

Получение, структура, свойства

УДК 62-987:621.921.34

А. И. Прихна (г. Киев)

Аппараты высокого давления в производстве синтетических алмазов (обзор)

Приведены краткие сведения по созданию аппаратов высокого давления начиная с тридцатых годов прошлого века. Более подробно представлены устройства, разработанные сотрудниками Института сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины во второй половине XX века.

Ключевые слова: *аппарат, давление, наковальня, напряжение, синтез, пуансон.*

Развитие техники высоких давлений. В начале тридцатых годов прошлого века были известны устройства (пьезометры) в виде стальных толстостенных цилиндров, снабженные пригнанными к ним по скользящей посадке плунжерами. В них создавались давления до 0,3 ГПа. Разработкой устройств на более высокие давления, которые будем именовать аппаратами высокого давления (аппаратами), мы обязаны родоначальнику современной техники высоких давлений американскому ученому Перси Бриджмену. Поместив пьезометр в полость большого гидравлического цилиндра, он получил двухступенчатый аппарат, во внутренней полости которого было достигнуто давление до 3 ГПа. Препятствием к дальнейшему повышению давления в аппарате этого типа явилось затвердевание многих передающих давление жидкостей при более высоких давлениях. Поэтому П. Бриджмену пришлось использовать в качестве среды, передающей давление, твердые минералы, такие как трубочный камень (pipestone) или пирофиллит. Примечательно то, что более высокие давления удалось получить в более простом устройстве (рис. 1) [1]. В нем собственно наковальни *A* и *B* изготовлены из твердого сплава. Бандажи *C* и *D* (из легированной стали) создают в наковальнях предварительные радиальные напряжения сжатия. Шайбы из трубочного камня, деформируясь в радиальном направлении внутрь, создают объемное напряжение в образце, а деформируясь одновременно наружу, — плавно снижающееся давление на периферийную часть наковален. В результате в наковальнях возникают условия объемного сжатия, модуль которого уменьшается в радиальных направлениях. Эти способы создания объемного на-

пряженного сжатия и уплотнения полости давления применяются во всех “твердотельных” аппаратах других типов, используемых для синтеза алмаза. В наковальнях (см. рис. 1, *a*) на диаметре 6 мм удалось достигнуть давление ~ 40 ГПа. Наковальни с выточками (см. рис. 1, *б*) позволили несколько увеличить объем сжимаемого образца и создать более благоприятные условия для его нагрева методом сопротивления. Дальнейшее увеличение объема полости аппарата этого типа осуществляли другие исследователи.

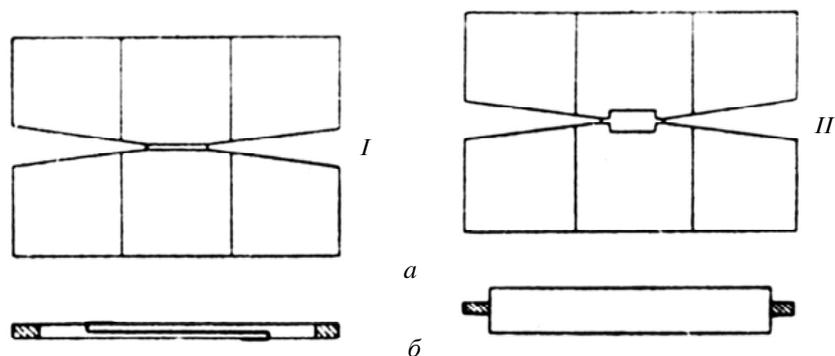


Рис. 1. Наковальни Бриджмена (*a*, *I* — плоские, *II* — с выточками) и шайбы (*б*).

Несколько больший объем полости имеет аппарат, в котором образующие полость углубления выполнены в форме блюда (рис. 2) [2]. Помещенные в углубления вставки из оксида алюминия обеспечивают тепловую изоляцию сжатого образца и позволяют нагреть его до более высокой температуры.

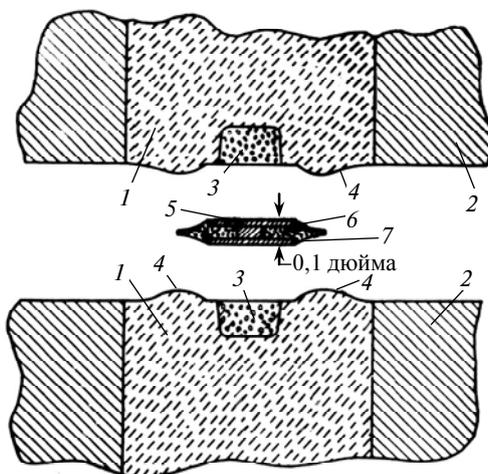


Рис. 2. Аппарат Холла типа “блюдо” [2]: закаленная сталь или твердый сплав (*1*), стальное скрепляющее кольцо (бандаж) (*2*), изолятор (*3*), буртики (*4*), графитовое ядро и ограничительные кольца толщиной 0,1 дюйма (*5*), кольца из MgO или Al₂O₃ толщиной 0,05 дюйма (*6*), уплотнение из трубочного камня (*7*).

Значительно больший (относительный) объем полости давления имеет аппарат Холла, представленный на рис. 3 [3], создающий давление до 4 ГПа. Аппарат, создающий давление до 8 ГПа (рис. 4), разработан Л. Ф. Верещагиным с сотрудниками. В этом аппарате теми же авторами впервые в СССР был осуществлен синтез алмаза. На несколько лет раньше впервые в мире алмаз

был синтезирован в Швеции в двухступенчатом аппарате (рис. 5) [4], в котором внутренний блок был шестипуансонным твердотельным с кубической полостью давления, приводимым в действие через пластическую оболочку гидравлическим давлением 0,6 ГПа. Далее в США алмаз был синтезирован (независимо) Г. Т. Холлом в разработанном им аппарате “бэлт” (рис. 6) [5], состоящим из бандажированного твердосплавного цилиндра с распушенным отверстием и двух пуансонов.

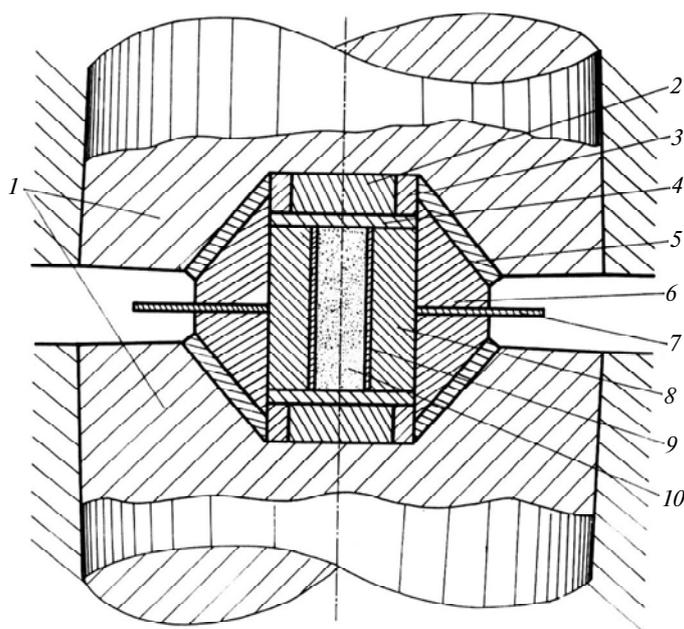


Рис. 3. Аппарат Холла [3]: матрица (1), торцевой электротермоизолятор (2), токопровод кольцевой (3), токопроводящий торцевой нагреватель (4), конический электротермоизолятор (5), деталь, удерживающая давление (6), электроизоляционная прокладка (7), трубка электроизоляционная (8), трубчатый электропроводящий нагреватель (9), исследуемый образец (10).

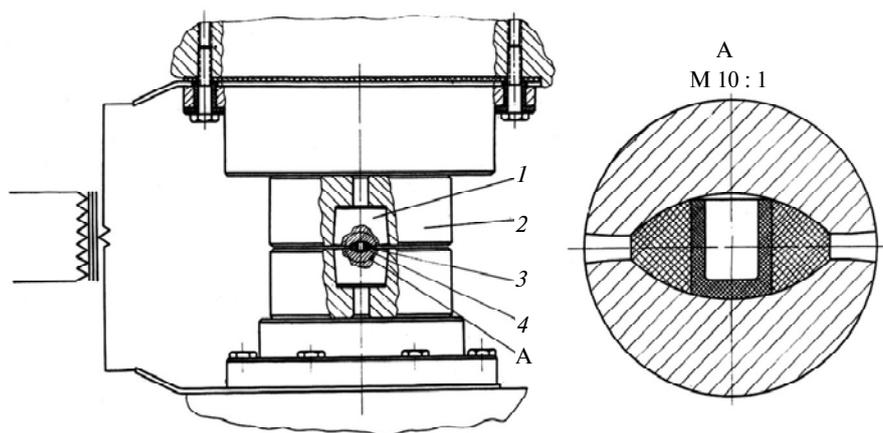


Рис. 4. Аппарат Верещагина типа “чечевица” (первоначальное название): матрица (твердый сплав ВК8) (1), корпус (легированная конструкционная сталь) (2), контейнер из литографического камня (3), графитовый нагреватель (4).

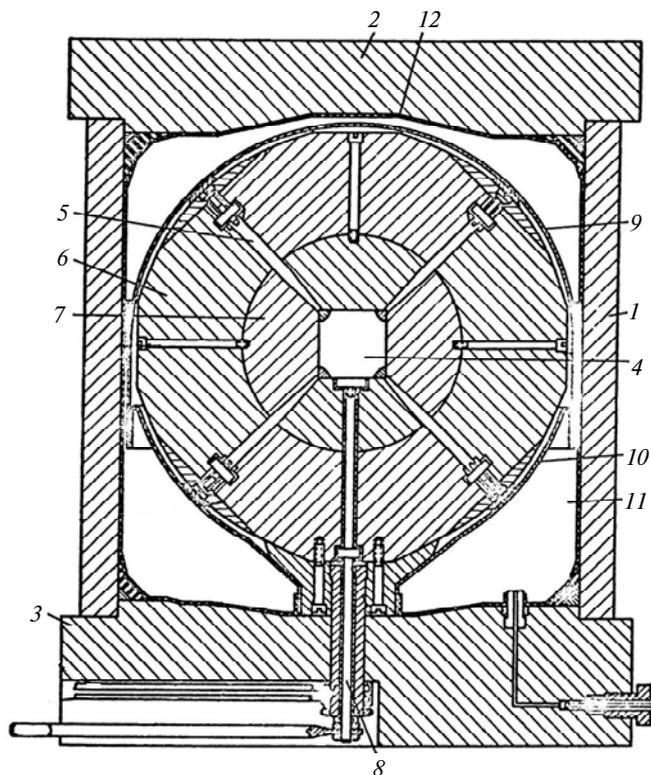


Рис. 5. Двухступенчатый аппарат Платена [4]: внутренняя стенка гидравлического цилиндра (силовая обмотка не показана) (1), донья (крышки) гидравлического цилиндра (2, 3), полость давления (4), зазоры между пуансонами (5), основание пуансона (6), пуансон (7), токопровод (8), уплотнение сборки из пуансонов (9, 10), полость гидравлического цилиндра (11), уплотнение гидравлического цилиндра (12).

Известны также многопуансонные аппараты с тетраэдрической [6], призматической [7] и цилиндрической [8] полостями. Тетраэдрический аппарат приводится в действие четырьмя пространственно расположенными гидравлическими цилиндрами. Известен вариант этого аппарата, приводимый в действие одноцилиндровым прессом. Имеются сведения о применении в Китае кубического аппарата, приводимого в действие шестью гидравлическими цилиндрами.

Кеннеди Г. С. разработал аппарат типа “цилиндр—поршень” с замкнутой в исходном положении полостью [9]. В этом аппарате автор использовал ранее никем не отмеченное свойство скрепляющего кольца вызывать напряжения сжатия в выступающих из него частях скрепляемой детали. Ценной особенностью аппарата является возможность сначала нагреть шихту, а затем сжимать ее. Это позволяет избежать прохождения шихты через зону интенсивного образования зародышей алмаза и тем самым обеспечить выращивание более крупных кристаллов.

Разработка промышленной модели аппарата. Центральное конструкторско-технологическое бюро твердосплавного и алмазного инструмента Госплана СССР (ЦКТБ) было привлечено к разработке промышленной технологии синтеза алмаза в середине 1960 г. До этого времени ЦКТБ занималось разработкой конструкций и технологии изготовления твердосплавных инструментов различного назначения. В его подчинении находился Опытный

завод, на котором было налажено изготовление опытно-промышленных партий этого инструмента, включая изготовление самих твердосплавных деталей.

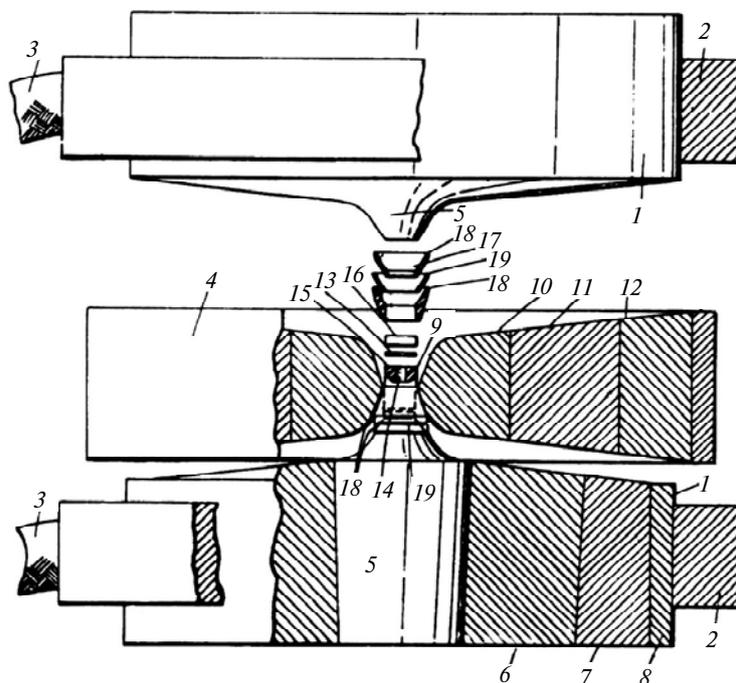


Рис. 6. Аппарат Холла типа “бэлт” [5]: пуансон в сборе (1), токопровод (2, 3), цилиндр в сборе (4), пуансон (5), блок скрепляющих пуансон колец (6, 7), предохранительное кольцо блока пуансона (8), реакционный сосуд (9), вставка цилиндра (10), блок скрепляющих цилиндр колец (11, 12), набор токопроводящих и уплотняющих деталей (13—19).

Задание ЦКТБ сопровождалось программой наращивания объема выпуска алмаза по годам с выходом на конечный объем — 5 млн. каратов в год.

В адрес ЦКТБ был направлен научный отчет Института физики высоких давлений АН СССР (ИФВД) о решении проблемы синтеза алмаза, содержащий описание способа синтеза, используемых материалов и аппаратуры для его осуществления. В отчете указывалось, что за один цикл с выдержкой шихты при высоком давлении и температуре в течение 25 мин образуется 50 мг (0,25 карата) алмаза. Однако твердосплавные детали аппарата высокого давления (матрицы) общим весом 1 кг служат лишь один раз (см. рис. 4).

Кроме того, для ускорения работ из Москвы в Киев были привезены две лабораторные прессовые установки для нагружения аппарата. Воспроизведение описанного способа, выполненное работниками ЦКТБ в Киеве под наблюдением представителей ИФВД, показало совпадение полученных результатов с приведенными в отчете.

При последующих испытаниях 100 шт. матриц средний срок их службы оказался равным 1,2 цикла (в некоторых случаях разрушалась лишь одна матрица).

Кажущийся парадокс образования алмаза с одновременным разрушением аппарата объясняет рис. 7, на котором представлена зависимость давления от величины рабочего хода матриц при нагружении их силой пресса и обратного хода, осуществляемого силами упруго сжатого в полости материала. Как видим, давление в уплотнении появляется позднее, чем в полости, но в конце

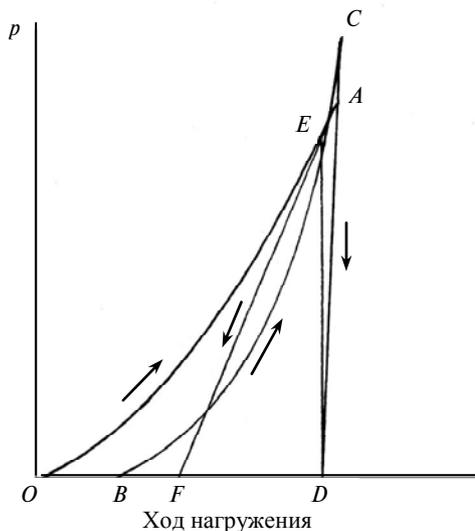


Рис. 7. Зависимость давления от хода нагружения в аппарате Верещагина: в полости (OAF), в уплотнении (BCD).

хода, когда течение материала в радиальных направлениях прекращается, давление (точка C) в уплотнении несколько превышает давление в полости (точка A). При уменьшении силы прессы абсолютное значение увеличения размера полости в осевом направлении и уплотнении одинаково. Но ввиду того, что размер полости в этом направлении почти на порядок больше размера уплотнения, давление в полости (AF) снижается медленнее, чем в уплотнении (CD). Поэтому при полном разгрузении уплотнения давление в полости только начинает снижаться (AE).

Это и есть та критическая часть цикла, на которой происходит разрушение матриц, т. е. после завершения самого процесса синтеза.

Устранить этот недостаток можно было бы увеличением исходного осевого размера контейнера. Но в этом случае одновременно с увеличением конечной толщины уплотнения увеличился бы и его наружный диаметр. А это привело бы к неоправданному увеличению удельной (приведенной к объему полости) силы приводного прессы и увеличению размеров матриц. Указанный недостаток свойственен и аппаратам других типов, в которых уменьшение объема полости, необходимого для создания давления в ней, сопровождается уменьшением зазоров между смежными деталями, образующими полость давления.

Из изложенного нетрудно прийти к выводу, что первоочередной задачей в разработке технологии синтеза алмаза было увеличение срока службы аппарата высокого давления. Попутно следовало разработать для аппарата технологию массового изготовления деталей разового использования — контейнеров (4 млн. шт. в год) из литографского камня.

Одним из факторов повышения срока службы аппарата могло бы стать снижение рабочего давления в нем. Поэтому такая задача тоже была поставлена.

Сжатые сроки, отведенные на разработку промышленной технологии производства синтетических алмазов, определили методику ее выполнения.

На основании положений известной теории (Лямэ) напряжений в толстостенных сосудах были определены условия, позволившие уменьшить наружный диаметр матриц. Статистический анализ расположения трещин в матрицах аппарата (см. рис. 4) позволил уменьшить их высоту.

Небольшим увеличением наружного диаметра контейнера было обеспечено скрепление уплотнением всей поверхности матрицы вокруг полости.

На основании многолетнего опыта применения различных марок твердого сплава для инструментов различного назначения для матриц был выбран сплав марки ВК6 вместо ВК8, а для вставок опорных плит — сплав марки ВК15. В результате получили аппарат, представленный на рис. 8 [10].

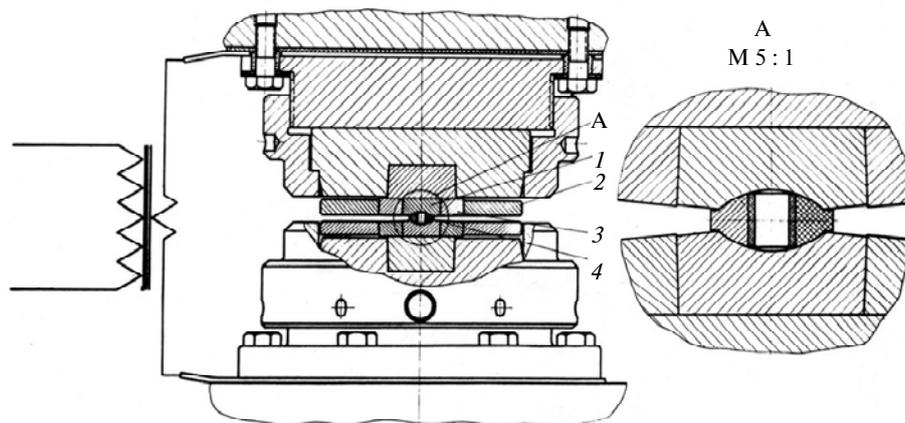


Рис. 8. Промышленная модель аппарата типа “наковальни с углублениями” [9]: матрица (1), блок скрепляющих колец (2, 3), контейнер (4).

Натяги между деталями аппарата, вызывающие сжимающие напряжения в матрицах и вставках опорных плит, рассчитывали по формулам упомянутой теории и затем уточняли по результатам фактического срока службы аппарата. Испытания нескольких партий таких аппаратов в работе показали увеличение срока службы их до 70 циклов. Но в процессе работы в середине углублений матриц постепенно образовывались эрозионные раковины (рис. 9), из-за чего объем полости давления аппарата увеличивался. Для продления срока службы матриц было предложено заполнять образовавшиеся раковины порошком тугоплавкого металла, который при нагреве приваривался к твердому сплаву, восстанавливая прежний объем полости [11].

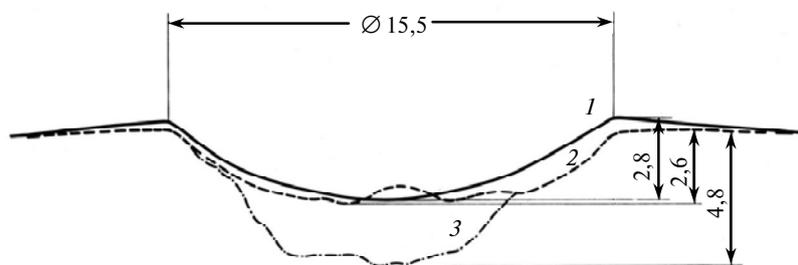


Рис. 9. Эрозия и деформация рабочей поверхности матриц; профиль поверхности: исходный (1), в конце срока службы (2), после удаления никелевого пластыря (3).

Позже, по мере увеличения срока службы аппарата, была обнаружена значительная пластическая деформация поверхности матриц вокруг углубления (см. рис. 9), искажающая профиль образующегося уплотнения полости. По мере развития этой деформации уменьшалось давление в полости.

Уменьшить влияние этой деформации на дрейф давления удалось путем комплектования в одном аппарате новой матрицы с матрицей, отработавшей половину срока службы. Вследствие этого срок службы матриц увеличился до 100 циклов. Срок службы твердосплавных вставок из сплава марки ВК15 в опорных плитах сначала был равен 1000 циклам. При этих показателях работы аппарата на Опытном заводе было организовано опытно-промышленное производство синтетических алмазов.

Слабой стороной аппарата, представленного на рис. 8, является то, что в нем надежно удерживается давление не более 2 ГПа. При более высоких давлениях нередко (не менее 10 %) случаи самопроизвольного разрушения уплотнений полости, сопровождающиеся выбросом их в виде пыли в окружающее пространство. Причем разрушения случаются как при нагружении, так и при постоянной силе пресса, а также при нагреве и выдержке при постоянной температуре и снижении давления после синтеза. Избавиться от разрушений удалось лишь на последней части цикла, т. е. при снижении давления путем плавного стравливания рабочей жидкости из цилиндра пресса через специальный дроссель в течение 4—10 с.

Варьирование времени нагружения от 2 мин до 1 с практически не влияет ни на частоту разрушения уплотнений, ни на срок службы матриц. Измерения показали, что после стабилизации силы пресса матрицы продолжают сближаться в течение 40—50 с. Поэтому дальнейшее замедление нагружения не имело смысла. Контейнеры из пиррофиллита не создавали необходимого давления.

Нанесение на поверхности матриц твердых смазок снизило частоту разрушений, но лишь до указанного выше нижнего уровня.

Полностью удалось избавиться от разрушения уплотнений лишь путем принудительного вращения одной матрицы относительно другой при возрастании силы пресса. Но это значительно усложняло конструкцию пресса, поэтому этот прием был отвергнут.

Одновременно с работой над аппаратом проводили исследования, направленные на повышение производительности процесса синтеза и изыскание возможностей снижения рабочего давления.

Отказ от трубчатого нагревателя увеличил объем реакционной полости и, следовательно, выход алмаза. Замена в шихте металла-растворителя его сплавом позволила понизить температуру плавления и, в результате этого, давление в полости аппарата.

Замена в составе шихты электрографита природным чешуйчатым графитом Завальевского месторождения (Черкасская область) привела к дальнейшему увеличению выхода алмаза и к резкому сокращению времени синтеза (при небольшом росте давления).

Затем силами лаборатории синтеза алмаза вместо выпускавшихся промышленностью громоздких четырехколонных прессов с чугунными поперечинами и цилиндром были спроектированы малогабаритные прессовые установки силой 3 и 5 МН с цельными стальными закаленными станинами и цилиндрами, автоматически управляемыми гидроприводом, транспортером и нагревательным устройством.

В результате выполнения комплекса перечисленных работ продолжительность цикла синтеза сократилась с 25 до 0,4—2,5 мин (в зависимости от марки алмаза); выход алмаза увеличился от 0,25 до 0,75 карата; производительность прессовой установки за восьмичасовую смену увеличилась от 8 до 800 каратов, а срок службы матриц аппарата — до 250 циклов; расход твердого сплава на 1 карат алмаза сократился в 1400 раз; себестоимость производства 1 карата алмаза снизилась от 135 руб. до 2 руб. 50 коп.

При таких показателях не было смысла продолжать начавшееся проектирование специализированного завода производительностью 5 млн. каратов алмаза в год. Такое производство по инициативе директора института В. Н. Бакула было организовано на площадях Опытного завода института. Причем обстоятельства сложились так, что и изготовление самих прессовых установок, а так-

же модернизация вспомогательного оборудования выпали на долю Опытного завода. Вследствие этого казавшиеся невыполнимыми задания по наращиванию объемов производства синтетических алмазов были выполнены досрочно. А себестоимость производства синтетических алмазов повышенной хрупкости снизилась до 1 руб. за карат. Кроме того, синтетический алмаз повышенной хрупкости в кругах на органической связке при чистовой заточке твердосплавных инструментов оказался эффективнее природного алмаза по двум показателям — он не требовал охлаждения и удельный расход его был существенно ниже расхода природного алмаза.

Однако анализ структуры прямых затрат (материалы, энергия, зарплата основных рабочих) показал, что доля в них затрат на приобретение материалов для аппарата высокого давления составляет 60 %. Поэтому работа над совершенствованием аппарата была продолжена.

Путем пропорционального увеличения размеров (см. рис. 8) было спроектировано и изготовлено семейство аппаратов больших объемов для прессов силой от 5 до 80 МН, характеристики которых приведены в табл. 1. Но испытания аппаратов в работе выявили такое сильное влияние масштабного фактора на сокращение срока службы твердосплавных матриц, что их применение для прессов силою более 9 МН было бы явно убыточным.

Таблица 1. Характеристики семейства аппаратов увеличенного объема

Диаметр полости высокого давления, мм	Усилие пресса, тс	Объем реакционной камеры, см ³	Выход готового продукта, карат
15,5	220	0,3	0,75
23,3	500	1,0	2,5
32,0	900	2,5	6,0
45,0	2000	8,3	20,0
62,0	3500	20,0	50,0
93,0	8000	66,5	165,0

Поэтому более скромное увеличение объема полости аппарата без увеличения наружных размеров его деталей было достигнуто за счет изменения сферической формы углубления в матрицах на сфероконическую (рис. 10) [12]. А применение лабиринтного уплотнения полости (рис. 11) [13] увеличило надежность удержания давления.

Кроме Опытного завода Института сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины такие аппараты были внедрены на Полтавском, Ереванском, Дрогобычском специализированных заводах, Ленинградском абразивном заводе им. Ильича и Ташкентском заводе.

Позже Колчиным с сотрудниками был предложен аппарат с уплотнением более сложного профиля и большей ширины (рис. 12) [14].

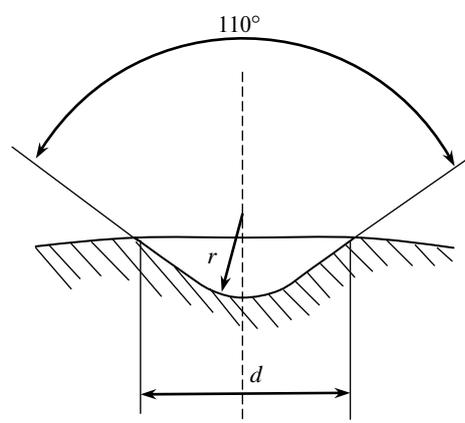


Рис. 10. Сфероконическая поверхность углубления в матрице [12].

Утолщенная (тороидальной формы) часть уплотнения обеспечивала аппарату большую надежность удержания давления ценой увеличения диаметра матрицы и приводной силы пресса (при том же объеме полости давления).

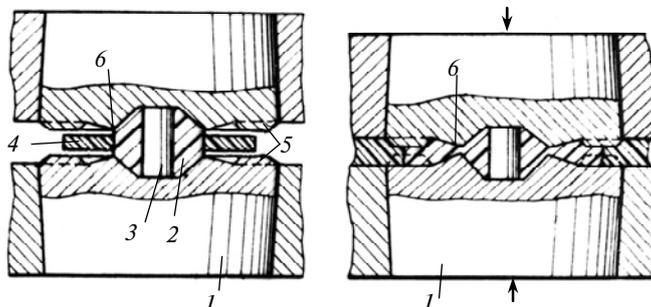


Рис. 11. Лабиринтное уплотнение полости [13]: матрица (1), контейнер (2), сжимаемый образец (3), муфта (4), радиальные пазы (5), кольцевой выступ (6).

Аппараты большого объема. Абразивный инструмент из синтетических алмазов применяется в основном для заточки твердосплавного инструмента, шлифования твердых пород природного камня, обработки полупроводниковых материалов и доводочного шлифования поверхностей стальных деталей.

После организации промышленного производства синтетических алмазов нужды промышленности в алмазном инструменте для указанных целей были быстро удовлетворены. Возникли новые задачи. Необходимо было найти составы шихты и определить технологические режимы синтеза более крупных кристаллов высокой прочности для оснащения камнерезных пил, геологоразведывательных буровых коронок,

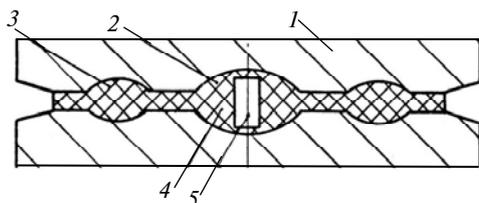


Рис. 12. Аппарат Колчина [14]: матрица (1), полость давления (2), вспомогательная кольцевая полость для уплотнения (3), контейнер (4), сжимаемый образец (5).

буровых долот для бурения скважин на нефть и газ, карандашей для правки абразивных кругов.

Для синтеза таких кристаллов необходимо было создать условия, при которых в шихте образуется меньшее количество зародышей и их рост происходит более медленно. Но это приводило к увеличению стоимости кристаллов. Повлиять на этот процесс можно было путем значительного увеличения объема полости аппарата, поэтому было разработано семейство многопуансонных аппаратов с кубической, октаэдрической и кубооктаэдрической формами полости, приводимых в действие однопуансонными прессами (рис. 13, 14) [15, 16].

Основанием для обращения к более сложной конструкции было то, что выпуклая форма пуансонов исключает появление в них растягивающих напряжений. Испытания указанных аппаратов в работе не выявили ожидавшихся преимуществ перед аппаратами типа “наковальни с углублениями” ни по сроку службы силовых деталей, ни по надежности удержания давления. Поэтому пришлось снова возвращаться к аппарату типа “наковальни с углублениями”.

Но если посмотреть на проблему глазами технолога-машиностроителя, то можно увидеть, что твердые сплавы применяются для обработки металлов только при больших скоростях резания (токарные резцы, фрезы). Протяжки, например, изготавливают исключительно из быстрорежущей стали, резцы для строгальных станков — тоже. В дополнение к известным (220—240 кГ/мм²) значениям прочности на растяжение лучших сортов легированной стали в литературе появились сведения, что прочность инструментальной стали марки У8 на сжатие составляет не менее 300 кГ/мм². Это позволяло заключить, что толстостенный сосуд, закаленный на высокую твердость, может противостоять напряжению сжатия 3 ГПа на внутренней его поверхности, вызванному бандажированием, и поэтому в нем можно развить давление 5,2—5,4 ГПа. Добавляло оптимизма и то обстоятельство, что быстрорежущая сталь обладает глубокой прокаливаемостью, а также то, что аппарат продолжает работать и после появления в нем пластических деформаций (см. рис. 9). Более чем двукратное различие модулей упругости твердого сплава марки ВК6 и стали не позволили перенести без изменений геометрическую форму углублений в твердосплавных матрицах на стальные, оптимальная форма которых приведена на рис. 15 [17]. Аппарат приводится в действие прессом силой 20 МН. Исходный объем реакционной камеры равен 24 см³. Срок службы матриц — около 100 циклов.

Перспективы. Срок службы отдельных партий твердосплавных матриц аппарата (см. рис. 8) иногда превышал указанное выше значение в 2—3 раза, а стальных матриц аппарата (см. рис. 9) — в полтора раза. Но эти показатели нельзя считать удовлетворительными, так как матрицы выходят из строя в результате разрушения или пластической деформации. А причиной, как указано выше, является очень быстрое уменьшение давления в уплотнении в начале снижения силы приводного пресса.

Этот недостаток можно исключить, просверлив в одном из пуансонов (или матриц) аппарата сквозное отверстие диаметром не менее толщины уплотнения (рис. 16) [18], и после окончания синтеза одновременно с плавным снижением силы пресса высверливать из этого отверстия экструдированный в него материал, уменьшая таким образом давление в полости, по крайней мере, до

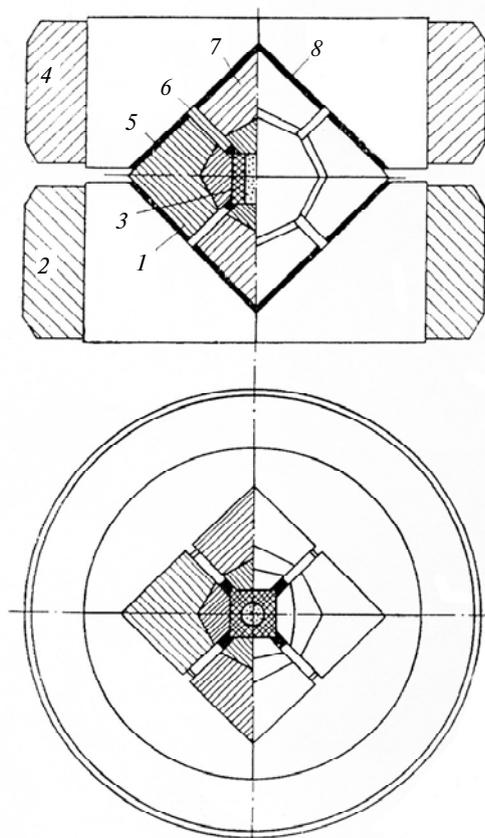


Рис. 13. Кубический аппарат объемного сжатия [15]: пуансон (1, 7), опорная плита (2), контейнер (3), скрепляющее кольцо (4), электроизоляционная прокладка (5), монтажная прокладка (6), токопровод (8).

половины максимального его значения. Критерием оптимальности отношения скорости снижения силы прессы и скорости высверливания материала может служить постоянство зазора между смежными пуансонами (матрицами).

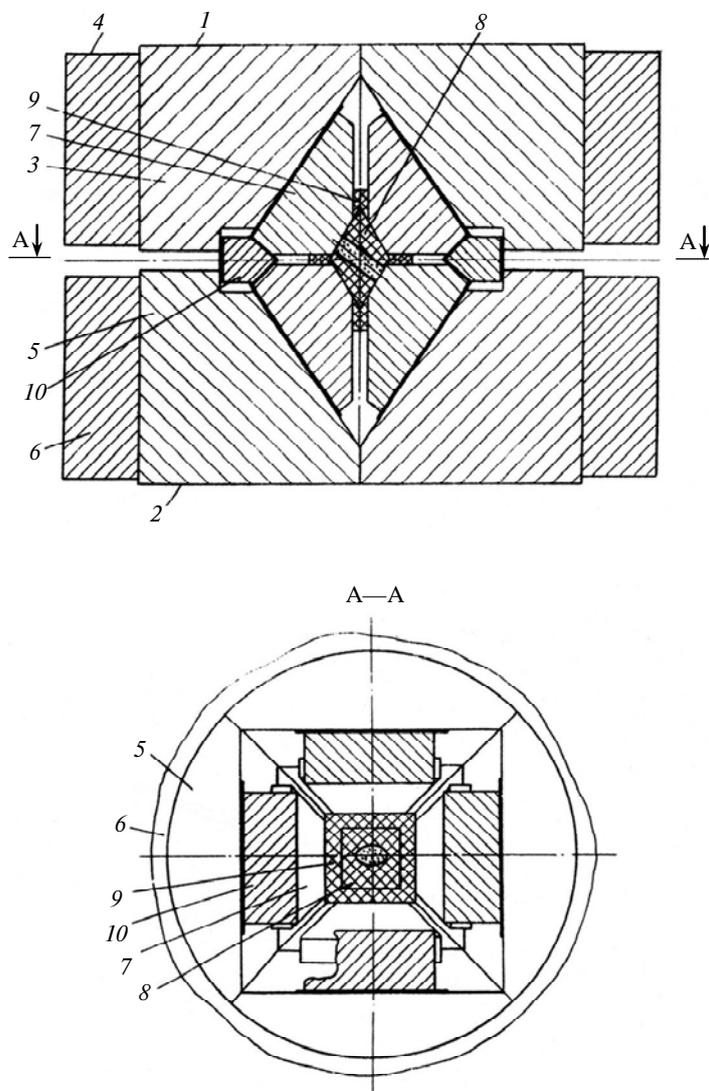


Рис. 14. Октаэдрический аппарат объемного сжатия [16]: опорные плиты (1, 2), элемент опорной плиты (3, 5), скрепляющие кольца (4, 6), пуансон (7), контейнер (8), монтажная установочная прокладка (9), синхронизаторы перемещения пуансонов (10).

Однако представляется более целесообразным обратить внимание на аппараты со скользящими пуансонами [19, 20], хотя здесь также возникают проблемы.

Для обеспечения несущей способности пуансонов необходимо на примыкающих к полости поверхностях создать давления близкие к давлению в полости. Но известно, что в парах трения с увеличением давления резко (вплоть до единицы) увеличиваются коэффициенты трения и при давлениях близких к пределу текучести материала трущихся пар между ними происходит схватывание. А в шестипуансонном варианте аппарата [20], кроме того, одна из

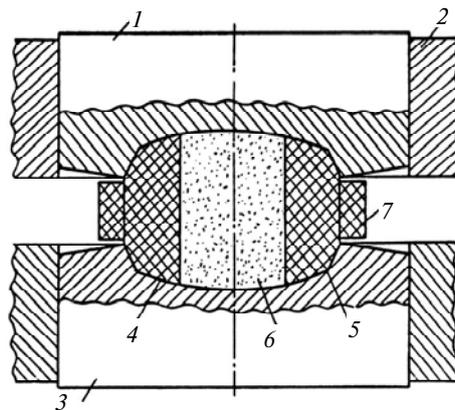


Рис. 15. Аппарат со стальными матрицами [17]: матрица верхняя (1), скрепляющее кольцо (2), матрица нижняя (3), сферическая поверхность углубления (4), граница между сферической и конической поверхностями углубления (5), контейнер (6), кольцо (7).

трех примыкающих к полости граней каждого пуансона является открытой, т. е. в нем невозможно создать давление, превышающее предел текучести материала пуансонов. Возможно, по этим причинам аппараты этого типа не нашли применения. Указанные недостатки можно устранить. Для этого достаточно выполнить ступеньку на одной из примыкающих к полости давления граней каждого пуансона. Высоту и ширину ступеньки рассчитывают так, чтобы под давлением сжатого в полости контейнера его материал проник в образовавшиеся зазоры на такое расстояние от полости, на котором напряжения сжатия в теле пуансона не превышают предела текучести материала пуансона при одноосном сжатии. За пределами ступенек поверхности находятся во взаимном контакте. В аппарате [20], кроме того, необходимо установить в свободные углы, образованные между пуансонами, два сопряженных с этими углами вспомогательных пуансона.

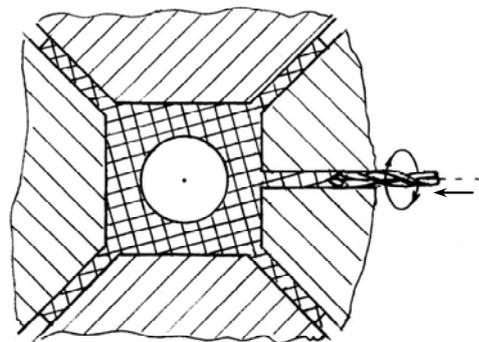


Рис. 16. Способ синхронизации снижения давления в полости и уплотнения аппарата [18].

На рис. 17 представлен один из аппаратов одноосного сжатия [21], а на рис. 18 [22] — объемного сжатия, выполненные в соответствии с изложенными рекомендациями.

Сравним предлагаемые аппараты с рассмотренными выше. Как и в аппаратах типа “наковальни с углублениями” образование в них уплотнения вокруг полости начинается при достижении в контейнере напряжений равных пределу текучести его материала (рис. 19). По мере увеличения давления в полости ширина уплотнения, а также давление, скрепляющее боковые грани пуансона, увеличиваются. Таким образом, напряженное состояние в пуансонах при создании давления аналогично таковому в аппаратах со сжимаемым уплотнением.

Способность предлагаемых аппаратов многократно уменьшать объем полости при постоянной ширине зазоров между смежными гранями пуансонов

освобождает пользователя от необходимости соблюдать исходные размеры контейнера и плотность помещаемой в него шихты. А это является существенным преимуществом.

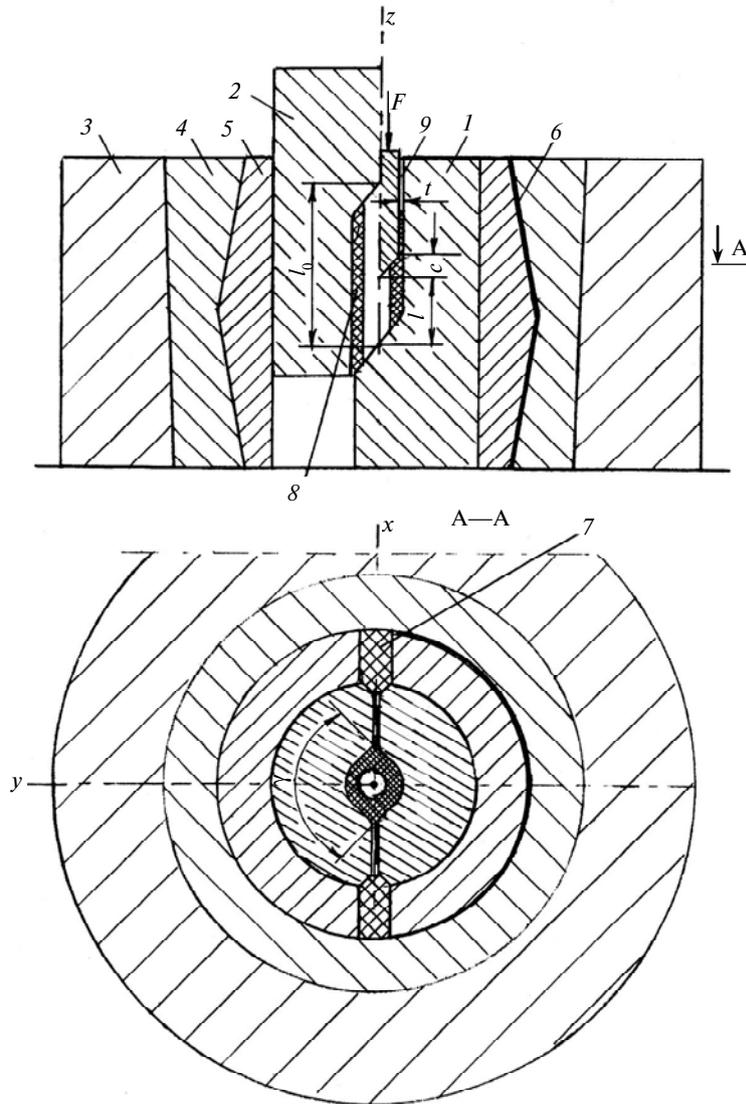


Рис. 17. Аппарат одноосного сжатия с экструдруемым уплотнением [21]: неподвижный пуансон (1), подвижный пуансон (2), блок скрепляющих колец (3, 4), опора пуансона (5), электроизоляционная прокладка (6), сепаратор (7), контейнер (8), зазор между пуансонами (9).

Основное же преимущество аппарата с экструдруемым уплотнением состоит в том, что при снижении силы прессы после синтеза снижение давления начинается в полости аппарата при неизменном давлении в уплотнении. Но после снижения давления в полости на 5—10 % от исходного начинается обратная экструзия уплотнения в полость, что приводит к снижению давления в уплотнении сначала вблизи полости, а далее снижение постепенно распространяется к его середине. Таким образом, в начальный период снижения давления в полости наиболее нагруженные части пуансонов находятся в со-

стоянии объемного сжатия, т. е. в более благоприятных условиях, чем пуансоны аппаратов со сжимаемым уплотнением. Поэтому при прочих равных условиях в предлагаемых аппаратах следует ожидать повышения срока службы пуансонов.

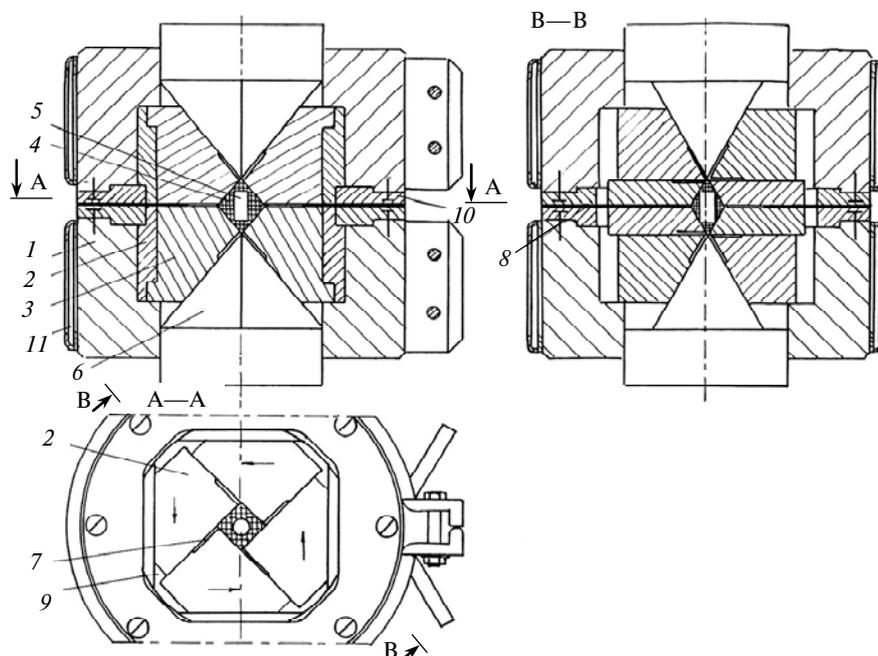


Рис. 18. Аппарат объемного сжатия с экструдруемым уплотнением [22]: корпус (1), опора пуансона (2), главный пуансон (3), контейнер (4), сжимаемый образец (5), вспомогательный пуансон (6), зазор между пуансонами вблизи полости (7), изоляционная прокладка (8), пространство для перемещения пуансона при рабочем ходе (9), крышка (10), рубашка для охлаждающей жидкости (11).

После насыщения промышленности алмазным инструментом для заточки твердосплавных инструментов, доводочного шлифования и хонингования сталей, изделий из камня и полупроводниковых материалов были разработаны технологические режимы синтеза более крупных (0,7—1,0 мм) монокристаллов алмаза для бурового инструмента, стекло-резов, правящих карандашей для правки абразивных кругов.

В этих режимах предусмотрено увеличение времени выдержки шихты при высоких давлениях и температурах от долей минуты до нескольких минут и даже десятков минут. Кроме неизбежного увеличения расхода электроэнергии это увеличивает расходы на текущее обслуживание и амортизацию прессовых установок, приводящих в действие аппараты высокого давления, и производственных помещений. Если выделить из общей суммы накладных расходов долю

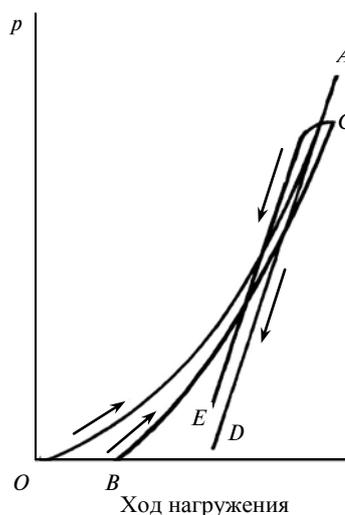


Рис. 19. Зависимость давления от хода нагружения в аппаратах, представленных на рис. 17 (OAD) и 18 (BCE).

отчислений на прессовые установки и здания, получим следующую таблицу (табл. 2).

Из приведенных данных видно, как резко увеличиваются отчисления на амортизацию прессовых установок и производственных зданий, в которых они размещены. Задача снижения этих расходов может быть решена двумя путями: снижением стоимости прессовых установок или повышением их производительности. Первое может быть достигнуто заменой гидравлических прессов механическими [23—25] или гидромеханическими [26, 27].

Таблица 2. Доля отчислений на прессовые установки и здания

Время синтеза, мин	Сила прессы, МН	Доля расходов в сумме прямых расходов, %		Амортизационные отчисления от прямых расходов %	
		на материалы аппарата	на энергию	на пресс	на здание
0,3	3	60	1,6	4,7	1
1	5	37	2,2	15	2
2	20	31	1,5	40	5
15	20	24	1,6	61	6,7
60	25	8	16	770	133

Повысить производительность прессы можно путем помещения в его окно стопки из нескольких одинаковых аппаратов типа [10, 12]. Однако для этого аппараты должны надежно удерживать давление. Попытки с описанными выше аппаратами типа “наковальни с углублениями” успеха не имели, так как разрушение уплотнений в одном из них вызывало немедленное разрушение их во всех (или в большинстве) остальных. Другой способ увеличения производительности прессовых установок можно найти из анализа зависимости между приводной силой прессы F , давлением в полости p и силами трения T в аппарате (см. рис. 17).

Для установления этих зависимостей упругим увеличением диаметра полости d и ширины зазора t можно пренебречь, а отклонение от гидростатичности в полости учитывать необходимо. Совместим ось z системы координат с осью аппарата, а ось x — с плоскостью разъемов пуансонов. Под действием силы прессы F пуансон создает в полости давление за счет сжатия контейнера от размера l_0 до l . Приравняем давление в полости к среднему значению нормальных напряжений:

$$p = \sigma_0 = (\sigma_x + \sigma_y + \sigma_z)/3. \quad (1)$$

Максимальное значение имеет напряжение на площадках перпендикулярных к максимальной деформации, т. е.

$$\sigma_z > \sigma_x = \sigma_y.$$

Задавая значение давления $p = 5,6$ ГПа (выращивание алмаза на затравках), из [28] находим, что для литографского камня (CaCO_3) отклонение от гидростатичности определяется по формуле

$$K = (\sigma_z - \sigma_x)/\sigma_0, \quad (2)$$

т. е. $K = 0,09$. Поэтому из (1) и (2) нетрудно определить $\sigma_z = 5,95$ ГПа, $\sigma_x = \sigma_y = 5,42$ ГПа.

В контейнерах из пиррофиллита при давлении выше 5 ГПа отклонением от гидростатичности можно пренебречь, т. е. можно принять $p = \sigma_0 = \sigma_x = \sigma_y = \sigma_z$.

Определим искомую зависимость в предположении, что между поверхностями разъема пуансонов зазоры отсутствуют, т. е. $t = 0$.

Под действием силы прессы F пуансон сжимает контейнер, заполненный реакционной шихтой, от исходной длины l_0 до конечной — l , соответствующей заданному давлению p . Условие равновесия пуансона имеет вид

$$F = \sigma_z s + \sigma_y s_1 (\mu + \mu_1) \quad (\text{контейнер из CaCO}_3); \quad (3)$$

$$F = ps + ps_1 (\mu + \mu_1) \quad (\text{контейнер из пиррофиллита}), \quad (4)$$

где s — площадь поперечного сечения полости (контейнера); s_1 — площадь осевого сечения полости в нагруженном состоянии; μ — коэффициент трения пары пуансон—контейнер; μ_1 — коэффициент трения пары пуансон—опора.

При $\alpha = 100^\circ$ $s = 0,39a^2$, $s_1 = al + 0,5\pi(0,5ac)$ (где $c = 0,42a$) значение $\mu = 0,18$ (для CaCO_3) и $0,07$ (для пиррофилита, NaCl , CaJ_2) [28]; $\mu_1 = 0,12$ [29].

При снижении силы прессы F сила упругости находящегося в полости материала (первое слагаемое правой части (3) и (4)) стремится сдвинуть пуансон вверх, но ей препятствует сила трения. Поэтому условия равновесия пуансона после снижения силы F до нуля будут такими:

$$1,6al + 1,06a^2 \geq 2,32a^2 \quad (\text{контейнер из CaCO}_3); \quad (5)$$

$$1,064al + 0,351a^2 \geq 2,18a^2 \quad (\text{контейнер из пиррофиллита}) \quad (6)$$

или окончательно: для контейнера из CaCO_3 — $l \geq 1,09a$, из пиррофилита — $l \geq 1,72a$.

Итак, предлагаемый аппарат даже при отсутствии в нем зазоров для образования уплотнения может удерживать давление в своей полости силами трения между деталями. Так как образующееся уплотнение увеличивает только поперечную силу, расклинивающую пуансоны, это приводит к дальнейшему увеличению силы трения при неизменной осевой силе. Поэтому аппарат нуждается в прессе только для создания и снятия в нем давления и для разборки. Нагрев шихты, выдержка и охлаждение можно выполнить вне прессы. Пресс же в это время может быть использован для обслуживания других аппаратов. В таком варианте использования аппарат обычно называют автоклавом*.

Снятие давления и разборка аппарата может быть осуществлена с помощью выталкивателя для подвижного пуансона и упора для неподвижного пуансона и корпуса.

Но если для партии одинаковых аппаратов, обслуживаемых одним прессом, изготовить дополнительный комплект пуансонов, то сборку пуансонов с корпусом, создание давления, снятие давления и разборку можно совместить во времени и осуществлять все эти операции с помощью одного движения (хода) плунжера прессы (рис. 20).

В окно прессы (лучше горизонтального действия) подается ступенчатая призма с установленным на ней аппаратом, находящимся под давлением, но уже с охлажденным продуктом, и дополнительный комплект пуансонов, снаряженный контейнером, заполненным реакционной шихтой. Одновременно

* Автор не настаивает на применении этого термина.

справа от пуансона устанавливают одну плиту, а перед плунжером пресса — другую.

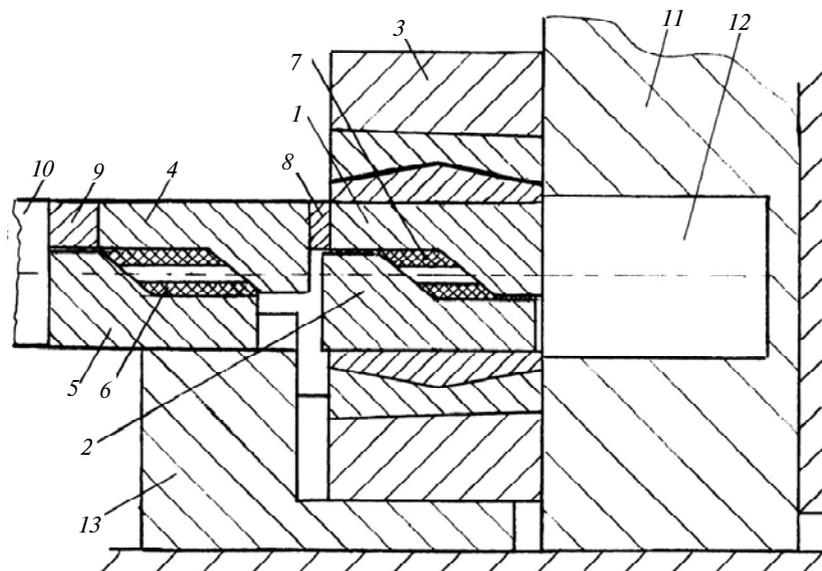


Рис. 20. Рекомендуемая схема создания и снятия давления для аппарата, представленного на рис. 17: аппарат под давлением (1—3), пуансоны (4, 5) с реактивной шихтой (6), продукт синтеза (7), плита (8, 9), плунжер пресса (10), приемник (11), колодец (12), ступенчатая призма (13).

Справа от призмы устанавливают приемник с колодцем. В этой позиции корпус аппарата опирается на приемник а колодец свободен. При включении плунжера пресса на рабочий ход оба пуансона, перемещаясь совместно направо, двигают аппарат, снижая тем самым давление в контейнере. При соприкосновении выступа пуансона (4) с выступом пуансона продолжается выталкивание аппарата из корпуса. После полного перемещения пуансонов в колодец плиту (8) удаляют (приостановив для этого перемещение аппарата). Далее снова включают плунжер пресса на рабочий ход. В момент соприкосновения одного плунжера с другим снова прекращают движение плунжера. После удаления плиты (9) продолжением хода плунжера в контейнере создается необходимое давление. Далее включают плунжер на обратный ход, удаляют призму и приемник из окна пресса. Цикл повторяют.

Выводы

Разработанная в Институте сверхтвёрдых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины модель аппарата типа “наковальни с углублениями”, прессовая установка для привода его в действие и технологический процесс синтеза алмаза позволили организовать промышленное производство синтетических алмазов в стране с опережением намечавшихся сроков.

Все аппараты со сжимаемым уплотнением страдают общим недостатком: создающееся при нагружении аппарата объёмное напряжённое состояние в его деталях, сохраняющееся при нагреве, в самом начале снижения давления в полости аппарата превращается в двухосное, что не позволяет использовать в полной мере принцип бокового скрепления. Поэтому повышения срока службы таких аппаратов можно достичь лишь применением более прочных материалов.

Аппарат Кеннеди типа “цилиндр—поршень”, хотя и сложен при сборке и разборке, позволяет определять давление по силе, приложенной к пуансону, а также менять очередность нагрева и сжатия шихты. Поэтому аппарат весьма перспективен.

Исследование экструзии порошков некоторых материалов в щели постоянной ширины привело к разработке аппаратов с экструдруемым уплотнением. Анализ принципа их действия показывает, что при снижении давления в полости разница нормальных напряжений в деталях значительно меньше, чем в аппаратах со сжимаемым уплотнением.

Уже при продолжительности синтеза один час амортизационные отчисления на пресс и здание превышают прямые затраты в девять раз. Поэтому применение аппарата для выращивания кристаллов алмаза на затравках, которое продолжается от 70 до 180 ч, позволит снизить себестоимость продукта не менее чем на два порядка.

1. *Bridgman P. W.* Bakerian Lecture. Physics above 20,000 kg/cm / Proc. Roy. Soc. A. — 1950. — **203**, N 1072 — P. 1—17.
2. *Hall H. T.* Ultra-high-pressure, high-temperature apparatus: the “belt” // Rev. Sci. Instrum. — 1960. — **31**, N 2. — С. 125—131.
3. *Pat. 840926 UK, Cl 1 (1) F 19.* High pressure apparatus / General Electric Company. — Publ. 13.07.1960.
4. *Pat. 384552 Schweiz, Kl. 12 g 2/01.* Autoklav für Hochdruck / B. C. von Platen. — Publ. 15.02.1965.
5. *Pat. 2941248 USA, Cl. 18-16.5.* High pressure press / H. T. Hall. — Publ. 21.06.60.
6. *Pat. 2918699 USA, Cl. 18-16.* High pressure press / H. T. Hall. — Publ. 29.12.59.
7. *Pat. 3159876 USA, Cl. 18-16.5.* High pressure press / H. T. Hall. — Publ. 08.12.64.
8. *Pat. 1272895 DP, IC1 B 01 J.* Zeichnungser blatti / P. Fryklund, G. Yomkers, S. Braiman. — Publ. 08.10.63.
9. *Pat. 3704969 USA, Int. cl. B 30 b 11/32.* Apparatus for manufacturing diamonds / G. C. Kennedy. — Publ. 13.08.70.
10. *A. c. 35543, СССР.* Камера высокого давления / В. Н. Бакуль, А. И. Прихна. — Приор. 11.03.1966 (не подлежит публ.).
11. *Pat. 3873308 USA, Int. cl. B 22 1/00, 7/00, 7/08.* A method of repairing erosion failures / V. N. Bakul, A. I. Prikhna, A. A. Shulzhenko et al. — Publ. 16.02.73.
12. *Pat. 1321923 USA, Int. cl. B B 30 b 11/32.* High-pressure and high temperature device / V. N. Bakul, A. I. Prikhna, A. A. Shulzhenko et al. — Publ. 31.12.73.
13. *Pat. 3695737 USA, Int. cl. B B 30 b 11/32.* Method and device for providing high pressure and high temperature / V. N. Bakul, A. I. Prikhna, A. A. Shulzhenko et al. — Publ. 26.08.70.
14. *Pat. 4290741 USA, 103 B 30 B 11/32.* Device for building up high pressure / A. K. Kolchin, V. I. Veprintsev, L. I. Klachko. — Publ. 22.09.81.
15. *Прихна А. И., Боримский А. И.* Кубическая камера высокого давления // Синт. алмазы. — 1974. — Вып. 3. — С. 6—8.
16. *A. c. 537692 СССР, МКИ 2 В 01 J 3/06.* Многопуансонное устройство для создания сверхвысокого давления / А. И. Прихна, А. И. Боримский. — Оpubл. 18.03.77, Бюл. № 45.
17. *A. c. 674277 СССР, МКИ 2 В 01 J 3/06.* Устройство для создания высокого давления и температуры / А. И. Прихна, А. И. Боримский, П. А. Нагорный (не подлежит публ.).
18. *A. c. 764201 СССР, МКИ 2 В 01 J 3/06.* Способ регулирования давления в устройстве высокого давления / А. И. Прихна, А. И. Боримский (не подлежит публ.).
19. *Водар Б., Эпейн Р., Воквийон Дж. и др.* Аппарат со скользящими пуансонами для создания сверхвысоких статических давлений // Синтетические алмазы в промышленности. — Киев: Наук. думка, 1974. — С. 26—31.
20. *Pat. 3271502 USA, Int. cl. B B 30 b 11/32.* High-pressure method and apparatus / R. H. Wentorf. — Publ. 06.09.66.
21. *Прихна А. И.* Устройство для синтеза сверхтвердых материалов // Сверхтв. материалы. — 2005. — № 5. — С. 48—57.
22. *Прихна А. И.* Новые аппараты высокого давления // Там же. — 1999. — № 4. — С. 44—54.

23. *А. с. 1258468 СССР, МКИ В01 J 3/06, В 30 В 1/18.* Винтовой пресс для исследования материалов при длительных выдержках / А. И. Прихна. — Оpubл. 23.09.86, Бюл. № 35.
24. *А. с. 1258469 СССР, МКИ В01 J 3/06, В 30 В 1/18.* Винтовой пресс для исследования материалов при длительных выдержках / А. И. Прихна. — Оpubл. 23.09.86, Бюл. № 35.
25. *А. с. 1364492 СССР, МКИ В 30 В 1/18.* Винтовой пресс / А. И. Прихна. — Оpubл. 07.01.88, Бюл. № 1.
26. *А. с. 1371930 СССР, МКИ В 30 В 1/40.* Клиновой пресс для прессования изделий из порошковых материалов / А. И. Прихна. — Оpubл. 07.02.88, Бюл. № 5.
27. *Прихна И. А.* Перспективы совершенствования производства сверхтвердых материалов // *Сверхтв. материалы.* — 1999. — № 5. — С. 35—42.
28. *Прихна А. И., Боримский А. И., Нагорный П. А.* Экспериментальное изучение напряженного состояния в ячейках твердофазных аппаратов // *Проблемы эксперимента в твердофазовой и гидротермальной аппаратурах.* — М.: Наука, 1982. — С. 66—71.
29. *Физический энциклопедический словарь.* — М.: Советская энциклопедия, 1984. — 944 с.

Ин-т сверхтвердых материалов
им. В. Н. Бакуля НАН Украины

Поступила 22.06.07