

РЕГУЛИРОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ СПЕКАНИЯ АЛМАЗНЫХ ПОРОШКОВ В АППАРАТАХ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ

Хвасько В.М., Дудяк А.И.

Белорусский национальный технический университет
Минск, Республика Беларусь.

В современных областях науки и техники широкое применение находят три основных модификации нитрида бора: графитоподобная (ГНБ), кубическая (КНБ) и вюрцитная. Области термодинамической стабильности имеют только ГНБ и КНБ, вюрцитная модификация является метастабильной и образуется, как промежуточная фаза при переходе одной стабильной модификации в другую, или обусловлена наличием примесей [1].

В результате теоретических и экспериментальных исследований полиморфных превращений графита в алмаз с использованием данных о плавлении углерода и нитрида бора ученые Банди и Венторф получили диаграммы состояния углерода и нитрида бора (рис. 1) [1].

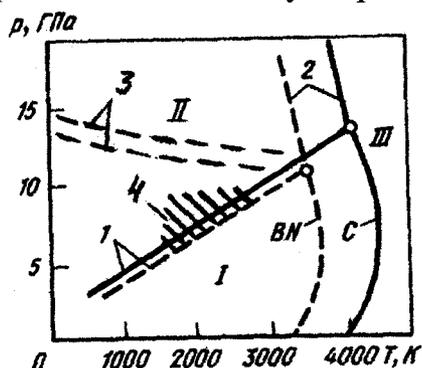


Рисунок 1 – Диаграмма состояния углерода и нитрида бора. Области стабильности графита и ГНБ (I), алмаза и КНБ (II), жидких фаз (III): 1 – линии равновесия графит – алмаз и КНБ – ГНБ; 2 – плавления углерода и нитрида бора

Превращение ГНБ в кубическую модификацию может происходить прямым или каталитическим путем. Прямое превращение протекает при высоких давлениях и температурах без помощи каких-либо катализаторов или растворителей [1]. На рис. 1 температурный ход порогового давления прямых фазовых превращений показан областью между штриховыми линиями 3.

Для получения кристаллов алмазов при более низких давлениях в условиях, приближенных к равновесным, превращение графита в плотную модификацию должно осуществляться в присутствии материалов-растворителей [1]. На рис. 1 такое каталитическое превращение соответствует заштрихованной области 4.

Ученые установили, что в качестве катализаторов-растворителей хорошо применимы щелочные и щелочно-земельные металлы, их нитриды и бориды, а также сурьма, олово, свинец [2]. Именно в таких условиях возможно получение крупных кристаллов алмазов с хорошей огранкой.

Однако большое значение на параметры синтеза и качество кристаллов влияет исходное состояние порошка графитоподобного нитрида бора: степень неупорядоченности кристаллической структуры, размер исходного зерна графита [1].

Для создания условий, удовлетворяющих перечисленным требованиям, применяются аппараты высокого давления различных конструкций. Наиболее широко известны три типа аппаратов высокого давления: 1) наковальни с углублениями; 2) цилиндрические аппараты, известные как аппараты «белт»; 3) многопуансонные конструкции [3].

В настоящее время для синтеза алмазов используются наковальни с углублениями различной формы (сферической, конусоподобной и др.), рабочий ресурс которых составляет от нескольких десятков до тысяч рабочих циклов.

На выход и качество кристаллов алмазов сильное влияние оказывает температурный режим реакционной ячейки аппарата высокого давления. Обычно синтез ведут либо при стабилизации напряжения, либо при стабилизации мощности нагрева реакционной смеси.

Теоретический анализ данных режимов показал, что при стабилизации напряжения нагрева с течением времени синтеза мощность, расходуемая для нагрева реакционной ячейки, заметно снижается. При этом синтез прекращается и, как результат, снижается качество кристаллов алмаза и выход за одно пресс-спекание. При стабилизации мощности нагрева в высокотемпературной ячейке происходит заметный рост температуры. Это приводит к частичной графитизации полученных кристаллов алмаза за счет его перегрева, а также прекращается зарождение новых кристаллов и рост уже полученных, так как происходит выход по температуре и давлению в область термодинамической стабильности графита.

Однако при синтезе кристаллов алмаза имеется возможность контролировать три параметра нагрева реакционной ячейки: действующее значение тока, напряжения и мощности. Контроль этих параметров можно осуществлять таким образом, чтобы мощность, затраченная на нагрев реакционной ячейки, была примерно одинаковой в течение всего времени процесса синтеза. Ток и напряжение определяют мощность, расходуемую на нагрев реакционной смеси.

Использование предложенного метода управления нагревом реакционной ячейки позволяет стабилизировать температурные условия в реакционной смеси, что приводит к увеличению времени нахождения смеси в области термодинамической стабильности алмаза за один и тот же промежуток времени синтеза. В результате этого улучшается качество синтетических кристаллов алмаза и увеличивается их выход за одно пресс-спекание.

Литература

1. Курдюмов А.В. Полиморфные модификации углерода и нитрида бора. – М.: Металлургия, 1994. – 318 с.
2. Свенсон К. Физика высоких давлений. – М.: Мир. – 1963. – 203 с.