

УДК 62-987

В. В. Лысаковский, Т. В. Коваленко, аспиранты;
М. А. Серга, инж.; **С. А. Ивахненко**, докт. техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ЯЧЕЙКА АППАРАТА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ ТИПА «БЕЛТ» ДЛЯ РАБОТЫ ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ ДО 2300 С

In this work the cell of high pressure apparatus of type «belt» has been elaborated, allowing to reach temperature ~ 2300 С in working volume $3,5 \text{ cm}^3$. Special composite materials, allows to work under high temperature, with high heat-insulated properties and plasticity, sufficient for obtaining quasihydrostatic weighting conditions of high pressure apparatus «belt» type in diameter 40 mm have been chosen.

Аппараты высокого давления (АВД) типа «белт» широко применяются для получения алмазных шлифпорошков и выращивания монокристаллов алмаза методом температурного градиента. При этом рабочие температуры в ячейке этого аппарата обычно не превышают 1500 С [1].

Главным достоинством АВД этого типа является их достаточно большой рабочий объем, достигающий десятков cm^3 , и поэтому применение этого аппарата для различных исследовательских целей является целесообразным. Методическое обеспечение работы при температурах до 2300 °С и выше могло бы позволить, например, использовать раствор-расплавные системы на основе гидрокарбонатов кальция и магния для выращивания монокристаллов алмаза на затравке или проводить термобарическую обработку природных монокристаллов алмаза для изменения их дефектно-примесного состава и цвета.

Основной проблемой, которая не дает возможности использовать белт-аппарат при температурах ~ 2300 °С и более, является ограниченный выбор материалов ячейки, позволяющих применять их для передачи давления и надежной теплоизоляции реакционного объема. Пирофиллит и гексагональный нитрид бора, которые традиционно используются для этих целей при давлении ~ 6 ГПа и температурах до 1500 °С, непригодны по причине наличия в них фазовых превращений с уменьшением объема, что приводит к потере давления в ячейке.

Для создания давления в реакционном объеме использовались конические сжимаемые прокладки из блочного пирофиллита; запирающие истечения рабочей среды (хлористый цезий и графит) осуществлялось стальными кольцами, изготовленными из стали марки Ст 3, схема ячейки представлена на рис. 1.

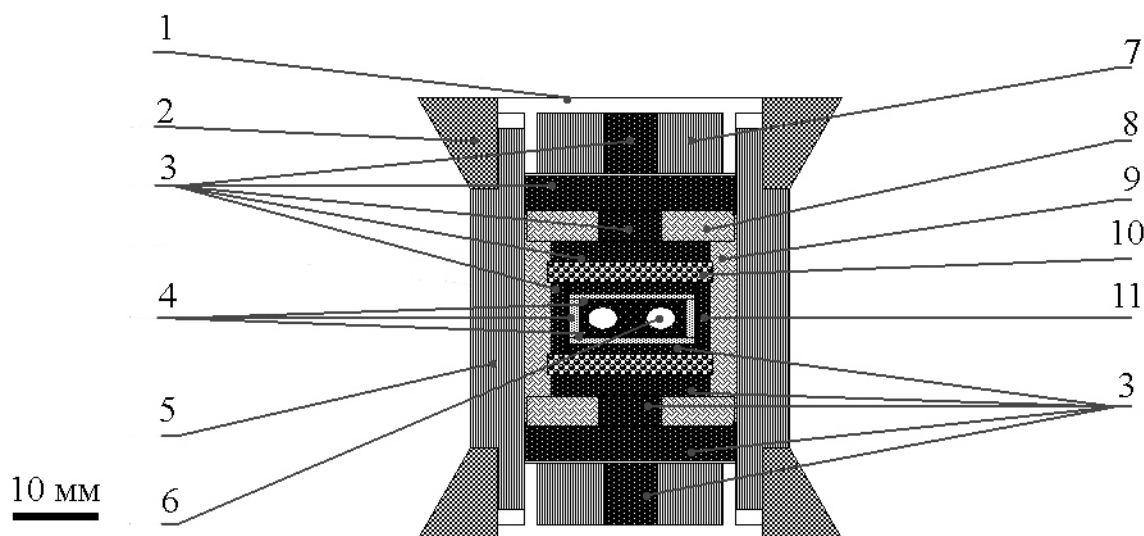


Рис. 1. Схема ячейки аппарата высокого давления типа «белт»:

1 – стальные кольца; 2 – пиррофиллитовая сжимаемая прокладка; 3 – распределительные графитовые кольца; 4 – электроизоляция реакционного объема (CsCl); 5 – пиррофиллитовая втулка; 6 – обрабатываемые образцы; 7 – пиррофиллитовая теплоизолирующая шайба; 8 – экран инфракрасного излучения; 9 – втулка экрана инфракрасного излучения; 10 – композиционные нагревательные элементы; 11 – трубчатый графитовый нагреватель.

В настоящей работе для теплоизоляции и передачи давления использован композиционный материал на основе хлористого цезия «Cs-C», что позволило достичь значения температуры приблизительно 2300 °С в рабочем объеме порядка 3,5 см³. Исследования проводились в аппарате типа «белт» диаметром 40 мм; использовалось прессовое оборудование усилием 1800 МН.

Основным достоинством ячейки АДВ является изоляция реакционного объема с помощью композиционного материала «Cs-C». Этот материал представляет собой смесь химически чистого хлористого цезия с небольшим количеством мелкодисперсного графита (размер частиц меньше 40 мкм), который равномерно распределен по всему объему композита. Такой композиционный материал достаточно пластичен и является хорошей средой для передачи давления, он обеспечивает квазигидростатические условия нагружения реакционной ячейки до 8 – 10 ГПа. Кроме этого, композиционный материал CsCl + C^р имеет низкую теплопроводность и экранирует тепловое излучение от нагревательных элементов ячейки при нагреве реакционного объема выше 700 °С. За счет присутствия в объеме композита мелкодисперсного графита основная часть излучения экранируется. Высокий коэффициент термического расширения хлористого цезия позволяет компенсировать при высоких температурах значения потери давления, которые происходят за счет сжимаемости используемых материалов больше, чем в других квазигидростатических средах.

Система нагрева реакционной ячейки (рис. 1) состоит из трубчатого графитового нагревателя 11 и двух дисковых нагревателей – 10 изготовленных из композиционного материала (смесь диоксида циркония с 7 – 11 % (по массе) графита) [2]; трубчатый нагреватель и дисковые резистивные элементы имеют электрический контакт посредством графитовых дисков 3. Электроввод от пуансонов АДВ типа «белт» к дисковым нагревателям 10 осуществляется путем перераспределения электрического напряжения на стальных кольцах 1 через графитовые диски 3.

На рис. 2 представлена зависимость сближения пуансонов АД типа «белт» в зависимости от времени нагружения. Зависимость давления в цилиндре пресса, силы и мощности электрического тока нагрева при нагружении АД типа «белт» диаметром 40 мм представлены на рис. 3.

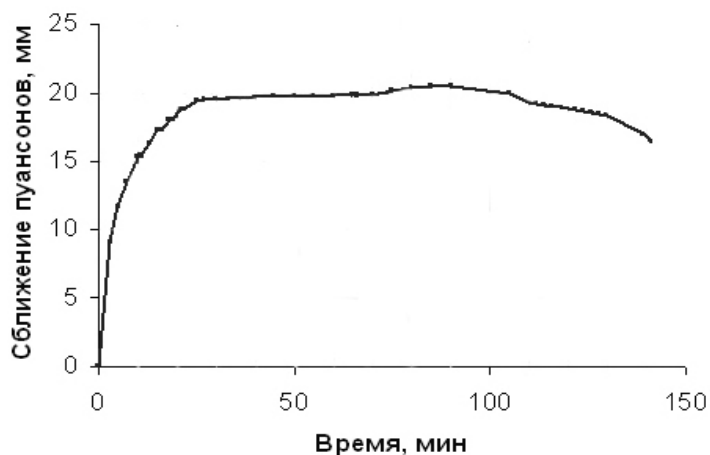


Рис. 2. Зависимость сближения пуансонов АД типа «белт» диаметром 40 мм от времени проведения эксперимента.

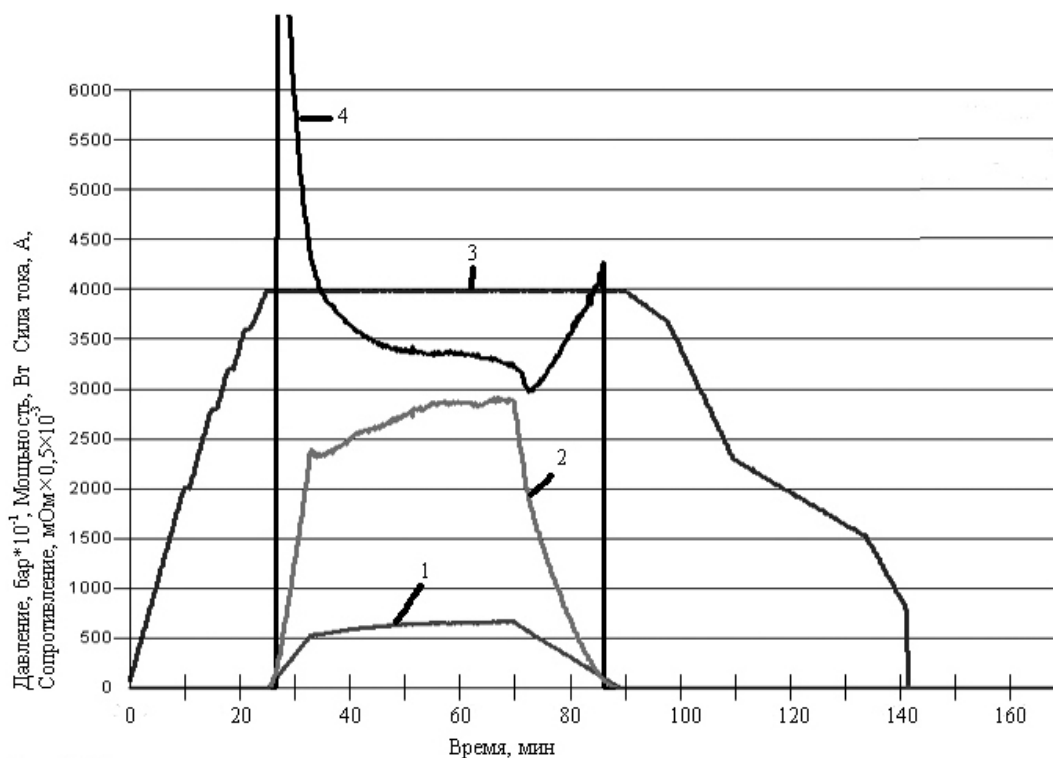


Рис. 3. Зависимость давления в цилиндре пресса, электрического сопротивления, силы тока и мощности при АД типа «белт» от времени проведения эксперимента:

1 — сила электрического тока, А; 2 — мощность электрического тока, Вт; 3 — давление в цилиндре пресса, бар $\times 10^{-1}$; 4 — электросопротивление, мОм $\times 0,5\times 10^{-3}$.

В табл. 1 приведены данные изменения давления и температуры в реакционном объеме в зависимости от времени и напряжения электрического тока нагрева ячейки.

Таблица 1. Давление и температура ячейки АД типа «белт» в зависимости от текущего времени и напряжения электрического тока

Время, мин	Давление, ГПа	Температура, °С	Мощность, Вт
0	0	0	0
3	0,84	0	0
25	5,00	0	0
30	5,00	680	873
33	5,00	1870	2377
40	5,00	1960	2489
45	5,00	2060	2613
50	5,00	2150	2728
55	5,00	2260	2867
60	5,00	2270	2877
65	5,00	2260	2863
66	5,00	2300	2919
70	5,00	2280	2887
90	5,00	0	0
141	1,12	0	0
0	0	0	0

При параметрах нагрева ячейки, представленных на рис. 3, в реакционном объеме температура достигает 2300 °С – помещенные в реакционном объеме ячейки образцы монокристаллов природного алмаза типа IIa коричневого цвета обесцвечивались (рис. 4). Ранее нами, а также другими исследователями, было определено, что обесцвечивание кристаллов такого типа, имеющих аналогичный дефектно-примесный состав (по данным ИК-спектроскопии), происходит при температуре 2300 ± 50 °С [3, 4, 5].

Применение деталей из пирофиллита – 2, 5 и 7 дает возможность сохранить основную схему нагружения ячейки АД типа «белт», позволяющую сформировать сжимаемые прокладки, их сжатие и необходимое перемещение пуансонов АД типа «белт», обеспечивающего создание давления в рабочей полости.

Калибровка АД по давлению была выполнена по известным фазовым переходам в селениде и теллуриде свинца, которые происходят при 4,23 и 5,1 ГПа и зафиксированы при давлении масла в цилиндре пресса 402 и 475 бар соответственно. Максимально достижимое давление в ячейке составляло приблизительно 5,5 ГПа при усилии пресса 180 МН. Температура в реакционном объеме определялась с помощью реперов плавления – циркония и никеля.

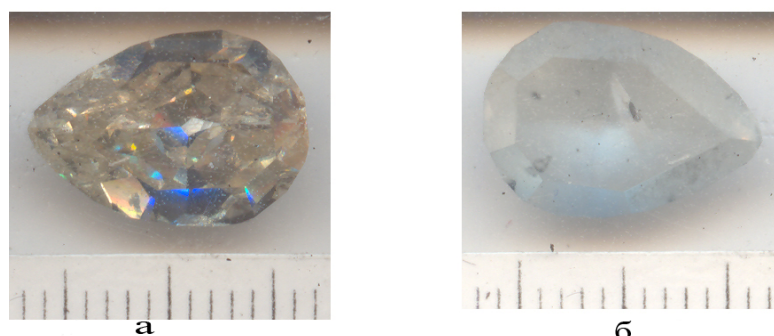


Рис. 4. Результат термобарической обработки природного монокристалла алмаза массой 4,46 ст: а – монокристалл алмаза перед обработкой; б – обработанный монокристалл алмаза.

Таким образом, использование специальных композиционных материалов с высокими теплоизоляционными свойствами и обладающих достаточной пластичностью для обеспечения квазигидростатических условий нагружения АД типа «белт» диаметром 40 мм позволяет работать при температурах до ~2300 °С.

Литература

1. Разработать и освоить выпуск аппаратов высокого давления цилиндрического типа объемом более 25 см³ для синтеза монокристаллов алмазов с использованием лицензии на производство твердого сплава // Отчет по теме 0170. – К: ИСМ АН УССР, 1986. – № гос. Регистрации 0186004708.
2. Лисаковський В. В. Шихта для виготовлення нагрівача пристрою високого тиску. Корисна модель № 20040604528 А, UA, МПК 7 В 01 J 3/06. – 27.11.2004.
3. Катруша А. Н., Заневский О. А., Ивахненко С. А., Vollstaedt Н. Применение термобарической обработки (НРНТ) для изменения цвета природных ювелирных алмазов // Ювелирный бизнес. – 2002. – № 2 – С. 42 – 47.
4. Патент WO01/72404 A1, МКИ В01 J 3/06. High pressure high temperature colour change of diamond / Burns Robert Charles, Fisher David – Заявл. 31.03.2000, Оpubл. 04.10.2001.
5. Новиков Н. В., Катруша А. Н., Ивахненко С. А., Заневский О. А. Влияние высокотемпературной обработки на дефектно-примесную структуру и цвет монокристаллов алмаза (обзор) // Сверхтв. материалы. – 2003. – № 6. – С. 3 – 17.

Поступила 11.07.07.