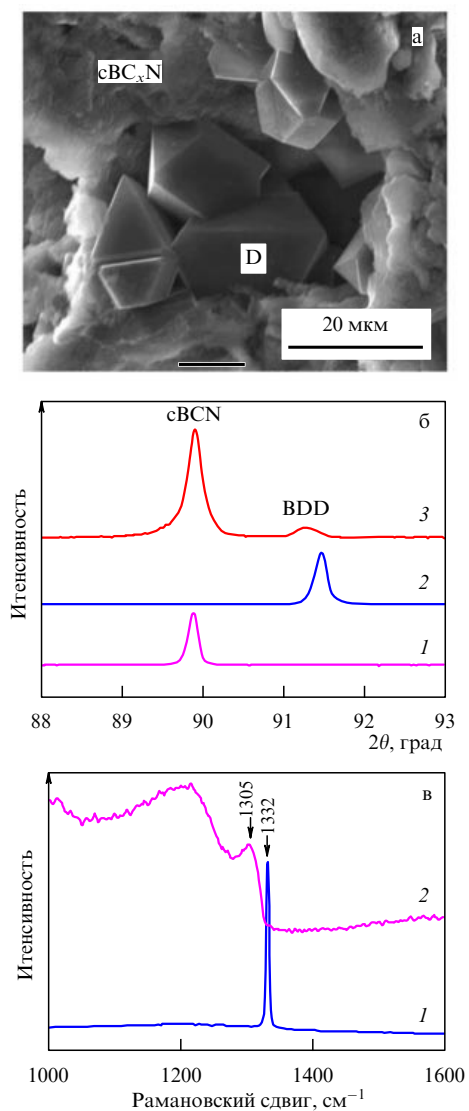
был введён в программу уточнения. Было показано, что кислород не может замещать бор, поскольку в этом случае получается отрицательное значение занятости, а может находиться только в позициях азота. Количество кислорода в решётке составило около 4 ат. %, поэтому реальный состав кристаллов с максимальным размером элементарной ячейки должен быть представлен формулой  $B_{0,92}C_{0,14}N_{0,86}O_{0,08}$ .

С целью подтверждения роли кислорода в увеличении параметра решётки была проведена серия экспериментов с варьированием составов исходных смесей, результаты которых подтвердили предположение об определяющем влиянии кислорода на увеличение элементарной ячейки. Причём для значимого занятия кислородом позиций азота в базовой решётке нитрида бора необходимо выполнение двух условий: высокое парциальное давление кислорода в реакционном объёме камеры высокого давления при одновременном дефиците азота по отношению к бору.

В работе [16] показано, что на начальном этапе реакционного взаимодействия меламина с бором формируются кристаллы с графитоподобной структурой. Можно предположить, что замещение бора и азота углеродом и кислородом реализуется именно на этой стадии и сохраняется при трансформации решётки в алмазоподобную. Такое предположение подтверждается результатами работы [17]. Её авторы развили методику ТЕМ-анализа<sup>1</sup> с идентификацией единичных атомов. При изучении бислоя легированного нитрида бора углерод был зафиксирован в виде пар соседних атомов и бензольного кольца (замещение атомов бора и азота), а кислород — только в позициях азота.

При использовании для синтеза смесей с высоким содержанием нитрида углерода или меламина избыточный углерод кристаллизуется в виде графитовых дисков или алмазных кристаллов. Как правило, алмазные частицы имеют хорошую огранку и размеры до 20 мкм (рис. 2а). Рентгеновский анализ нескольких образцов

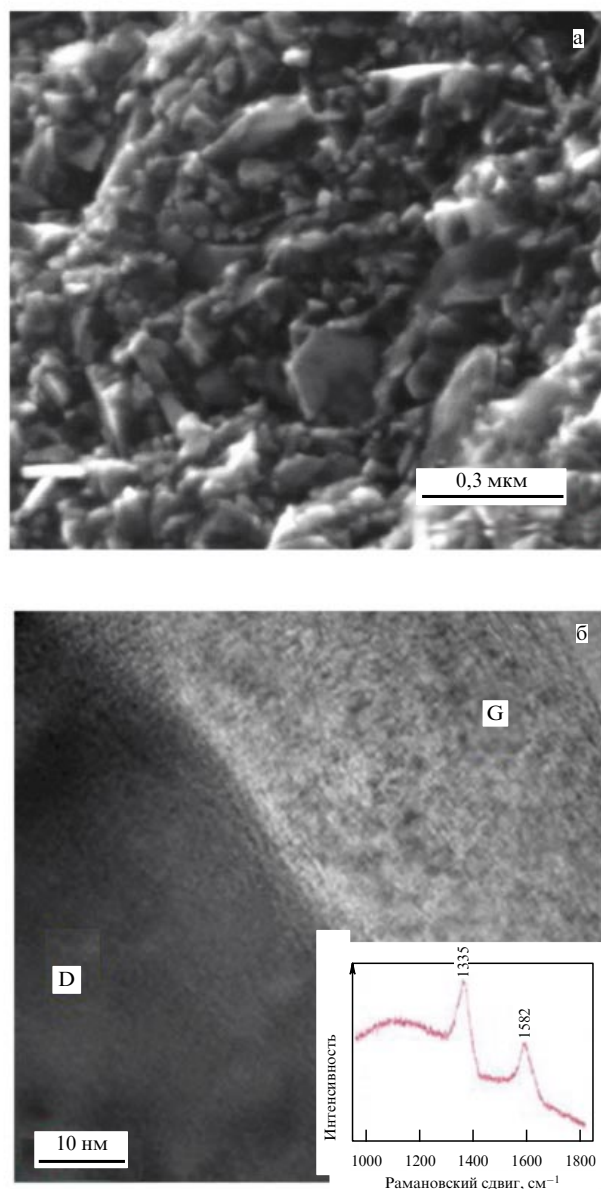
<sup>1</sup> ТЕМ (Transmission Electron Microscopy) — просвечивающая электронная микроскопия.



**Рис. 2.** Анализ кристаллов алмаза, легированного бором. (а) Морфология кристаллов. (б) Дифрактограммы порошков: 1 — cBN, 2 — алмаз, 3 — порошок, синтезированный из смеси меламина с бором. (в) Рамановские спектры: 1 — алмазный микропорошок, 2 — легированный бором алмаз (BDD).

показал, что параметр решётки таких кристаллов превышает  $3,570 \text{ \AA}$  (для нелегированного алмаза  $a = 3,567 \text{ \AA}$ ). Количество алмаза, образующегося при синтезе  $cBC_xN$ , невелико, а его пики на дифрактограммах уширены (рис. 2б). Поэтому анализировать структурные особенности алмазной фазы с помощью рентгеновских методов достаточно сложно. Высокую концентрацию бора в этих кристаллах алмаза подтверждают рамановские спектры, которые отличаются от спектров обычного алмаза сильным смещением алмазной линии (с  $1332 \text{ см}^{-1}$  до  $1304\text{--}1305 \text{ см}^{-1}$ ) и появлением в спектре новых широких полос (рис. 2в), связанных с большим количеством точечных дефектов. Подробно особенности рамановских спектров алмазов, сильно легированных бором, проанализированы в работе [18].

Известно, что изменение параметра решётки алмаза связано с замещением углерода бором. Максимальное увеличение ячейки зафиксировано в работах [5, 19], где в результате фазового перехода графит–алмаз формиро-



**Рис. 3.** Микроструктура компакта из субмикронного порошка алмаза. (а) SEM-изображение скола (SEM (Scanning Electron Microscopy) — растровая электронная микроскопия). (б) Графитоподобная плёнка на поверхности алмазного кристалла (на вставке — рамановский спектр скола).

вались поликристаллы с параметрами ячейки  $3,574\text{--}3,577 \text{ \AA}$ . Содержание бора в решётке алмаза оценивалось в 3–4 ат. %. Нами были синтезированы сильно легированные бором микрокристаллы алмаза из смесей наноразмерного глобулярного углерода с М-карбораном ( $B_{10}H_{16}C_4O_2$ ). Впервые с помощью полнопрофильного рентгеновского анализа было показано, что параметры элементарной ячейки алмаза с бором имеют два дискретных значения:  $3,570$  и  $3,578 \text{ \AA}$  [20]. Концентрация бора для меньшего параметра ячейки составляет около 1 %, а для большего — около 2 %. В алмазной решётке присутствуют вакансии, количество которых вдвое превышает содержание бора. Предполагается, что вакансии могут образовывать с бором устойчивые комплексы.

Алмазы с высоким содержанием бора имеют металлическую проводимость, а при температурах 2–4 К в них

фиксируют переход в сверхпроводящее состояние [21]. Но для целей получения алмазных композитов спеканием микропорошков важно то, что кристаллы легированного бором алмаза (BDD) и кристаллы  $cBC_xN(O)$ , формирующиеся в системе В–С–N, имеют высокую концентрацию точечных дефектов, благодаря которым могут быть активированы массоперенос и подстройка границ.

Использование реакционных смесей с разлагающимися в процессе термобарического воздействия компонентами приводит к образованию активных флюидных фаз. При деструкции нитрида углерода и меламина они содержат азот, а при разложении М-карборана — бор. В результате взаимодействия флюидов с твёрдыми компонентами синтезируются индивидуальные кристаллы кубического нитрида бора и алмаза с высокой степенью легирования. Такие кристаллы могут быть использованы для спекания сверхтвёрдых композитов или для применений в различных композициях.

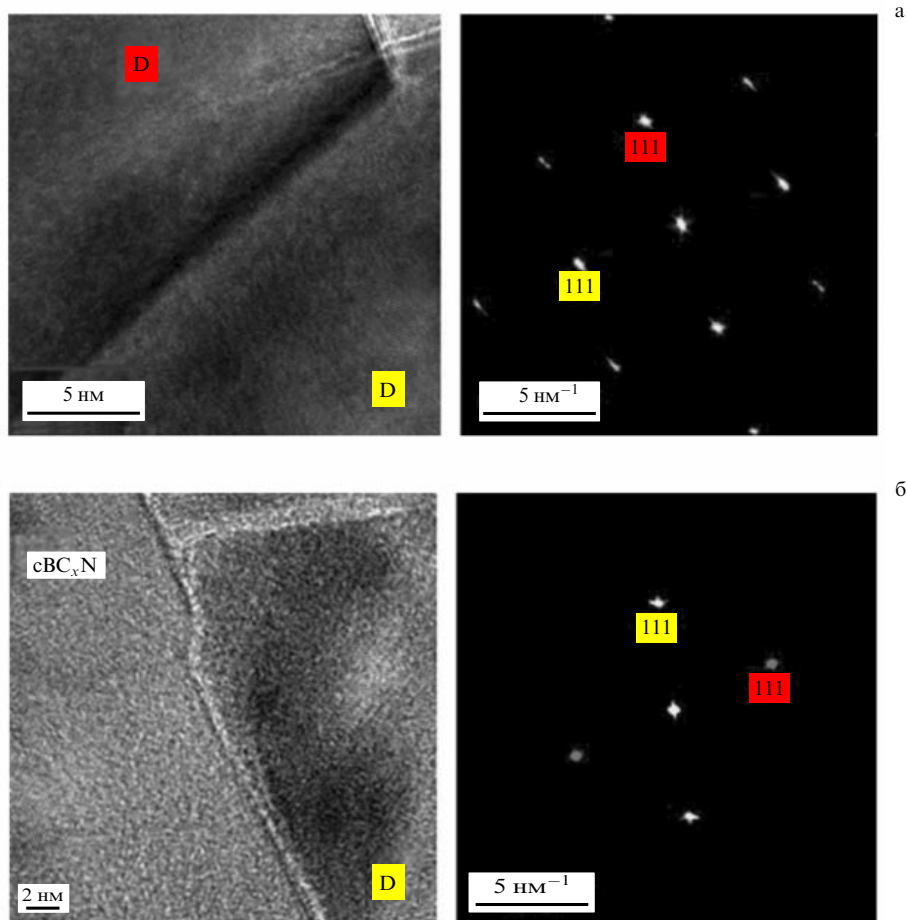
### 3. Реакционное спекание алмазных порошков

Моделирование процессов реакционного спекания проводили на субмикрометровом (0,07–0,2 мкм) порошке алмаза с добавкой 30 % по массе смеси меламина и бора. Установлено, что при давлениях 7–8 ГПа и температурах спекания 1600–1700 °С для эффективной консолидации частиц требуются времена от 30 до 90 с.

При спекании субмикроалмазов без добавок формируется высокодисперсная структура, отражающая частичное измельчение исходных порошков (рис. 3а). Анализ таких компактов показал, что уже при малых временах выдержки на поверхности алмазных частиц появляется графитоподобная плёнка, которую можно обнаружить с помощью просвечивающей микроскопии или по появлению G-моды на рамановских спектрах (рис. 3б).

Добавка к алмазу меламина с бором подавляет графитизацию при спекании за счёт появления в системе свободного водорода после деструкции меламина. В процессе спекания происходит реакционное взаимодействие между бором и С–N-флюидом с формированием кристаллов алмазоподобного нитрида бора, легированных углеродом, и алмаза, легированного бором. ТЕМ-анализ образцов-микрофольг из такого композита показал полное отсутствие графитоподобных фаз и хорошее качество границ раздела между кристаллитами. На рисунке 4а приведён пример формирования двойниковой границы между алмазными частицами, при этом ширина пограничного слоя между зёрнами алмаза и нитрида бора составляет 5–10 Å (рис. 4б). Размер кристаллов после синтеза не превышает 200 нм, а геометрические размеры самих композитов составляли 5 мм в диаметре и 3 мм по высоте.

Для масштабирования размеров композитов в качестве базового использовали алмазный микропорошок с



**Рис. 4.** Тонкая структура и микродифракции композита алмаз– $cBC_xN$ . (а) Двойниковая граница алмаз–алмаз, угол разориентировки направлений  $\{111\}$  — 90°. (б) Граница раздела алмаз– $cBC_xN$ , угол разориентировки направлений  $\{111\}$  — 75°.

частицами размером около 10 мкм, к которому добавляли смеси субмикрометрового алмаза с меламинам и бором. Из таких смесей получены композиты диаметром до 15 мм, которые могут использоваться в различных практических приложениях, в частности для оснащения бурового инструмента.

Износостойкость нового сверхтвёрдого материала оценивали по точению цилиндрических заготовок из твёрдого сплава ВК8 (без охлаждения) и белого гранита (с охлаждением) в сравнении с износостойкостью промышленных образцов композитов с керамической (алмаз – SiC) и металлической связкой на основе кобальта. В качестве показателя износостойкости использовали отношение объёма срезанного материала к утраченному объёму композита. Показано, что при точении без охлаждения новый материал имеет износостойкость на 30–50 % выше, чем композит алмаз – SiC, и более чем в два раза выше, чем промышленный композит с кобальтом. Сильный износ композитов с кобальтом при точении без охлаждения связан с их низкой температурной устойчивостью. При точении белого гранита износостойкость композита алмаз – cBN и композита с кобальтовой связкой были на одном уровне. У композита алмаз – SiC результат испытаний оказался хуже из-за повышенной хрупкости материала.

#### 4. Заключение

НРНТ-синтез с участием флюидных фаз был использован для получения сверхтвёрдых композитов из микропорошков алмаза. Новые композиты показали хорошие результаты испытаний и подтвердили перспективность использования реакционного спекания при высоком давлении. Благодаря кристаллизации в процессе спекания частиц нитрида бора и алмаза с высокой концентра-

цией точечных дефектов обеспечивается диффузионная подвижность, достаточная для формирования прочных границ раздела между частицами. Композиты состоят только из сверхтвёрдых компонентов, а их характеристики могут быть существенно улучшены посредством оптимизации исходного состава смесей и режимов спекания.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант 17-02-01285.

#### Список литературы

1. Katzman H, Libby W F *Science* **172** 1132 (1971)
2. Hibbs L E, Wentorf R H *High Temp.-High Press.* **6** 409 (1974)
3. Wentorf R H, DeVries R C, Bundy F P *Science* **20** 873 (1980)
4. Akaishi M, Ohsawa T, Yamaoka S *J. Am. Ceram. Soc.* **74** 5 (1991)
5. Ekimov E A, Ralchenko V, Popovich A *Diamond Related Mater.* **50** 15 (2014)
6. Zhao Y et al. *Appl. Phys. Lett.* **84** 1356 (2004)
7. Ekimov E A et al. *Appl. Phys. Lett.* **77** 954 (2000)
8. Jaworska L *High Press. Res.* **22** 531 (2002)
9. Sumiya H, Harano K *Diamond Related Mater.* **24** 44 (2012)
10. Kawai N, Endo S *Rev. Sci. Instrum.* **41** 1178 (1970)
11. Dubrovinskaia N et al. *Appl. Phys. Lett.* **90** 101912 (2007)
12. Филоненко В П и др. *Материаловедение* (12) 30 (2016); Filonenko V P et al. *Inorg. Mater. Appl. Res.* **8** 551 (2017)
13. Khvostantsev L G, Vereshchagin L F, Novikov A P *High Temp.-High Press.* **9** 637 (1977)
14. Filonenko V P et al. *Diamond Related Mater.* **19** 541 (2010)
15. Larson A C, Von Dreele R B, Report LA-UR-86-748 (Los Alamos, NM: Los Alamos National Laboratory, 1987)
16. Филоненко В П и др. *Неорганические материалы* **50** 377 (2014); Filonenko V P et al. *Inorg. Mater.* **50** 349 (2014)
17. Krivanek O L et al. *Nature* **464** 571 (2010)
18. Szirmai P et al. *Phys. Status Solidi B* **249** 2656 (2012)
19. Dubrovinskaia N et al. *J. Appl. Phys.* **99** 033903 (2006)
20. Zibrov I P, Filonenko V P *Crystals* **8** 297 (2018)
21. Ekimov E A et al. *Nature* **428** 542 (2004)

#### Diamond-based superhard composites: new synthesis approaches and application prospects

V.P. Filonenko<sup>(1)</sup>, I.P. Zibrov<sup>(1)</sup>, A.S. Anokhin<sup>(2)</sup>, E.V. Kukueva<sup>(3)</sup>

<sup>(1)</sup> Vereshchagin Institute for High Pressure Physics, Russian Academy of Sciences, Kaluzhskoe shosse 14, 108840 Troitsk, Moscow, Russian Federation

<sup>(2)</sup> Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences, Leninskii prosp. 49, 119991 Moscow, Russian Federation

<sup>(3)</sup> National Research Center "Kurchatov Institute", pl. Akademika Kurchatova 1, 123182 Moscow, Russian Federation  
E-mail: filv@hppi.troitsk.ru

The paper discusses experimental results on high-temperature and high-pressure (HPHT) synthesis of diamond-like cubic boron nitride (cBN) and diamond with a high concentration of point defects. The presence of active fluids allows to obtain cBN with a carbon content up to 10%. The concentration of boron in the diamond lattice is about 2%, and that of vacancies is two times higher. The concentration and positions of substitution atoms were determined by the Rietveld refinement method. Diamond micropowder reactive sintering with fluid phases was used to synthesize new superhard composites. The microstructure and grain boundaries were investigated by transmission and scanning electron microscopy. Tests of the wear resistance of the new diamond-cBN composites demonstrated that these materials offer good prospects for various applications.

**Keywords:** diamond, boron nitride, superhard composites, high pressure, sintering, point defects, X-ray analysis, electron microscopy

PACS numbers: **81.10. – h**, 89.20.Bb

Bibliography — 21 references

Received 1 August 2018

*Uspekhi Fizicheskikh Nauk* **189** (2) 217–222 (2019)

*Physics – Uspekhi* **62** (2) (2019)

DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNr.2018.04.038403>

DOI: <https://doi.org/10.3367/UFNe.2018.04.038403>