

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

частности коронок. Исходя из требований, предъявляемых к алмазному буровому инструменту, основными характеристиками зерен алмазов являются прочность и термостойкость. При изготовлении буровых коронок алмазы должны сохранять высокую статическую прочность после отжига в газовых средах с высоким парциальным давлением кислорода, что позволит им выдерживать большие нагрузки в процессе работы.

В настоящей работе приведены результаты испытаний на прочность при сжатии монокристаллов, выращенных методом температурного градиента при стимулированном зародышеобразовании в ростовом объеме. Выращивание алмазов производили в аппарате высокого давления (АВД) типа «тороид» ТС 40 с объемом реакционной ячейки около 6 см^3 при использовании сплава-растворителя Fe–Ni–Co. Источником углерода являлся специальный синтетический графит.

Скорость роста при выращивании монокристаллов алмаза можно изменять в широких пределах путем варьирования осевых и радиальных градиентов температуры. В настоящее время существует много методов задания начальных значений этих градиентов путем изменения конфигурации резистивных элементов ростовой ячейки. Хотя экспериментально определять эти параметры довольно сложно, расчеты с помощью компьютерного моделирования температурных полей позволяют легко и быстро определять влияние таких факторов, как теплопроводность, электропроводность, размеры электропроводящих и теплоизолирующих деталей на осевые и радиальные температурные градиенты и их соотношение [1]. С помощью таких расчетов можно задавать значения величин температурного перепада в ростовом объеме в целях получения максимального значения переноса углерода.

Обычно качественные монокристаллы получают при максимальной скорости роста 5 мг/ч [2]. В практике выращивания монокристаллов алмаза на затравке в области термодинамической стабильности используют скорость роста в 1,5–2 раза ниже, чем для ростовых систем на основе железа и никеля, и в 3–5 раз ниже при использовании растворителей с применением геттеров азота. Однако для спонтанной кристаллизации алмаза, а также для случая, когда она стимулируется путем создания в реакционном объеме областей локального пересыщения растворителя углеродом, удается достичь скорости роста в несколько раз выше, чем при использовании затравочных кристаллов – до 20 мг/ч . При такой массовой скорости роста продолжительность выращивания кристаллов массой до $0,08\text{--}0,1$ карата составляет около 1 ч, в следствие чего процесс их получения становится экономически целесообразным. Изменять скорость роста можно путем подбора свойств растворителя по максимальной растворимости и характеристикам переноса углерода в нем. Таким образом, среднюю скорость роста, необходимую для получения структурно совершенных кристаллов, можно задавать, варьируя состав используемого сплава-растворителя.

Плотность стимулированного зародышеобразования в проводимых экспериментах задавали исходя из следующих соображений. Объем, который занимает монокристалл алмаза размером около 2 мм, не должен превышать объема сферы, в которую он может геометрически вписаться, т. е. $V_{\text{сф}} = 4/3\pi R_{\text{max}}^3$, где $V_{\text{сф}}$ – объем сферы, в которую может вписаться монокристалл алмаза максимального размера 2 мм. В этом случае радиус сферы $R_{\text{max}} = 1 \text{ мм}$, объем $V_{\text{сф}} \approx 4 \text{ мм}^3$. Если считать, что полученные в течение одного цикла выращивания монокристаллы алмаза размером 2 мм должны занимать около 1/20 части реакционного объема V ($V \approx 6 \text{ см}^3$ для используемого АВД типа «тороид»), плотность зародышеобразования должна составлять $\rho \approx V_{\text{сф}} \cdot 20 / V = 1,3 \cdot 10^{-2} \text{ см}^{-3}$. При этом расчетное количество центров нуклеации и выросших на них кристаллов составит 75. Исходя из такого тривиального расчета оптимизировали размеры и характеристики ячеек для выращивания монокристаллов алмаза (максимальный размер – до 2 мм). Во время экспериментов по выращиванию таких кристаллов в течение одного цикла получали образцы массой $0,05\text{--}0,08$ карата (рис. 1).

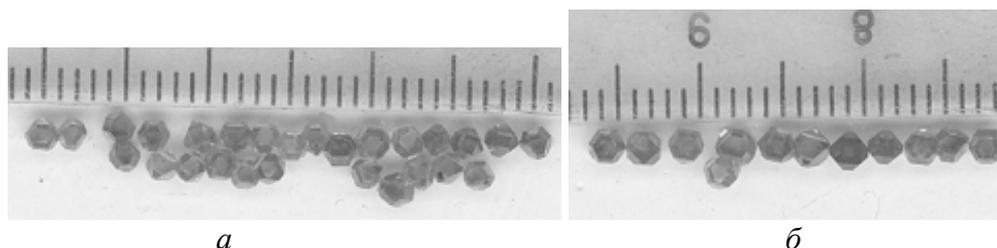


Рис. 1. Общий вид образцов монокристаллов алмаза, полученных при использовании метода стимулированного зародышеобразования, в растворителе Fe–Ni–Co: а – массой 0,05–0,06 карата, средний размер кристалла – 1,5 мм, количество кристаллов на 1 карат – 18; б – массой 0,07 – 0,08 карата, средний размер кристалла – 1,8 мм, количество кристаллов на 1 карат – 13–14 (одно деление измерительной линейки соответствует 1 мм)

Выращенные кристаллы (рис. 1) имеют кубооктаэдрический и октаэдрический габитус с преимущественным развитием граней октаэдра; площадное развитие этих граней составляет 75–97 %. Кристаллы относятся к типу *Ib* согласно физической классификации [3], довольно совершенны и не имеют при рассмотрении под микроскопом при увеличении $\times 56$ видимых включений. Такие кристаллы, по нашему мнению, перспективны для изготовления монокристалльного инструмента.

Как отмечалось, для использования в породоразрушающем инструменте большое значение имеет термостойкость кристаллов – сохранение прочности после термической обработки. В исследовании определяли термостойкость образцов после нагревания при температуре $T = 1150^\circ\text{C}$ в течение 15 мин в токе аргона (технология изготовления буровых коронок).

Термостойкость монокристаллов алмаза изучали для образцов весовой группы 0,07–0,08 карата – двух исходных и двух после термической обработки (образцы соответственно 1, 2 и 3, 4 в таблице), а также для образцов весовой группы 0,05–0,06 карата – трех исходных и трех после термической обработки (образцы соответственно 5, 6, 7 и 8, 9, 10 в таблице).

Влияние термической обработки кристаллов алмаза в токе аргона при $T = 1150^\circ\text{C}$ в течение 15 мин (весовые группы 0,07–0,08 и 0,05–0,06 карата) на потерю массы, магнитную восприимчивость и разрушающую нагрузку

№ образца	Весовая группа, карат	Масса кристаллов, карат		Потеря массы, %	Удельная магнитная восприимчивость, $\chi \cdot 10^{-8}, \text{м}^3/\text{кг}$		Разрушающая нагрузка P , Н	
		исходная	после термической обработки		исходная	после термической обработки	исходная	после термической обработки
1	0,07 – 0,08	0,079	-	-	-	-	2150	-
2		0,073	-	-	-	-	3300	-
3		0,076	0,058	24,9	33,6	23,4	-	5650
4		0,079	0,054	28,9	36,1	3,2	-	1600
5	0,05 – 0,06	0,053	-	-	-	-	3400	-
6		0,053	-	-	-	-	6450	-
7		0,055	-	-	-	-	5400	-
8		0,057	0,049	13,8	17,3	8,6	-	1750
9		0,058	0,051	11,4	8,7	6,5	-	1400
10		0,054	0,050	7,1	43,1	5,2	-	1200

До термической обработки кристаллы обеих весовых групп имеют ограниченную форму с зеркальными октаэдрическими гранями (рис. 2). Термическая обработка образцов из раз-

ных весовых групп (№№ 3, 4 и 8, 9, 10, табл.) приводит к деградации поверхности кристаллов и потере массы, которая происходит, по-видимому, из-за наличия в газовой среде воздуха или кислорода; хотя количество этих компонентов газовой смеси незначительное, однако, они, как следует из наших экспериментов, оказывают достаточно существенное влияние на термоокисление алмаза при температуре 1150 °С.

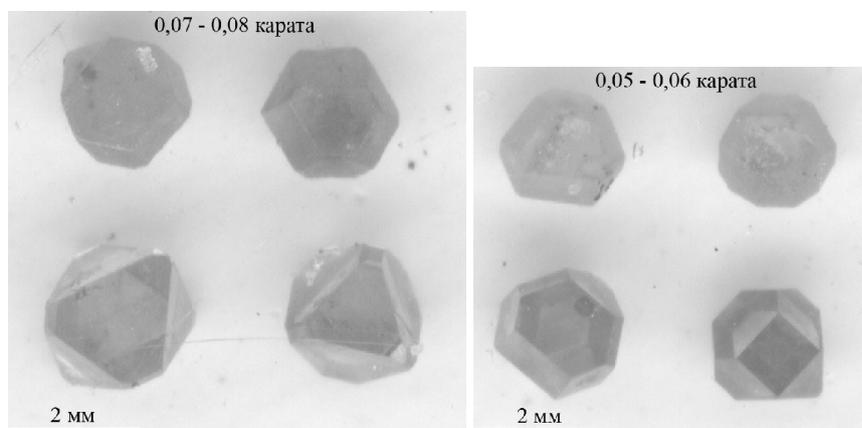


Рис. 2. Общий вид монокристаллов алмаза весовых групп 0,07–0,08 и 0,05–0,06 карата до термической обработки (а) и после термической обработки в токе аргона при $T = 1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 15 мин (б)

Как видим, значительно большая потеря массы в процентном отношении (в 2 и более раз) у кристаллов весовой группы 0,07–0,08 карата по сравнению с кристаллами весовой группы 0,05–0,06 карата, что обусловлено большей площадью поверхности образцов, имеющих большую массу.

Далее определяли разрушающую нагрузку на монокристаллы в исходном состоянии и после термической обработки. Разрушающую нагрузку и предельную прочность на сжатие кристаллов алмаза определяли на испытательной машине FP-10 с максимальным усилием нагружения 10 кН; для сжатия образцы кристаллов помещали между алмазно-твердосплавными пластинами так, чтобы грани кристаллов контактировали с алмазной поверхностью пластин. Полученные результаты испытаний монокристаллов в исходном состоянии и после термической обработки приведены в таблице. В исходном состоянии (без термической обработки) разрушающая нагрузка на кристаллы небольшого размера (весовая группа – 0,05–0,06 карата) выше, чем на кристаллы большего размера (весовая группа – 0,07–0,08 карата). Результаты наблюдения за процессом разрушения кристаллов и исследования частиц разрушенных алмазов показывают, что кристаллы весовой группы 0,07–0,08 карата разрушаются с образованием блоков размером около 0,5 мм, плоские поверхности которых являются гранями октаэдра, в то время как кристаллы весовой группы 0,05–0,06 карата разрушаются с образованием изометричных мелкодисперсных частичек размером около 0,05 мм. По нашему мнению, различие размеров разрушенных частиц кристаллов различных весовых групп обусловлено различным характером разрушения, который следует изучить глубже.

Термическая обработка кристаллов весовой группы 0,05–0,06 карата приводит к снижению предела их прочности на сжатие примерно в 3 раза, в то время как для кристаллов весовой группы 0,07–0,08 карата в одном случае снижение составляет 50–70 %, в другом предел прочности повышается. Такое различное влияние термообработки на прочностные характеристики кристаллов обусловлено неоднородностью свойств кристаллов вследствие неоднородного распределения микровключений растворителя в их объеме. В результате экспериментов по определению удельной магнитной восприимчивости кристаллов двух различных весовых групп выявили ее значительную неоднородность как у исходных алмазных кристаллов (образцы 8–10 в таблице), так и у алмазов после термической обработки (образцы 3 и 4 в таблице).

Выводы

1. Полученные результаты позволяют заключить, что термopочность кристаллов после обработки при температуре 1150 °С в среде аргона может снижаться до 30–70 %, а в отдельных случаях повышаться. Причина такого влияния термической обработки на предел прочности монокристаллов алмаза состоит в неоднородном распределении микровключений в кристаллах, что связано с условиями их получения.

2. Для оптимизации термopочности монокристаллов алмаза следует сортировать кристаллы различными методами магнитной сепарации и отбора кристаллов в выбранном диапазоне удельной магнитной восприимчивости с последующим испытанием партий кристаллов с отобранными значениями прочностных и магнитных характеристик в породоразрушающем инструменте.

Литература

1. The influence of temperature gradients on the kinetics of seed growing of diamond single crystals / S. A. Ivakhnenko, S. A. Terentiev, I. S. Belousov, O. A. Zanevsky // Proc. J. XV AIRAPT & XXXIII EHPRG: Intern. conf. "High Pressure Science & Technology". – Warsaw, Poland, 1995. – P. 210.
2. Large synthetic diamonds/ R. Burns, S. Kessler, M. Sibanda, C. Welbourn et al. // The 8th NIRM Intern. Sympos. on Advanc. Mater. (ISAM 2001). – Tsukuba, Japan, 2001. – P. 105–111.
3. Физические свойства алмаза: Справочник/Под ред. Н. В. Новикова – К.: Наук. думка, 1987. – 188 с.

Поступила 19.07.10

УДК 621.921.343

Г. П. Богатырева¹, д-р. техн. наук; **В. Ю. Долматов**², канд. хим. наук;
М. В. Веретенникова²

¹ *Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев*
² *ФГУП «СКТБ «Технолог», г. Санкт-Петербург, Россия*

СОПОСТАВИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ДЕТОНАЦИОННЫХ НАНОАЛМАЗОВ, ПОЛУЧЕННЫХ В РАЗЛИЧНЫХ УСЛОВИЯХ

In the work classical for diamonds analysis results used for detonation nanodiamonds (DND) are presented. It is shown that for just identification the development of additional analysis methods is necessary. The present analytical methods are under-informative.

DND obtained at detonation of a TNT-RDX (40/60) charge in aqueous solution of urea is demonstrated to have the best quality among the investigated samples.

В настоящее время стабильно действующих производств детонационных наноалмазов (ДНА) в России, Украине и Беларуси не существует. Запасы ДНА, кроме низкокачественных в НПО «Алтай» (г. Бийск, Россия), практически исчерпаны. В то же время наращивается производство ДНА в Китае, строятся производства в Японии (фирма «Nippon Kayaku Co., Ltd.»), США (фирма «Nanoblox, Ltd.»), Иране (государственные инвестиции), Турции (частные инвестиции), Финляндии (фирма «Carbodeon Ltd., OY»).

Потенциальные потребности рынка ДНА огромны, но его развитие сдерживается отсутствием высококачественных ДНА необходимого первоначального объема (около 10 т), что обеспечило бы главное – ритмичность поставок потребителям.