

Diamant-Ziehstein — Orientierung am Röntgen-U-Tisch

VON P. PAULITSCH, W. GUYOT, W. MONS
Institut für Mineralogie, TH Darmstadt

Herrn Univ.-Prof. Dr. Franz ANGEL zum 80. Geburtstag gewidmet

Ein Faktor für die Leistungen von Diamant-Ziehsteinen ist die Lage der Ziehachse im Kristall. In jenen Fällen, bei denen eine Orientierung morphologisch nicht möglich ist, muß dies mit Röntgenmethoden erfolgen. Ziehsteine verschiedener Herkunft wurden am neuen Röntgen-U-Tisch serienmäßig orientiert. Die Ergebnisse zeigen eine Streuung der Ziehachsen in den Kristallen über 40° .

The crystallographic orientation is one of the factors which are responsible for the performance of diamond dies. Where morphological orientation is impossible, X-ray-methods are necessary. Several diamond dies of different origin were oriented by means of the new X-ray universal stage. The results show a 40° scattering of the die-axes.

1. Die Laue-Diagramme

Diamanten treten nach der morphologischen Symmetrie in den Klassen T_d und O_h auf. Beide gehören zur Laue-Klasse O_h . Die verschiedenen Diamantflächen liefern am Röntgen-U-Tisch Laue-Diagramme mit verschiedenen Flächensymmetrien. Die Anordnung der Laue-Reflexe bei einer Durchstrahlung von Einkristallen normal zum Würfel (100) ergeben ein vierzähliges Bild mit der Flächensymmetrie C_{4v} . Das Laue-Diagramm des Rhombendodekaeders (110) ergibt ein zweizähliges Bild mit der Flächensymmetrie C_{2v} . Die Anordnung der Laue-Reflexe bei einer Durchstrahlung normal zum Oktaeder (111) zeigt ein dreizähliges Bild mit der Flächensymmetrie C_{3v} .

Bei vollkommener Durchdringung zweier Diamant-Individuen (Zwillinge) nach dem Spinellgesetz entsteht bei einer Durchstrahlung senkrecht der Verwachsungsebene (111) ein Laue-Bild der Flächensymmetrie C_{6v} . In einigen Fällen ist der volumenmäßige Anteil der durchdringenden Diamant-Einkristalle jedoch nicht 1 : 1, so daß deutlich die Flächensymmetrie in verschiedenen Bereichen getrennt $2 \times C_{3v}$ bei dem Laue-Diagramm der Verwachsungsebene (111) zu erkennen ist.

2. Aufnahmefethoden

Lange Zeit konnten Diamant-Orientierungsbestimmungen mit Laue-Diagrammen nur über Filmaufnahmen hergestellt werden. Der Einsatz von Polaroid-Kameras wirkt hierbei zeitverkürzend auf Orientierungsbestimmungen. GADO (1961) führt die Orientierungsbestimmung in der gleichen Einspannvorrichtung aus, in der die endgültige Bearbeitung des Kristalls geschieht.

Der Zeitaufwand über die Filmaufnahmen wird durch direkte Beobachtung mit dem Röntgen-Universal dreh tisch vermieden.

Für die folgende röntgenographische Bestimmung der Lage von kristallographischen Achsen zur Bohrachse von Diamanten wurden deshalb die Diamanten dreiaxig beweglich vor einer Verstärkereinrichtung montiert, die die Laue-Reflexe direkt sichtbar macht und mit der, durch Aufsuchen von Symmetrieebenen und durch Beobachtung der Flächensymmetrie, die Lage von Diamanten direkt und kurzzeitig bestimmbar wird.

Diese Kombination von U-Tisch mit Bildschirmverstärker führte zu einem Röntgen-Universaldrehtisch. Für diese Untersuchungen bleiben Testaufnahmen für die einzelnen Kristallrichtungen bzw. Flächen zweckmäßig.

Für die Einzeluntersuchungen wurden die Diamanten auf Objektträger befestigt. Die Einstellung eines Laue-Bildes geforderter Orientierung, z. B. (111), dauert ca. 1 Minute.

3.0 Röntgen-Universaldrehtisch-(RUT)-Untersuchungen

3.1 Ergebnisse von Ziehsteinorientierungen am RUT

Für die Orientierungsbestimmungen der Ziehholts standen mehrere gefertigte Ziehdiamanten zur Verfügung; außerdem eine Anzahl von Einkristallen, die bei einem der vorbereitenden Arbeitsgänge gesprungen waren.

Die röntgenographisch ermittelten Bohrachsenlagen von 62 Diamant-Ziehsteinen sind in der stereographischen Projektion der Abb. Nr. 1a dargestellt. Zwillinge sind besonders gekennzeichnet und nach dem stärkeren C_{3v} -Reflexanteil des Laue-Diagramms der Verwachsungsebene (111) orientiert eingetragen worden. In der Abbildung Nr. 1b wurden 50 weitere Ziehhollagen dargestellt, die von einer anderen Untersuchung stammen; zwischen Zwillingen und Einkristallen ist in der Darstellung nicht unterschieden. Hierdurch ist eine völlig unerwartete, starke Streuung der Ziehkanaal-Orientierung festgestellt.

3.2 Zwillingsdiamanten als Ziehsteine

Bei den Untersuchungen an Diamant-Ziehsteinen, die im Drahtzug gestanden hatten, ergab sich ein Anteil von 21%, die als Durchdringungszwillinge nach dem Spinellgesetz (111) verzwillingt waren. Die Bohrlochachsen verliefen bei diesen Zwillingen überwiegend normal zur Verwachsungsebene (111).

Für die Leistung ist es wesentlich, Zwillinge von Einkristallen zu unterscheiden. Man kann nicht generell alle Diamantzwillinge für Ziehzwecke ablehnen, entgegen der Annahme (FRITSCH, 1963, und BRITISH STANDARD 2946 „DIAMOND DIES FOR WIRE DRAWING“), daß „praktisch“ alle Rohdiamanten, die für Ziehsteine Verwendung finden, Einkristalle sind. Diese Annahme beruht darauf, daß nur makroskopisch erkennbare Zwillinge nicht für Ziehsteinzwecke verwandt werden.

3.3 Optische Untersuchungen zum Lamellenbau

Fast alle untersuchten Diamant-Ziehsteine, die im Drahtzug gestanden hatten, zeigen Doppelbrechung bei gekreuzten Nicols. Diese Doppelbrechungen sind auf Fehlbau und Spannungen im Kristall zurückzuführen. Letztere entstehen auch beim Herstellen des Ziehkanaals.

Außerdem gibt es noch eine feine Lamellierung mit Lamellenbreiten von 10 μm bis 100 μm , die unter gekreuzten Nicols gerade auslöschen.

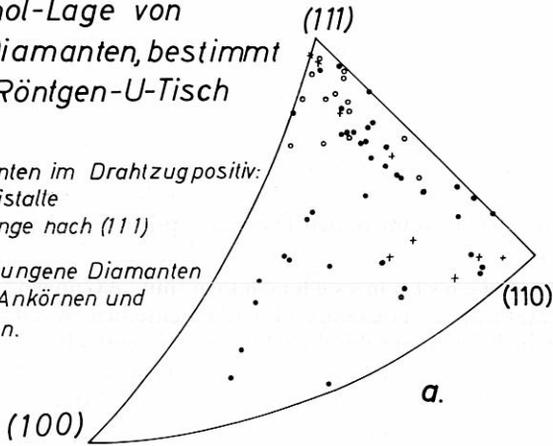
Abb. 1

Ziehhol-Lage von
62 Diamanten, bestimmt
am Röntgen-U-Tisch

Diamanten im Drahtzugpositiv:

- Einkristalle
- Zwillinge nach (111)

+ Gesprungene Diamanten
beim Ankörnen und
Bohren.



50 Ziehhol-Lagen

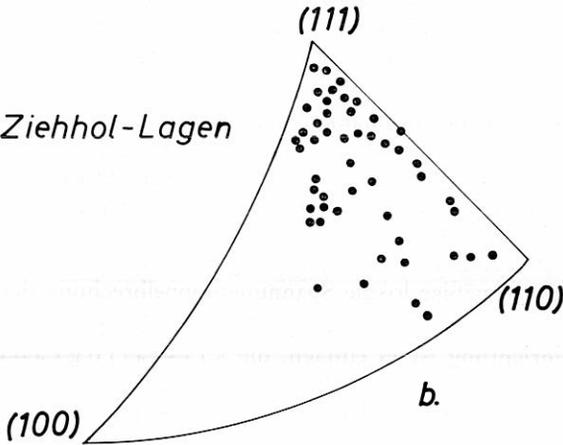
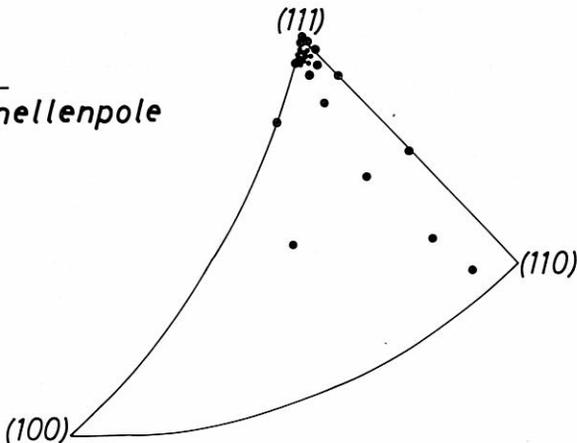


Abb. 2
25 Lamellenpole



Irreversible Lamellen wurden 1946 von RAMACHANDRAN ausführlich untersucht. Es wurde festgestellt, daß die Lamellen parallel (111) und (110) verlaufen und sich wie einachsige Kristalle verhalten, deren optische Achsen senkrecht auf den Lamellen stehen. Weitere Untersuchungen ergaben, daß die optischen Achsen positiv und negativ sein können, je nachdem die Lamellen reversibel unter Zug oder Druck stehen.

RAMACHANDRAN unterscheidet Lamellen, die beim Diamanttyp I auftreten und unter Zug oder Druck stehen, und weiterhin Lamellen vom Diamanttyp II, die abwechselnd unter Druck und Zug stehen. Von anderen Autoren wird das Auftreten von Lamellen im reinen Diamanttyp I in Frage gestellt.

In späteren Veröffentlichungen, wie z. B. von SEAL (1962) werden die Lamellen als Wachstumsschichten mit Ätzungen parallel (111) beschrieben. HARRISON & TOLANSKY (1964) beschreiben Wachstumsschichten, die nicht immer in kristallographischen Ebenen mit einfachen Indizes liegen. Nach LINDLEY (1962) sind Wachstumsformen parallel (111) am häufigsten zu beobachten. Die Schichten des Zonarbaues können sich durch Lichtbrechung, Höhe und Charakter der Doppelbrechung bei gerader Auslöschung, Fluoreszenz und UV-Durchlässigkeit sowie durch Härte und chemische Widerstandsfähigkeit unterscheiden. Weiter weist LINDLEY auf Wachstumszwillinge hin, wobei die Kristallform des Oktaeders erhalten bleibt.

Nach NEUHAUS (1961) gibt es eine trigonale (pseudokubische) Tieftemperaturmodifikation des Diamanten mit der Symmetrie D_{3d} und echter Doppelbrechung. Viele Diamanten sind daher Pseudomorphosen der trigonalen Tieftemperaturmodifikation nach der kubischen Hochtemperaturmodifikation mit einer im Mikroskop, etwa der Mikrolin- oder Leucitgitterung, ähnlichen Umwandlungslamellierung, deren Verwachsungs- oder Zwillingsgesetze noch besonderer Untersuchungen bedarf. Auch NEUHAUS beobachtet daneben unregelmäßige lokale Spannungsdoppelbrechung der Typ-I-Diamanten.

Unter Anwendung des Röntgen-Universaldrehtisches mit einer optischen U-Tisch-Einrichtung ist es einfach, die kristallographische Orientierung von Lamellen bei beliebig angechnittenen Diamanten festzustellen. Hierzu werden die Diamanten auf Objektträger mit Kanadabalsam befestigt, die Lage der kristallographischen Achsen mit dem Röntgen-U-Tisch bestimmt und der aufge kittete Diamant wird anschließend optisch auf Lamellen vermessen. Durch optischen Beobachtungsausfall, der durch die Größe der Lichtbrechung beim Diamanten besonders stark auftritt, kann man — auch bedingt durch die Dicke der Diamanten — die Lamellenspur oft nicht optisch einstellen.

Bei den Untersuchungen an gebrauchten Diamant-Ziehsteinen konnten 25 Lamellenpole von 16 Einkristall-Diamanten optisch eingestellt werden. Diese Lamellenpole sind im Ausschnitt der stereographischen Projektion der Abbildung Nr. 2 eingetragen. Es ergibt sich ein hoher Anteil von Lamellenpaaren, die parallel (111) orientiert liegen, während die restlichen Lamellenpole auf der Zone zwischen (111) und (110) liegen. An einem Diamant-Einkristall können mehrere Lamellenpaare auftreten, die bei Überschneidungen zu mikrolinartiger Gitterung führen können.

Auch die nach dem Spinellgesetz verzwilligten Diamant-Ziehsteine ergeben Lamellierungen parallel der Verwachsungsebene (111); auch in anderen Richtungen wurden an diesen Diamanten Lamellenpaare festgestellt.

Sowohl bei den untersuchten Diamant-Ziehsteinen mit blauer Fluoreszenz wie auch bei jenen ohne Fluoreszenz wurden Lamellen beobachtet. Unter der Voraussetzung, daß die beobachteten Lamellen bereits vor dem Gebrauch als Ziehsteine in den Kristallen ausgebildet waren, wird hier die Beobachtung bestätigt, daß beide Diamanttypen I und II Lamellen aufweisen können.

4. Ergebnisse

Zusammenfassend kann festgestellt werden, daß

1. die Einrichtung eines Röntgen-Universal-Drehtisches, der die Röntgenreflexe direkt sichtbar macht und die Kristallbewegung ermöglicht, die serienmäßige Orientierung von unregelmäßig, nicht kristallographisch begrenzten Diamant-Ziehsteinen erlaubt;
2. die Lage der untersuchten Bohrlochachsen zur Einkristallorientierung bis zu 40° schwankt;
3. die Lamellen überwiegend parallel (111) liegen;
4. die Verschleißfestigkeit der Ziehdiamanten durch Verzwillingung nach (111) für beide Hochdruckmodifikationen des Diamanten erhöht wird.

Literaturverzeichnis

- FRITSCH O.: Kontrollen am ungefaßten Diamantziehstein mit nachfolgendem Selbstfassen. Draht-Welt, Düsseldorf 49, S. 301—304, 1963.
- GADO P.: Eine neue Methode und neue Röntgenkammer zur routinemäßigen Bestimmung der kristallographischen Orientierung von Einkristallen. — Tungstam Techn. Mitt., Nr. 4, S. 144—148, Budapest 1961.
- HARRISON F. R. & TOLANSKY S.: Growth history of a natural octahedral diamond. — Proc. Roy. Soc., London, Ser. A, 279, 490—496, 1964.
- LINDLEY H. W.: Wachstumsformen am Diamant. — Fortschritte der Mineralogie, Bd. 40, S. 56, 1962.
- NEUHAUS A.: Freiburger Forsch.-H. C 102. 20. 1961. Natürliche Genesis und künstliche Synthese der Diamanten und ihr geochemischer Aspekt.
- PAULITSCH P.: Ein Röntgen-Universal drehtisch. — Fort. d. Min. Bd. 41, 158, 1963.
- RAMACHANDRAN G. N.: On the nature and origin of the laminations observed in diamond. — Proceedings of the Indian Acad. of Sciences, 24 A, S. 65—82, Bangalore 1946.
- SEAL M.: The growth history of natural diamonds as revealed by etching experiments. — First International Congress on Diamonds in Industry, Industrial Diamond Symposium — Paris 1962.

Anschrift des Verfassers: Prof. Dr. Peter PAULITSCH, Technische Hochschule Darmstadt.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Mitteilungen der Abteilung für Mineralogie am Landesmuseum Joanneum](#)

Jahr/Year: 1967

Band/Volume: [1-2 1967](#)

Autor(en)/Author(s): Paulitsch Peter, Guyot W., Mons Wilhelm

Artikel/Article: [Diamant-Ziehstein - Orientierung am Röntgen-U-Tisch 75-79](#)