

Композиционные послойно-упрочнённые контейнеры для синтеза алмаза Хайдаров Б. К.¹, Макаров В. П.², Хайдаров К.³

¹Хайдаров Бактыяр Камбаралиевич / Khaidarov Baktuuar Kambaralievich – младший научный сотрудник,
лаборатория сверхтвёрдых материалов,

Институт физико-технических проблем и материаловедения им. Ж. Ж. Жеенбаева,
Национальная академия наук Кыргызской Республики;

²Макаров Владимир Петрович / Makarov Vladimir Petrovich – доктор физико-математических наук, профессор,
кафедра физики и микроэлектроники,

Кыргызско-Российский (Славянский) университет им. Б. Ельцина;

³Хайдаров Камбарали / Khaidarov Kambaralee – кандидат физико-математических наук,
старший научный сотрудник, заведующий лабораторией,
лаборатория сверхтвёрдых материалов,

Институт физико-технических проблем и материаловедения им. Ж. Ж. Жеенбаева,
Национальная академия наук Кыргызской Республики, г. Бишкек, Кыргызская Республика

Аннотация: в статье предложены композиционные послойно-упрочнённые контейнеры аппаратов высокого давления. Показано увеличение выхода поликристаллов алмаза в среднем на 24,5 % при использовании данных контейнеров.

Ключевые слова: контейнеры аппарата высокого давления, генерация высокого давления, синтез алмаза.

В этой работе приведены результаты разработки эффективных материалов контейнеров аппарата высокого давления (АВД) типа наковальня с лункой и тороидом (НЛТ), где контейнеры должны обеспечить давление в реакционной зоне 7,7–8,0 ГПа и температуру 1500–2000 К для осуществления синтеза поликристаллов алмаза типа карбонадо [1].

Для оценки эффективности работы контейнера по генерированию давления выбраны следующие критерии: эффективность использования усилия пресса; эффективность деформируемого уплотнения – заусенца; стабильность работы контейнера; выход продукта синтеза [2].

Процесс сжатия контейнеров АВД

Зависимость толщины запирающего слоя (заусенца) контейнера АВД типа НЛТ от усилия пресса на примере двух различных составов показана на рис. 1. Кривая 2 соответствует композиционному материалу контейнера, состоящему из смеси известняка и доломита на связке из бакелитового лака – БФ4. Кривая 1 получена для композиционного материала контейнера, сложного состава, состоящего из доломита, пластифицированного портландцемента и оксидов Mg и Fe.

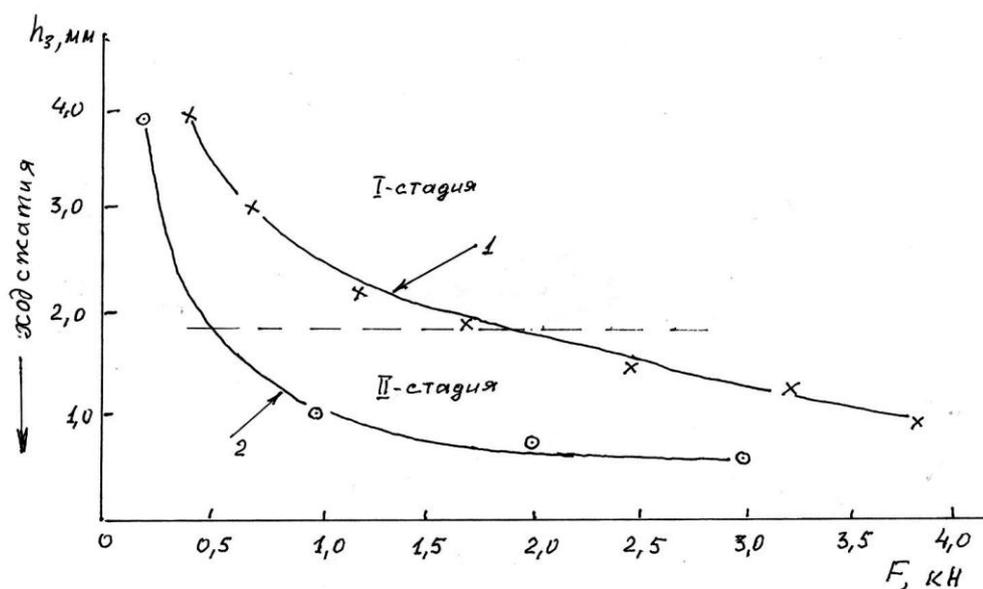


Рис. 1. Зависимость толщины запирающего слоя (заусенца) контейнера АВД типа НЛТ от усилия пресса. Материал контейнера: 1 – композиция доломита, пластифицированного портландцемента и оксидов Mg и Fe; 2 – композиция известняка и доломита на связке из бакелитового лака

Видно, что в зависимости от толщины запирающего слоя (заусенца) можно условно разделить на две стадии (участки) по направлению сжатия контейнера.

I-стадия. Деформация контейнера на этом этапе сжатия осуществляется при небольших значениях и малых изменениях усилия пресса. На этот участок, как правило, уходит большая часть всего хода процесса сжатия. Материал контейнера уплотняется с увеличением давления и вытекает в кольцевой зазор между матрицами. После полного разрушения материала контейнера образуется вновь сформированная структура без трещин, однако связи еще несильные, контейнер достаточно легко рассыпается.

II-стадия. На этой стадии сжатия толщина заусенца изменяется незначительно и медленно при интенсивном возрастании усилия пресса. Идет процесс значительного упрочнения материала контейнера, зона деформируемого уплотнения герметизирует реакционный объем. Это, в свою очередь, препятствует вытеканию материала контейнера из полости лунки АД. При нагружениях контейнера усилиями, соответствующими этой стадии, образуется целостная, сплошная структура материала контейнера.

Установлено, что уменьшение высоты контейнера (h_k) приводит к сокращению длительности I-стадии. Наблюдалось, что при наиболее малых высотах контейнера I-стадия отсутствует, и с началом сжатия давление в реакционном объеме резко возрастает, однако при этом толщина заусенца стремительно уменьшается, что не позволяет достичь рабочих параметров давления, необходимых для синтеза алмаза, а в случаях, когда все же удастся набрать требуемое давление, происходят частые разгерметизации полости высокого давления в процессе нагрева реакционной ячейки.

Увеличение h_k приводит к чрезмерному росту I-стадии, в этом случае контейнер претерпевает сильное разрушение. Интенсивное деформирование контейнера, как правило, сопровождается большими сдвигами, что существенно искажает форму реакционной ячейки, а это вызывает рост неоднородного распределения давления по объему ячейки.

Высоту контейнера можно увеличить при использовании порошковых веществ для снаряжения реакционной ячейки. Однако в таких случаях необходимо предварительно уплотнять материал реакционной ячейки, а не поднимать h_k .

С целью устранения и приведения к минимуму недостатков контейнеров АД типа НЛТ при генерации высокого давления, которые обнаружены при исследовании работоспособности (надёжности) контейнеров, нами предложено послойно-упрочнённые контейнеры.

Радиально-концентрическое упрочнение

Идея заключается в том, что для сохранения правильной цилиндрической формы реакционной ячейки при её заправке порошкообразным углеродсодержащим исходным материалом или графитом малой плотности, центральная, прилегающая к реакционной ячейке часть контейнера изготавливается из более прочного материала с большим коэффициентом внутреннего трения, чем остальная часть контейнера, которая состоит из основного материала. К прочным материалам с большим коэффициентом внутреннего трения относятся оксиды металлов, например, Fe_2O_3 и MgO . Такая схема расположения упрочнённого слоя показан на рис. 2 (а) I – тип.

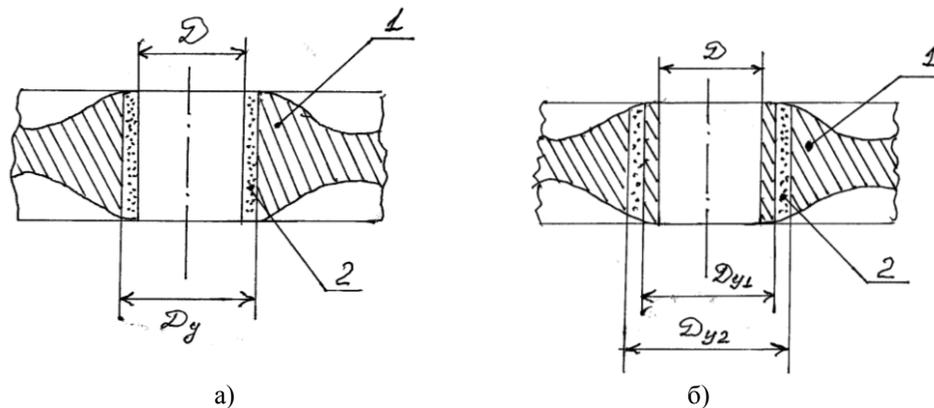


Рис. 2. Схематическое изображение в разрезе расположения концентрических упрочнённых слоёв материала контейнера АД типа НЛТ. 1 – основной материал контейнера, 2 – упрочнённый слой

В процессе сжатия и пластического деформирования контейнера этот концентрически послойно-упрочнённый по I-типу упрочнённый слой менее подвергается разрушению и, благодаря высокому значению коэффициента внутреннего трения, ещё на I-стадии создания высокого давления в реакционном объеме прекращает сдвиговое течение, это позволяет сохранить форму и целостность реакционной ячейки.

В случае когда реакционный объем заполняется (брикетом) графитом, например, марки МГ-ОСЧ, предлагается расположить упрочнённый концентрический слой на некотором определённом расстоянии

от реакционной ячейки, которое определяется экспериментально и зависит от плотности снаряжаемого графита для синтеза поликристаллов алмаза карбонадо. Схематическое расположение такого упрочнённого слоя показано на рис. 2 (б).

При таком расположении упрочнённого слоя (II-тип), из-за вышеназванных свойств, он не позволяет прилегающему к реакционной зоне слою материала контейнера вытекать из лунки и при наступлении II-стадии процесса создания высокого давления равномерно сжимает реакционную зону, сохраняя её цилиндрическую форму.

Результаты синтеза карбонадо в композиционных послойно-упрочнённых контейнерах

В качестве основного материала для изготовления композиционных послойно-упрочнённых контейнеров АД типа НЛТ использован состав, разработанный нами и приведённый в таблице 1, а именно: известняк (литографский камень), доломит, MgO, Fe₂O₃ и высокоглиноземистый портландцемент в соотношении 10:4:2:1:3, соответственно. (Связкой служил водный раствор поливинилового спирта.)

Послойно-упрочнённые контейнеры с объёмом реакционной ячейки 0,33 см³ изготавливались не менее по 5 штук одного состава и каждого типа (см. рис. 2). Экспериментальные испытания разработанных контейнеров проводились непосредственно при синтезе поликристаллов алмаза типа карбонадо. Состав упрочнённого слоя и результаты испытаний представлены ниже, в таблице 1.

Таблица 1. Тип, состав материала и результаты синтеза карбонадо в 5-ти послойно упрочнённых контейнерах

Тип упрочняющего слоя	Состав упрочняющего слоя, масс %			Выход карбонадо, карат	Увеличение выхода карбонадо, %%
	Fe ₂ O ₃	MgO	Высокоглиноземистый портландцемент		
Без упрочняющего слоя	---	---	---	21,0 ± 1,0	
I	1,0	1,0	3,0	22,0 ± 0,5	4,7 ± 2,3
	4,0	2,0	4,0	29,0 ± 0,7	38,0 ± 2,7
	7,0	3,0	5	23,5 ± 0,6	11,9 ± 2,6
II	2,0	1,0	2,0	24,5 ± 0,6	16,6 ± 2,4
	4,0	2,0	4,0	31,0 ± 0,8	47,6 ± 2,6
	6,0	3,0	7,0	27,0 ± 0,7	28,5 ± 2,6

Выводы

Установлено, что процесс сжатия упругопластических контейнеров АД состоит из двух стадий.

Разработано радиально-концентричное послойное упрочнение контейнеров АД типа НЛТ, которое позволило увеличить выход продукта синтеза на 24, 5 %.

Литература

1. Верещагин Л. Ф. Синтетические алмазы и гидроэктрузия. Сборник статей. - Л.: Наука. - 1982. – 328 с.
2. Хайдаров Б. К., Макаров В. П., Хайдаров К. О процессе сжатия контейнеров аппаратов высокого давления. // Сборник трудов. XI Иссык-Кульская международная школа - Конференция по радиационной физике твердого тела (SCORPh - 2015, 2-8 августа, Бишкек-2015). С. 119-124.