

# МЕХАНИКА ДЕФОРМИРУЕМОГО ТВЕРДОГО ТЕЛА

УДК 62.83

Дудяк А.И., Хвасько В.М.

## АНАЛИЗ ТЕМПЕРАТУРНЫХ РЕЖИМОВ ПРИ СИНТЕЗЕ ПОРОШКОВ АЛМАЗА

*Белорусский национальный технический университет*

*Минск, Беларусь*

*В данной работе рассмотрены особенности процесса синтеза искусственных алмазных порошков, а также прямые и косвенные пути измерения температуры в реакционной ячейке аппарата высокого давления. Проанализированы различия температурных режимов синтеза кристаллов алмаза, обусловленные фиксированием во времени напряжения и мощности нагрева. Выявлена их непригодность к практическому применению.*

*Предложена теоретическая методика корректировки температуры в реакционной ячейке с целью улучшения качества и увеличения выхода получаемых порошков алмаза.*

Как правило, синтез искусственных алмазов проводят в условиях высокого давления и температуры в течение заданного интервала времени. Исходным материалом служит графит, из которого в присутствии металлов-растворителей получают кристаллы алмазов. Перечисленные условия можно создать с помощью аппаратов высокого давления различных конструкций [1].

Наиболее широко известны следующие типы аппаратов высокого давления: 1) наковальни Бриджмена; 2) наковальни с углублениями; 3) цилиндрические аппараты, известные как аппараты «белт»; 4) аппараты типа поршень-цилиндр; 5) многопуансонные конструкции.

В современном машиностроении для синтеза порошков алмаза в основном используются наковальни с углублениями различной формы (сферической, конусоподобной и др.), рабочий ресурс которых составляет от нескольких десятков до нескольких тысяч рабочих циклов.

Часть аппарата высокого давления, которая подвергается всестороннему сжатию до высокого давления и нагреву до определенной температуры, а также в которой происходят фазовые превращения, кристаллизация веществ и синтез новых соединений, называется реакционной ячейкой. Температурный режим в реакционной ячейке высокого давления является одним из основных параметров, определяющих качество и количество полученных кристаллов алмаза. Определить температуру в реакционной ячейке можно путем непосредственного измерения при помощи термопар или по точкам плавления металлов, помещенных в ячейку [2].

Метод непосредственного измерения температуры реакционной ячейки при помощи термопар является достаточно трудоемким из-за сложности ввода термопар в ячейку. Точность такого метода невысокая, поскольку внутри ячейки температура распределяется неравномерно, а, значит, для увеличения точности измерения одной термопары недостаточно.

В свою очередь, метод измерения температуры ячейки по точкам плавления металлов также является затруднительным, так как требует проведение многочисленных экспериментов. Точность данного метода недостаточно высокая из-за того, что измерение температуры и проведение процесса синтеза осуществляются последовательно, а, значит, нет гарантии, что созданные условия останутся неизменными.

Однако температуру в реакционной ячейке можно определить и косвенным путем в зависимости от потребляемой мощности. Для этого существует несколько методик, которые будут изложены ниже.

Процесс синтеза порошков алмаза является весьма чувствительным к начальным параметрам материала реакционной шихты, а также к изменению сопротивления слепка от температуры, давления и времени синтеза [3]. Нагрев реакционной смеси, состоящей из порошков графита и металла-растворителя, осуществляется путем пропускания электрического тока через эту смесь. Процессы, протекающие на межфазной границе металл – алмаз можно классифицировать следующим образом:

Образование прослойки новой карбидной фазы на границе раздела металл – алмаз.

Растворение вещества твердой фазы (алмаза) в жидком металле; при этом металл не растворяется и не диффундирует в твердую фазу.

Отсутствие химического взаимодействия и взаимного растворения компонентов, неизменность поверхности.

Важно отметить, что металл-растворитель (связка) должен удовлетворять следующим условиям: прочно соединяться с алмазом в условиях спекания; обладать высокими прочностными свойствами; иметь близкие к алмазу физические свойства, например, коэффициент сжимаемости.

Обычно синтез ведут либо при стабилизации напряжения, либо при стабилизации мощности. В начальный период синтеза общее сопротивление электрическому току  $R_o$  состоит из сопротивления реакционной шихты  $R_{ш}$  и сопротивления токоподводящих частей  $R_T$ . То есть справедливо равенство:

$$R_o = R_{ш} + R_m. \quad (1)$$

Полагая, что сопротивление токоподводов  $R_T$  в процессе синтеза остается неизменным, а сопротивление реакционной смеси увеличивается за счет образования в ней кристаллов алмаза, получим:

$$R_{o(t)} = (R_{ш} + R_{дон}) + R_m, \quad (2)$$

где  $R_{o(t)}$  – общее сопротивление электрическому току через некоторое время синтеза;  $R_{дон}$  – дополнительное сопротивление ячейки за счет образования в ней кристаллов алмаза;  $(R_{ш} + R_{дон})$  – сопротивление высокотемпературной ячейки по истечению некоторого времени синтеза.

При стабилизации напряжения нагрева мощность, подводимую в начальный момент синтеза ( $W_n$ ), можно определить из выражения:

$$W_n = \frac{U^2}{R_{ш} + R_{дон}}, \quad (3)$$

где  $U$  – напряжение нагрева, постоянное в течение всего времени синтеза.

Через некоторый промежуток времени синтеза мощность определяется из выражения:

$$W_i = \frac{U^2}{(R_{ш} + R_{дон}) + R_m}. \quad (4)$$

Рассматривая совместно выражения (3), (4), легко показать, что:

$$W_i = W_n \cdot \frac{R_{ш} + R_m}{(R_{ш} + R_{дон}) + R_m}. \quad (5)$$

Анализируя выражение (5), приходим к выводу о том, что с течением времени синтеза мощность, расходуемая для нагрева ячейки, заметно снижается. При этом синтез прекращается, и в результате снижается качество кристаллов алмаза и выход за одно пресс-спекание.

При стабилизации мощности нагрева первоначальное значение мощности можно определить из выражения:

$$W_n = I_n^2 \cdot R_{ш} + I_n^2 \cdot R_m, \quad (6)$$

где  $I_n$  – начальный ток нагрева.

Спустя некоторый промежуток времени синтеза мощность определяется следующим образом:

$$W_i = I_i^2 \cdot (R_{ш} + R_{дон}) + I_i^2 \cdot R_m, \quad (7)$$

где  $I_i$  – ток нагрева в рассматриваемый момент времени.

Разделив левые и правые части уравнения (7) на левые и правые части уравнения (6) и приняв во внимание то условие, что мощность нагрева фиксируется в течение всего времени синтеза, получим выражение вида:

$$I_i = I_n \cdot \sqrt{\frac{R_{ш} + R_m}{(R_{ш} + R_{дон}) + R_m}}. \quad (8)$$

Анализируя совместно выражения (6), (7) и (8) приходим к выводу о том, что в высокотемпературной ячейке происходит заметный рост мощности. 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, от которых зависит энергия, затраченная на нагрев реакционной смеси: 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. В свою очередь, ток и напряжение определяют мощность, расходуемую на нагрев реакционной смеси.

Для определения мощности нагрева в первоначальный и любой другой момент синтеза используются выражения (6) и (7). Для того чтобы в процессе всего времени синтеза температура в реакционной смеси оставалась неизменной из выражений (6) и (7) следует равенство:

$$I_n^2 \cdot R_{ш} = I_i^2 \cdot (R_{ш} + R_{дон}). \quad (9)$$

Из последнего выражения следует, что требуемый ток нагрева в любой момент времени должен быть равен:

$$I_i = I_n \cdot \sqrt{\frac{R_{ш}}{R_{ш} + R_{дон}}}. \quad (10)$$

Заданная мощность нагрева  $W_n$  определяется экспериментально в зависимости от требуемых технологических факторов (выход порошка алмаза за одно пресс-спекание, качество порошка, зернистость и др.). В зависимости от начальной мощности определяют значение начального тока нагрева  $I_n$ .

Первоначальное сопротивление реакционной шихты определяется из выражения:

$$R_{ш} = \frac{U_n}{I_n} - R_m, \quad (11)$$

где  $U_n$  – начальное напряжение в цепи нагрева.

Сопротивление реакционной шихты в рассматриваемый момент времени определяют из выражения:

$$R_{ш} + R_{дон} = \frac{U_i}{I_i} - R_m, \quad (12)$$

где  $U_i$  и  $I_i$  – соответственно напряжение и ток нагрева всей цепи в данный момент времени.

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. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: в 6 т. – Т.1: Синтез алмаза и подобных материалов / Туркевич В.З. [и др.]; под ред. Шульженко А.А. – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, ИПЦ «Алкон» НАНУ, 2003. – 320 с. Синтетический алмаз / Г.Н. Безруков [и др.]. – М.: Недра, 1976. – 119 с. Алмазы и сверхтвердые материалы: учеб. для вузов / В.П. Поляков [и др.]. – 1990. – 327с.