

- щий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2007. – Вып. 10. – С. 212–216.
9. Петасюк Г.А., Богатырева Г.П. Экстраполяционно-аналитический метод определения удельной поверхности порошков сверхтвердых материалов // Сверхтвердые матер. – 2007. – № 6. – С. 65–76.
 10. О связи между содержанием включений в синтетических алмазах и их магнитными свойствами / Г. П. Богатырева, В. Б. Крук, Г. Ф. Невструев и др. // Синтетические алмазы. – 1977. – Вып. 6. – С.14–19.
 11. М88 Украины 90.256–2004. Методика определения удельной магнитной восприимчивости порошков сверхтвердых материалов (СТМ). – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – 10 с.
 12. ДСТУ 3292-95. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия. Введ. 01.01.96. – К.: Госстандарт Украины, 1995. – 72 с.

Поступила 03.06.10

УДК 539.89:66.083

С. Н. Шевчук, А. Н. Гаран, кандидаты технических наук;
С. А. Ивахненко, д-р техн. наук; **О. А. Заневский**, канд. хим. наук

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

ОПТИМИЗАЦИЯ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ В РОСТОВОМ ОБЪЕМЕ АППАРАТА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ ТИПА «ТОРОИД»

Settlement methods define increase possibility growth volume of cells for single diamond crystals growing in toroid type high pressure equipment. It is shown that at volume increase of the growth cell on 25 % limiting values of temperature in characteristic points do not exceed the maximum values for this type equipment. It is shown that at growing of the big size samples the temperature distribution in growth volume corresponds to requirements for growing of structurally perfect single diamond crystals.

Разработка ячеек для выращивания монокристаллов алмаза методом температурного градиента ограничена возможностями проведения экспериментальных исследований с использованием термодатчиков и малыми размерами деталей, применяемых для сборки ростовых ячеек заданной конфигурации. В последнее время широко используют различные методы расчетов с применением методов конечных элементов для решения задач, связанных с электро- и теплопроводностью. Эти методы позволяют путем варьирования свойств материалов, предназначенных для изготовления составляющих элементов ростового объема и контейнера аппарата высокого давления (АВД), оптимизировать характеристики массопереноса углерода в растворителе путем задания необходимых резистивных составляющих системы электрического нагревания для задания распределения температуры с требуемым соотношением ее осевых и радиальных градиентов [1–3].

Представляло интерес изучение расчетными методами изменения температурного поля в ростовых ячейках АВД типа «тороид» при увеличении их размеров – высоты и диаметра ростового объема соответственно на 4 и 3.5 мм с сохранением основных размеров элементов резистивного нагревания и теплоизоляции, применяемых в контейнере для АВД типа «тороид» С40 с полостью диаметром 40 мм.

Для расчета использовали метод конечных разностей [4], который при неоднократном использовании [5,6] показал достаточно точное соответствие расчетных данных эксперимен-

тальным результатам, полученным при использовании термодатчиков для определения полей температуры в ростовых ячейках АД типа «тороид».

Результаты расчетов по изменению размеров ростовой ячейки показаны на рис. 1. Для базового варианта расчета (рис. 1а, диаметр полости высокого давления АД – 40 мм) основными характеристическими точками температурного поля являются следующие:

точка 1 – температура в месте расположения затравочного кристалла (1400 °С);

точка 2 – температура в центре круга плоскости контакта источника углерода с растворителем (1460 °С);

точка 3 – максимальная температура в центре трубчатого графитового нагревателя (1540 °С);

точка 4 – температура в месте контакта верхнего и нижнего электровводов с твердосплавными матрицами АД (соответственно 400 и 380 °С).

Такая ростовая ячейка (рис. 1а) позволяет обеспечивать стабильное увеличение монокристаллов алмаза долгое время.

С увеличением высоты ростовой ячейки на 4 мм (рис. 1б) с таким же соотношением высоты растворителя и источника углерода, как и на рис. 1а, повышается температура в характеристических точках 2 и 3 соответственно до 1500 и 1580 °С и не изменяется температура в характеристической точке 4 контакта электровводов с твердосплавными матрицами.

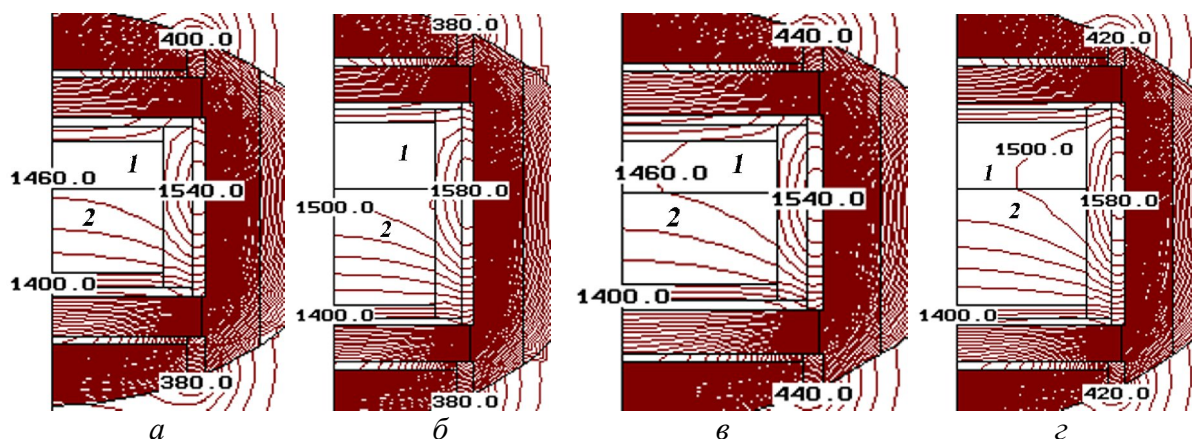


Рис. 1. Схемы распределения температуры в ростовой ячейке АД типа «тороид»: 1 – источник углерода; 2 – сплав-растворитель; затравочный кристалл размером 0,3 – 0,4 мм располагается в центре нижней поверхности сплава-растворителя; а – базовый вариант, б – при увеличении высоты ячейки на 4 мм; в – при увеличении диаметра на 3,5 мм, г – при увеличении высоты ячейки на 4 мм и диаметра на 3,5 мм; изотермы проведены через каждые 20 °С

Если при всех прочих равных условиях относительно размеров элементов теплоизоляции и резистивного нагревания диаметр ростовой ячейки увеличить на 3 мм, температура в характеристических точках 1–3 для этого случая относительно базовой ячейки оказывается одинаковой, а температура твердосплавных матриц АД в местах контакта с электровводами ячейки значительно повышается на 40 и 60 °С для характеристической точки 4 соответственно верхней и нижней частей аппарата (рис. 1в).

В последнем варианте рассмотрен случай ячейки с одновременным изменением ее высоты и диаметра соответственно на 4 и 3,5 мм (рис. 1г). В этом случае при сохранении температуры 1400 °С в характеристической точке 1 на 40 °С повышается температура в характеристических точках 2–4 по сравнению с базовым вариантом.

Выполненные расчеты позволяют оценить изменение параметров нагревания и градиентов температуры при увеличении высоты и диаметра ростовой ячейки (табл. 1).

Таблица 1. Изменение объема, параметров нагрева и градиентов температуры при увеличении высоты и диаметра ростовой ячейки АД типа «тороид»

Вариант ячейки	Изменение объема, %	Мощность нагрева, Вт	Изменение мощности нагрева, %	Сопротивление цепи нагрева, МОм	Среднее значение градиента температуры по оси ростовой ячейки, °С/мм	Среднее значение градиента температуры по периферии в направлении оси ячейки, °С/мм
Базовый (рис. 1а)	–	1895	–	5,5	12,3	4,8
Увеличение высоты ячейки на 4 мм (рис. 1б)	+20.5	1968	+4	6,4	12,6	15,4
Увеличение диаметра ячейки на 3.5 мм (рис. 1в)	+20.0	2287	+21	4,4	11,2	12,1
Увеличение высоты ячейки на 4 мм и диаметра на 3.5 мм (рис. 1г)	+42.7	2377	+25	5.1	12,0	15,6

Результаты расчетов показывают, что при увеличении диаметра и высоты ростовой ячейки АД типа «тороид» ростовой объем увеличивается на 42,7 %, при сохранении приблизительно на одном уровне осевого градиента температуры, который является основной движущей силой углерода от источника к растущему кристаллу. Мощность нагрева ячейки максимального объема повышается по сравнению с базовым вариантом на 25 % и не превышает 2,4 кВт.

С помощью метода конечных разностей можно проследить за изменением температурного поля при увеличении размеров кристалла. Так, для базовой ячейки (рис. 1а) показано изменение температурных полей для двух случаев управления нагреванием ячейки – по температуре (рис. 2 а, б) и мощности (рис. 2 в, г).

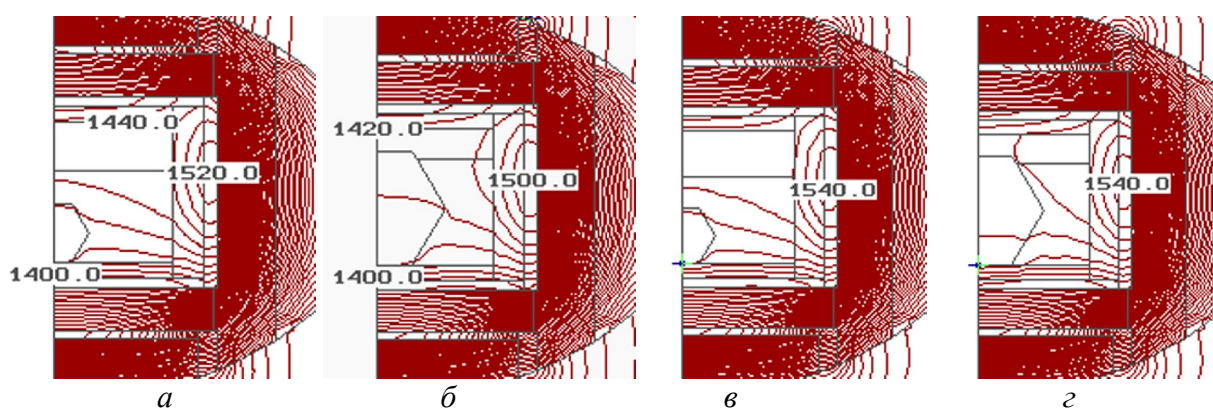


Рис. 2. Схемы изменения температурных полей в ростовых ячейках при увеличении размеров растущих кристаллов: а, в – до максимальных габаритных размеров 4x4 мм в поперечном сечении и высоты 3,5 мм; б, г – до максимальных габаритных размеров 8x8 мм в поперечном сечении и высоты 7 мм (случаи а, б – выращивание при поддержании постоянной температуры в точке размещения затравки 1400 °С; случаи в, г – выращивание при постоянной мощности нагрева ростовой ячейки; изотермы проведены через каждые 20 °С)

В первом случае поддерживается постоянная температура в точке размещения затравочного кристалла (характеристическая точка 1); для расчетного случая приняли $T_1 = 1400$ °С. Во втором случае постоянной поддерживается мощность нагревания, при которой производится процесс выращивания кристалла. Для расчета использовали следующие данные: теплопроводность монокристаллов алмаза 300 Вт/мК, температура 1400–1600 °С, и давление 6.5 ГПа, исходная высота сплава-растворителя для базовой ячейки 5 мм; высота источника углерода 3 мм. Высота источника углерода в расчетах уменьшалась на величину, соответствующую объему выросшего на затравке кристалла (рис. 2). Результаты расчетов для выращивания кристаллов при поддержании постоянной температуры $T_1 = 1400$ °С в характеристической точке показывают, что для кристаллов размерами 3,5–4,0 и 7,0–8,0 мм температура в характеристических точках 2 и 3 снижается соответственно до 1440, 1420, 1520 и 1500 °С; при этом для поддержания постоянной температуры $T_1 = 1400$ °С необходимо снижать силу тока нагревания ростовой ячейки в следующей последовательности: базовая ячейка (рис. 1а) – 1895 Вт → ячейка с кристаллами размером 3,5–4,0 мм (рис. 2а) – 1876 Вт (снижение на 1 %) → ячейка с кристаллами размером 7,0–8,0 мм (рис. 2б) – 1864 Вт (снижение на 1,6 %).

При выращивании кристаллов путем поддержания постоянной мощности нагревания ростовой ячейки температура в характеристической точке 1 по мере увеличения массы кристалла до размеров 3–4 мм и 7–8 мм повышается соответственно до 1420 и 1430 °С, в то время как температура в характеристических точках 2 и 3 практически не изменяется с увеличением массы кристалла по сравнению с базовым вариантом и составляют соответственно 1460 и 1540 °С. Результаты оценки градиентов температуры для этого случая приведены в табл. 2. Как видим, осевой градиент температуры в центре при увеличении массы кристалла снижается; осевой градиент на периферии ростовой ячейки при этом изменяется незначительно, с 13,2 до 11,8 °С/мм; в объеме кристалла при увеличении его размера с 3–4 до 7–8 мм градиент температуры снижается в 1,5 раза, а радиальный градиент по поверхности затравочной плоскости с увеличением размеров кристалла повышается в 10 раз.

Таблица 2 Расчетные значения градиентов температуры для различных ростовых ячеек при выращивании кристаллов путем поддержания постоянной мощности нагревания ($W = 1895$ Вт)

Ячейка для расчета температурных полей	Температура в характеристической точке 1, °С	Осевой градиент температуры по центру, °С/мм	Осевой градиент температуры по периферии ростовой ячейки, °С/мм	Осевой градиент температуры по центру кристалла, °С/мм	Радиальный градиент температуры по поверхности плоскости затравочного кристалла, °С/мм
Базовая (рис. 1а)	1400	12,5	1,2	–	0,7
С кристаллом размером 3–4 мм (рис. 2а)	1420	8,7	12,8	6,0	4,1
С кристаллом размером 7–8 мм (рис. 2б)	1430	5,5	11,8	3,9	6,3

Таким образом, согласно результатам исследования приходим к следующим выводам.

1. Увеличение размеров реакционной ячейки – высоты на 4 мм и диаметра на 3,5 мм позволяет увеличить ростовой объем ячейки АД типа «тороид» на 25 %. В результате по-

является возможность выращивания монокристаллов алмаза на 20 масс. % больше, чем для базового варианта ячейки.

2. Результаты расчетов температурных полей при выращивании монокристаллов алмаза размером 7–8 мм (максимальной массой 2,5–3,0 карат) показали, что изменение температурного градиента в процессе увеличения кристаллов не превышает значений, необходимых для получения структурно совершенных образцов.

Литература

1. Влияние электромагнитного поля на массоперенос углерода в металле-растворителе при выращивании монокристаллов алмаза методом температурного градиента / А. П. Чепугов, В. В. Лысаковский, М. А. Серга и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – Вып. 12. – С. 179–182.
2. Будяк А. А., Иваненко С. А. О влиянии конфигурации деформируемого уплотнения на тепловое поле в реакционной ячейке при выращивании монокристаллов алмаза методом температурного градиента // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2006. – Выпуск 9. – С. 155–157.
3. Расчет температурного поля и массопереноса углерода при выращивании монокристаллов алмаза в расплаве металлов / С. А. Ивахненко, О. А. Заневский, А. А. Будяк и др. // Рос. хим. журн. – 2006. – Т. L. – № 1. – С. 43–47.
4. Будяк А. А., Ивахненко С. А. К модели массопереноса углерода при выращивании монокристаллов алмаза на затравке // Сверхтвердые матер. – 1990. – № 4. – С. 11–17.
5. Будяк А. А. Расчет теплового поля в реакционной ячейке АД методом поэтапного моделирования // Сверхтвердые матер. – 1994. – № 3. – С. 13–17.
6. Серга М. А., Шевчук С. Н. Моделирование температурных полей в ячейке для выращивания монокристаллов алмаза при стимулированном зародышеобразовании // Сверхтвердые матер. – 2005. – № 6. – С. 71–77.

Поступила 07.07.10

УДК 622.23.051.7

О. А. Заневский, канд. хим. наук; **С. А. Ивахненко**, д-р техн. наук;
Г. Д. Ильницкая, **Л. И. Александрова**, **А. П. Загора**, **Р. К. Богданов**,
кандидаты технических наук

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

ВОЗМОЖНОСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ СИНТЕТИЧЕСКИХ МОНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА ТИПА Ib РАЗМЕРОМ 1–2 ММ В БУРОВОМ ИНСТРУМЕНТЕ

The results of durability study are presented for synthetic type-Ib diamond monocrystal under heat at 1150 °C in an argon environment. In current stage of the research the applicability of such diamonds in experimental drill bits is ensured due to use of magnetic separation methods.

Развитие методов выращивания монокристаллов алмаза позволяет значительно расширить области их применения. Одной из сторон практического применения таких монокристаллов является их использование для производства породоразрушающего инструмента, в