

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧЕРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «ЮЖНО-
РОССИЙСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
(НПИ) имени М.И. ПЛАТОВА»

Факультет: Механический

Кафедра: Технология машиностроения,

технологические машины и оборудование

Направление: Металлургия

УТВЕРЖДАЮ

Заведующий кафедрой

Тамодаев В.Г.

(Подпись) (ФИО)

« » 2021г.

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

На тему: Разработка технологической схемы получения искусственного алмаза под действием высокого квазигидростатического давления

АВТОР МАГИСТЕРСКОЙ ДИССЕРТАЦИИ: Пирогов Дмитрий Юревич

(Фамилия, Имя, Отчество)

(Подпись)

НАУЧНЫЙ РУКОВОДИТЕЛЬ

Принял: доцент, к.т.н., с.н.с., Сергеенко Сергей Николаевич
(Должность, звание Фамилия, Имя, Отчество) (Подпись)

НАУЧНЫЙ КОНСУЛЬТАНТ

Принял: доцент, к.т.н., с.н.с., Сергеенко Сергей Николаевич
(Должность, звание Фамилия, Имя, Отчество) (Подпись)

Новочеркасск, 2021 г.

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧЕРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «ЮЖНО-
РОССИЙСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ (НПИ)
имени М.И. ПЛАТОВА»

Факультет: Механический

Кафедра: Технология машиностроения,
технологические машины и оборудование

Направление: Металлургия

УТВЕРЖДАЮ:
Заведующий кафедры

Тамодаев В.Г.

(Подпись) (ФИО)

«__» _____ 2021г.

ЗАДАНИЕ

на магистерскую диссертацию

Студенту Пирогову Дмитрию Юрьевичу
(Фамилия, Имя, Отчество)

1. Тема магистерской диссертации:

Разработка технологической схемы получения искусственного алмаза под действием
высокого квазигидростатического давления

Тема магистерской диссертации утверждена приказом ректора № 394-ЛС от 29.03.2021г

2. Консультанты магистерской диссертации:

Наименование раздела, должность, ученая степень, ученое звание, ФИО

2.1 Анализ способов получения искусственного алмаза

2.2 Основные закономерности получения искусственного алмаза путем действия высоких
квазигидростатического давления

2.3 Технологическая часть получения искусственного алмаза и биметаллического
материала, упрочненного искусственными алмазами

РЕФЕРАТ

Отчет 67с., 1ч.,2 таблицы, 23 источника, 1 прил.

ПОЛУЧЕНИЯ ИСКУССТВЕННОГО АЛМАЗА ПУТЕМ ДЕЙСТВИЯ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ

Объектом исследования является технология получения искусственного алмаза получения биметаллических материалов с поверхностным слоем упрочненными искусственными алмазами на основе фуллеренов

Цель данной работы усовершенствование технологии получения искусственных алмазов с использованием нового оборудования и биметаллического материала, упрочненного искусственными алмазами.

Методы проведения работ основываются на аналитическом обзоре литературы и оптимизации технологии получения искусственных алмазов с использованием нового оборудования и биметаллического материала, упрочненного искусственными алмазами

Область применения – при разработке технологии получения искусственных алмазов

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|--|----|
| ВВЕДЕНИЕ..... | 7 |
| ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ..... | 8 |
| 1 Анализ способов получения искусственного алмаза..... | 8 |
| 1.1 Способ получения искусственного алмаза путем действия высоких квазигидростатического давления..... | 8 |
| 1.2 Способ получения искусственного алмаза НТНР-методом («высокая температура - высокое давление») из графито-металлической смеси в аппаратах высокого давления (АВД)..... | 9 |
| 1.3. Способ получения искусственного алмаза воздействием на графит с фуллереном и катализатор давлением и нагревом в области стабильности алмаза с последующей выдержкой при давлении и температуре синтеза..... | 11 |
| 1.4. Способ воздействия на образец графита и металла давлением и нагревом осуществляют ударной волной взрыва внешнего заряда ВВ | 11 |
| 1.5. Способ получения искусственного алмаза в реакционной камере путем разложение углеродсодержащего газа..... | 11 |
| 1.6 Способ получения искусственного алмаза наработкой жидкого расплава углерода между углеродсодержащими электродами | 13 |
| 1.7. Способ получения искусственного алмаза при пропускании импульса электрического тока по проводнику, расположенному внутри образца | 14 |
| 1.8. Способ получения искусственного алмаза путем расположения графита на подложке, являющейся электродом с отрицательным зарядом, расположенной в кварцевой пробирке | 15 |

| | | |
|-------|--|----|
| 1.9 | Способ получения искусственного алмаза из электрической дуги..... | 16 |
| 1.10 | Способ получения искусственного алмаза облучением миллисекундным рубиновым лазером | 18 |
| 1.11. | Способ получения алмазов, включающий прессование графитного порошка в капсуле пресс-формы с помощью взрыва заряда ВВ | 18 |
| 1.12 | Способ получения алмазов покрытием несущей подложки слоем поликристаллического CVD алмазного материала..... | 20 |
| 1.13 | Способ получения легированных ультрадисперсных алмазов..... | 22 |
| 1.14 | Способ получения алмаза в детонационной волне..... | 23 |
| 1.15 | Выводы по разделу..... | 24 |
| 2 | Основные закономерности получения искусственного алмаза путем действия высоких квазигидростатического давления..... | 24 |
| 2.1 | Развитие технологий синтеза искусственных алмазов..... | 24 |
| 2.2 | Макро, микро и наноморфология искусственных алмазов..... | 29 |
| 2.3 | Искусственные алмазы, образующиеся при детонации взрывчатых веществ | 32 |
| 2.4 | Структура алмаза и алмазных поли типов | 35 |
| 2.5 | Исследование кинетики фазового перехода графит - алмаз | 40 |
| 2.6 | «Успехи химии» «об искусственных алмазах»: непростая судьба статьи О. И. Лейпунского..... | 43 |

| | | | |
|-----|---------------------------------|-------------------------------------|--|
| 2.7 | Искусственные | алмазы |45 |
| 2.8 | Фуллерены — катализатор | фазового перехода графит– | алмаз.....47 |
| 3 | Технологическая часть получения | искусственного алмаза и | биметаллического материала, упрочненного |
| | искусственными | алмазами |50 |
| 3.1 | Анализ перспективных способов | получения искусственного | алмаза под действием высокого давления |
| | | |50 |
| 3.2 | 3D Сплэйн модель процесса | получения искусственных алмазов | под действием квазигидростатического |
| | | | давления.....54 |
| 3.3 | Анализ способа получения | искусственного алмаза под действием | высокого квазигидростатического давления |
| | | |54 |
| 3.4 | Разработанная технологическая | схема получения | искусственного алмаза путем действия |
| | | | высоких квазигидростатического |
| | | | давления Пирогова.....55 |
| 3.5 | Подбор оборудования и | аппаратурно-технологическая | схема получения искусственного |
| | | | алмаза.....55 |
| 3.6 | Анализ способа получения | биметаллических материалов с | поверхностным слоем упрочненными |
| | | | искусственными алмазами |
| | | |56 |
| 3.7 | Предложенная технологическая | схема получения | биметаллических материалов с |
| | | | поверхностным слоем упрочненными |

| | | |
|------------------|----------------|----------|
| искусственными | | алмазами |
| | | 57 |
| 3.8 | Выводы | к |
| разделу..... | | 59 |
| ЗАКЛЮЧЕНИЕ..... | | 6 |
| 0 | | |
| СПИСОК | ИСПОЛЬЗОВАННЫХ | |
| ИСТОЧНИКОВ..... | | 62 |
| ПРИЛОЖЕНИЯ | | |

ВВЕДЕНИЕ

Технические алмазы имеют огромный рынок и намного превосходят рынок алмазов ювелирного качества. Кроме того, технические алмазы играют огромную роль во многих отраслях промышленности, которые делают повседневную жизнь эффективнее и легче.

Рынок искусственных алмазов огромен, но сравнительно неизвестен широкой публике, и обеспечивает широкий диапазон решений для различных производственных секторов.

Тема получения искусственного алмаза актуальна и по сей день. Проводятся широкие исследования по применению алмазов в качестве полупроводников для производства микросхем. Алмазы даже используются для создания покрытий, применяемых в реактивных самолетах, в используемых на кухне поверхностях и в космических кораблях

Одним из эффективных способов получения искусственных алмазов, получивших в настоящее время широкое применение, является использование высокого квазигидростатического давления.

Цель данной работы - усовершенствование технологии получения искусственных алмазов с использованием нового оборудования и биметаллического материала, упрочненного искусственными алмазами.

ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ

1 Анализ способов получения искусственных алмазов.

Существует три основные технологии производства искусственных алмазов. Первый, и основной на сегодня благодаря относительно невысокой стоимости — использование высокого давления и высокой температуры (high pressure high temperature — HPHT). Оборудование для этого метода — многотонные прессы, которые могут развивать давление до 5 ГПа при 1500°C. Второй метод — химическое осаждение из газовой фазы (chemical vapor deposition — CVD) — когда над подложкой создаётся плазма из атомов углерода, из которой атомы постепенно конденсируются на поверхность образуя алмаз.

Третий метод использует формирование наноразмерных алмазов при помощи ударной волны от взрывчатки

1.1. Способ получения искусственного алмаза путем действия высоких квазигидростатического давления

С целью получения искусственных алмазов в работе [1] предложен способ, заключающийся в том, что углеродсодержащий материал, а именно фуллерен C₆₀, подвергают действию высоких квазигидростатических давлений 3-5 ГПа и температуры 973-1173 К, отличающийся тем, что перед помещением фуллерена под пресс фуллерен в течение 30 минут находится в потоке водорода. Так же перед воздействием на углеродный материал высокими давлением и температурой фуллерен C₆₀, выдержанный в токе водорода, смешивают с поли (гидридокарбином). Фуллерен смешивают с поли (гидридокарбином) в соотношении 1:1 (рисунок А.1, таблица А.1.)

Способ относится к области производства сверхтвердых материалов на основе углерода, а именно искусственных алмазов, которые могут быть использованы в тяжелой промышленности.

1.2 Способ получения искусственного алмаза НТНР-методом («высокая температура - высокое давление») из графито-металлической смеси в аппаратах высокого давления (АВД).

В работе [1.2] предложен способ получения искусственного алмаза НТНР-методом: осуществляют в расплавленной металлической матрице при непосредственном взаимодействии углеродсодержащей добавки, содержащейся в концентрациях от 2 до 10 мас.% в расплаве хлоридов и/или фторидов щелочных металлов, с расплавленными металлами, такими как алюминий, цинк, магний, олово, свинец, а также их сплавами в течение 1-5 ч при температуре 700-900°C в атмосфере воздуха и последующем охлаждении и/или термообработке, при этом в качестве углеродсодержащей добавки используют карбиды металлов или неметаллов или твердые органические вещества, относящиеся к классам углеводородов, или углеводов, или карбоновых кислот. Изобретение позволяет получать кубические нано- и микроалмазы при атмосферном давлении и пониженной температуре без использования сложного технологического оборудования.

Заявленное изобретение иллюстрируется следующим. На рисунке А.3 представлено SEM-изображение поперечного шлифа алюминий-алмазного композитного материала, полученного при химическом взаимодействии алюминиевого расплава с карбидом вольфрама при 900°C, содержащего 2 мас.% углерода в виде кубического алмаза; на рисунке А.4 - Рамановский спектр алмазного включения; рисунке А.5 - линии Кикучи кубического алмаза, снятые в режиме EBDS; на рисунке А.6 представлено SEM-изображение поперечного шлифа свинец-алмазного композита, полученного при взаимодействии чистого свинца с порошкообразным карбидом бора при 700°C, содержащего 0.58 мас.%

углерода; на рисунке А.7 - Рамановский спектр алмазного включения в виде наноигол; на рисунке А.8 - линии Кикучи кубического алмаза, снятые в режиме EBDS; на рисунке А.9 представлено SEM-изображение поперечного шлифа магний-алмазного композита, полученного при взаимодействии магниевого расплава с винной кислотой при 800°C, содержащего 0.8 мас.% углерода; на рисунке А.10 - Рамановский спектр алмазного включения; на рисунке А.11 - линии Кикучи кубического алмаза, снятые в режиме EBDS; на рисунке А.12 представлено SEM-изображение поперечного шлифа цинк-алмазного композита, полученного при взаимодействии цинкового расплава с карбидом кремния при 800°C, содержащего 1.2 мас.% углерода; на рисунке А.13 - Рамановский спектр алмазного включения; на рисунке А.14 представлено SEM-изображение поперечного шлифа магний-алмазного композита, полученного при взаимодействии магниевого расплава с глюкозой при 800°C, содержащего 1.8 мас.% углерода; на рисунке А.15 - Рамановский спектр алмазного включения; на рисунке А.16 - SEM-изображение кубического кристалла алмаза после растворения алюминиевой матрицы в растворе соляной кислоты, высаженного на титановую подложку. На рисунке А.17 представлено оптическое изображение поперечного шлифа алюминий-алмазного композитного материала, полученного при химическом взаимодействии алюминиевого расплава с парафином при 700°C, содержащего 2.7 мас.% углерода в виде кубического алмаза (увеличение $\times 800$); на рисунке А.18 - Рамановский спектр алмазного включения; на рисунке А.19 представлено оптическое изображение поперечного шлифа алюминий-алмазного композитного материала, полученного при химическом взаимодействии расплава силумина с сахарозой при 750°C, содержащего 0.8 мас.% углерода в виде кубического алмаза; на рисунке А.20 - Рамановский спектр алмазного включения.

Изобретение относится к неорганическому синтезу искусственных алмазов размером до 150 мкм, которые могут найти промышленное

применение в производстве абразивов и алмазных смазок, буровой технике.

1.3. Способ получения искусственного алмаза воздействием на графит с фуллереном и катализатор давлением и нагревом в области стабильности алмаза с последующей выдержкой при давлении и температуре синтеза.

В работе [1.3] Описан способ получения искусственного алмаза воздействием на графит с фуллереном и катализатор давлением и нагревом в области стабильности алмаза с последующей выдержкой при давлении и температуре синтеза, способ воздействия на графит с фуллереном и катализатором давлением и нагревом в области стабильности алмазов с последующей выдержкой при давлении и температуре синтеза. Новым является введение фуллерена в количестве $10^{-2} - 6 \cdot 10^{-1}$ мас. % от массы графита и распределение фуллерена в массе графита. Фуллерен может быть введен в виде фуллерен содержащей сажи или экстракта фуллеренов. Способ позволяет повысить выход алмазов при давлениях, не превышающих 5,5 ГПа (рисунок А.22). Способ получения искусственных алмазов относится к технике получения высокотвердых материалов, а именно к синтезу алмазов, применяющихся, в частности, для изготовления алмазного инструмента.

1.4. Способ воздействия на образец графита и металла давлением и нагревом осуществляют ударной волной взрыва внешнего заряда ВВ.

В работе [1.4] предложен способ воздействия на образец графита и металла давлением и нагревом осуществляют ударной волной взрыва внешнего заряда ВВ заключается в импульсном воздействии на образец из графита и металла давлением и нагревом, по которому давление и нагрев осуществляют ударной волной взрыва внешнего заряда ВВ. Параметры заряда ВВ выбирают из условия получения давления и температуры ударной волны в образце, достаточных для реализации фазового перехода графита в алмаз. Образец выполняют из графитовых волокон диаметром в

несколько мкм, длиной в несколько мм, помещенных в матрицу из металла. Металл выбирают из группы по следующим физико-химическим свойствам: с плотностью, большей плотности графита; температурой разогрева при ударно-волновом нагружении, меньшей температуры фазового перехода графита в алмаз, инертного по отношению к углероду. В результате динамического нагружения получают алмазные волокна диаметром до нескольких десятков мкм, длиной до нескольких мм. Выход алмаза составляет ~ 80% от исходного продукта, при этом затрачивается по массе ≤ 1 кг ВВ. Изобретение относится к способам получения алмазов, а более точно к способам прямого превращения графита в алмаз в области термодинамической устойчивости последнего.

| |
|---|
| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНОГО СПОСОБА |
| образец из графита и металла |
| СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИСКУССТВЕННЫХ АЛМАЗОВ |
| способ воздействия на образец графита и металла давлением и нагревом осуществляют ударной волной взрыва внешнего заряда ВВ заключается в импульсном воздействии на образец из графита и металла давлением и нагревом, по которому давление и нагрев осуществляют ударной волной взрыва внешнего заряда ВВ |

Рисунок 23 – Технологическая схема воздействия на образец графита и металла давлением и нагревом осуществляют ударной волной взрыва внешнего заряда ВВ [4]

1.5. Способ получения искусственного алмаза в реакционной камере путем разложение углеродсодержащего газа.

В работе [1.5] предложен способ получения искусственного алмаза в реакционной камере путем разложение углеродсодержащего газа и синтез алмазов осуществляется в реакционной камере, для чего плазму углеродсодержащего газа получают в дуговом плазмотроне, соединенном с реакционной камерой, а полученные алмазы собирают в ванне с охлаждающей жидкостью, расположенной на выходе из реакционной

камеры. Ускоряется процесс получения алмазов из углеродсодержащих газов. Изобретение относится к способам получения искусственных алмазов и может быть использовано на предприятиях, производящих искусственные алмазы и алмазный инструмент.

| |
|---|
| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНОГО СПОСОБА |
| углеродсодержащий газ |
| СИНТЕЗ |
| осуществляется в реакционной камере |
| СБОР |
| в ванне с охлаждающей жидкостью |
| СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИСКУССТВЕННЫХ АЛМАЗОВ |
| <p>Сущность изобретения:</p> <p>разложение углеродсодержащего газа и синтез алмазов осуществляется в реакционной камере, для чего плазму углеродсодержащего газа получают в дуговом плазмотроне, соединенном с реакционной камерой, а полученные алмазы собирают в ванне с охлаждающей жидкостью, расположенной на выходе из реакционной камеры</p> |

Рисунок 24 – Технологическая схема получения искусственного алмаза в реакционной камере путем разложение углеродсодержащего газа [5]

1.6 Способ получения искусственного алмаза наработкой жидкого расплава углерода между углеродсодержащими электродами.

В работе [1.6] предложен способ получения искусственного алмаза наработкой жидкого расплава углерода между углеродсодержащими электродами, один из которых расположен в горизонтальном положении, а другой установлен вертикально. Нарботанный в горизонтально расположенном электроде определенный объем жидкой ванны расплава углерода транспортируют в жидкий углеводородный охладитель,

расположенный ниже ванны расплава, путем обрушивания в темпе утонченной расплавлением подины ванны расплава, с помощью импульса разности давлений, сжатого водорода, высокого - в зоне зеркала расплава углерода, и низкого - в зоне жидкого охладителя, из замкнутой зоны которого импульсом сбрасывается давление водорода в атмосферу. Изобретение относится к технологическим приемам получения искусственных кристаллов алмаза из углеродсодержащего сырья, при высокой температуре и в атмосфере сжатого газа, относительно низкого давления.

Предложенный способ поясняется чертежами. На рисунке А.26 изображена установка для получения искусственных кристаллов алмаза, показанная в продольном разрезе. На рисунке А.27 показан продольный разрез этой же установки, при повороте установки на 90°.

Установка состоит: 1- газоплотной камеры; 2- нижнего электрода; 3 – верхнего электрода; 4, 5 - теплоизоляционные углеродные блоки; 6- электроизоляционные блоки из древесины; 7- ванна; 8- направляющая сетка; 9- радиационный пирометр; 10- древесная электроизоляционная подставка; 11- магистрали и клапан-шибера.

1.7. Способ получения искусственного алмаза при пропускании импульса электрического тока по проводнику, расположенному внутри образца.

В работе [1.7] предложен способ получения искусственного алмаза при пропускании импульса электрического тока по проводнику, расположенному внутри образца, в образец помещают дополнительно проводники, которые размещают на равном расстоянии друг от друга и от центрального проводника, при этом общая энергия, выделяемая ими, должна быть равна 900-3370 Дж на 0,2 г углерода в углеродсодержащем образце и предпочтительно используют дополнительно шесть проводников. Изобретение позволяет уменьшить энергетические затраты, получить больший размер получаемых кристаллов за счет создания

необходимых условий синтеза равномерно по всему объему образца. Изобретение относится к динамическому способу получения искусственного алмаза и может найти применение в химической, инструментальной промышленности, а также в приборостроении

Изобретение иллюстрируется приведенным примером, графиком, блок-схемой устройства, реализующего способ, и схемой расположения проводников. На рисунке А.29 приводится область фазового перехода графит-алмаз. На рисунке А.30 приведена блок-схема устройства, с помощью которого реализован данный способ, а на рисунке А.31 - схема расположения проводников (в сечении). Блок-схема устройства, с помощью которого реализован предложенный способ, приведена на рисунке А.29. Предварительно устанавливают контейнер с веществом. Оно состоит из источника постоянного высоковольтного стабилизированного выпрямителя 1 заряжается батарея конденсаторов 2 до необходимого напряжения. После зарядки батареи конденсаторов 2 источник 1 отключается, потом все напряжение подается на проводники контейнера 5 с помощью конечного выключателя 3. Процесс создания давления и температуры сопровождается звуковым эффектом в момент электровзрыва. После проведения этого цикла работ необходимо разрядить остаточное напряжение разрядником 4. Только после этого можно снимать контейнер с веществом и начинать новый цикл работ.

1.8. Способ получения искусственного алмаза путем расположения графита на подложке, являющейся электродом с отрицательным зарядом, расположенной в кварцевой пробирке.

В работе [1.8] предложен способ получения искусственного алмаза путем расположения графита на подложке, в присутствии электродов, на которые подают напряжение, отличающийся тем, что графит помещают на подложку, являющуюся электродом с отрицательным зарядом, расположенную в кварцевой пробирке, другой электрод, положительно заряженный, размещают на внешней стороне пробирки, пробирку

помещают в радиационную печь и нагревают до 1000°C при атмосферном давлении, а к электродам подводят постоянный ток напряжением 2,0-10 кВ, не создавая замкнутую электрическую цепь. Способ осуществляется следующим образом. Предварительно подготавливается исходный образец. С этой целью кристаллические графитовые элементы (протяженные волокна диаметром до нескольких мкм, длиной до нескольких мм, отдельные частицы размером в несколько десятков мкм) помещают на подложку из металла. Металл подложки выбирают исходя их необходимых требований:

- невысокий температурный разогрев, обеспечивающий фазовый переход графит-алмаз в области термодинамической стабильности последнего.
- большая плотность металла в сжатом состоянии в области термодинамической стабильности алмаза по сравнению с последним
- крайне малая растворимость углерода в нем (<0,5%) в условиях воздействия температур.

Изобретение относится к способам получения алмазов, а более точно к способам прямого превращения графита в алмаз в области термодинамической устойчивости последнего.

| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНОГО СПОСОБА |
|--|
| Графит |
| СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИСКУССТВЕННЫХ АЛМАЗОВ |
| Искусственные алмазы получают из графита на подложке в присутствии электродов путем расположения графита на подложке, являющейся электродом с отрицательным зарядом, расположенной в кварцевой пробирке, и при нагреве до 1000°C при атмосферном давлении в радиационной печи. |

Рисунок 32 – Технологическая схема получения искусственного алмаза путем расположения графита на подложке, являющейся электродом с отрицательным зарядом, расположенной в кварцевой пробирке [8]

1.9 Способ получения искусственного алмаза из электрической дуги.

В работе [1.9] предложен способ получения искусственного алмаза из электрической дуги, между угольными электродами, помещенными в сжатую водородную среду (около 20 атмосфер), материал электродов плавится, превращаясь в жидкий расплав углерода, который за короткий промежуток времени испаряется и превращается в обыкновенный графит. Сущность изобретения: предложена установка, которая позволяет, буквально за доли секунды, не оставляя времени на испарение жидкости, извлекать расплав вихрем потока сжатого газа, из электрической дуги, и транспортировать его в жидкий охладитель, где расплав углерода, интенсивно охлаждаясь, кристаллизуется в алмаз. Это достигается тем, что концы углеродосодержащих электродов погружены в горловину выходного канала из газоплотной камеры, который перекрывается клапан-шибером. При открытии шиберов в повороте нижнего электрода открывается выход расплаву углерода в жидкий охладитель.

1. Установка для получения искусственных кристаллов алмаза из расплава углерода, содержащая газоплотную камеру и углесодержащие электроды, отличающаяся тем, что камера заполнена сжатой газоводородной средой и снабжена выходным каналом и системами регулирования вертикального и горизонтального положения электродов на их сближение и регулирования параметров электронагрузки, при этом концы электродов помещены в горловину выходного канала, перекрытого отсечным клапан-шибером, за которым канал расширен раструбом, кромки которого опущены в жидкий охладитель емкости-сборника, а горизонтальный электрод и клапан-шибер выполнены с возможностью одновременного поворота вокруг их осей на 45 90°.

2. Установка по п. 1, отличающаяся тем, что углесодержащий материал электродов из графита и технической сажи, в качестве катализатора дополнительно содержит 2 10% древесной золы.

3. Установка по п.2, отличающаяся тем, что в качестве древесины используют предпочтительно древесину хвойных пород теплогорского месторождения Урала.

4. Установка по любому из пп. 1-3, отличающаяся тем, что в качестве жидкого охладителя применяют растительное и минеральное масло из нефтепродуктов.

На рисунке А.34 показан продольный разрез предложенной установки; на рисунке А.35 - геометрическая форма электродов и их пространственное положение в работе.

Установка состоит: газоплотной камеры 1, горизонтального электрода 2, вертикального электрода 3, отводного канала 4, сферического свода 5, шибер-клапана 6, емкости сборника 7, оптической гляделки 8.

1.10 Способ получения искусственного алмаза облучением миллисекундным рубиновым лазером.

В работе [1.10] предложен способ получения искусственного алмаза облучением миллисекундным рубиновым лазером включающий воздействие на образец импульсом лазерного излучения, отличающийся тем, что образец представляет собой монокристалл алмаза, покрытый нефтяной пленкой, а воздействие осуществляется миллисекундным лазером с плотностью энергии 35-40 Дж/см² и длительностью импульса 0,5 мс. Применение миллисекундных лазерных импульсов сопровождается градиентом температуры ~10⁵ град/с, что на несколько порядков меньше, чем у импульсов с длительностью 10⁻⁷-10⁻¹² с. Таким образом, уменьшение градиента температуры сопровождается образованием более совершенной структуры кристаллов. Полученные результаты можно трактовать как наращивание на поверхности монокристаллов слоев и отдельных образований с параметрами решетки, незначительно превышающими параметры исходного кристалла (рисунок А.37, рисунок А.38). Изобретение относится к области технологии

минерального сырья, в частности к технологии получения синтетических алмазов. Техническим результатом настоящего изобретения является получение синтетических алмазов из нефтяного сырья, расширение способов синтеза алмазов.

1.11 Способ получения алмазов, включающий прессование графитного порошка в капсуле пресс-формы с помощью взрыва заряда ВВ.

В работе [1.11] предложен способ получения алмазов, включающий прессование графитного порошка в капсуле пресс-формы с помощью взрыва заряда ВВ, отличающийся тем, что параметры процесса прессования рассчитывают по формулам, а прессование производят пуансоном, который зачеканивают в капсуле ударником, причем применяют следующие расчетные формулы:

$$F = 1,916S\sigma \left(1 + 3f \frac{H}{D}\right) + K S_1 \sigma_1,$$

$$\sigma = 3,16\gamma_{CT} / \left(1 + 3f \frac{H}{D}\right),$$

$$Q = 0,316HS\sigma \left(1 + 3f \frac{H}{D}\right) + K S_1 \sigma_1 h,$$

где F - сила удара ударника, Н;

D - диаметр пуансона, м;

S - площадь торца пуансона, м²;

H - высота беспористой порошковой графитовой заготовки перед переходом ее в алмаз, м;

σ - напряжение сжатия графита при его переходе в алмаз, Па;

S₁ - площадь торца ударника, м²;

σ₁ - напряжение смятия материала капсулы, Па;

h - глубина смятия капсулы торцем ударника, м;

K - коэффициент учета формы торца ударника;

T - температура при переходе графита в алмаз, К;

γ - плотность графита, кг/м³;

C - удельная теплоемкость графита при заданной температуре, Дж / (кг • оК);

f - коэффициент трения графита по стали;

Q - затрата энергии при переходе графитовой заготовки в алмаз, Дж.

Изобретение относится к производству искусственных алмазов с помощью взрыва. На чертеже представлена пресс-форма для выполнения способа получения алмазов: рисунок А.40 - пресс-форма в сборе перед прессованием графитного порошка, рисунок А.41 - после прессования.

Пресс-форма содержит корпус 1, в полости которого размещены втулка 2, капсулы 3, с графитным порошком 4, пуансон 5, ударник 6 и винты 7, 8. В углублении винта 8 размещен заряд ВВ 9.

Усилием взрыва заряда ВВ 9 ударник 6, перемещаясь влево от винта 8, пуансоном 5 прессует графитный порошок 4, переводя его в алмаз 10.

1.12 Способ получения алмазов покрытием несущей подложки слоем поликристаллического CVD алмазного материала.

В работе [1.12] предложен способ получения алмазов покрытием несущей подложки слоем поликристаллического CVD алмазного материала

присоединение множества монокристаллических алмазных подложек к слою поликристаллического CVD алмазного материала на несущей подложке;

выращивание монокристаллического CVD алмазного материала на множестве монокристаллических алмазных подложек с образованием множества монокристаллических CVD алмазов; и отделение множества монокристаллических CVD алмазов от слоя поликристаллического CVD алмазного материала на несущей подложке и любого поликристаллического CVD алмазного материала, который вырос между множеством монокристаллических CVD алмазов, с получением множества отдельных монокристаллических CVD алмазов.

Ниже следует описание предпочтительного варианта осуществления изобретения исключительно в наглядных целях со ссылкой на прилагаемые чертежи, на которых:

На рисунке А.43 представляет собой диаграмму энергетических зон алмаза, выращенного во время процесса химического парофазного осаждения, на рисунке А.44 представляет собой блок-схему процесса, на рисунке А.45 представляет собой блок-схему процесса, когда используется только поток азота в газовой смеси.

На рисунке А.46 представляет собой блок-схему процесса, где не используются азот и диборан, а алмаз выращивается исключительно при использовании метана и водорода в газовой смеси, на рисунке А.47 представляет собой инфракрасный Фурье-спектр алмаза, осажденного в процессе химического парофазного осаждения на рисунке А.48 представляет собой спектр фотолюминесценции алмаза, осажденного в процессе химического парофазного осаждения в соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения при использовании азота в газах.

На рисунке А.49 спектр фотолюминесценции алмазов, полученный методом химического парофазного осаждения в соответствии с вариантом осуществления изобретения, на рисунке А.50 представляет собой спектр комбинационного рассеяния образцов, выращенных в процессе. На рисунке А.51 представляет собой изображения оптического микроскопа при большом увеличении алмазов, выращенных в процессе химического парофазного осаждения, на рисунке А.52 представляет собой изображения оптического микроскопа при большом увеличении алмазов, выращенных в процессе химического парофазного осаждения

2. Способ по п.1, причем шероховатость поверхности несущей подложки, и толщину, и текстуру выращиваемого на ней слоя поликристаллического CVD алмазного материала выбирают и контролируют для гарантии того, что слой поликристаллического CVD алмаза остается сцепленным с

несущей подложкой при охлаждении после изготовления слоя поликристаллического CVD алмаза, а также во время выращивания монокристаллического CVD алмаза после присоединения множества монокристаллических алмазных подложек к слою поликристаллического CVD алмазного материала на несущей подложке.

3. Способ по п.1, причем несущая подложка выполнена из карбидообразующего материала.

4. Способ по п.1, причем несущая подложка имеет диаметр в интервале от 30 мм до 200 мм.

5. Способ по п.1, причем несущая подложка имеет толщину в интервале от 3 мм до 20 мм.

6. Способ по п.1, причем несущая подложка имеет шероховатость поверхности в интервале от 0,05 мкм до 0,3 мкм.

7. Способ по п.1, причем несущая подложка имеет плоскостность поверхности с вариацией высоты не более 20 мкм.

8. Способ по п.1, причем сформированный на несущей подложке слой поликристаллического CVD алмаза имеет толщину в интервале от 20 мкм до 200 мкм.

9. Способ по п.8, причем толщина сформированного на несущей подложке слоя поликристаллического CVD алмаза находится в интервале от 50 мкм до 100 мкм.

10. Способ по п.1, причем множество монокристаллических алмазных подложек присоединяют к слою поликристаллического CVD алмазного материала на несущей подложке посредством высокотемпературной пайки или низкотемпературной пайки с использованием соответствующего припоя.

11. Способ по п.10, причем соединения между монокристаллическими алмазными подложками и слоем поликристаллического CVD алмазного материала добиваются нагреванием в восстановительной атмосфере.

12. Способ по п.11, причем нагревания добиваются индукционным нагревом.

13. Способ по п.1, причем выращивание монокристаллического CVD алмазного материала на множестве монокристаллических алмазных подложек контролируют так, что отношение скорости роста монокристаллического CVD алмаза к скорости роста поликристаллического CVD алмаза составляет $>0,5$, $>0,75$, $>1,0$, $>1,5$, $>1,75$ или >2 .

14. Способ по п.1, причем множество отдельных монокристаллических CVD алмазов имеет вариацию параметра роста $\alpha <1$, $<0,5$, $<0,3$, $<0,2$ или $<0,1$.

15. Способ по п.1, причем слой поликристаллического CVD алмазного материала выращивают при температуре свыше 1000°C , а монокристаллические CVD алмазы выращивают при температуре ниже 1000°C .

1.13Способ получения легированных ультрадисперсных алмазов

В работе [1.13] предложен способ получения легированных ультрадисперсных алмазов, включающий формирование заряда углеродосодержащего взрывчатого вещества с отрицательным кислородным балансом, окружение заряда взрывчатого вещества охлаждающей жидкостью, размещение заряда взрывчатого вещества в герметичной взрывной камере, инициирование его детонации, извлечение из взрывной камеры конденсированных продуктов детонации и выделение ультрадисперсных алмазов, отличающийся тем, что в качестве охлаждающей жидкости используют насыщенный раствор химического соединения, содержащего легирующий элемент.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что для приготовления насыщенного раствора используют дистиллированную воду.

3. Способ по п.2, отличающийся тем, что при приготовлении насыщенного раствора дистиллированную воду нагревают до температуры не выше температуры плавления взрывчатого вещества. Заявляемый способ реализуется на устройстве, представленном на рисунке А.54, где цифрами обозначены: 1 - взрывная камера; 2 - загрузочный люк;

3 - устройство герметизации люка 2; 4 - заряд взрывчатого вещества с отрицательным кислородным балансом; 5 - насыщенный раствор химического соединения, содержащего легирующий элемент; 6 - устройство инициирования детонации заряда ВВ; 7 - устройство подвески заряда во взрывной камере; 8 - устройство выброса газов; 9 - устройство сбора конденсированных продуктов детонации; 10(1), 10(2) - дистанционно управляемые клапаны; 11 - система управления.

1.14 Способ получения алмаза в детонационной волне

В работе [1.14] предложен способ получения алмаза в детонационной волне, заключающийся в приготовлении заряда взрывчатого вещества (ВВ) с отрицательным кислородным балансом, детонировании его во взрывной камере высокого давления в газожидкостной охлаждающей среде, отличающийся тем, что окружающую заряд ВВ среду в камере создают перед подрывом и после подрыва заряда ВВ путем распыливания в газообразных продуктах взрыва охлаждающей жидкости.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве охлаждающей жидкости используют воду, исходя из соотношения

$$\frac{m_{\text{в}}}{m_{\text{ВВ}}} \approx \frac{L}{q},$$

где $m_{\text{в}}$ масса воды в окружающей заряд ВВ среде;

$m_{\text{ВВ}}$ масса заряда ВВ;

L , q удельные теплота взрыва и теплота испарения воды.

3. Способ по п.2, отличающийся тем, что воду перед распыливанием нагревают до температуры кипения.

Установка для получения алмазов на рисунке А.56 состоит из: 1 взрывная камера; 2 заряд ВВ с капсюлем-детонатором 3; 4 блок форсунок для распыливания жидкости; 5 ввод охлаждающей жидкости; 6 вывод алмазной шихты; 7 нагреватель жидкости.

1.15 Выводы по разделу на рисунке А.57

Выводы

1. В исследованных способах получения искусственного алмаза, есть углеродосодержащее вещество, такие как фуллерен, графит, графитный порошок и т.д.

2. В каждом способе происходит воздействия на углеродосодержащее вещество: подвергают действию высоких квазигидростатических давлений и температур.

2. Основные закономерности получения искусственного алмаза путем действия высоких квазигидростатического давления

В работе [2] Основные закономерности получения искусственного алмаза путем действия высоких квазигидростатического давления[23], приведена фазовая диаграмма углерода на рисунке А.58. Из опыта точно установлена лишь граница между графитом и его паром при низком давлении. Высокотемпературная часть этой границы искусственные алмазы (указанная пунктиром) представляет собой чистую экстраполяцию остальной части, так как физических данных в этой области до сих пор не было получено.

Штрих-пунктирная линия, проходящая по всей диаграмме, показывает верхние пределы давления и температуры, достигнутые в контролируемых экспериментах (исключая атомные бомбы) в соответствии с опубликованными литературными данными

На рисунке А.59 представлена диаграмма давление — температура с линейными шкалами по обеим осям, показывающая новую область исследований, которая становится доступной благодаря использованию искусственные алмазы нашего нового аппарата для получения высоких давлений и температур. Из диаграммы видно, что эта область занимает почти такую же площадь, как и все области, достигнутые до сих пор.

Искусственные алмазы образуют те же формы, что и различные природные алмазы, т. е. октаэдры, тетраэдры и додекаэдры. Некоторые типичные формы можно видеть на рисунок А.60.

2.1 Развитие технологий синтеза искусственных алмазов[15]

Искусственные алмазы во всем мире относятся к стратегическим материалам, так как играют важную роль в развитие промышленной индустрии

В настоящее время известны 3 основных принципиально отличающихся друг от друга метода синтеза алмазов. Это статический синтез, динамический синтез и выделившийся из последнего самостоятельный метод — детонационный синтез. Реализация статического метода синтеза алмазов требует использования дорогостоящего прессового оборудования и сверхпрочной и стойкой камеры давления (рисунок 61).

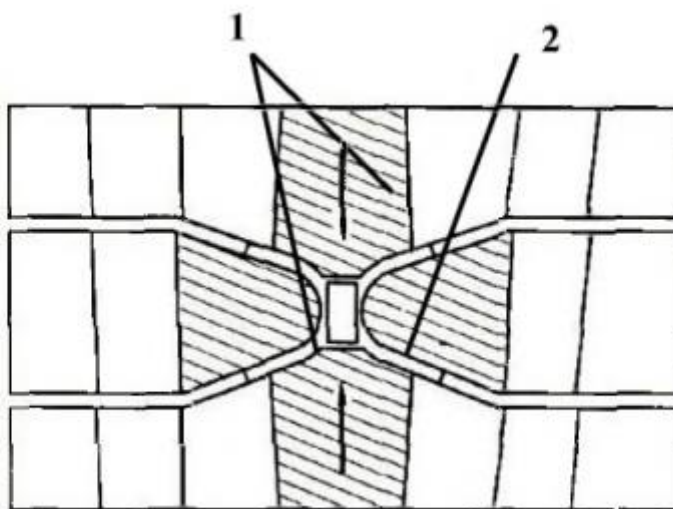


Рисунок 61 — Схема камеры высокого давления статического метода синтеза[15]

В качестве исходной шихты используют графит в смеси с металлами — катализаторами или их сплавами. При загрузке в реакционную камеру объёмом 200 мл смеси графита и металла вначале создают давление 5 — 6 ГПа в камере, затем смесь нагревают до температуры расплавления металла 1800 — 2200 °С.

При этом время выдержки реакционной смеси после нагрева составляет 2 — 6 часов и выход алмаза составляет около 30 % от массы графита .

Синтетические алмазы извлекаются из реакционной смеси в несколько этапов: дробление реакционной массы, кислотная очистка (НО) от катализатора, очистка от неалмазных форм углерода (НСЮ4), последующая промывка и сушка. После чего получают алмазы размером 0,1-20,0 мкм.

Более экономичным является динамический метод получения искусственных алмазов. Реализация динамического метода заключается в создании требуемых для синтеза параметров нагружения и температуры, за счет использования энергии взрыва (рисунок 62).

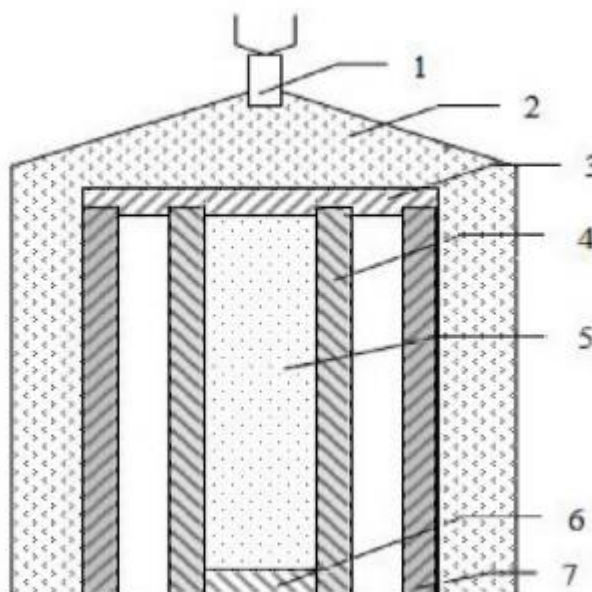


Рисунок 62 — Схема динамического метода синтеза [15]

1 — детонатор; 2 — заряд ВВ; 3 — верхняя крышка; 4 — цилиндр образца;
5 — реакционная смесь; 6 — нижняя крышка; 7 — метаемый цилиндр

Метод характеризуется тем, что скользящая ударная волна, образующаяся при детонации ВВ, равномерно окружающую цилиндрическую ампулу с углеродсодержащим материалом (смесь углерода с металлом — катализатором), создает в нем сходящиеся волны, обеспечивающие термодинамические параметры, необходимые для перехода графиталмаз. Динамические алмазы извлекаются из реакционной смеси в несколько этапов: резка обжатой ампулы с последующим дроблением, кислотная очистка (HCl) от катализатора, очистка от неалмазных форм углерода (НСЮ4), последующая промывка и сушка. После чего получают алмазы размером 0, 1-10,0 мкм

Данный метод предполагает однократное использование ампулы, а производительность определяется объемом единоразового подрыва ВВ.

Более прогрессивным методом является детонационный метод получения наноалмазов из углерода входящего в состав взрывчатых веществ (рисунок 63). Исходным сырьем для такого способа получения алмазного вещества являются ВВ с отрицательным кислородным балансом, в основном смесевые составы взрывчатых веществ тринитротолуола и гексогена в различных пропорциях. Подрыв заряда осуществляется в специальных камерах.

Продуктом детонации взрывчатых веществ является конденсированный углерод. Для выделения алмазов из конденсированного углерода используют различные методы химической очистки с помощью концентрированной смеси серной и азотной кислот. Как правило, в процессе очистки преследуются две цели: очистка от неалмазных форм

углерода и очистка от неорганических примесей. После чего получают алмазы размером 4 — 5 нм

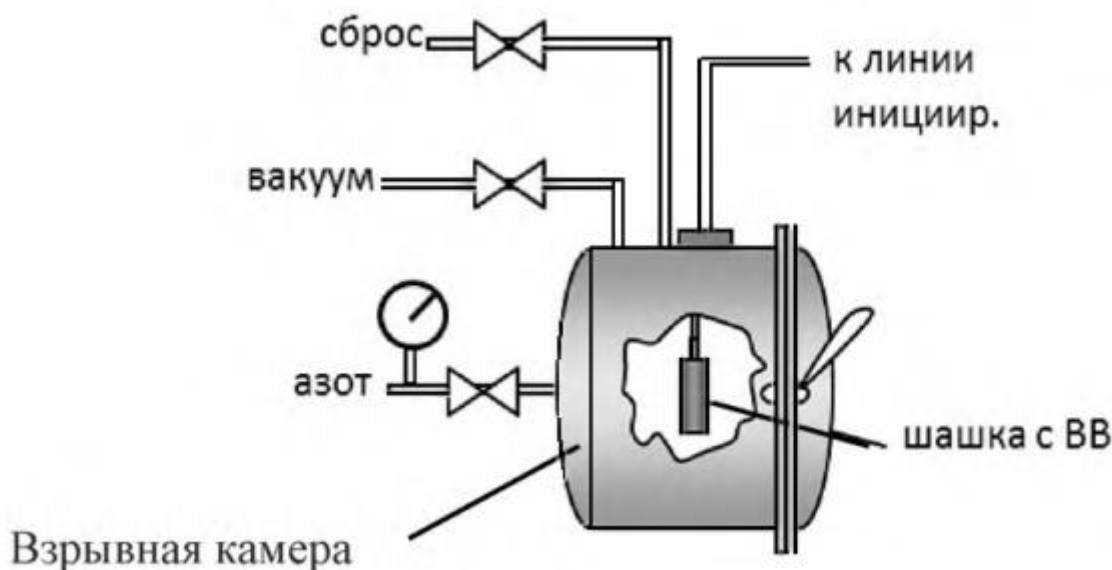


Рисунок 63 — Схема детонационного метода синтеза [15]

Преимуществами детонационного метода синтеза являются:

- наличие широкой сырьевой базы
- простота и высокая производительность
- отсутствие необходимости использования дорогих и дефицитных расходных материалов и мегаллов-катализаторов
- получение алмазов в наноразмерном состоянии

2.2 Макро, микро и наноморфология искусственных алмазов [21]

Морфология искусственных алмазов отличается относительной простотой по сравнению с таковой природных алмазов, что связано с короткой историей их формирования и ограниченным, контролируемым числом процессов, определяющих форму кристалла.

Исследования алмазов проводили на параболическом гониометре, имеющем вогнутое зеркало диаметром 150 мм (параболоид вращения с

фокусным расстоянием 25 мм). Гониометр охватывает телесный угол с разверткой нормалей до 56.3° вокруг оси прибора и преобразует световые рефлексы от кристалла, помещенного в фокус, в гномоническую кристаллографическую проекцию нормалей к поверхности. Точность измерения углов 1° .

С помощью параболического гониометра были установлены следующие простые формы кристаллов в порядке убывания площади поверхности: октаэдр, куб, ромбододекаэдр, тетрагонтриоктаэдр, тригонтриоктаэдр (рисунок 64).

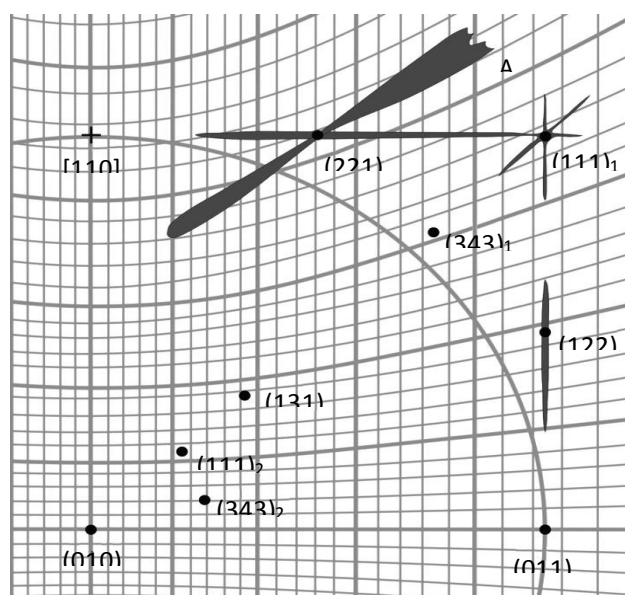


Рисунок 64 – Обобщенная гномоническая кристаллографическая проекция формы синтетических алмазов [21]

Отражающая основные рефлексы от изученных синтетических кристаллов алмаза (первая четверть). Фоном служит сетка Хилтона с ценой деления в 2° . Создавая на экране гониометра лучистые рефлексы, ориентированные перпендикулярно направлению удлинения скелетных кристаллов металла (отметка А на рисунок 64), и лучи, распространяющиеся от рефлекса по линиям тетрагонтриоктаэдра и тригонтриоктаэдра (рисунок 65).

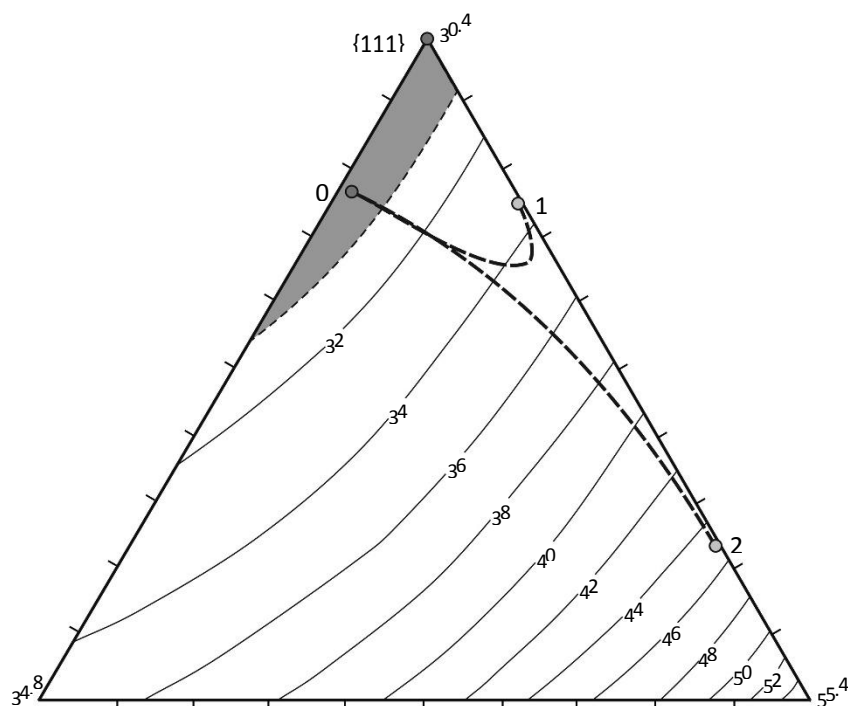


Рисунок 65 - Диаграмма эволюции формы кристаллов [21]

Для первого анатомического типа выделяются два основных тренда эволюции формы: октаэдрический (1) и кубический (2), второй тип развивается по линии . На треугольной диаграмме (рисунок 65) представлено поле поверхностных энергий всех ростовых форм искусственного алмаза. Расчет был выполнен для кристалла алмаза объемом 1 мм^3 . Использовали удельные энергии плоских сеток структуры алмаза, полученные на основе энергии С–С связи углерода в алмазе (352 кДж/моль), и фактор формы кристалла, являющегося численным показателем изометричности формы . Темным цветом показана область комбинированных форм, поверхностная энергия которых всего на 2% отличается от минимально возможной энергии для октаэдра (эквивалентно 6%му отклонению энергии критического зародыша).

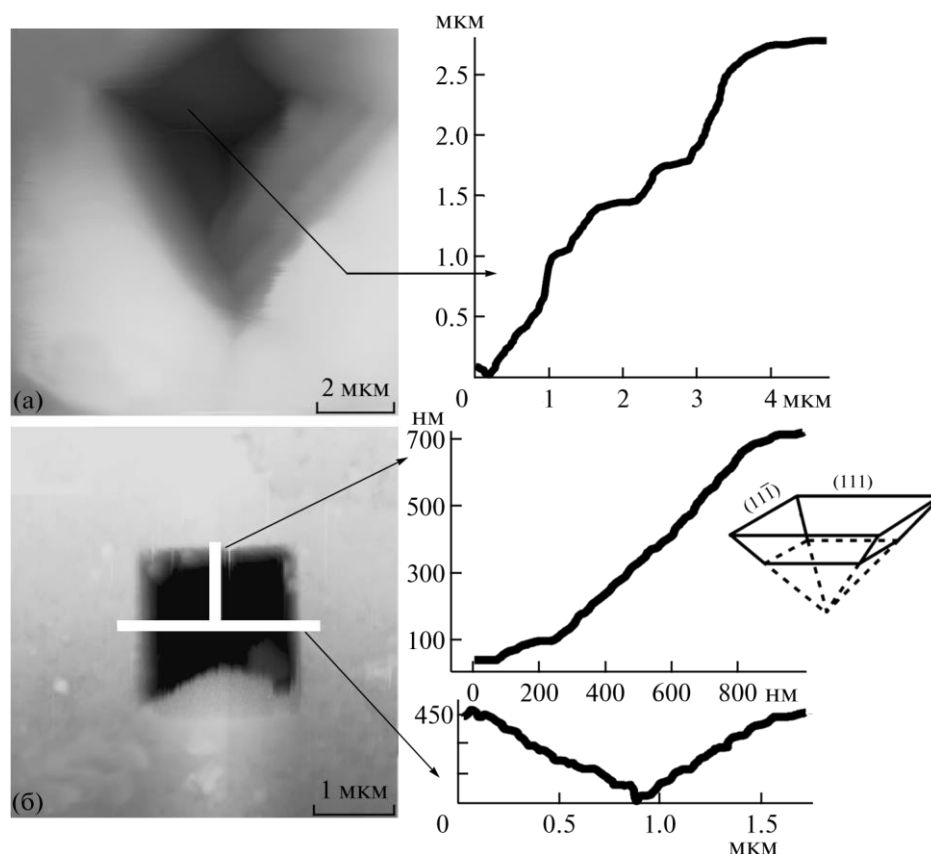


Рисунок 66 – АСМ– изображение термических ямок [21]

а – несимметричная ямка с террасчатыми стенками;

б – профильные разрезы симметричной микроразмерной ямки

На АСМ–изображениях некоторых относительно крупных (около 5 мкм) ямок на гранях куба ал маза хорошо различается ступенчатое строение внутренних стенок (высота крупных ступеней 40– 60 нм) с видимыми террасами между ступенями (рисунок 66 а). Установлено, что склоны ямок > 4–5 мкм имеют различный угол наклона, связанный не с определенными плоскими сетками структуры ал маза, а с наклоном линии дислокации и кинетическим эффектом травления – образованием террас.

Ямки травления менее 4 мкм на искусственных алмазах демонстрируют иное строение. Профильные разрезы ямок в 2–3 мкм (рисунок. 66) показали, что их ровные склоны образованы плоскими сетками (угол с поверхностью куба кристалла алмаза ~54°)

2.3 Искусственные алмазы, образующиеся при детонации взрывчатых веществ [16]

Основные области применения технических алмазов – обрабатывающая и горная промышленность. Абразивные алмазные порошки наносятся на дисковые пилы, напильники, фрезерный инструмент, сверла, буровые коронки. Шлифовальные алмазные порошки применяются для тонкой доводки поверхностей различных изделий, в том числе и ювелирных камней на гранильных фабриках. Алмазные фильеры используются при протягивании тонкой проволоки.

Широкое техническое применение алмаза обусловлено уникальными физико-химическими свойствами, связанными с особенностями строения его кристаллической решетки.

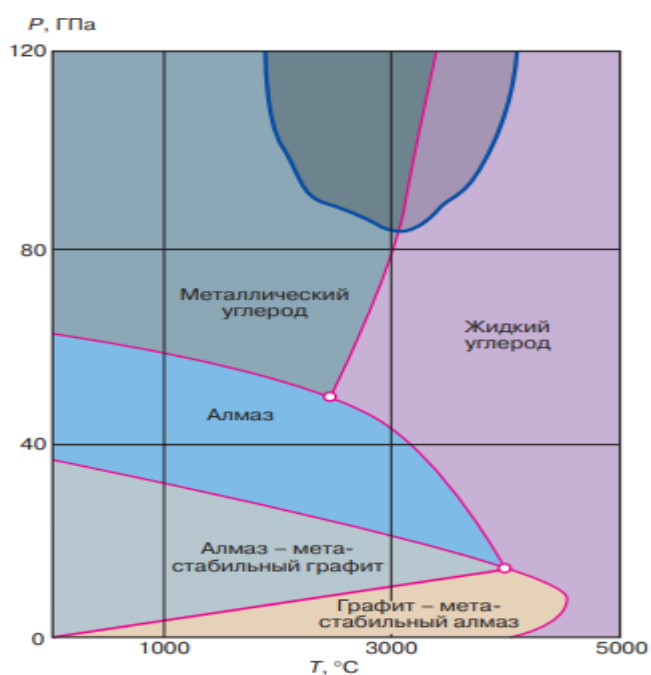


Рисунок 67 – Фазовая диаграмма углерода [16]

Область внутри синей кривой соответствует параметрам синтеза алмазов по технологии фирмы Дюпон. Алмазная фаза на диаграмме рисунок 67. Под действием высокого давления в ударной волне в нагружаемом образце происходит фазовый переход из графита в алмаз. Определяющее

значение при этом имеют величина давления, длительность его действия и температура.

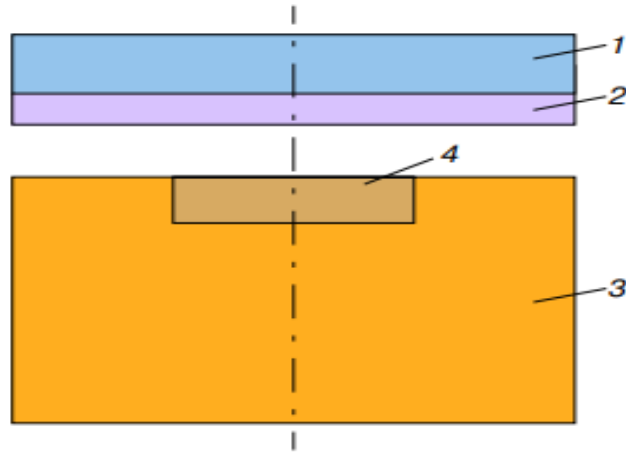


Рисунок 68 – Схема плоского нагружения для синтеза алмазов [16]

Давление P . 30–90 ГПа. 1 – плоский заряд ВВ, 2 – пластина-ударник, 3 – массивная металлическая матрица, 4 – нагружаемый брикет (графит). На рисунке 68 металлическая пластинка-ударник 2 разгоняется продуктами детонации плоского заряда ВВ 1 и ударяет по матрице 3 с размещенным в ней брикетом 4. Возможности этого метода ограничены эффективностью системы ВВ–пластина, связанной с низким коэффициентом превращения химической энергии ВВ в кинетическую энергию ударника.

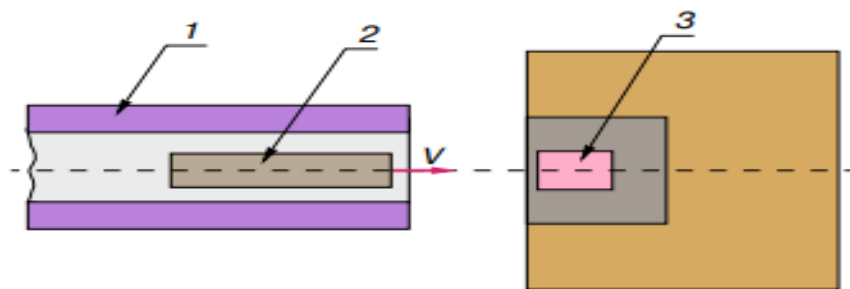


Рисунок 69 – Схема компактирования алмазного порошка [16]

1 – баллистическая установка, 2 – цилиндрический ударник, 3 – ампула с порошком УДА

Схема испытания приведена на рисунке 69 взрывные установки такого типа, в состав которых входят взрывные генераторы давления

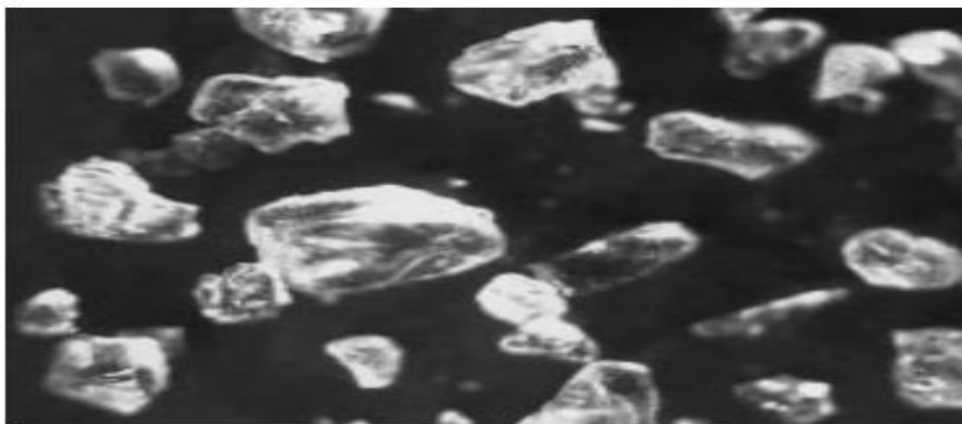


Рисунок 70 – Фотографии алмазных частиц [16]

Размеры алмазных частиц находятся в диапазоне 0,5–600 мкм, заметная доля их (50% от общего количества) имеет размеры от 1 до 50 мкм. Фотографии некоторых из них приведены на рисунке 70. Приведенные гистограммы получены в результате статистической обработки результатов. Сплошные вертикальные прямые – результаты обмеров частиц, точечные кривые – логарифмическое нормальное распределение рисунок 71. Фотография алмазных частиц после компактирования, максимальный размер частиц 0,6 мм

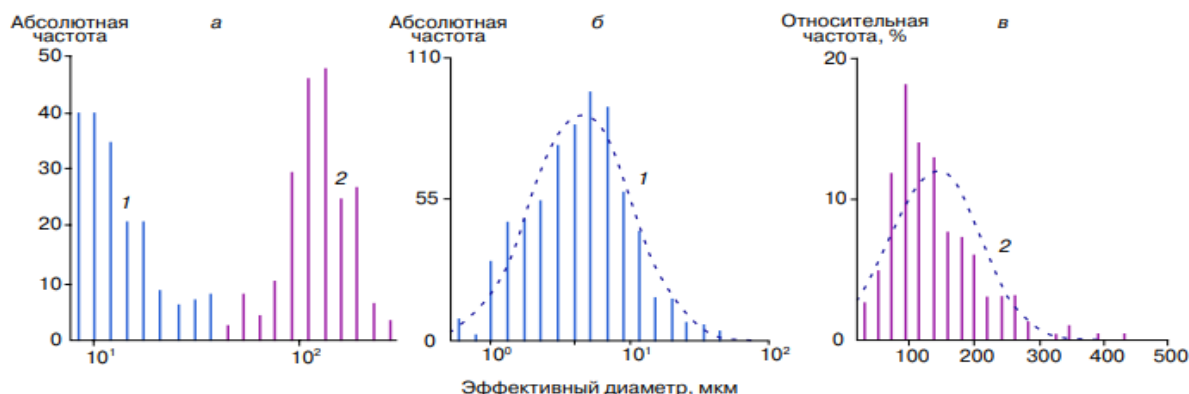


Рисунок 71 - Распределение алмазных частиц по размерам. [16]

Характер распределения частиц по размерам, представленного на рисунке 71, показывает наличие двух фракций. Плотность зерен составляет 3,2

г/см³ , микротвердость ~60–70% от микротвердости натурального алмаза. Большинство поликристаллических частиц прозрачны и бесцветны.

2.4 Структура алмаза и алмазных политипов [22]

Алмаз часто встречается в сочетании с другими углеродными аллотропами, и необходимо четко идентифицировать каждый материал, определяя его структуру, атомную вибрацию и электронное состояние. Это достигается следующими методами. Дифракционные методы. Дифракционные методы могут легко выявить кристаллическую структуру объемного алмаза или графита. Однако во многих случаях материал может представлять собой сложную смесь алмаза, графита и аморфных составляющих в масштабе размеров, что затрудняет их разрешение даже с помощью электронной микроскопии и дифракции выбранной области (SAD). Следовательно, результаты этих дифракционных методов должны быть интерпретированы осторожно.

Кроме того, электронные дифракционные картины поликристаллического алмаза сходны с картинами поликристаллического графита, ориентированного в базальной плоскости, и при анализе смесей этих двух элементов может быть трудно отделить одну картину от другой. К сожалению, смешанные графитово -углеродно-алмазные агрегаты широко распространены в природных и синтетических материалах.

Рамановская спектроскопия. К счастью, альтернативное решение идентификации предлагает рамановская спектроскопия. Этот лазерно-оптический метод позволяет с большой точностью определять состояния связи атомов углерода (sp^2 для графита или sp^3 для алмаза), отображая их колебательные свойства.¹¹ Спектры комбинационного рассеяния являются результатом неупругого рассеяния оптических фотонов решетчатыми вибрационными фононами.

Как показано на рисунке 72, наличие алмазной и/или графитовой связи однозначно и ясно. Монокристаллический алмаз идентифицируется одним острым пиком комбинационного рассеяния при 1332 см (волновые числа), часто называемым D-полосой, а графит – более широким пиком около 1570 см (G-полоса) и несколькими особенностями второго порядка.

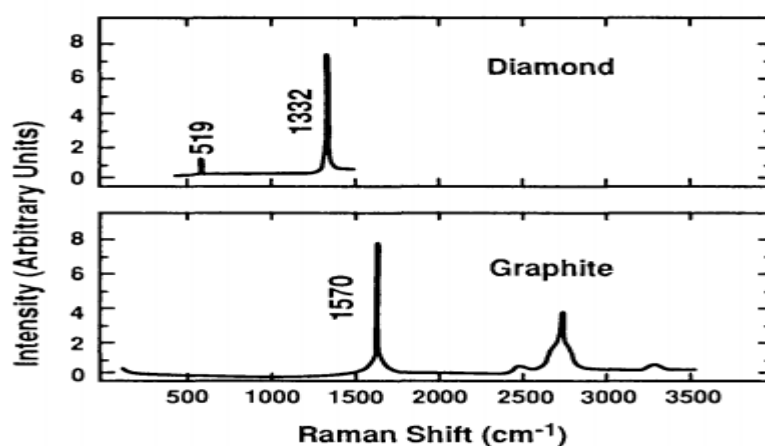


Рисунок 72 – Спектры комбинационного рассеяния света алмаза и графита [22]

Эффективность комбинационного рассеяния для sp^2 -связей более чем в пятьдесят раз превышает эффективность для sp^3 -связей для графитовых доменов размером менее 10 нм. В результате этот метод способен обнаруживать мельчайшие количества графитовых связей (такие, которые могут присутствовать в некоторых алмазоподобных углеродах). Однако следует признать, что методы не могут легко определить состояние агрегации составляющих.

Общепризнано, что для того, чтобы материал был признан алмазом, он должен обладать следующими характеристиками:

- Кристаллическая морфология, видимая с помощью электронной микроскопии
- Однофазная кристаллическая структура, обнаруживаемая рентгеновской или электронной дифракцией.

- Четкий алмазный рамановский спектр с острым пиком на высоте 1332 см

В гл. 2, с. 3 описана гибридизация атома углерода из основного состояния в гибридное sp^3 (или тетрагональное) орбитальное состояние. Показано, что эта гибридизация объясняет тетраэдрическую симметрию и валентное состояние четырех с четырьмя найденными орбиталями $2sp^3$

Эти орбитали связаны с орбиталями четырех других атомов углерода сильной ковалентной связью (т. е. атомы разделяют пару электронов), образуя правильный тетраэдр с равными углами друг к другу 109° , как показано на рисунке 73 см.

Алмаз является относительно простым веществом в том смысле, что его структура и свойства по существу изотропны, в отличие от ярко выраженной анизотропии графита. Однако, в отличие от графита, он имеет несколько кристаллических форм и политипов.

Кубический и шестиугольный алмаз. Каждый алмазный тетраэдр в сочетании с четырьмя другими тетраэдрами образует прочно связанные, трехмерные и полностью ковалентные кристаллические структуры. Алмаз имеет две такие структуры: одну с кубической симметрией (более распространенную и стабильную) и одну с гексагональной симметрией.

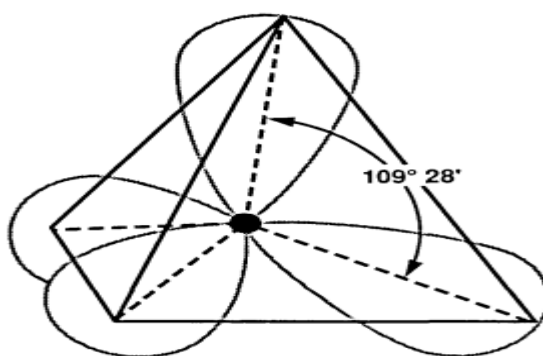


Рисунок 73 – Алмазный тетраэдр [22]

Структура кубического алмаза. Кубический алмаз является гораздо более распространенной структурой и, чтобы упростить терминологию, будет

называться просто "алмаз". Ковалентная связь между атомами углерода алмаза характеризуется малой длиной связи (0,154 нм) и высокой энергией связи 711 кДж/моль (170 ккал/моль). Каждая элементарная ячейка алмаза имеет восемь атомов, расположенных следующим образом: 1/8 x 8 по углам, 1/2 x 6 по граням и 4 внутри единичного куба. Два представления структуры показаны на рисунке 74, (а) и (б) Кубическая структура алмаза может быть визуализирована как укладка сморщенных бесконечных слоев (плоскостей) или как две гранецентрированные взаимопроникающие кубические решетки, одна с началом в 0,0,0, а другая в 1/4,1/4,1/4, с параллельными осями, как показано на рисунке. 74 (в). Последовательность укладки плоскостей-АВСАВС, так что каждый третий слой идентичен.

Плотность алмаза. Благодаря четырехкратным координированным тетраэдрическим связям (sp^3) структура алмаза изотропна и, за исключением плоскости, более компактна, чем графит (с его анизотропной структурой sp^2 и широким межслойным расстоянием). Следовательно, алмаз имеет более высокую плотность, чем графит (3,515 г/см³ против 2,26 г/см³).

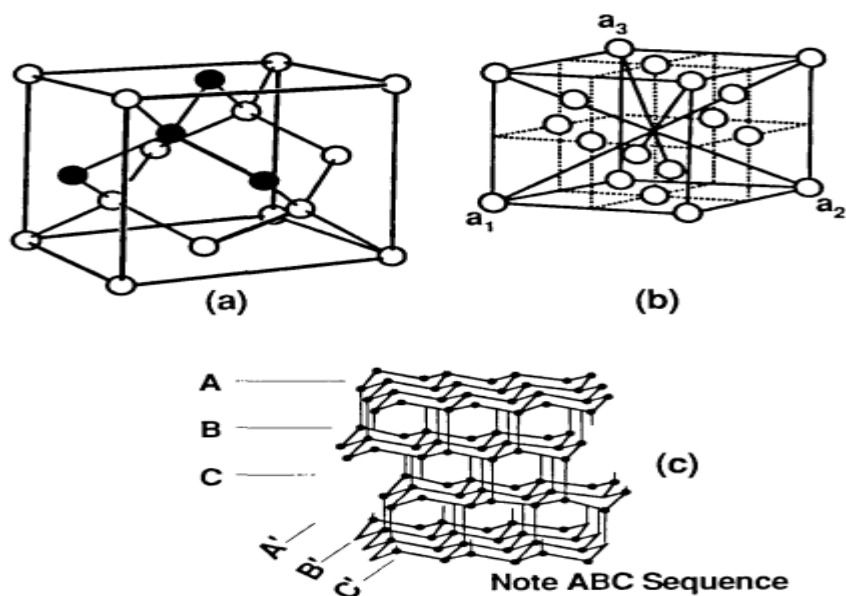


Рисунок 74 – Схема строения кубического алмаза [22]

Алмаз имеет самую высокую атомную плотность из всех материалов с молярной плотностью $0,293 \text{ г-атом/см}^3$. В результате алмаз является самым жестким, твердым и наименее сжимаемым из всех веществ. Для сравнения, молярная плотность графита составляет $0,188 \text{ г-атом/см}^3$. Обобщены данные об атомной и кристаллической структуре алмаза. Также в таблицу включены данные по гексагональному алмазу.

Алмаз встречается в нескольких кристаллических формах (или привычках), которые включают октаэдр, додекаэдр и другие, более сложные. Напомним, что простые кристаллографические плоскости в кубическом кристалле показаны на рисунок 74

Эти простые плоскости соответствуют граням трех основных кристаллических форм алмаза: кубической, додекаэдрической и октаэдрической (рисунок 74). Как кубические, так и октаэдрические поверхности преобладают в синтетическом алмазе высокого давления, где они встречаются по отдельности или в комбинации, образуя блочные кристаллы.

В алмазе CVD преобладают октаэдрические и кубические поверхности, и обычно встречаются кубо-октаэдрические кристаллы, сочетающие обе эти поверхности. Двойникование часто происходит на поверхности. Ограниченные кристаллы ограниченных алмазов имеют преимущественно свои и поверхностные формы.

Алмаз ломается вдоль четко определенных плоскостей спайности (спайность кристалла является его характеристикой разрушения вдоль заданных кристаллографических плоскостей, где предел текучести ниже из-за высокой концентрации более слабых связей или меньшего общего числа связей). Доминирующей плоскостью расщепления является та, но наблюдалось и много других. Эта характеристика расщепления является ключом к огранке драгоценных камней.

2.5 Исследование кинетики фазового перехода графит – алмаз [17]

В опытах использовался изотропный искусственный графит, полученный методом горячего прессования (температура графитизации 3000 К) на основе кокса КНП С и каменноугольного пека. Общее количество посторонних примесей не превышало 0,3%. Плотность образцов колебалась в диапазоне 1,9—1,95 г/см³.

Измерения проводились методом, использующим манганиновые датчики давления (рисунок А.75). Нагружение осуществлялось ударом плоской алюминиевой пластины через дюралюминиевый экран либо детонацией установленного непосредственно на экране заряда взрывчатого вещества. Регистрировались профили давления в двух контрольных сечениях сборки: на границе экран — графит — сечение 1 и на границе графит — тефлон — сечение 2.

На рисунке А.76 показаны волновые профили в этих сечениях при давлениях 18, 29 и 35 ГПа. Начальные участки волновых профилей в обоих сечениях сборки при давлении 18 ГПа имеют простую форму, близкую к прямоугольной. Профили, полученные при давлениях 29, 35 ГПа, выглядят сложнее, причем геометрия входного импульса давления (сечение 1) отличается от формы профилей в сечении 2, что свидетельствует о развитии за фронтом ударной волны процесса, протекающего с уменьшением объема. Рисунок А.77 иллюстрирует наблюдаемую в опытах картину. В первый момент вещество сжимается до состояния А, лежащего на адиабате метастабильных состояний графита.

Куполообразная форма профилей в сечении 2 при давлении 29 ГПа

(рисунок А.78, б) объясняется тем, что при этих давлениях скорость превращения мала и за время эксперимента ярко выраженная двухволновая структура развиться не успевает. При переходе графита в алмаз динамическая сжимаемость образца повышается и разгрузка,

возникшая при отрыве образца от экрана, происходит по кривой, идущей круче ударной адиабаты графита (рисунок А.78, в). Вещество приобретает добавочную скорость U_r , что приводит к возникновению в сечении 2 добавочного давления гистерезиса P_r (рисунок А.78, б, в). В области давлений 29—35 ГПа сжатие рассчитывалось в приближении простой волны.

Определялась зависимость скорости распространения участков волны сжатия на разных уровнях давления (рисунок А.79, а). Для получения объема сжатого вещества проводилось интегрирование с использованием соотношения $\Delta V = \frac{\Delta P}{\rho_0^2 \cdot a^2}$, где ΔV , ΔP — приращения объема и давления, ρ_0 — начальная плотность, a — скорость в координатах Лагранжа. Для минимизации указанных видов погрешностей использовалась следующая экстраполяционная процедура. Определялись кажущиеся фазовые скорости распространения различных уровней давления в волне разгрузки каждой пары волновых профилей (рисунок А.79, б), после чего строилась зависимость скорости от давления. Скорость звука C_L в лагранжовых координатах находилась путем экстраполяции полученной линейной зависимости к среднему давлению на плато первого волнового профиля (рисунок А.79, б).

На рисунке А.80 показаны результаты измерения ударной сжимаемости графита. На рисунке А.80 приведены результаты измерения скорости звука, а также данные.

По измеренным в области фазового перехода значениям скорости звука оценивалась глубина превращения графита в алмаз. Использовалось предположение о совпадении ударной адиабаты и изоэнтропы разгрузки (акустическое приближение), а также правило аддитивности удельных объемов.

$$\frac{1}{C^2 \cdot \rho^2} = \frac{\alpha}{C_{L\alpha}^2 \cdot \rho_{0\alpha}^2} + \frac{1 - \alpha}{C_{Lr}^2 \cdot \rho_{0r}^2},$$

где α — массовая концентрация алмаза; C, ρ — полученные из опыта скорость звука и плотность; $\rho_{0r}, \rho_{0\alpha}$ — начальные плотности графита и алмаза; $C_{Lr}, C_{L\alpha}$ — лагранжовы скорости звука в графите и алмазе при заданном давлении.

Лагранжовы скорости звука рассчитывались по формуле:

$$C_L^2 = C_0^2 + \frac{4bP}{\rho_0},$$

где C_0, b — коэффициенты уравнения ударной адиабаты $D = C_0 + bU$ (D — скорость ударной волны); ρ_0 — начальная плотность; P — давление. Использовались параметры ударных адиабат графита и алмаза

$$\rho_{0r} \cdot \frac{\partial V}{\partial t} = \frac{\partial U}{\partial h}, \quad (2)$$

$$\rho_{0r} \cdot \frac{\partial U}{\partial t} = \frac{\partial P}{\partial h}, \quad (3)$$

$$P = \frac{C_0^2}{4b} \left[4b\rho \exp\left(\frac{1}{\rho} - V\right) - 1 \right], \quad (4)$$

$$\frac{d\alpha}{dt} = \frac{1-\alpha}{\tau} \cdot \frac{P-P_S}{P_S}, \quad (5)$$

$$\frac{dV_n}{dt} = -kV_n P, \quad (6)$$

$$\rho = \rho_{0\alpha}\beta + \rho_{0r}(1 - \beta), \quad (7)$$

$$C_0^2 = \frac{\rho_{0r}^2 \cdot \rho_{0\alpha}^2 \cdot C_{0r}^2 \cdot C_{0\alpha}^2}{\rho^2 [\alpha \rho_{0r}^2 \cdot C_{0r}^2 + (1-\alpha) \cdot \rho_{0\alpha}^2 \cdot C_{0\alpha}^2]}, \quad (8)$$

$$b = \frac{(1-\alpha)\rho_{0r} \cdot b_r \cdot \rho_{0\alpha}^4 \cdot C_{0\alpha}^4 + \alpha \rho_{0\alpha} \cdot b_\alpha \cdot \rho_{0r}^4 \cdot C_{0r}^4}{G^2 \cdot \rho}, \quad (9)$$

$$G^2 = [(1 - \alpha)\rho_{0\alpha}^2 \cdot C_{0\alpha}^2 + \alpha\rho_{0r}^2 \cdot C_{0r}^2]^2. \quad (10)$$

Здесь β — объемная концентрация алмаза; C_{0r} , $C_{0\alpha}$, b_α , b_r — коэффициента уравнений ударных адиабат графита и алмаза; V_r — объем пор использованного в опытах сорта графита; k — коэффициент пропорциональности; h — пространственная координата Лагранжа.

В расчете свободными параметрами являлись величины P_S и τ . На рисунке А.81 показаны полученные в эксперименте и рассчитанные профили давления.

На рисунке А.82 приведены эволюция ударной волны, а также распределение алмазной фазы по толщине образца в разные моменты времени в течение 2,5 мкс.

Таблица 2 – зависимости скорости звука от давления

| P_1 , ГПа | P_2' , ГПа | P_2'' , ГПа | D_1 , км/с | u_1 , км/с | V , см ³ /г | C_L , км/с | C , км/с |
|-------------|--------------|---------------|--------------|--------------|--------------------------|--------------|------------|
| 6,1 | — | — | 3,961 | 0,810 | 0,419 | 5,78 | 4,8 |
| 6,9 | — | — | 3,974 | 0,914 | 0,405 | 6,30 | 4,85 |
| 17,3 | — | — | 5,39 | 1,69 | 0,361 | 9,48 | 6,5 |
| 24,6 | — | — | 6,02 | 2,15 | 0,338 | 11,5 | 7,39 |
| 29,3 | 27,5 | 30,0 | 6,54 | 2,28 | 0,327 | 17,0 | 10,6 |
| 35,0 | 30,0 | 31,6 | 6,78 | 2,44 | 0,302 | 23,4 | 13,4 |

P_1 , — входное давление (1-й датчик), P_2' — давление в первой волне, P_2'' — давление во второй волне, D_1 — скорость первой волны, u_1 — массовая скорость в 1-й волне, V — удельный объем, C_L — лагранжева скорость звука, C — скорость звука.

2.6 «Успехи химии» «об искусственных алмазах»: непростая судьба статьи О. И. Лейпунского [18]

В этой работе Лейпунский не только представил обстоятельный обзор предшествовавших попыток получения искусственных алмазов, не только рассчитал линию равновесия алмаз – графит и довольно точно определил

вид диаграммы состояния углерода, но фактически дал описание способа получения алмаза при высоких давлениях с использованием металлов-растворителей и высказал соображения о возможных путях кристаллизации алмаза в области его термодинамической метастабильности.

Лейпунский воспользовался результатами работы Россини и Джессона и, сделав ряд предположений о поведении теплоемкости алмаза и графита при высоких температурах, экстраполировал значения термодинамических потенциалов на область высоких температур.

Ввиду малости значений коэффициентов сжимаемости и теплового расширения и их взаимно компенсирующего влияния, он положил разность молярных объемов равной $1,9 \text{ см}^3$ и рассчитал положение линии равновесия, представив результаты в виде таблицы

На приведенной в статье диаграмме (рисунке А.83) показаны две линии плавления, отвечающие $\Delta V/V = 0,05$ и $\Delta V/V = 0$, и для последнего случая, для тройной точки, получаем координаты $T = 4040 \text{ К}$, $P = 115 \text{ 000 атм}$.

П. У. Бриджмена и О. И. Лейпунского в сравнении с температурным градиентом Земли по расчетам Густавсона

На рисунке А.84, заимствованном из статьи Эйринга и Кэгла 17, представлены линии равновесия, полученные Бриджменом и Лейпунским

На реакционной диаграмме (рисунок А.85), приведенной в патенте Стронга, вместо линии равновесия указывается зона равновесия, ограниченная по давлению сверху и снизу двумя прямыми WW и VV соответственно: Уравнение нижней линии VV, $P_{\text{катм}} \approx 5,3 + 0,027T \text{ (К)}$ практически совпадает с уравнением Бермана и Симона, что на первый взгляд представляется естественным

Приведенные ими данные, как читатель легко может убедиться, сверившись с приведенными выше выдержками из оригинала статьи,

имеют мало общего с работой Лейпунского. (С досадой надо отметить, что в статье, посвященной юбилею Овсея Ильича, воспроизводится не оригинальная диаграмма, а диаграмма, приведенная на рисунке А.86)

2.7 Искусственные алмазы

Алмазы применяются во многих отраслях промышленности как абразивный материал. [20]



Рисунок 87 – Общий вид алмаза [20]

Первым способом получения искусственных алмазов является метод приближенный к естественному возникновению природных алмазов, это сочетание очень высокого давления и высокой температуры.

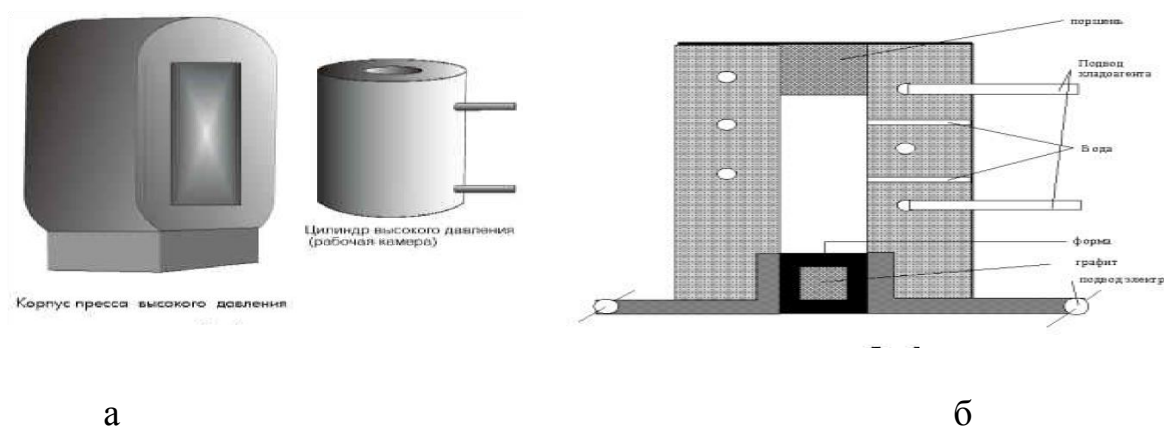


Рисунок 88 – Технология производства алмазов [20]

а – общий вид корпуса высокого давления; б – разрез корпуса)

Технология получения алмаза происходит в несколько этапов. Вначале, после установки цилиндра в пресс высокого давления, подается вода и

происходит процесс предварительного сжатия графита давлением воды, примерно до 2-3 тысячи атмосфер. Вторым этапом подается хладагент и замораживается вода до температуры минус 12 градусов Цельсия. При этом происходит дополнительное сжатие графита до 20 тысяч атмосфер за счет расширения льда. На следующем этапе подается мощный импульс электрического тока продолжительностью 0.3 секунды. На заключительном этапе размораживают лед и вынимают алмазы.

Вторым способом, возможно технологически простым, но сложным по применяемой аппаратуре является способ наращивания кристаллов алмаза в среде метана (CH_4).

Третьим способом получения алмазов является метод взрыва. При этом способе получают очень мелкую алмазную пыль для производства заточных камней, абразивов. Применяют или взрыв «обычного» взрывчатого вещества, или взрыв проволоки большим импульсом тока.

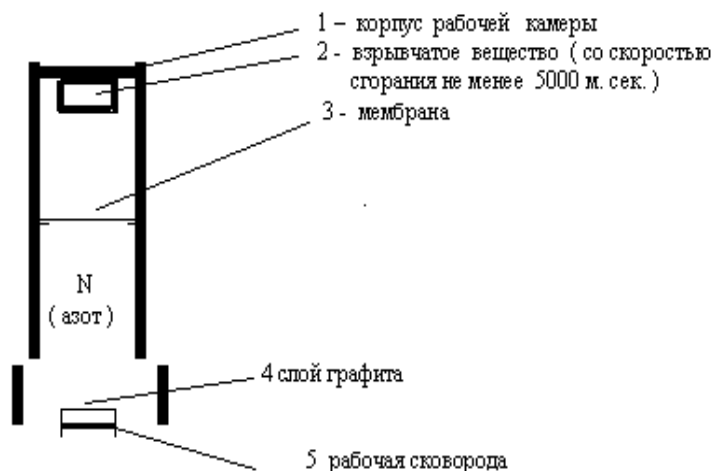


Рисунок 89 – Технология получения алмазов взрывом [20]

В конце 19 века алмазы стали применять не только для создания прекрасных украшений, но и в качестве основного элемента инструментов, предназначенных для обработки, резки и сверления различных материалов, например, алмазная резка бетона.



Рисунок 90 – Использование алмазов в строительстве при устройстве проемов [20]

Вывод:

- 1) Технология производства алмазов является высокотехнологичной отраслью.
- 2) Успешное развитие технологии производства искусственных алмазов позволило получить сверхчистые минералы с уникальной структурой, оптическими и электрофизическими свойствами.
- 3) Современные разработки направлены на синтез кристаллов алмаза, превышающих по качественным показателям природные минералы

2.8 Фуллерены — катализатор фазового перехода графит–алмаз [19]

Экспериментально исследовано влияние фуллеренов на фазовый переход графит–алмаз. Показано, что использование фуллеренов в качестве каталитической добавки к графиту при синтезе искусственных алмазов при сравнительно небольших давлениях (4.5–5.5 GPa) и температурах (около 1200°C) позволяет получить более высокий (в 1.8 раза) процент перехода графит–алмаз, чем в случае, когда шихта содержит графит и/или фуллерен в качестве исходного материала. Добавление фуллеренов в

графит при синтезе позволяет также снизить давление и температуру синтеза.

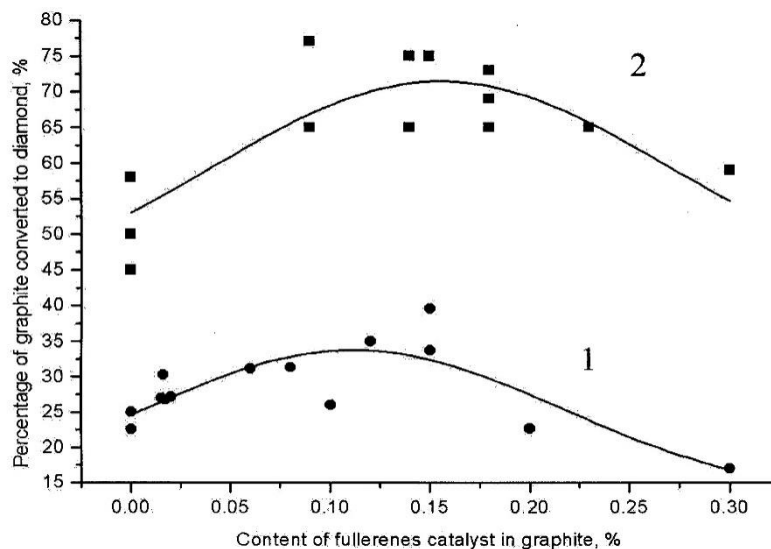


Рисунок 91 — Зависимость процента перехода графит–алмаз при статическом синтезе из смеси графита с металлом при добавлении фуллеренового катализатора. [19]

Кривая 1 — при давлении 4.5 GPa и времени синтеза 10 min (кружки), кривая 2 — при давлении 5.5 GPa и времени синтеза 90 s (квадраты).

На рисунке 91 приведены результаты исследования эффективности перехода графит–алмаз с использованием фуллеренового катализатора в количестве, лежащем в интервале 10^{-2} – $3 \cdot 10^{-1}$ mass.% от массы графита. Фуллерен вводился как в чистом виде, так и в виде фуллеренсодержащей сажи или в виде смеси фуллеренов C_{60} и C_{70} . Процентное содержание фуллеренового катализатора в двух последних случаях пересчитано на содержание чистого фуллерена. Из рисунка 91 видно, что фуллерен проявляет определенный каталитический эффект и существует оптимальная концентрация фуллеренового катализатора в графите в диапазоне от 0.01 до 0.3 mass.%.

Как видно, при оптимальных условиях достигается увеличение процента перехода графит–алмаз в 1.8 раза.

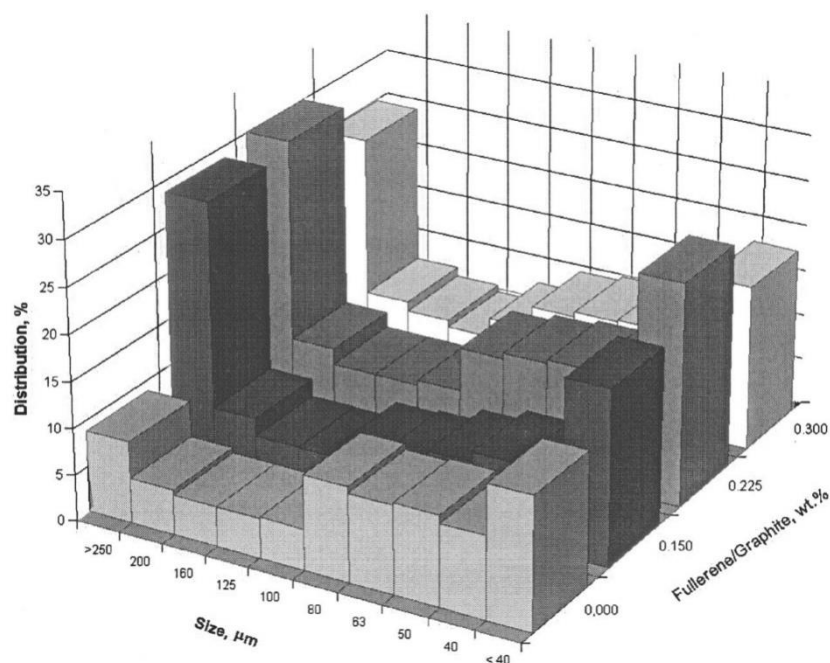


Рисунок 92 – Диаграмма распределения по размеру алмазов для серии испытаний ”а”–”г” на промышленных установках усилием 6.3 MN. [19]

Интеграл распределения представляет собой процент перехода графит–алмаз для каждой серии при различном содержании фуллеренового катализатора. Результаты отсева по крупности и сводные данные, усредненные по сериям, приведены на рисунке 92 видно, что при использовании фуллеренового катализатора возникает существенное перераспределение крупности алмазов в сторону больших и меньших значений. Количество крупных ($> 250 \mu\text{m}$) и мелких ($< 40 \mu\text{m}$) алмазов увеличивается практически в два раза по отношению к опытам без фуллеренов.

Выводы:

- 1) Фуллерены проявляют каталитический эффект при синтезе алмаза из графита в присутствии стандартных металлов-катализаторов

2) Добавление фуллеренов позволяет увеличить степень перехода графит–алмаз до 35% при синтезе при давлении 4.5 GPa и до 75% при давлении 5.5 GPa, что в 1.8 раза больше, чем при использовании графита.

3. Технологическая часть

3.1 Анализ перспективных способов получения искусственных алмазов под действием высокого давления.

Изобретение относится к получению искусственно. Перед загрузкой в пресс фуллерен C₆₀ выдерживают в течение 30 минут в потоке водорода, затем помещают в контейнер из пирофиллита один или вместе с поли гидридокарбином в соотношении 1:1, а затем нагружают квазигидростатическим давлением 3-5 ГПа при температуре 973-1173 К. Получение искусственных алмазов не требует присутствия каких-либо металлов-катализаторов, которые уменьшают объем, занимаемый фуллереном в контейнере, а также не требует очистки полученных искусственных алмазов от металлов. Преимущество способа заключается также в том, что фазовый переход в алмаз происходит при более низких давлениях и температурах при выходе не менее 65%.

Задачей настоящего изобретения являлась разработка такого способа получения искусственных алмазов, который бы обеспечивал высокий выход алмаза без металлов-катализаторов при пониженных давлениях, не превышающих 5,0 ГПа.

Отличием способа является то, что фуллерен C₆₀ перед загрузкой выдерживается 30 минут в токе водорода, фуллерен, выдержанный в токе водорода, один или смешиванный с поли (гидридокарбином), подвергается давлению и нагреву. Давление получения искусственного алмаза 3-5 ГПа, температура 973-1173 К, без какого-либо металла-катализатора.

После снятия давления и охлаждения полученный продукт контролируется рентгенофазовым анализом (РФА) и инфракрасной спектроскопией (ИК). Выход искусственного алмаза составляет 65-90%.

Пример 1. 0.3 г фуллерена, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном режиме на хроматографе "CHROM 5", закладывают в контейнер из пирофиллита и помещают под пресс усилием 5 тонн. Затем в импульсном режиме нагружается давлением 5.0 ГПа и нагревается до температуры 973 К. После нахождения под давлением при температуре продукт синтеза извлекается и методом РФА определяется степень превращения фуллерен - алмаз . Выход алмаза составил 60%.

Пример 2. 0.3 г фуллерена, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном режиме на хроматографе "CHROM 5", закладывают в контейнер из пирофиллита и помещают под пресс усилием 5 тонн. Затем нагружается давлением 5.0 ГПа и нагревается до температуры 1073 К. После нахождения под давлением при температуре продукт синтеза извлекается и методом РФА определяется степень превращения фуллерен - алмаз . Выход алмаза составил 61.2%.

Пример 3. 0.3 г фуллерена, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном режиме на хроматографе "CHROM 5", закладывают в контейнер из пирофиллита и помещают под пресс усилием 5 тонн. Затем нагружается давлением 4.5 ГПа и нагревается до температуры 973 К. После нахождения под давлением при температуре продукт синтеза извлекается и методом РФА определяется степень превращения фуллерен - алмаз . Выход алмаза составил 71.2%.

Пример 4. 0.3 г фуллерена, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном

режиме на хроматографе "CHROM 5", закладывают в контейнер из пиррофиллита и помещают под пресс усилием 5 тонн. Затем нагружается давлением 4.5 ГПа и нагревается до температуры 1173 К. После нахождения под давлением при температуре продукт синтеза извлекается и методом РФА определяется степень превращения фуллерен - алмаз . Выход алмаза составил 82.2%.

Пример 5. 0.3 г фуллерена, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном режиме на хроматографе "CHROM 5", закладывают в контейнер из пиррофиллита и помещают под пресс усилием 5 тонн, нагружается давлением 4.0 ГПа и нагревается до температуры 973 К. После нахождения под давлением при температуре продукт синтеза извлекается и методом РФА определяется степень превращения фуллерен - алмаз . Выход алмаза составил 71,7%.

Пример 6. 0.3 г фуллерена, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном режиме на хроматографе "CHROM 5", закладывают в контейнер из пиррофиллита и помещают под пресс усилием 5 тонн. Затем нагружается давлением 4.0 ГПа и нагревается до температуры 1073 К. После нахождения под давлением при температуре продукт синтеза извлекается и методом РФА определяется степень превращения фуллерен - алмаз . Выход алмаза составил 78.1%.

Пример 7. 3 г фуллерена, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном режиме нагружается давлением 4.0 ГПа и нагревается до температуры 1173 К. После нахождения под давлением при температуре продукт синтеза извлекается и методом РФА определяется степень превращения фуллерен - алмаз . Выход алмаза составил 86,1%.

Пример 8. 0.15 г фуллерена, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном

режиме на хроматографе "CHROM 5", смешивают с 0.25 г поли[гидридокарбина]. После этого закладывают в контейнер из пиррофиллита и помещают под пресс усилием 5 тонн. Затем нагружается давлением 3.0 ГПа и нагревается до температуры 973 К. После нахождения под давлением при температуре продукт синтеза извлекается и методом РФА определяется степень превращения фуллерен - алмаз . Выход алмаза составил 79%.

Пример 9. 0.15 г фуллерена, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном режиме на хроматографе "CHROM 5", смешивают с 0.25 г поли[гидридо(Н)карбина]. После этого закладывают в контейнер из пиррофиллита и помещают под пресс усилием 5 тонн. Затем нагружается давлением 3.0 ГПа и нагревается до температуры 1073 К. После нахождения под давлением при температуре продукт синтеза извлекается и методом РФА определяется степень превращения фуллерен - алмаз . Выход алмаза составил 80%.

Пример 10. 0.15 г фуллерена, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном режиме на хроматографе "CHROM 5", смешивают с 0.15 г поли[гидридо(Н)карбина]. После этого закладывают в контейнер из пиррофиллита и помещают под пресс усилием 5 тонн. Затем нагружается давлением 3.0 ГПа и нагревается до температуры 1173 К. После нахождения под давлением при температуре продукт синтеза извлекается и методом РФА определяется степень превращения фуллерен - алмаз. Выход алмаза составил 82%.

Как можно видеть из примеров и таблицы, выход искусственных алмазов достаточно высок и составляет более 60% при давлениях ≤ 5 ГПа и температурах ≤ 1173 К в отсутствие каких-либо дополнительных веществ-катализаторов, причем более высокий выход искусственных алмазов получается при более низком давлении.

Таблица 1 - Выход продуктов синтеза под давлением 3-5 Гпа и температур 973-1173 К.

3.2. 3D Сплайн модель процесса получения искусственных алмазов под действием квазигидростатического давления

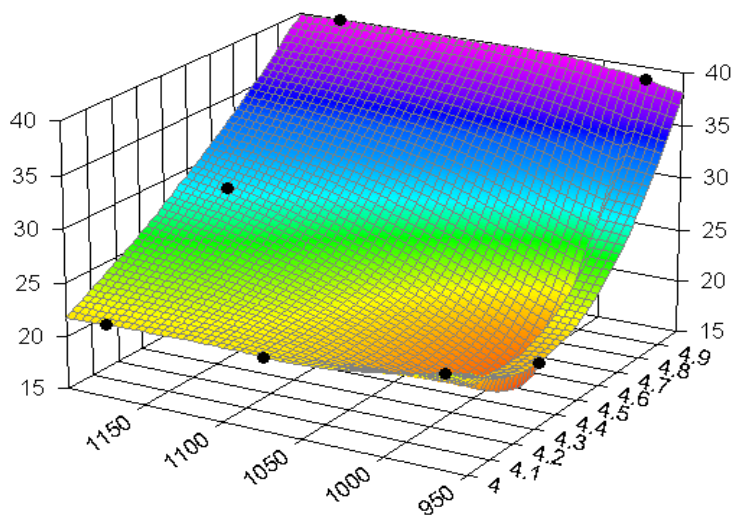


Рисунок 93 – 3D Сплайн модель процесса

На основе результатов экспериментальных исследований в среде статистик построено уравнение влияния давления P и температуры T на выход алмазов C_a в % масс

$$C_a = a + b \cdot \ln(P) + \frac{c}{T} + d \cdot (\ln P)^2 + \frac{e}{T^2} + f \frac{\ln(P)}{T} + g(\ln P)^3 + \frac{h}{T^3} + \frac{\ln(P)}{T^2} + j \cdot \frac{(\ln P)^2}{T}$$

$$r^2=1$$

$$a = -8995.24; b = -3215.1; c = 33843141; d = 3703.65; e = -3.39e+10; f = -3481811;$$

$$g = -1227.74; h = 1.21e+13; i = 43883609; j = 1262269.7$$

Полученное уравнение описывает влияние давления и температуры на выход алмаза в процентах масс.

3.3 Анализ способов получения искусственных алмазов под действием квазигидростатического давления.

С целью получения искусственных алмазов в работе [3.3] предложен способ, заключающийся в том, что углеродсодержащий материал, а

именно фуллерен C₆₀, подвергают действию высоких квазигидростатических давлений 4.0 ГПа и температуре 1173 К, отличающийся тем, что перед помещением фуллерена под пресс фуллерен в течение 30 минут находится в потоке водорода, затем помещают в контейнер из пирофиллита один или вместе. Так же перед воздействием на углеродный материал высокими давлением и температурой фуллерен C₆₀, выдержанный в токе водорода, смешивают с поли(гидридокарбином). Фуллерен смешивают с поли(гидридокарбином) в соотношении 1:1.

Изобретение относится к области производства сверхтвердых материалов на основе углерода, а именно искусственных алмазов, которые могут быть использованы в тяжелой промышленности на рисунке А.94.

3.4 Разработанная технологическая схема получения искусственных алмазов под действием квазигидростатического давления на рисунке А.95.

1. В качестве исходных материалов используется фуллерен C₆₀

2. 0.3 г фуллерена, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном режиме на хроматографе

3. Фуллерен закладывают в контейнер из пирофиллита и помещают под пресс усилием 5 тонн

После нагружается давлением 4.0 ГПа и нагревается до температуры 1173 К

4. После нахождения под давлением при температуре продукт синтеза извлекается и методом РФА определяется степень превращения

фуллерен-алмаз. Выход алмаза составил 86,1%

3.5 Подбор оборудования и аппаратурно-технологическая схема получения искусственного алмаза

В него входит:

- Промышленный Газовый Хроматографический Комплекс необходим для выдержки фуллерена в потоке водорода в течении 30 минут (рисунок А.96)
- Пресс Гидравлический ПБ6320М нужен для прессовки фуллерена в пиррофиллитовом контейнере с усилием 5 тонн (рисунок А.97)
- Оборудование изготовления алмазов GY750 hpht требуется для обеспечения необходимого давления и температуры, синтеза сверхтвердых материалов, которые используют ультравысокое давление, производящееся гидравлической системой, и высокой температуры получающейся с помощью тока высокой мощности через напряжение (рисунок А.98)

3.6 Анализ способов получения биметаллических материалов с поверхностным слоем упрочненными искусственными алмазами

В работе [3.6] описан способ относящийся к порошковой металлургии, в частности к изготовлению алмазной буровой коронки методом пропитки. Разовую графитовую пресс-форму изготавливают со сквозными отверстиями, формы и размеры которых соответствуют нижней проекции сечения секторов матрицы коронки, при укладке алмазов, загрузке, формовании и прессовании шихты матрицы под графитовую пресс-форму помещают основание, верхняя поверхность которого повторяет профиль поверхности нижней части секторов матрицы, при спекании в вакуумной печи основание удаляют, при этом под каждым сектором матрицы коронки располагают таблетки из пропитываемого металла или сплава так, чтобы пропитка происходила снизу вверх. Обеспечивается саморегулируемая и равномерная дозировка пропитываемого металла или сплава во всех секторах матрицы,

равномерная плотность матрицы, повышение выхода годного, а также исключается образование напыла металла на корпус инструмента

Способ изготовления алмазной буровой коронки, включающий изготовление корпуса, графитовой пресс-формы, поверхности которой повторяют наружный профиль поверхности матрицы коронки, укладку алмазов, загрузку шихты, формование матрицы, прессование ее корпусом коронки и пропитку матрицы пропиточным материалом в печи, отличающийся тем, что графитовую пресс-форму изготавливают со сквозными отверстиями, формы и размеры которых соответствуют нижней проекции сечения секторов матрицы коронки, а при укладке алмазов, загрузке шихты, формовании и прессовании матрицы под графитовую пресс-форму помещают основание, верхняя поверхность которого повторяет профиль поверхности нижней части секторов матрицы и которое удаляют при спекании в вакуумной печи, при этом под каждым сектором матрицы коронки располагают таблетки из пропитываемого материала так, чтобы пропитка происходила снизу вверх (рисунок А.99).

На рисунке А.100 приведена пресс-форма с установленным корпусом в двух проекциях (вид сбоку и снизу). На рисунке А.101 показана схема пропитки матрицы буровой коронки в двух проекциях (вид сбоку и снизу). Состоит из: корпус коронки 1, конусная обойма 2, конусное разрезное кольцо 3, основание пресс-формы 4, верхняя поверхность 5, пресс-форма 6, матрица коронки 7, алмазы 8, графитовый поддон 9, углубления 10, пропитываемый сплав или металл, например, (медь 11).

3.7 Предложенная технологическая схема получения биметаллических материалов с поверхностным слоем упрочненными искусственными алмазами

1. Разовую графитовую пресс-форму изготавливают со сквозными отверстиями

2. При укладке алмазов, загрузке, формы и размеры которых соответствуют нижней проекции сечения секторов матрицы коронки
3. Формовании и прессовании шихты матрицы под графитовую пресс-форму помещают основание
4. При этом под каждым сектором матрицы коронки располагают таблетки из пропитываемого металла или сплава так, чтобы пропитка происходила снизу-вверх
5. При спекании в вакуумной печи основание удаляют

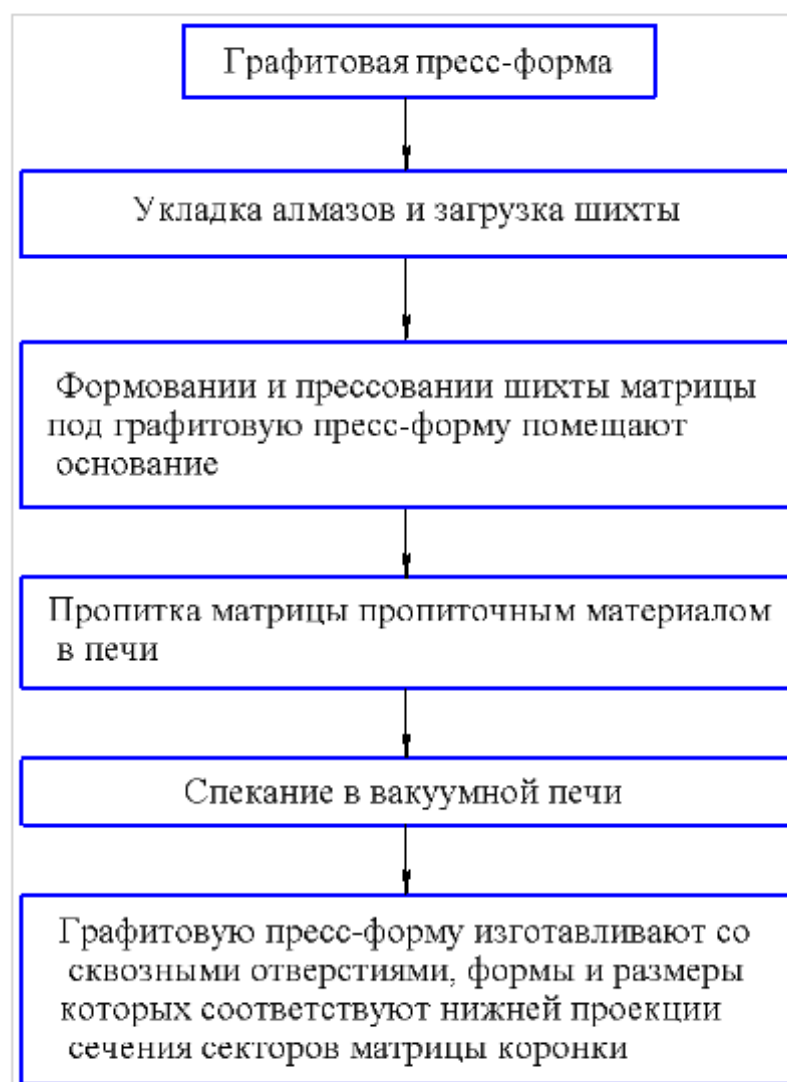


Рисунок 102 – Технологическая схема получения биметаллических материалов с поверхностным слоем упрочненными искусственными алмазами [3.7]

3.8 Выводы по разделу

В результате проведенного анализа следует сделать следующие выводы:

1. Рассмотрены примеры перспективных способов получения искусственных алмазов, отличаются только давлением и температурой, а одинаковы тем, что фуллерен, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном режиме на хроматографе, закладывают в контейнер из пиррофиллита и помещают под пресс усилием 5 тонн.
2. Подбранно оборудование для производства искусственных алмазов в него входит: промышленный газовый хроматографический комплекс, пресс гидравлический ПБ6320М, оборудование изготовления алмазов.
3. Проведен анализ способа получения биметаллических материалов с поверхностным слоем упрочненными искусственными алмазами
4. Построено уравнение влияния давления P и температуры T на выход алмазов C_a в % масс
5. Построен 3D сплайн влияния давления P и температуры T на выход алмазов C_a в % масс
6. Разработана технология получения алмаза на основе фуллеренов

7.Разработана технология получения биметаллических материалов с поверхностным слоем упрочненными искусственными алмазами на основе фуллеренов

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

При выполнении курсовой работы по дисциплине «Основы научных исследований» проведен анализ способов получения искусственных алмазов. Изучены способы обработки искусственного алмаза путем действия высоких квазигидростатического давления, способ получения искусственного алмаза НТНР-методом («высокая температура - высокое давление») из графито-металлической смеси в аппаратах высокого давления (АВД), способ получения искусственного алмаза воздействием на графит с фуллереном и катализатор давлением и нагревом в области стабильности алмаза с последующей выдержкой при давлении и температуре синтеза, способ воздействия на образец графита и металла давлением и нагревомосуществляют ударной волной взрыва внешнего заряда, способ получения искусственного алмаза в реакционной камере путем разложение углеродсодержащего газа, способ получения искусственного алмаза наработкой жидкого расплава углерода между углеродсодержащими электродами, способ получения искусственного алмаза при пропускании импульса электрического тока по проводнику, расположенному внутри образца, способ получения искусственного алмаза путем расположения графита на подложке, являющейся электродом с отрицательным зарядом, расположенной в кварцевой пробирке, способ получения искусственного алмаза из электрической дуги, способ получения искусственного алмаза облучением миллисекундным рубиновым лазером, способ получения алмазов, включающий прессование графитного порошка в капсуле пресс-формы с помощью взрыва заряда ВВ, способ получения алмазов покрытием несущей подложки слоем поликристаллического CVD алмазного материала, способ получения легированных ультрадисперсных алмазов, способ получения алмаза в детонационной волне, способ получения алмаза методом химического осаждения из газовой фазы (ХОГФ) на

подложку в реакционной камере, способ получения алмаза в передающей давлении среде, способ получения алмаза с использованием атмосферы синтеза ХОПФ-алмаза, способ получения алмаза с использованием помещенной подложки, способ получения алмаза путем подрыва в ледяной бронировке заряда взрывчатого вещества (ВВ) с отрицательным кислородным балансом, способ получения алмаза детонацией углеродсодержащего взрывчатого вещества с отрицательным кислородным балансом. Проведен анализ перспективного способа получения искусственного алмаза путем действия высоких квазигидростатического давления. Предложена технологическая схема получения технологического алмаза В исследованных способах получения искусственного алмаза, есть углеродсодержащее вещество, такие как фуллерен, графит, графитный порошок и т.д. В каждом способе происходит воздействия на углеродсодержащее вещество: подвергают действию высоких квазигидростатических давлений и температур. Рассмотрены примеры перспективных способов получения искусственных алмазов, отличаются только давлением и температурой, а одинаковы тем, что фуллерен, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном режиме на хроматографе, закладывают в контейнер из пиррофиллита и помещают под пресс усилием 5 тонн. Подобрано оборудование для производства искусственных алмазов в него входит: промышленный газовый хроматографический комплекс, пресс гидравлический ПБ6320М, оборудование изготовления алмазов. Проведен анализ способа получения биметаллических материалов с поверхностным слоем упрочненными искусственными алмазами. Построено уравнение влияния давления P и температуры T на выход алмазов C_a в % масс. Построен 3D сплайн влияния давления P и температуры T на выход алмазов C_a в % масс. Разработана технология получения алмаза на основе фуллеренов. Разработана технология получения биметаллических материалов с

поверхностным слоем упрочненными искусственными алмазами на основе фуллеренов

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Пат.2 575713 Российская Федерация МПК В01J 3/06, С01В 31/06,С30В 29/04. Способ получения искусственного алмаза путем действия высоких квазигидростатического давления/ Гулиш О.К. (РФ),Сизов А. И. (РФ), Пушкин А.Н. (РФ),ГенчельВ.К.(РФ); заявитель и патентообладатель Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова" (МГУ) (РФ); заявл. 26.08.2014; опубл. 20.02.2016 Бюл. №5.
2. Пат.2 586 140 Российская Федерация МПК В01J 3/00, С30В 29/04,С01В 31/06,В82В 3/00, В82У 30/00. Способ получения искусственного алмаза НТНР-методом («высокая температура - высокое давление») из графито-металлической смеси в аппаратах высокого давления (АВД)/ Елшина Л.А. (РФ),Мурадымов Р. В. (РФ),Елшин А.Н. (РФ); заявитель и патентообладатель Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт высокотемпературной электрохимии Уральского отделения Российской академии наук (РФ); заявл. 16.04.2015; опубл. 10.06.2016 Бюл. № 16.
3. Пат.2 131 763 Российская Федерация МПК В01J 3/06,С30В 29/04, С01В 31/06. Способ получения искусственного алмаза воздействием на графит с фуллереном и катализатор давлением и нагревом в области стабильности алмаза с последующей выдержкой при давлении и температуре синтеза/ Вуль А.Я., Кидалов С.В., Козырев С.В., Давиденко В.М., Яшин В.А., Орданьян С.С., Лысанов В.С.; заявитель и патентообладатель Закрытое акционерное общество "Научно-техническое агентство "Интеллект", Акционерное общество открытого типа "Абразивный завод "Ильич"; заявл. 22.08.1997; опубл. 20.06.1999.

4. Пат.2 122 050 Российская Федерация МПК С30В 29/04, В01J 3/06, С01В 31/06. Способ воздействия на образец графита и металла давлением и нагревомосуществляют ударной волной взрыва внешнего заряда ВВ/ Дреннов О.Б., Осипов Р.С., Плаксин И.Е., Серова Т.В.; заявитель и патентообладатель Российский федеральный ядерный центр - Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики; заявл. 11.02.21997; опубл. 20.11.1998.
5. Пат.2 045 474 Российская Федерация МПК С01В 31/06. Способ получения искусственного алмаза в реакционной камере путем разложение углеродсодержащего газа / Михеев А.Е., Черентаев П.С.; заявитель и патентообладатель Михеев А.Е.Черентаев Петр Семенович ; заявл. 19.05.21992; опубл. 10.10.1995.
6. Пат.2 118 562 Российская Федерация МПК В01J 3/06,С30В 29/04, С01В 31/06. Способ получения искусственного алмаза наработкой жидкого расплава углерода между углеродсодержащими электродами / Милькин В. П.; заявитель и патентообладатель Милькин Владимир Петрович ; заявл. 2.01.21997; опубл. 10.09.1998.
7. Пат. 2 199 381 Российская Федерация МПК В01J 3/06,В01J 3/08,С01В 31/06,С30В 29/04, С30В 30/02. Способ получения искусственного алмаза при пропускании импульса электрического тока по проводнику, расположенному внутри образца / Жарков В.М., Ким А.С., Федосин С.; заявитель и патентообладатель Пермский государственный университет ; заявл. 12.04.2002; опубл. 27.02.2003.
8. Пат. 2 560 380 Российская Федерация МПК С30В 1/00, С30В 1/02, С30В 30/02 ,С30В 29/04, С01В 31/06. Способ получения искусственного алмаза путем расположения графита на подложке, являющейся электродом с отрицательным зарядом, расположенной в кварцевой пробирке / Леонов Виктор Васильевич (РФ), Леонов Дмитрий Викторович (РФ).; заявитель и

патентообладатель Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Сибирский федеральный университет" (РФ), Леонов Виктор Васильевич (РФ); заявл. 18.07.2014; опубл. 20.08.2015.

9. Пат.2 093 258 Российская Федерация МПК В01J 3/06, С01В 31/06. Способ получения искусственного алмаза из электрической дуги / Милькин В. П.; заявитель и патентообладатель Милькин Владимир Петрович ; заявл. 13.03.1995; опубл. 20.10.1997.
10. Пат.2 371 384 Российская Федерация МПК С01В 31/06. Способ получения искусственного алмаза облучением миллисекундным рубиновым лазером / Котова О. Б. (РФ), Петраков А. П. (РФ), Тропников Е. М. (РФ); заявитель и патентообладатель Институт геологии Коми научного центра Уральского отделения Российской академии наук (РФ); заявл. 30.06.2008; опубл. 27.10.2009 Бюл. № 30.
11. Пат.2 124079 Российская Федерация МПК С30В 29/04, В01J 3/08, С01В 31/06. Способ получения алмазов, включающий прессование графитного порошка в капсуле пресс-формы с помощью взрыва заряда ВВ / Гуров Иван Иванович, Шамилов А. Р., Гуров А. И.; заявитель и патентообладатель Агентство "МЭИ-ПРЕСС" Гуров Иван Иванович, Шамилов Алмаз Расулович, Гуров Альберт Иванович ;заявл. 21.01.1998; опубл. 27.12.1998.
12. Пат. 2 558 606 Российская Федерация МПК С30В 25/00, С30В 29/04, С30В 33/00 ,С30В 33/02,С23С 16/27, С23С 16/511,С04В 41/00,А44С 17/00. Способ получения алмазов покрытием несущей подложки слоем поликристаллического CVD алмазного материала / МисраДевидШэнкер (SG); заявитель и патентообладатель АйАйЭйТекнолоджис ПТЕ. ЛТД. (SG); заявл. 11.10.2010; опубл. 10.08.2015Бюл. № 31.

13. Пат.2 202 514 Российская Федерация МПК C01B 31/06, B01J 3/06, C30B 29/04, C30B 31/04,. Способ получения легированных ультрадисперсных алмазов / Герасименко В.Ф., Колегов Л.Е., Мазанов В.А.; заявитель и патентообладатель Российский федеральный ядерный центр - Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики, Министерство Российской Федерации по атомной энергии; заявление. 09.01.2002; опубликовано 20.04.2003.
14. Пат.2 100 063 Российская Федерация МПК B01J 3/08, B01J 3/06, C01B 31/06,. Способ получения алмаза в детонационной волне / Герасименко В.Ф., Колегов Л.Е., Мазанов В.А. Толочко А.П., Соловьев В.П., Певницкий А.В.; заявитель и патентообладатель Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики, Выскубенко Борис Александрович, Герасименко Владимир Федорович, Колегов Леонид Евгеньевич, Мазанов Валерий Алексеевич, Толочко Андрей Порфирьевич, Соловьев Вячеслав Петрович, Певницкий Алексей Владимирович; заявл. 18.03.1994; опубл. 27.12.1997.
15. Соловьёва К.Н, Петров Е.А. развитие технологий синтеза искусственных алмазов . Бийский технологический институт (филиал) Алтайского государственного технического университета им. Ползунова И.И., г. Бийск
16. Новиков С.А. искусственные алмазы, образующиеся при детонации взрывчатых веществ. Соросовский образовательный журнал №2, 1999
17. Жук А.З., Иванов А. В., Капель Г. П. исследование кинетики фазового перехода графит — алмаз. Журнал Теплофизика высоких температур, 1991, том 29, № 3, 486–493
18. Варнин В. П. «успехи химии» «об искусственных алмазах»: непростая судьба статьи Лейпунского О. И. Статья «Успехи химии» «Об искусственных алмазах» 1939. Т. 8. № 10. С. 1519– 1534

19. Вуль А.Я., Давиденко В.М., Кидалов С.В., Орданьян С.С., Яшин В.А. фуллерены — катализатор фазового перехода графит–алмаз. “Письма в журнал технической физики”, 2001, том 27, № 9
20. Ковалев В.И. (Научный руководитель – Костюкович П.Н.) Белорусский национальный технический университет, искусственные и природные алмазы
21. Ракин В. И., Пискунова Н. Н. макро, микро и наноморфология искусственных алмазов. Доклады Академии Наук, 2014, том 455, № 5, с. 576–579
22. Пирсон Х. О. справочник по углероду, графиту, алмазу и фуллерену
23. Пат. 2 534 164 Российская Федерация МПК В22F 3/26, В24D 3/06, Е21В 10/46. Способ изготовления алмазной буровой коронки /Шарин Петр Петрович ,Лебедев Михаил Петрович ,Винокуров Геннадий Георгиевич ,Гоголев Василий Егорович ,Атласов Виктор Петрович ,Кузьмин Сергей Арианович , Слободчиков Павел Андреевич ,Тарасов Петр Петрович; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физико-технических проблем Севера им. В.П. Ларионова Сибирского отделения Российской академии наук заявление. 2013.07.18; опубликовано 2014.11.27.

ПРИЛОЖЕНИЯ

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Анализ способов и закономерностей получения искусственных алмазов

| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ |
|---|
| фуллерен C60 |
| ВЫДЕРЖКА |
| 0.3 г фуллерена, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном режиме на хроматографе "CHROM 5", |
| ЗАКЛАДКА |
| в контейнер из пирофиллита и помещение под пресс усилием 5 тонн |
| СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ |
| углеродсодержащий материал, а именно фуллерен C60, подвергают действию высоких квазигидростатических давлений 3-5 ГПа и температуры 973-1173 К, отличающийся тем, что перед помещением фуллерена под пресс фуллерен в течение 30 минут находится в потоке водорода. |

Рисунок А.1 – Технологическая схема получения искусственного алмаза путем действия высоких квазигидростатического давления [1]

Таблица А.1 – Выход продуктов синтеза под давлением 3-5 ГПа и температур 973-1173 К.

| № образцов | P, ГПа | T, К | Выход графитовой фазы % | Выход алмазной фазы % | Соотношение графитовой и алмазной фазы |
|------------|--------|------|-------------------------|-----------------------|--|
| 1 | 5,0 | 973 | 40,0 | 60,0 | ~ 1 : 1,5 |
| 2 | 5,0 | 1173 | 38,8 | 61,2 | ~ 1 : 1,5 |
| 3 | 4,5 | 973 | 28,8 | 71,2 | ~ 1 : 2,5 |
| 4 | 4,5 | 1173 | 17,8 | 82,2 | ~ 1 : 4,5 |
| 5 | 4,0 | 963 | 28,3 | 71,2 | ~ 1 : 2,5 |
| 6 | 4,0 | 1073 | 13,9 | 78,1 | ~ 1 : 6 |
| 7 | 4,0 | 1173 | 21,9 | 86,1 | ~ 1 : 4 |
| 8 | 3,0 | 973 | 21 | 79 | ~ 1 : 4 |
| 9 | 3,0 | 1073 | 20 | 80 | ~ 1 : 4 |
| 10 | 3,0 | 1173 | 18,1 | 81,9 | ~ 1 : 4 |

| |
|--|
| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНОГО МЕТОДА |
| углеродсодержащие добавки карбиды металлов или неметаллов, такими как алюминий, цинк, магний, олово, свинец, а также их сплавами |
| СИНТЕЗ АЛМАЗА |
| осуществляется методом, получившим название НТНР-метод («высокая температура - высокое давление») из графито-металлической смеси в аппаратах высокого давления (АВД) |
| СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ |
| в расплавленной металлической матрице при непосредственном взаимодействии углеродсодержащей добавки, содержащейся в концентрациях от 2 до 10 мас.% в расплаве хлоридов и/или фторидов щелочных металлов, с расплавленными металлами, такими как алюминий, цинк, магний, олово, свинец, а также их сплавами в течение 1-5 ч при температуре 700-900°С в атмосфере воздуха и последующем охлаждении и/или термообработке, при этом в качестве углеродсодержащей добавки используют карбиды металлов или неметаллов или твердые органические вещества, относящиеся к классам углеводов, или углеводородов, или карбоновых кислот. |
| СТРУКТУРА И СВОЙСТВА |
| <p>На рисунке А.3 представлено SEM-изображение поперечного шлифа алюминий-алмазного композитного материала;</p> <p>На рисунке А.4 представлен Рамановский спектр алмазного включения;</p> <p>На рисунке А.5 линии Кикучи кубического алмаза, снятые в режиме EBDS;</p> <p>На рисунке А.6 представлено SEM-изображение поперечного шлифа свинец-алмазного композита;</p> <p>На рисунке А.7 Рамановский спектр алмазного включения в виде наноигл;</p> <p>На рисунке А.8 линии Кикучи кубического алмаза, снятые в режиме</p> |

EBDS;

На рисунке А.9 представлено SEM-изображение поперечного шлифа магний-алмазного композита;

На рисунке А.10 свидетельствуют об образовании кубического алмаза, линии Кикучи;

На рисунке А.11 линии Кикучи кубического алмаза, снятые в режиме EBDS;

На рисунке А.12 представлено SEM-изображение поперечного шлифа цинк-алмазного композита;

На рисунке А.13 Рамановский спектр алмазного включения;

На рисунке А.14 представлено SEM-изображение поперечного шлифа магний-алмазного композита;

На рисунке А.15 Рамановский спектр алмазного включения;

На рисунке А.16 SEM-изображение кубического кристалла алмаза после растворения алюминиевой матрицы в растворе соляной кислоты, высаженного на титановую подложку.

На рисунке А.17 представлено оптическое изображение поперечного шлифа алюминий-алмазного композитного материала;

На рисунке А.18 Рамановский спектр алмазного включения;

На рисунке А.19 представлено оптическое изображение поперечного шлифа алюминий-алмазного композитного материала;

На рисунке А.20 Рамановский спектр алмазного включения.

Рисунок А.2 – Технологическая схема получения искусственного алмаза НТНР-методом («высокая температура - высокое давление») из графито-металлической смеси в аппаратах высокого давления (АВД) [2]

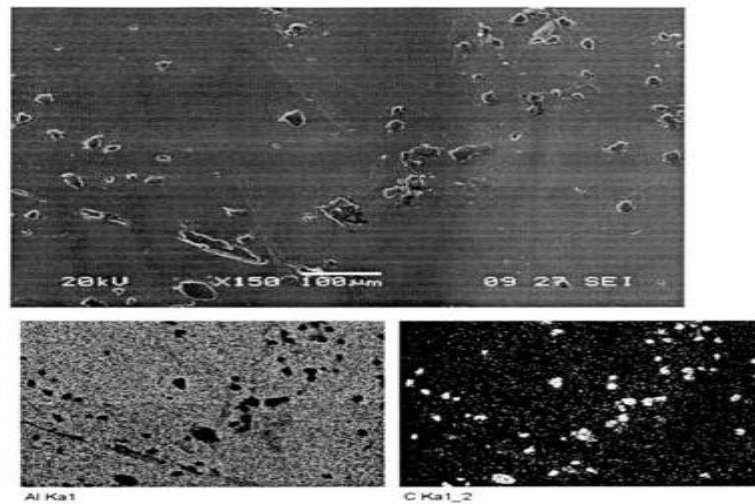


Рисунок А.3 – SEM-изображение поперечного шлифа алюминий-алмазного композитного материала [2]



Рисунок А.4 – Рамановский спектр алмазного включения [2]

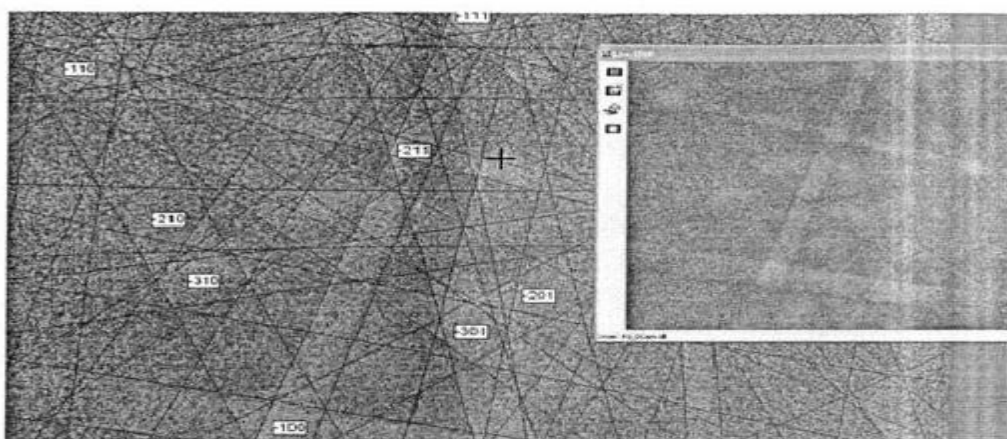


Рисунок А.5 – Линии Кикучи кубического алмаза [2]

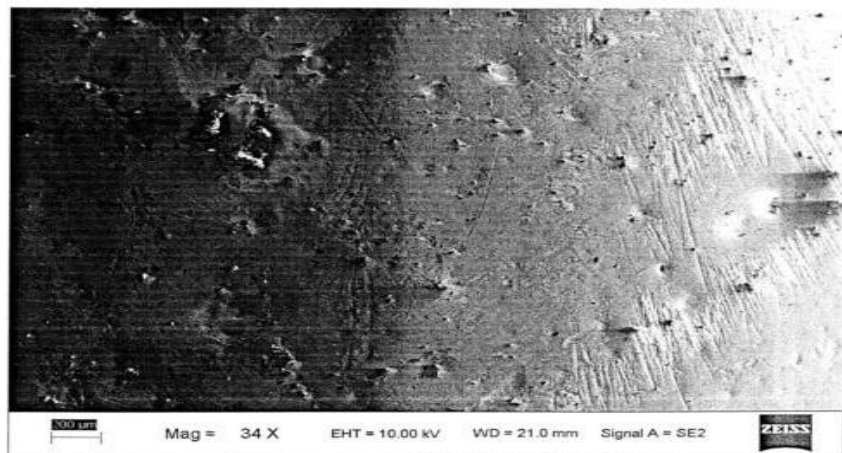


Рисунок А.6 – SEM-изображение поперечного шлифа свинец-алмазного композита [2]

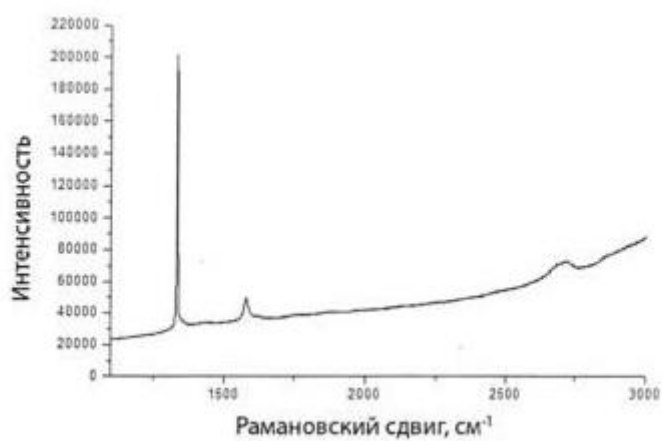


Рисунок А.7 – Рамановский спектр алмазного включения в виде наноигол [2]

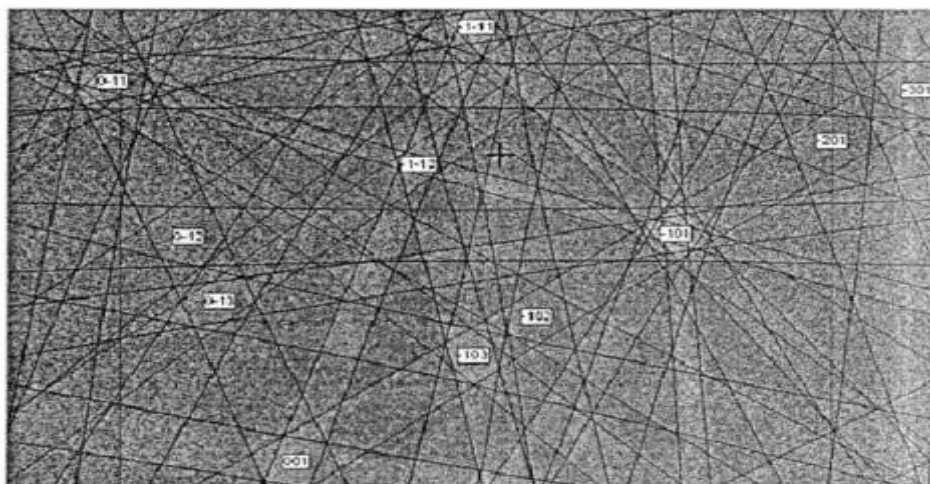


Рисунок А.8 – Линии Кикучи кубического алмаза [2]

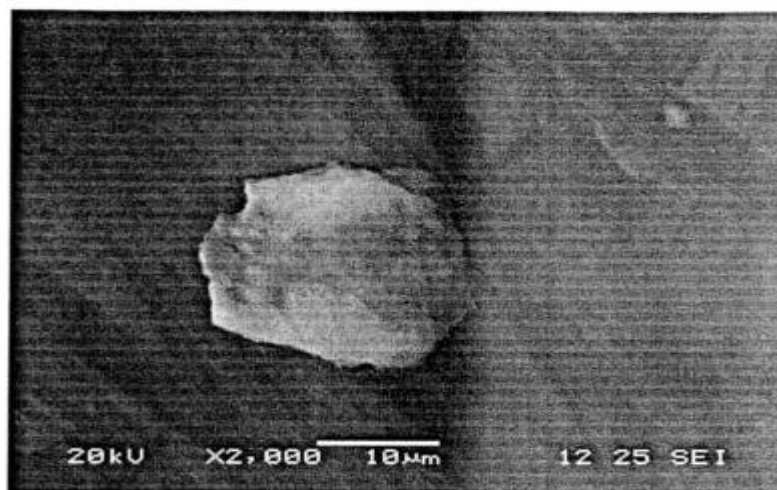


Рисунок А. 9 – SEM-изображение поперечного шлифа магний-алмазного композита [2]



Рисунок А.10 – Образования кубического алмаза [2]

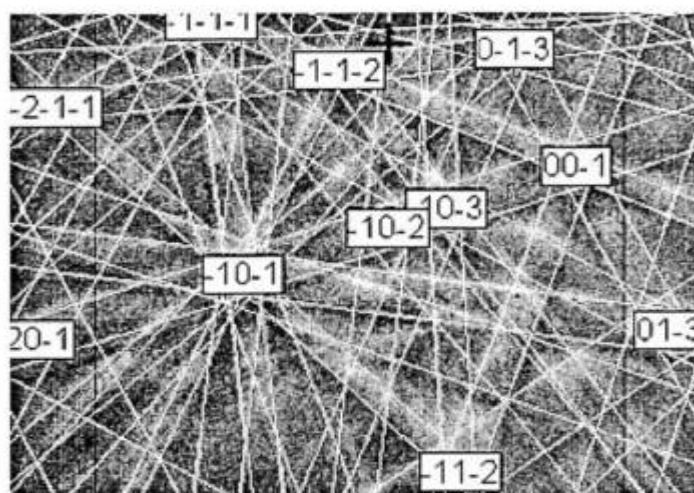


Рисунок А.11 – Линии Кикучи кубического алмаза [2]

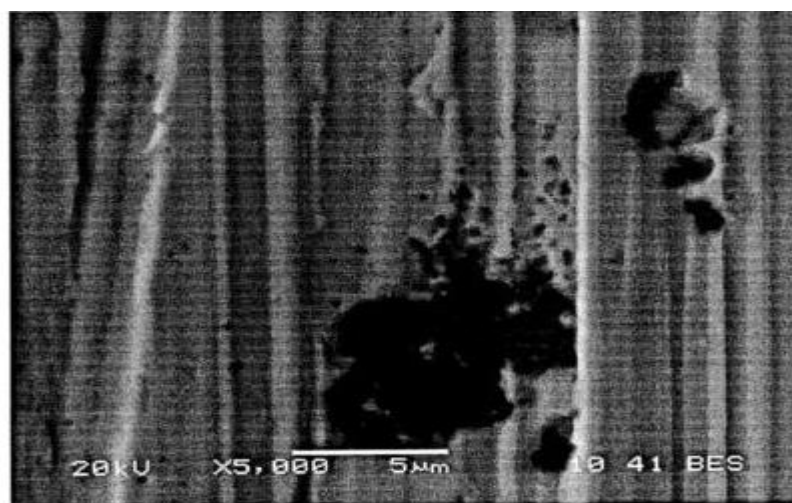


Рисунок А.12 – SEM-изображение поперечного шлифа цинк-алмазного композита [2]

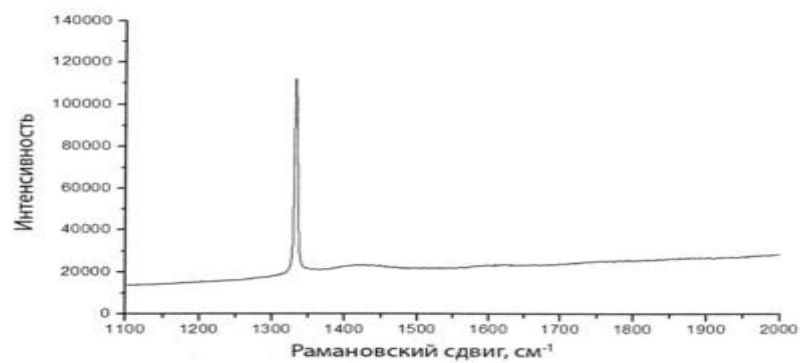


Рисунок А.13 – Рамановский спектр алмазного включения[2]

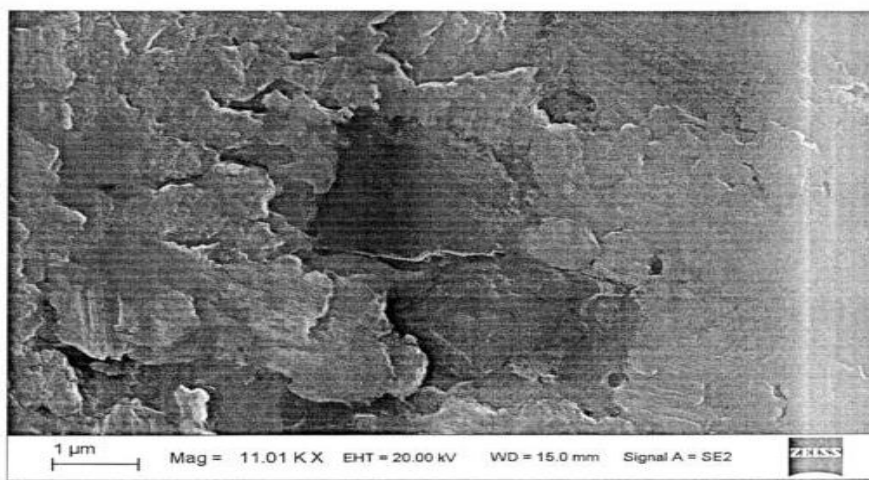


Рисунок А.14 – SEM-изображение поперечного шлифа магний-алмазного композита [2]



Рисунок А.15 – Рамановский спектр алмазного включения [2]

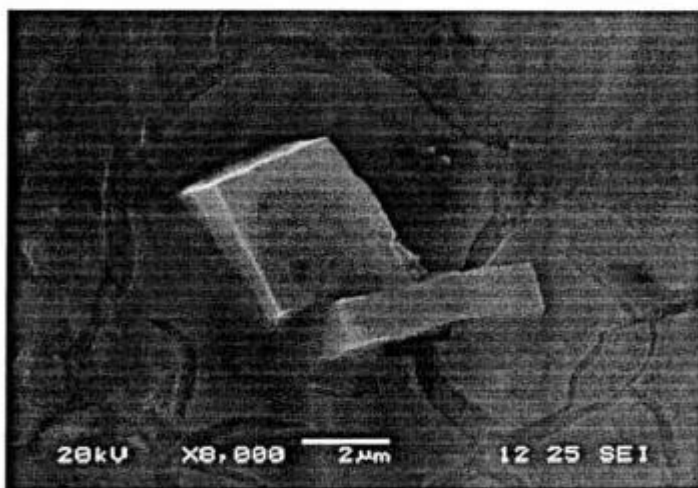


Рисунок А.16 – SEM-изображение кубического кристалла алмаза после растворения алюминиевой матрицы в растворе соляной кислоты [2]

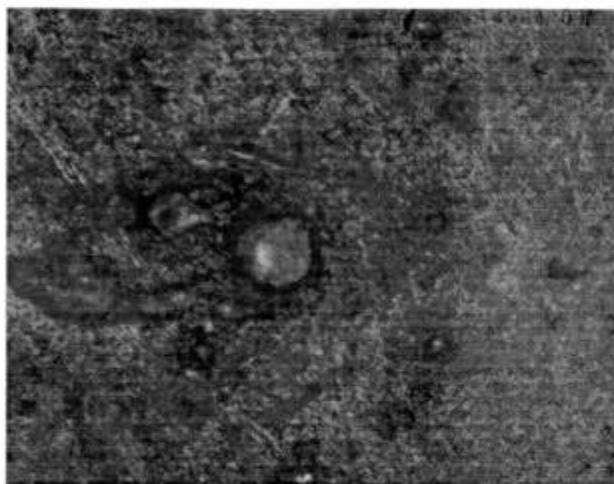


Рисунок А.17 – Оптическое изображение поперечного шлифа алюминий-алмазного композитного материала [2]

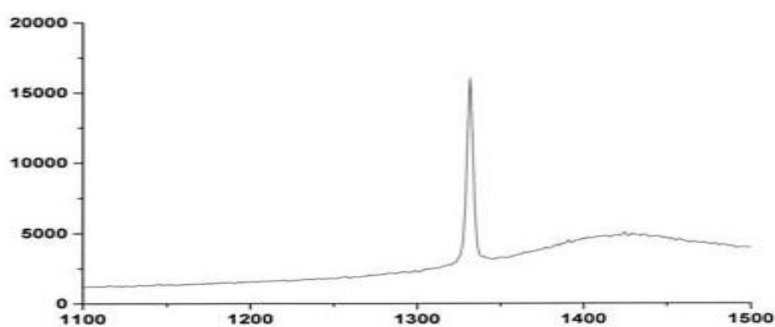


Рисунок А.18 – Рамановский спектр алмазного включения[2]

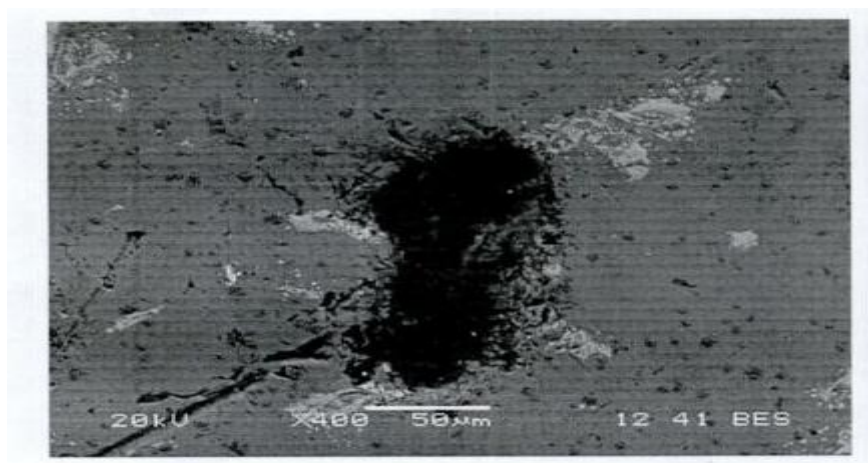


Рисунок А.19 – Оптическое изображение поперечного шлифа алюминий-алмазного композитного материала [2]

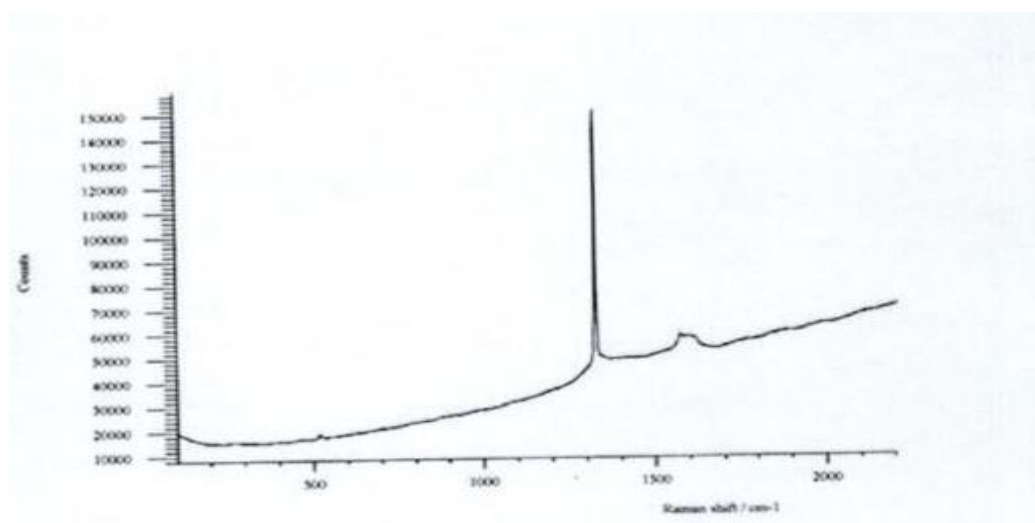


Рисунок А.20 – Рамановский спектр алмазного включения [2]

| |
|--|
| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНОГО СПОСОБА |
| графит и фуллерен |
| СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИСКУССТВЕННЫХ АЛМАЗОВ |
| воздействием на графит с фуллереном и катализатор давлением и нагревом в области стабильности алмаза с последующей выдержкой при давлении и температуре синтеза, отличающийся тем, что фуллерен вводят в количестве 10^{-2} - $6 \cdot 10^{-1}$ мас.% от массы графита, при этом |

фуллерен распределяют в массе графита.

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА

Рисунок А.22 – Доля перехода графита в алмаз и содержание фуллеренов в графите.

Рисунок А.21 – Технологическая схема получения искусственного алмаза воздействием на графит с фуллереном и катализатор давлением и нагревом в области стабильности алмаза с последующей выдержкой при давлении и температуре синтеза

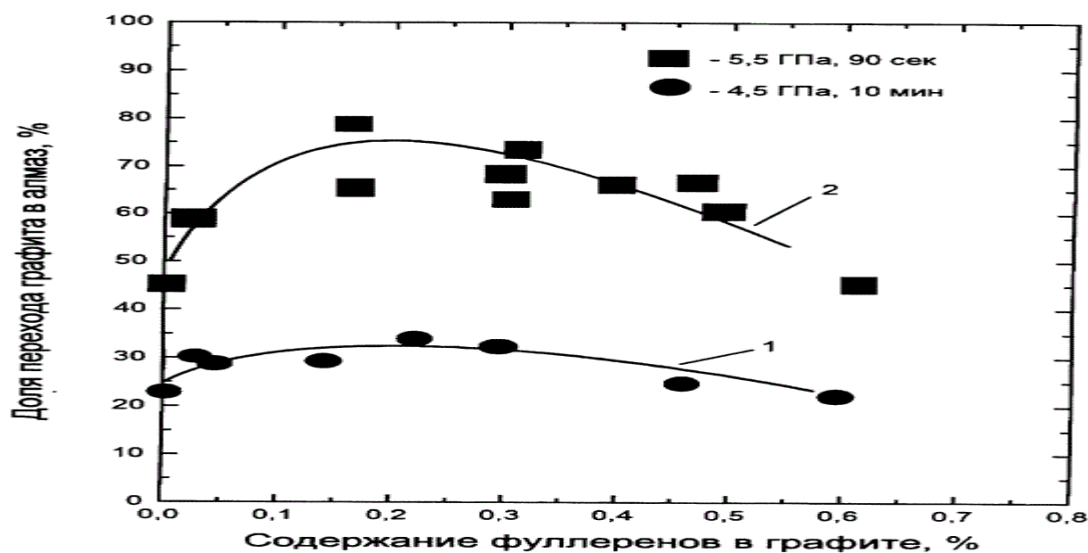


Рисунок А.22 – Доля перехода графита в алмаз и содержание фуллеренов в графите[3]

| |
|--|
| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНОГО СПОСОБА |
| углеродсодержащий электрод |
| СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИСКУССТВЕННЫХ АЛМАЗОВ |
| выполняется с помощью наработки жидкого расплава углерода между углеродсодержащими электродами, один из которых расположен в горизонтальном положении, а другой установлен вертикально. |
| СТРУКТУРА И СВОЙСТВА |
| На рисунке А.26 изображена установка для получения искусственных кристаллов алмаза, показанная в продольном разрезе. На рисунке А.27 показан продольный разрез этой же установки, при повороте установки на 90°. |

Рисунок А.25 – Технологическая схема воздействия на образец графита и металла давлением и нагревом осуществляют ударной волной взрыва внешнего заряда ВВ

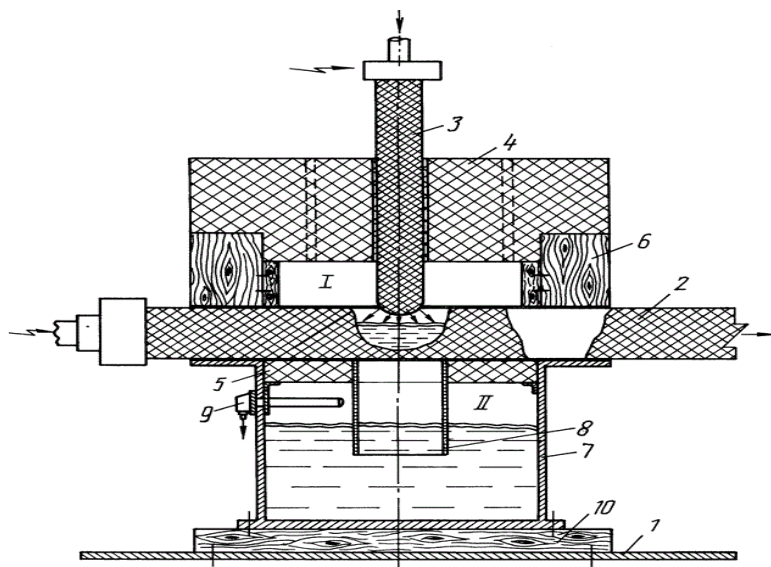


Рисунок А.26 – Установка для получения искусственных кристаллов алмаза [6]

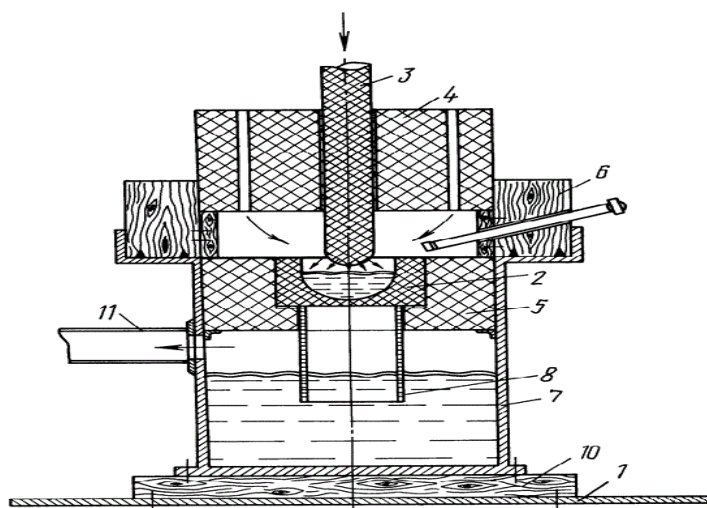


Рисунок А.27 – Продольный разрез этой же установки [6]

| |
|--|
| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНОГО СПОСОБА |
| углеродсодержащий образец |
| СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИСКУССТВЕННЫХ АЛМАЗОВ |
| воздействие на углеродсодержащий образец давлением и температурой, которые создаются при пропускании импульса электрического тока по проводнику, расположенному внутри образца |
| СТРУКТУРА И СВОЙСТВА |
| <p>На рисунке А.29 приводится область фазового перехода графит-алмаз</p> <p>На рисунке А.30 приведена блок-схема устройства, с помощью которого реализован данный способ,</p> <p>На рисунке А.31 схема расположения проводников (в сечении).</p> |

Рисунок А.28 – Технологическая схема получения искусственного алмаза при пропускании импульса электрического тока по проводнику, расположенному внутри образца

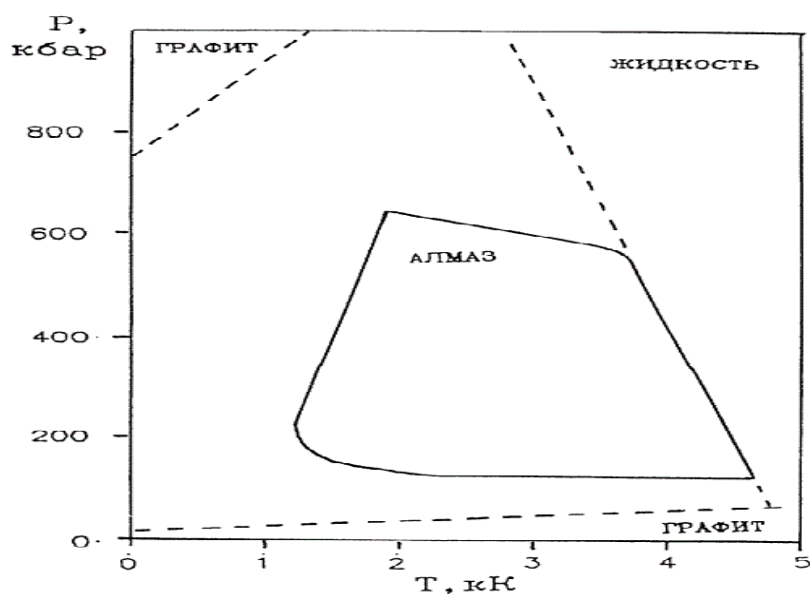


Рисунок А.29 – Область фазового перехода графит-алмаз [7]

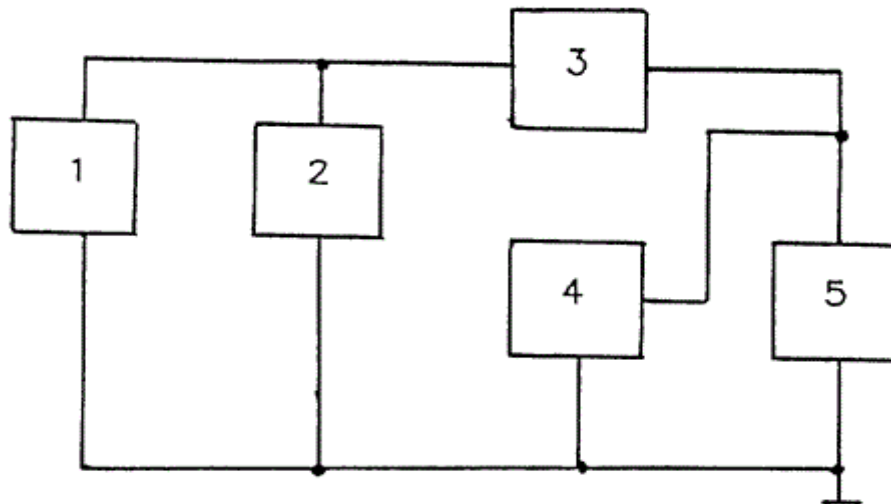


Рисунок А.30 – Блок-схема устройства [7]



Рисунок А.31 – Схема расположения проводников (в сечении) [7]

| |
|---|
| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНОГО СПОСОБА |
| электрическая дуга |
| СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АЛМАЗОВ |
| предложена установка, которая позволяет, буквально за доли секунды, не оставляя времени на испарение жидкости, извлекать расплав вихрем потока сжатого газа, из электрической дуги, и транспортировать его в жидкий охладитель, где расплав углерода, интенсивно охлаждаясь, кристаллизуется в алмаз. |
| СТРУКТУРА И СВОЙСТВА |
| На рисунке А.34 показан продольный разрез предложенной установки; На рисунке А.35 геометрическая форма электродов и их пространственное положение в работе. |

Рисунок А.33 – Технологическая схема получения искусственного алмаза из электрической дуги

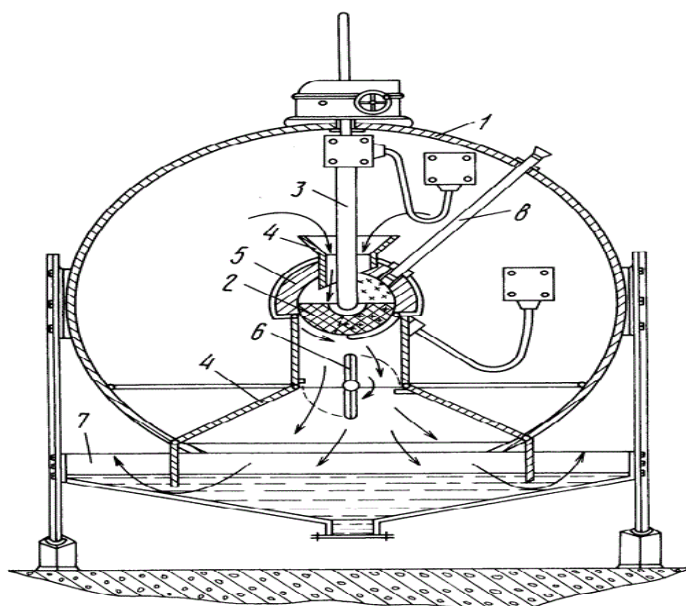


Рисунок А.34 – Продольный разрез предложенной установки [9]

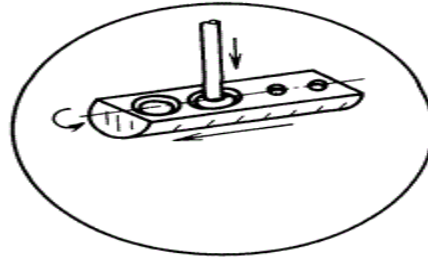


Рисунок А.35 – Геометрическая форма электродов и их пространственное положение в работе [9]

| |
|---|
| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНОГО СПОСОБА |
| монокристалл алмаза |
| СПОСОБ СИНТЕЗА АЛМАЗОВ |
| монокристалл алмаза покрывают нефтяной пленкой и облучают миллисекундным рубиновым лазером с плотностью энергии 35-40 Дж/см ² и длительностью импульса 0,5 мс. |
| СТРУКТУРА И СВОЙСТВА |
| Рисунок А.37 исходный кристалл алмаза с новообразованиями (вид сверху). |
| Рисунок А.38 исходный кристалл алмаза с новообразованиями (вид сбоку) |

Рисунок 36 – Технологическая схема получения искусственного алмаза облучением миллисекундным рубиновым лазером

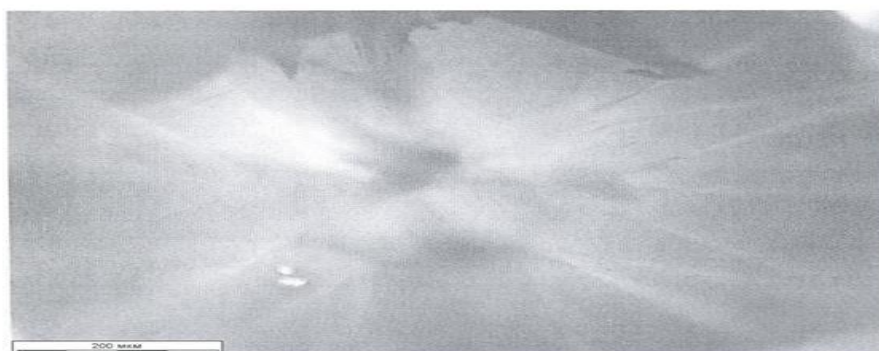


Рисунок А.37 – Исходный кристалл алмаза с новообразованиями (вид сверху) [10]



Рисунок А.38 – Исходный кристалл алмаза с новообразованиями (вид сбоку) [10]

| |
|--|
| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНОГО СПОСОБА |
| графитный порошок |
| СПОСОБ СИНТЕЗА АЛМАЗОВ |
| Способ получения алмазов, включающий прессование графитного порошка в капсуле пресс-формы с помощью взрыва заряда ВВ |
| СТРУКТУРА И СВОЙСТВА |
| Рисунок А.40 пресс-форма в сборе перед прессованием графитного порошка |
| Рисунок А.41 пресс-форма в сборе после прессования. |

Рисунок А.39 – Технологическая схема получения алмазов, включающий прессование графитного порошка в капсуле пресс-формы с помощью взрыва заряда ВВ

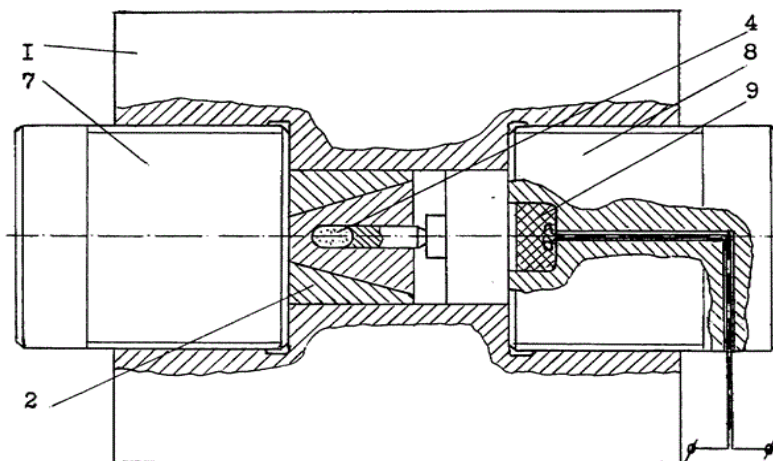


Рисунок А.40 – Пресс-форма в сборе перед прессованием графитного порошка [11]

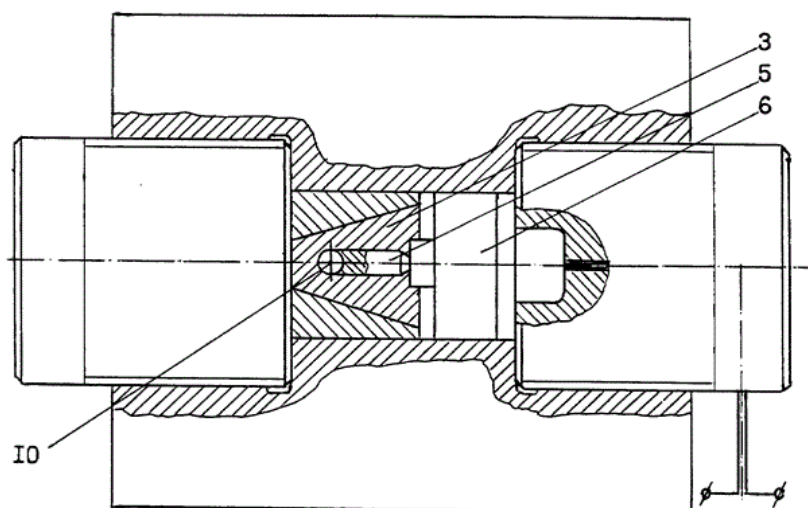


Рисунок А.41 – Пресс-форма в сборе после прессования [11]

| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНОГО СПОСОБА |
|--|
| алмазное зерно |
| СПОСОБ СИНТЕЗА АЛМАЗОВ |
| включает помещение подложки, имеющей алмазное зерно с предварительно заданным размером и предварительно заданной оптической ориентацией, в камеру для осуществления химического парофазного осаждения (CVD), подачу в камеру водорода, углеводородного газа, содержащего углерод, газа, содержащего азот, и газа, содержащего диборан, оба из которых приспособлены для ускорения скорости роста алмаза на подложке, приложение электрического поля для образования плазмы близ подложки |
| СТРУКТУРА И СВОЙСТВА |
| Рисунок А.43 представляет собой диаграмму энергетических зон алмаза, выращенного во время процесса химического парофазного осаждения, которая показывает положение донорных уровней азота и акцепторных уровней бора в запрещенной зоне |
| Рисунок А.44 представляет собой блок-схему процесса, показывающую азот (0,015 объемного содержания в процентах) и |

диборан (0,005 объемного содержания в процентах), использованные в оптимальных количествах в газовой смеси в соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения.

Рисунок А.45 представляет собой блок-схему процесса, когда используется только поток азота в газовой смеси.

Рисунок А.46 представляет собой блок-схему процесса, где не используются азот и диборан, а алмаз выращивается исключительно при использовании метана и водорода в газовой смеси.

Рисунок А.47 представляет собой инфракрасный Фурье-спектр алмаза, осажденного в процессе химического парофазного осаждения

Рисунок А.48 представляет собой спектр фотолюминесценции алмаза, осажденного в процессе химического парофазного осаждения в соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения при использовании азота в газах, подаваемых во время процесса химического парофазного осаждения

Рисунок А.49 указывающий на наличие примесей в алмазах.

Рисунок А.50 представляет собой спектр комбинационного рассеяния образцов, выращенных в процессе

Рисунок А.51 представляет собой изображения оптического микроскопа при большом увеличении алмазов, выращенных в процессе химического парофазного осаждения.

Рисунок А.52 представляет собой изображения оптического микроскопа при большом увеличении алмазов, выращенных в процессе химического парофазного осаждения

Рисунок А.42 – Технологическая схема получения алмазов покрытием несущей подложки слоем поликристаллического CVD алмазного материала[12]

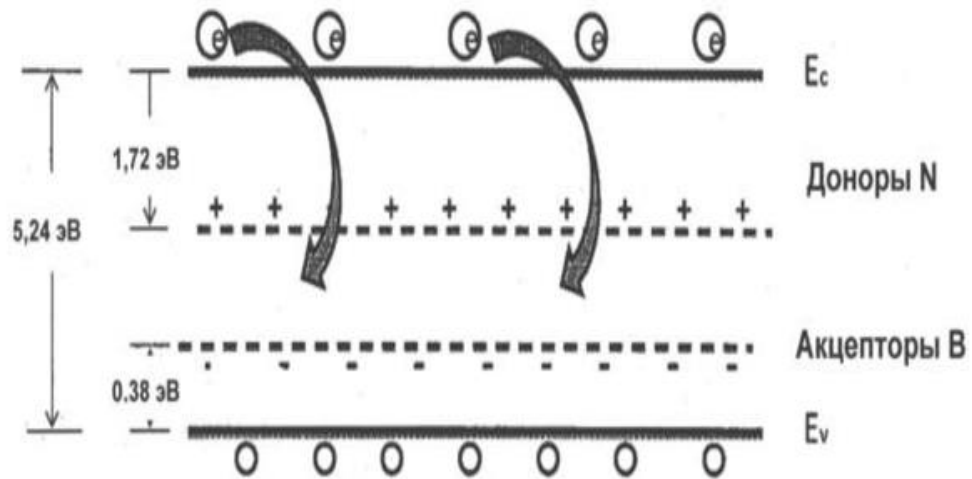


Рисунок А.43— Диаграмма энергетических зон алмаза с центрами азота и бора[12]

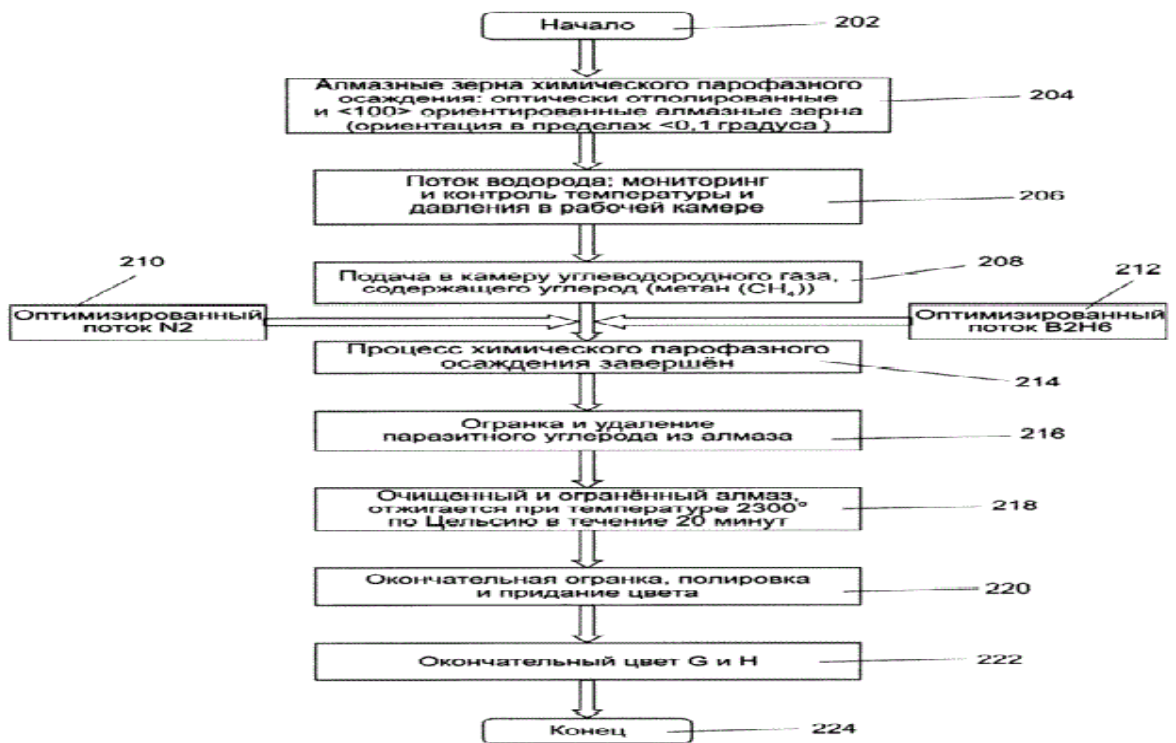


Рисунок А.44— Блок-схема процесса[12]

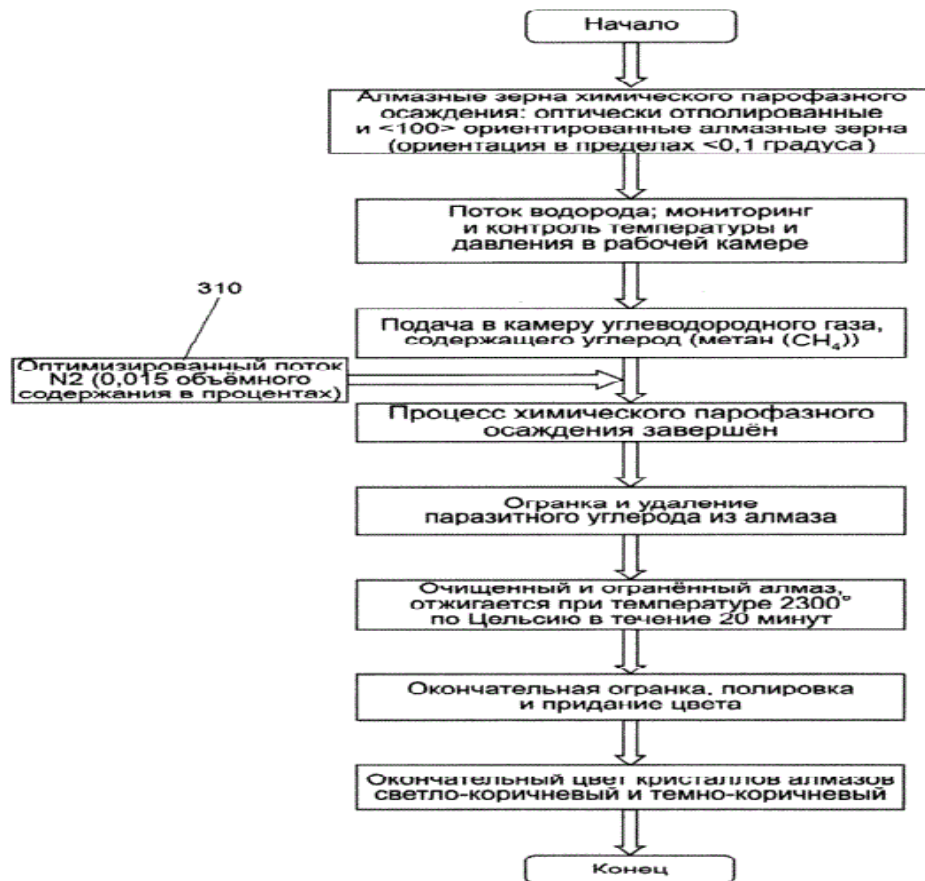


Рисунок А.45— Блок-схема процесса[12]

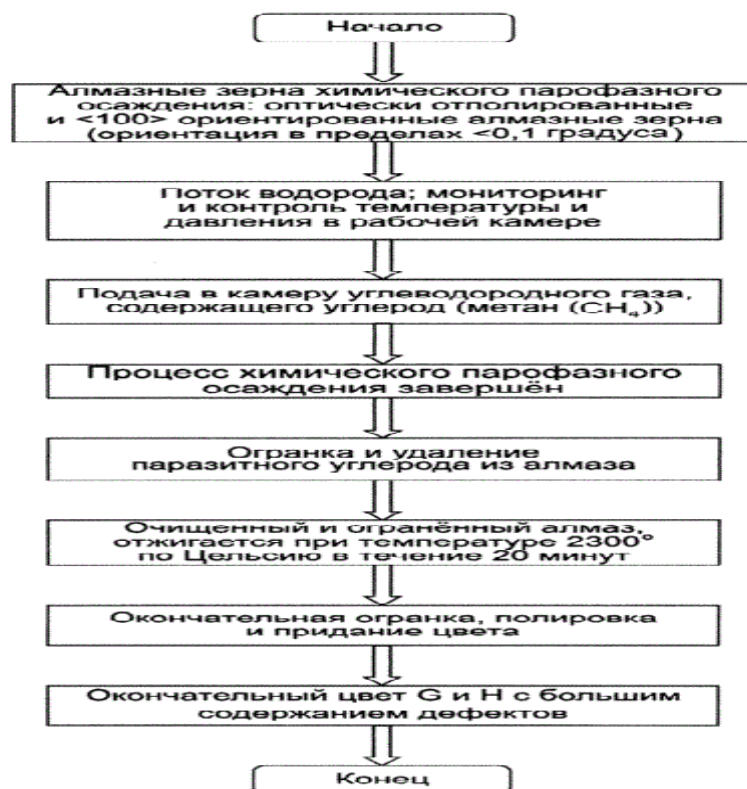


Рисунок А.46 – Блок-схема процесса[12]

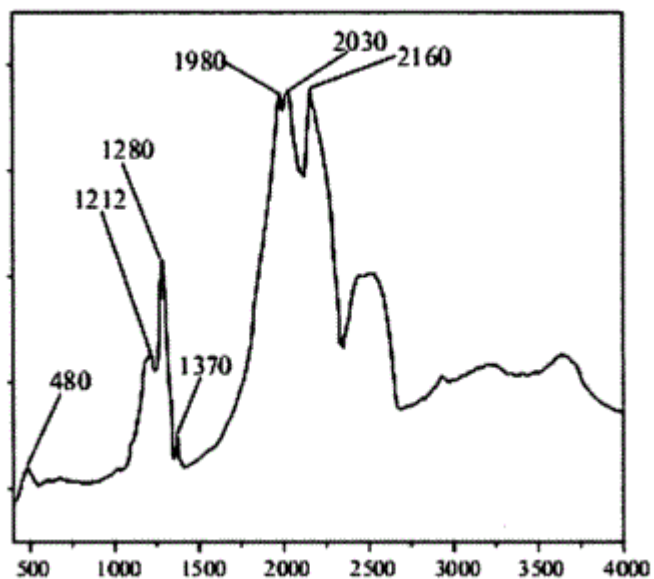


Рисунок А.47 – Инфракрасный Фурье-спектр алмаза[12]

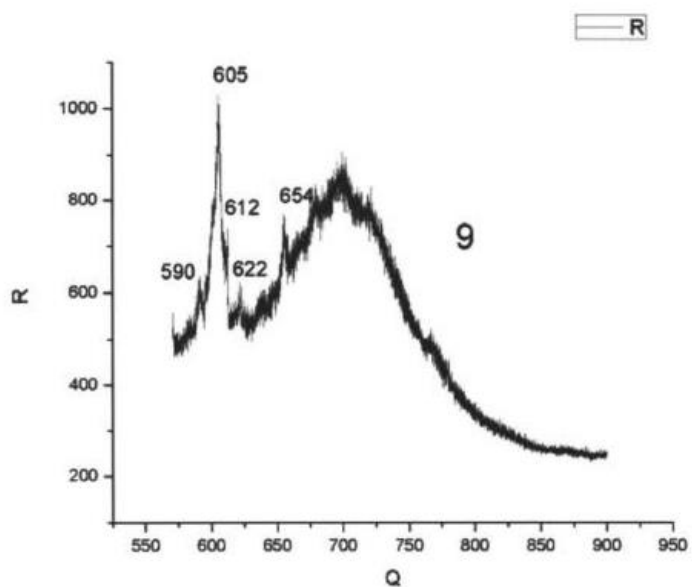


Рисунок А.48 – Спектр фотолюминесценции алмаза[12]

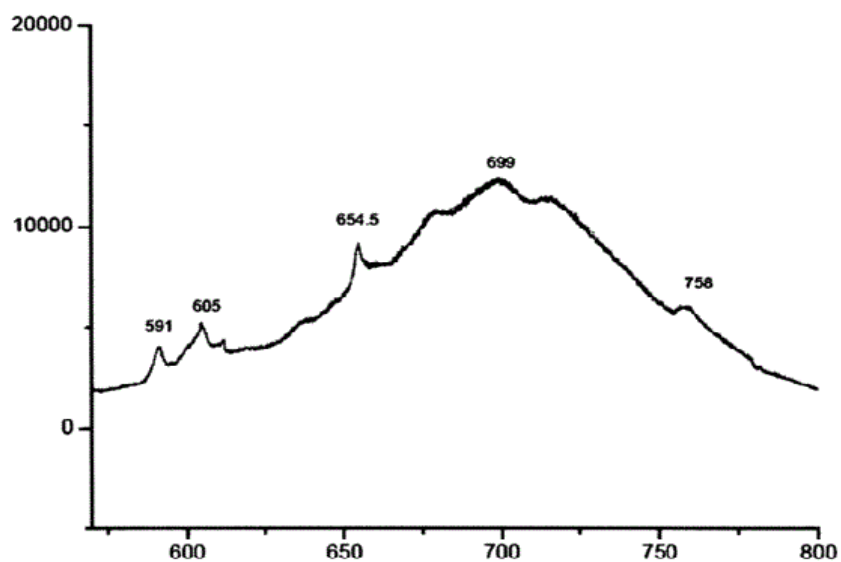


Рисунок А.49 – Спектр фотолюминесценции алмаза указывающая на наличие примесей [12]

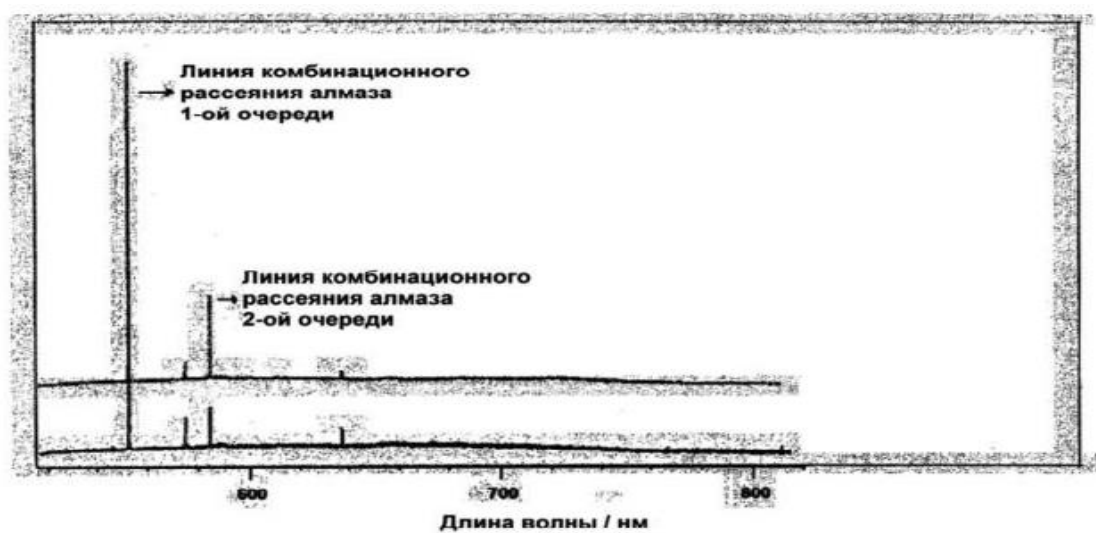


Рисунок А.50– Спектр комбинационного рассеяния образцов [12]



Рисунок А.51— Изображение оптического микроскопа при большом увеличении алмазов [12]

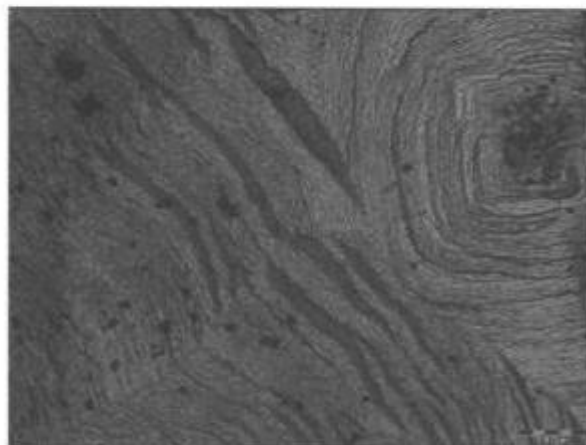


Рисунок А.52— Изображения оптического микроскопа при большом увеличении алмазов [12]

| |
|---|
| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНОГО СПОСОБА |
| углеродосодержащее взрывчатое вещество с отрицательным кислородным балансом |
| СПОСОБ СИНТЕЗА АЛМАЗОВ |
| способ включает формирование заряда углеродосодержащего взрывчатого вещества с отрицательным кислородным балансом, окружение заряда взрывчатого вещества охлаждающей жидкостью, размещение заряда взрывчатого вещества в герметичной взрывной камере, инициирование его детонации, извлечение из взрывной камеры конденсированных продуктов детонации и выделение ультрадисперсных алмазов. |
| СТРУКТУРА И СВОЙСТВА |
| Рисунок А.54 извлечение из взрывной камеры конденсированных продуктов детонации и выделение ультрадисперсных алмазов |

Рисунок А.53 – Технологическая схема получения легированных ультрадисперсных алмазов

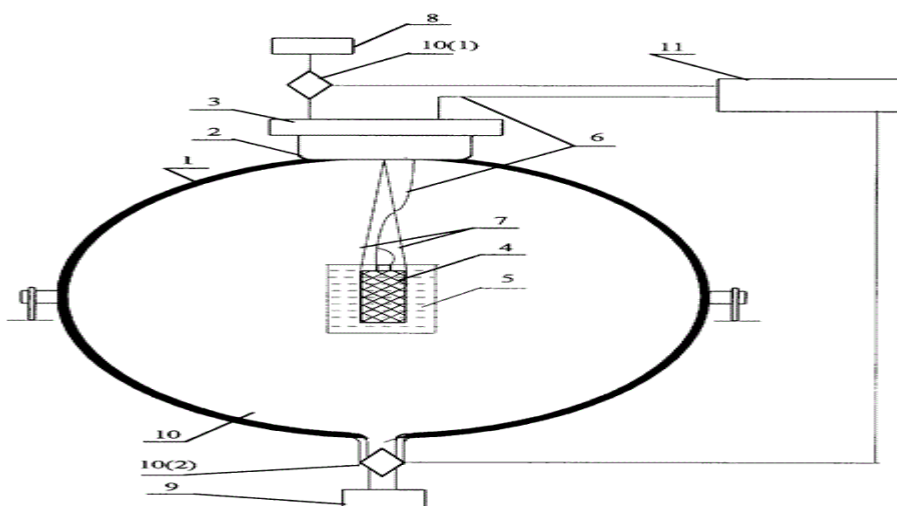


Рисунок А.54 – Извлечение из взрывной камеры конденсированных продуктов детонации и выделение ультрадисперсных алмазов [13]

| |
|--|
| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНОГО СПОСОБА |
| углеродсодержащее взрывчатого вещества |
| СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АЛМАЗОВ |
| способ получения алмаза в детонационной волне заключается в приготовлении заряда взрывчатого вещества (ВВ) с отрицательным кислородным балансом, детонировании его во взрывной камере высокого давления в газожидкостной охлаждающей среде, что окружающую заряд ВВ среду в камере создают перед подрывом и после подрыва ВВ путем распыливания в газообразных продуктах взрыва охлаждающей жидкости |
| СТРУКТУРА И СВОЙСТВА |
| Рисунок А.56 установка для получения алмазов. |

Рисунок А.55 – Технологическая схема получения алмаза в детонационной волне

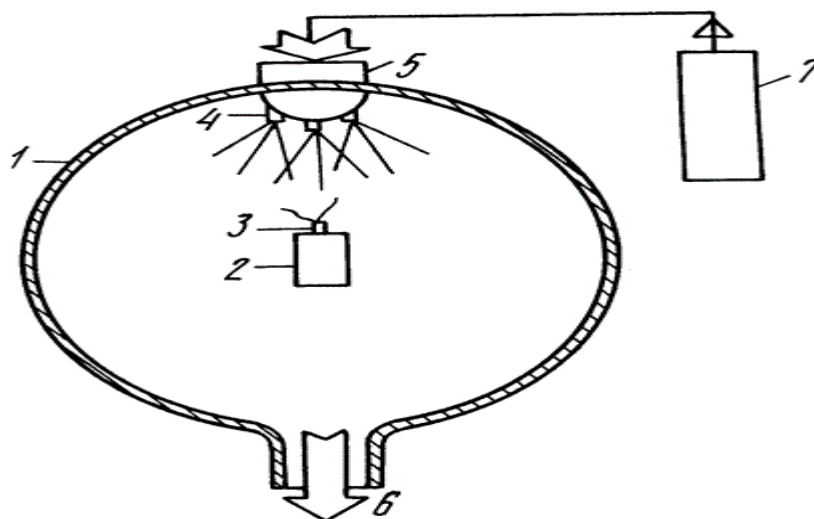


Рисунок А.56– Установка для получения алмазов [14]

| НАЗВАНИЕ СПОСОБА | ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНОГО СПОСОБА | СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АЛМАЗОВ |
|---|-----------------------------------|---|
| 1.1. Способ получения искусственного алмаза путем действия высоких квазигидростатического давления. | фуллерен C60 | углеродсодержащий материал, а именно фуллерен C60, подвергают действию высоких квазигидростатических давлений 3-5 ГПа и температуры 973-1173 К, отличающийся тем, что перед помещением фуллерена под пресс фуллерен в течение 30 минут находится в потоке водорода. |
| 1.2. Способ получения искусственного алмаза НТНР-методом («высокая температура - высокое давление») из графито-металлической смеси в аппаратах высокого давления (АВД). | углеродсодержащие добавки карбиды | Химический способ получения искусственных алмазов, включающий синтез алмазов в расплавленной металлической матрице, отличающийся тем, что синтез алмазов осуществляют при непосредственном взаимодействии углеродсодержащей добавки |
| 1.3. Способ получения искусственного алмаза воздействием на графит с | графит и фуллерен | воздействие на графит с фуллереном и катализатор давлением и нагревом в |

| | | |
|---|------------------------------|--|
| фуллереном и катализатор давлением и нагревом в области стабильности алмаза с последующей выдержкой при давлении и температуре синтеза. | | области стабильности алмаза с последующей выдержкой при давлении и температуре синтеза, |
| 1.4. Способ воздействия на образец графита и металла давлением и нагревом осуществляют ударной волной взрыва внешнего заряда ВВ. | образец из графита и металла | путем импульсного воздействия на образец графита и металла давлением и нагревом |
| 1.5. Способ получения искусственного алмаза в реакционной камере путем разложение углеродсодержащего газа. | углеродсодержащий газ. | разложение углеродсодержащего газа |
| 1.6. Способ получения искусственного алмаза наработкой жидкого расплава углерода между углеродсодержащими электродами. | углеродсодержащий электрод | выполняется с помощью наработки жидкого расплава углерода между углеродсодержащими электродами |
| 1.7. Способ получения искусственного алмаза при пропускании импульса электрического тока по проводнику, расположенному внутри образца. | углеродсодержащий образец | воздействие на углеродсодержащий образец давлением и температурой, при пропускании импульса электрического тока по проводнику, расположенному внутри образца |

| | | |
|---|----------------------------|--|
| <p>1.8. Способ получения искусственного алмаза путем расположения графита на подложке, являющейся электродом с отрицательным зарядом, расположенной в кварцевой пробирке.</p> | <p>графит</p> | <p>получают из графита на подложке в присутствии электродов путем расположения графита на подложке, являющейся электродом с отрицательным зарядом, положенный в кварцевой пробирке, и при нагреве до 1000°С при атмосферном давлении в радиационной печи.</p> |
| <p>1.9 Способ получения искусственного алмаза из электрической дуги.</p> | <p>электрическая дуга</p> | <p>предложена установка, которая позволяет, буквально за доли секунды, не оставляя времени на испарение жидкости, извлекать расплав вихрем потока сжатого газа, из электрической дуги, и транспортировать его в жидкий охладитель, где расплав углерода, интенсивно охлаждаясь, кристаллизуется в алмаз.</p> |
| <p>1.10 Способ получения искусственного алмаза облучением миллисекундным рубиновым лазером.</p> | <p>монокристалл алмаза</p> | <p>монокристалл алмаза покрывают нефтяной пленкой и облучают миллисекундным рубиновым лазером с плотностью энергии 35-40 Дж/см² и длительностью импульса 0,5 мс.</p> |

| | | |
|---|--|---|
| <p>1.11 Способ получения алмазов, включающий прессование графитного порошка в капсуле пресс-формы с помощью взрыва заряда ВВ.</p> | <p>графитный порошок</p> | <p>Способ получения алмазов, включающий прессование графитного порошка в капсуле пресс-формы с помощью взрыва заряда ВВ</p> |
| <p>1.12 Способ получения алмазов покрытием несущей подложки слоем поликристаллического CVD алмазного материала.</p> | <p>алмазное зерно</p> | <p>включает помещение подложки, имеющей алмазное зерно с предварительно заданным размером и предварительно заданной оптической ориентацией, в камеру для осуществления химического парофазного осаждения (CVD), подачу в камеру водорода, углеводородного газа, содержащего углерод, газа, содержащего азот, и газа, содержащего диборан, оба из которых приспособлены для ускорения скорости роста алмаза на подложке, приложение электрического поля для образования плазмы близ подложки</p> |
| <p>1.13Способ получения легированных ультрадисперсных алмазов</p> | <p>углеродосодержащее взрывчатое вещество с отрицательным кислородным балансом</p> | <p>способ включает формирование заряда углеродосодержащего взрывчатого вещества с отрицательным кислородным балансом,</p> |

| | | |
|--|---|---|
| | | <p>окружение заряда взрывчатого вещества охлаждающей жидкостью, размещение заряда взрывчатого вещества в герметичной взрывной камере, инициирование его детонации, извлечение из взрывной камеры конденсированных продуктов детонации и выделение ультрадисперсных алмазов.</p> |
| <p>1.14Способ получения алмаза в детонационной волне</p> | <p>углеродсодержащее взрывчатого вещества</p> | <p>способ получения алмаза в детонационной волне заключается в приготовлении заряда взрывчатого вещества (ВВ) с отрицательным кислородным балансом, детонировании его во взрывной камере высокого давления в газожидкостной охлаждающей среде, что окружающую заряд ВВ среду в камере создают перед подрывом и после подрыва ВВ путем распыливания в газообразных продуктах взрыва охлаждающей жидкости</p> |

Выводы по разделу на рисунке А.57

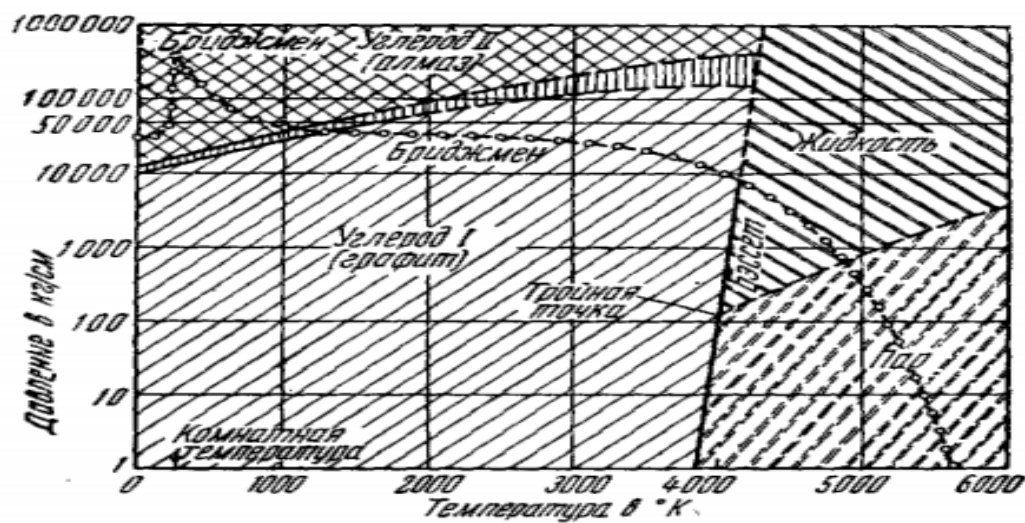


Рисунок А.58 – Фазовая диаграмма углерода [23]

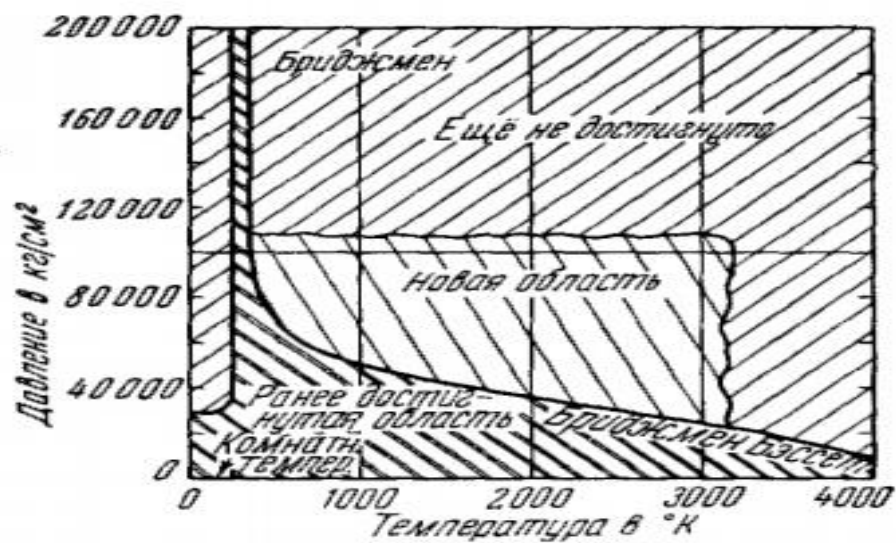


Рисунок А.59 – Диаграмма давление. [23]

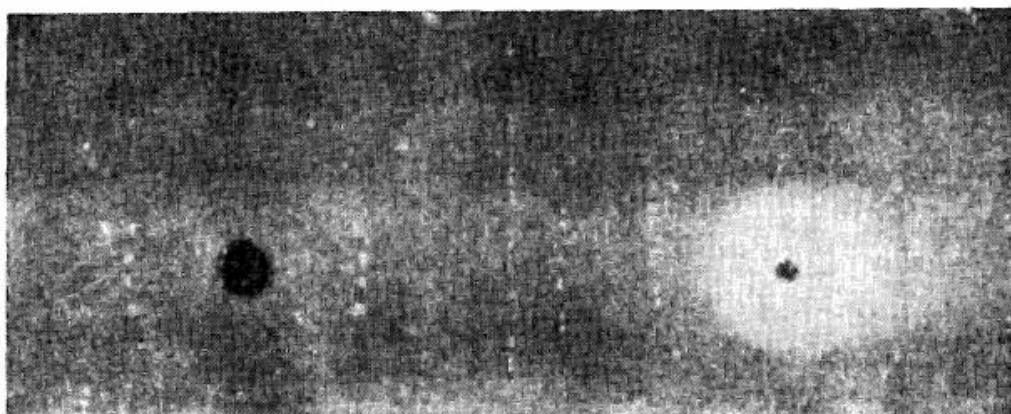


Рисунок А.60 – Искусственные алмазы [23]

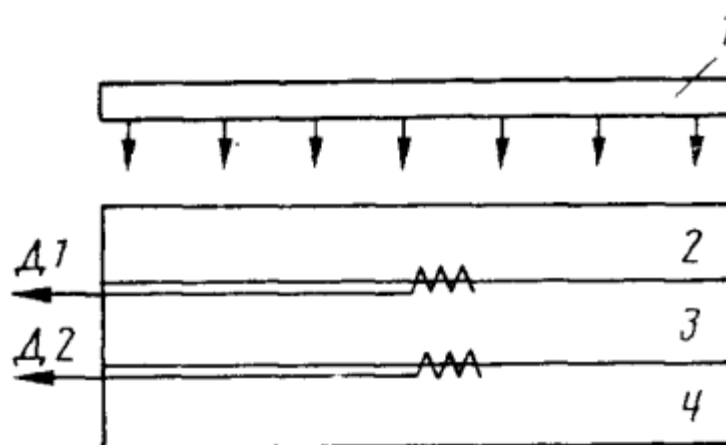


Рисунок А.75 – Схема эксперимента [17]

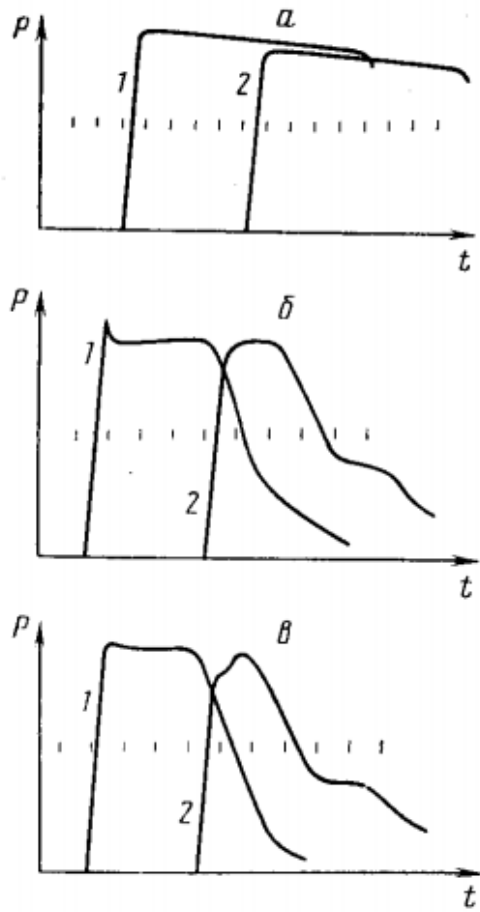


Рисунок А.76 [17]

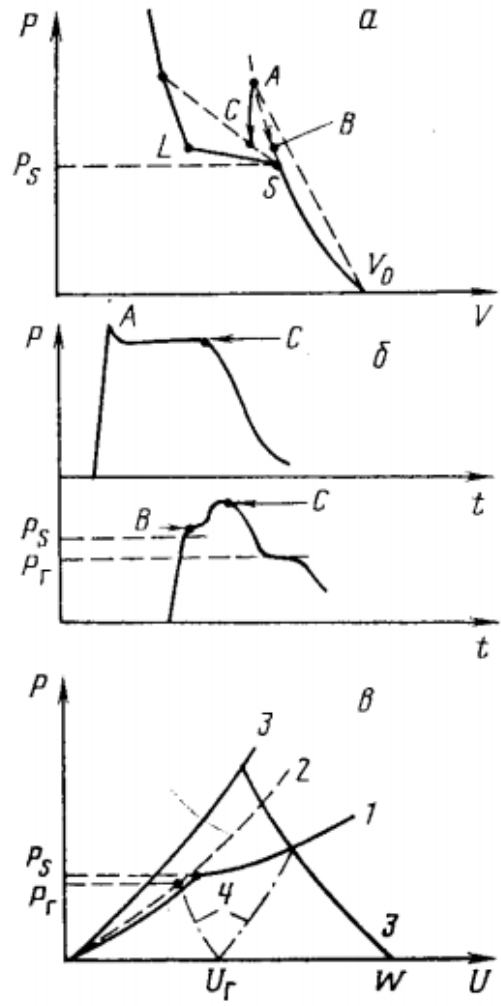


Рисунок А.77 [17]

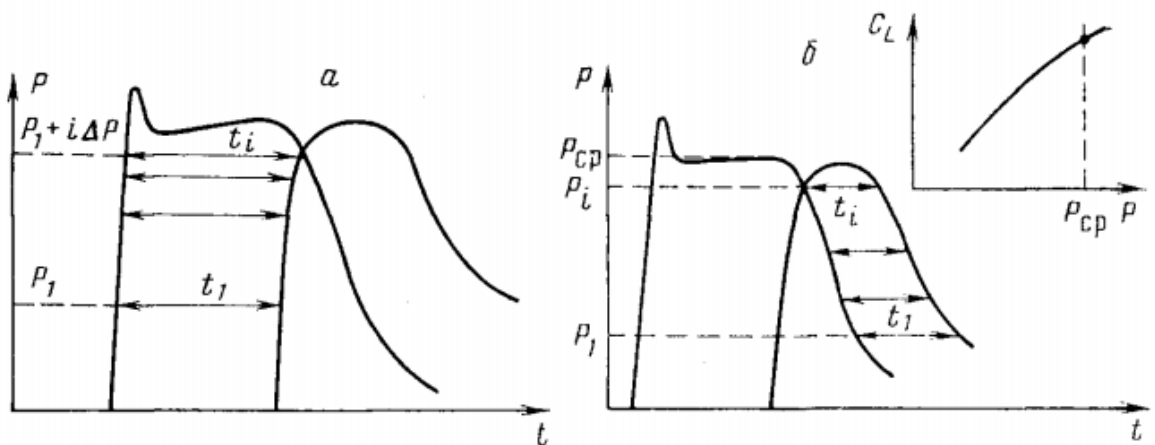


Рисунок А.78 – Расчет степени сжатия и лагранжевой скорости звука в области фазового перехода [17]

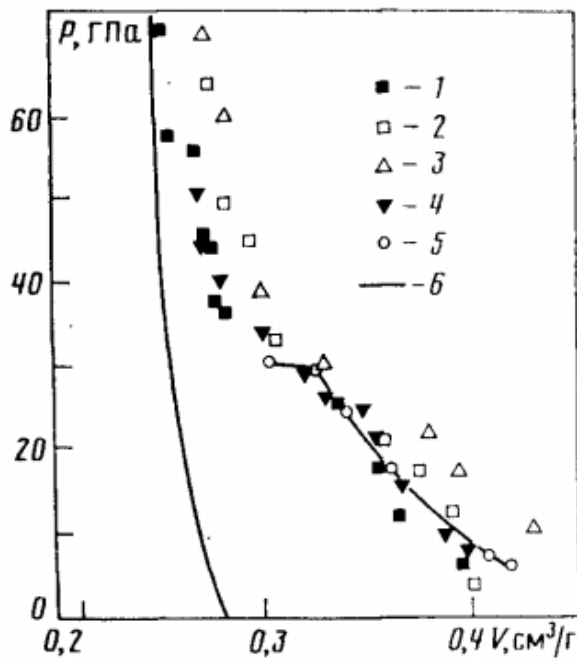


Рисунок А.79 [17]

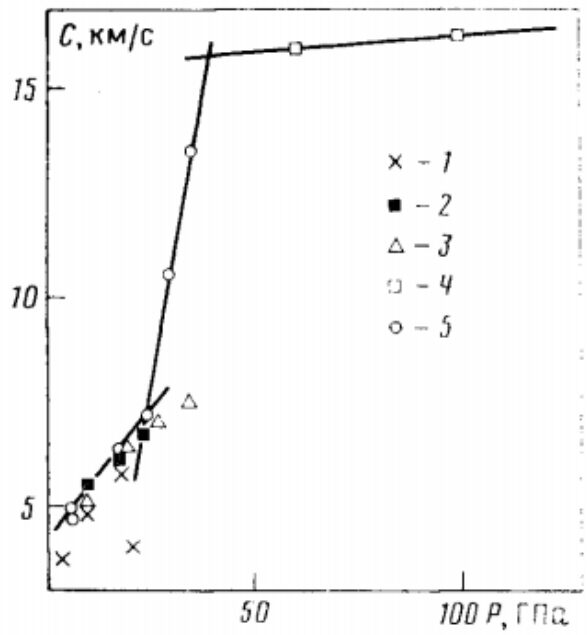


Рисунок А.80 [17]

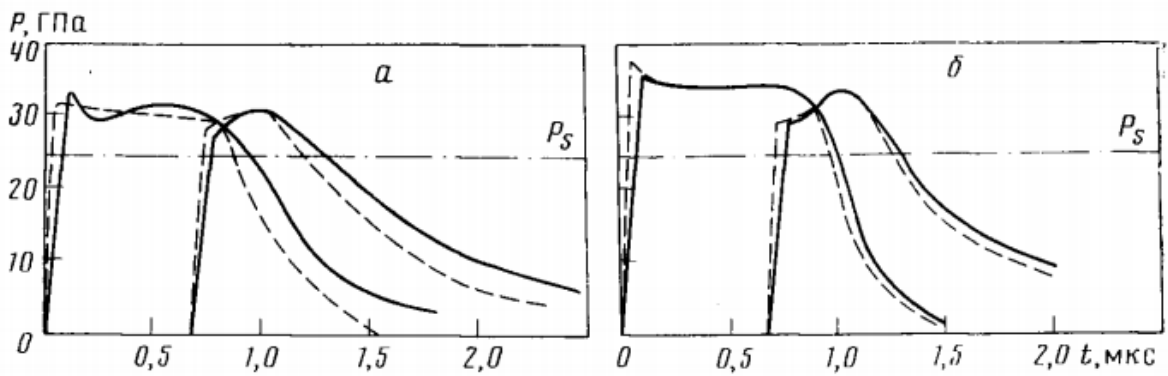


Рисунок А.81 – Результаты численного моделирования в сравнении с экспериментальными данными [17]

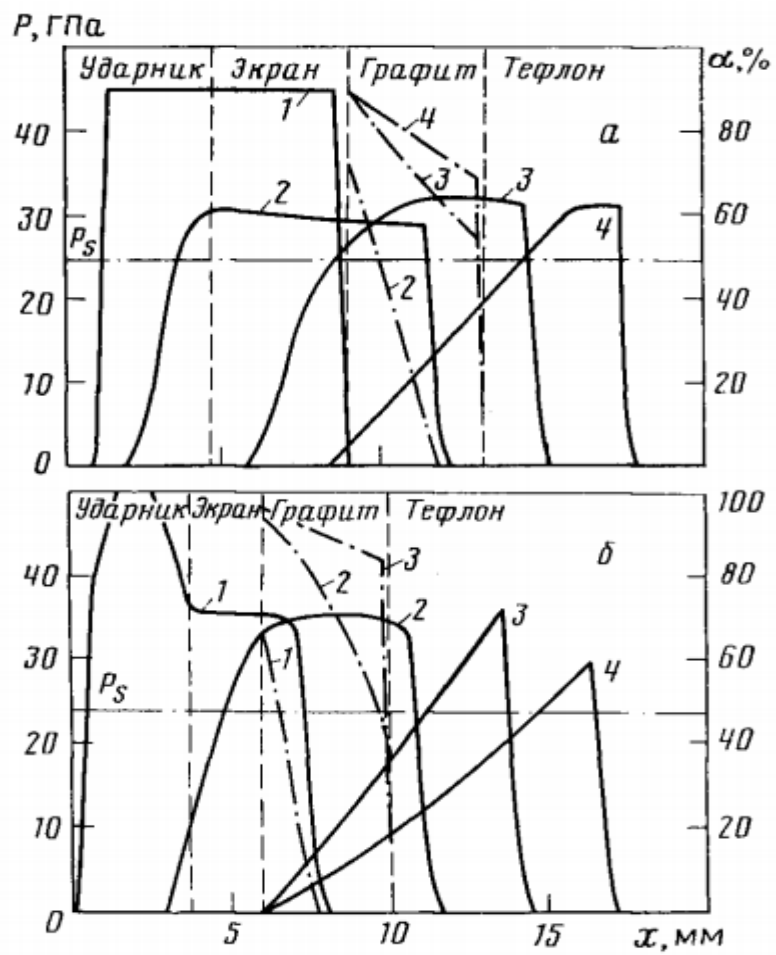


Рисунок А.82 – Эволюция профилей давления и распределения концентрации алмаза по результатам численного моделирования [17]



Рисунок А.83 – Фазовая и реакционная диаграмма углерода О. И. Лейпунского, 1939 [18]

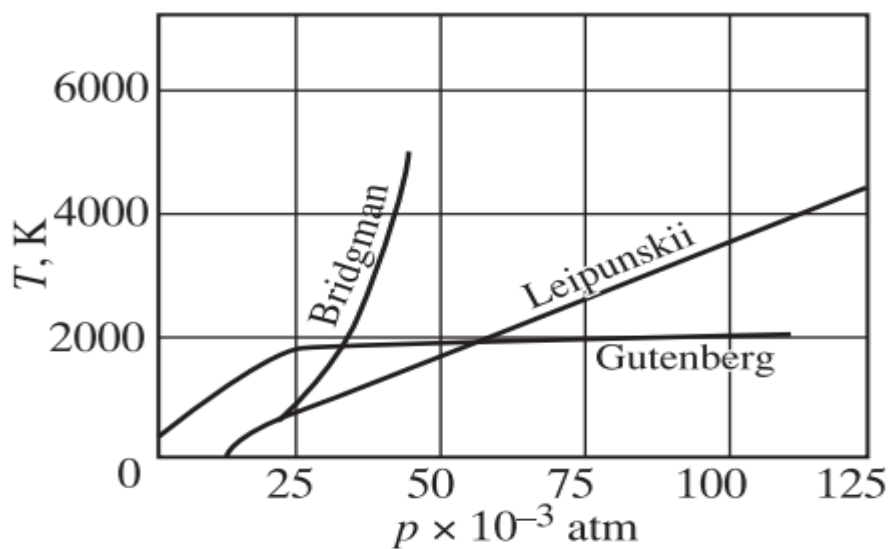


Рисунок А.84 – Линии равновесия алмаз – графит [18]

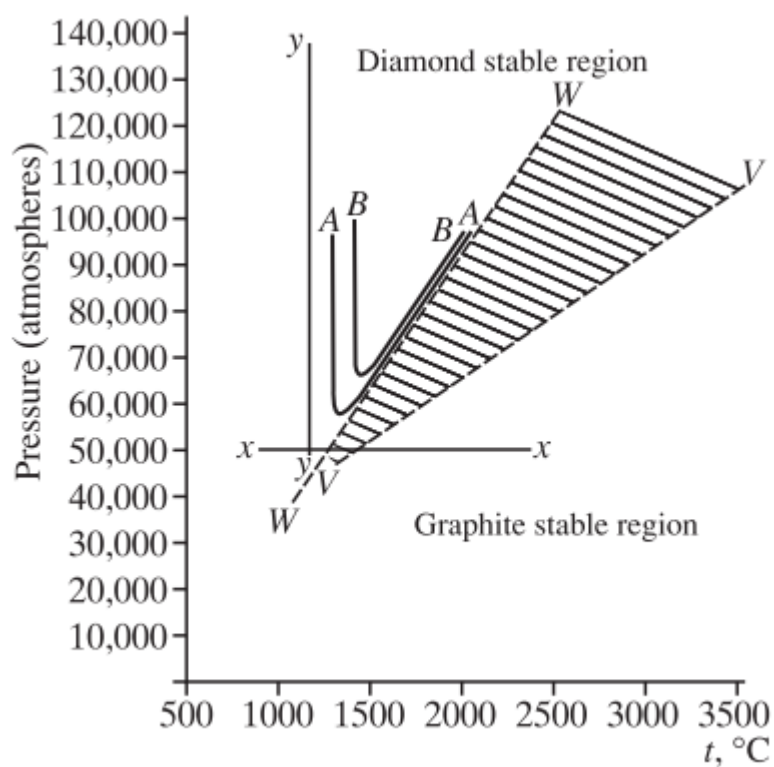


Рисунок А.85 – Реакционная диаграмма углерода из патента Г. Стронга [18]

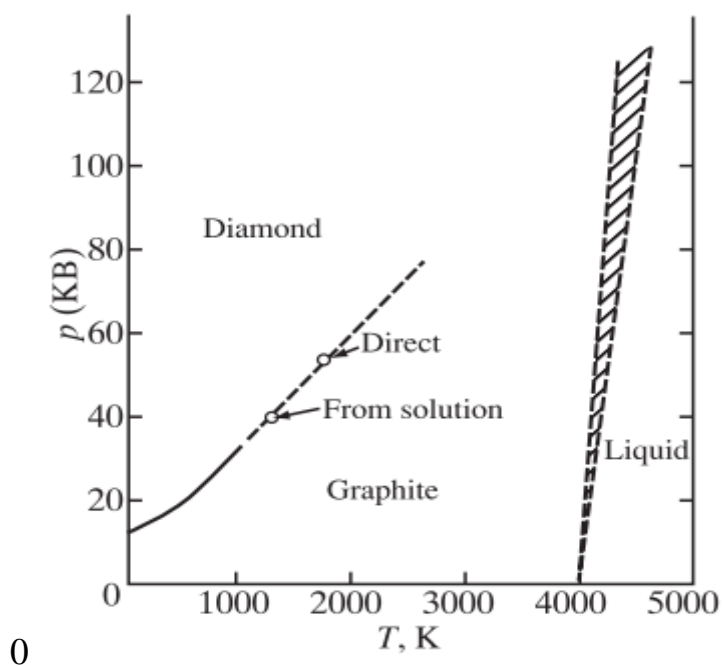


Рисунок А.86 – Фазовая и реакционная диаграмма углерода Лейпунского из статьи Ф. Банди и др., 1973 г. [18]

| |
|---|
| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ |
| фуллерен C60 |
| ВЫДЕРЖКА |
| 0.3 г фуллерена, предварительно выдержанного в течение 30 минут в токе водорода в проточной микроустановке в импульсном режиме на хроматографе "CHROM 5", |
| СМЕШИВАНИЕ |
| Фуллерен смешивают с поли(гидридокарбином) в соотношении 1:1 |
| ЗАКЛАДКА |
| помещение под пресс усилием 5 тонн |
| ВОЗДЕЙСТВИЕ ВЫСОКИХ КВАЗИГИДРОСТАТИЧЕСКИХ ДАВЛЕНИЙ |
| фуллерен C60, подвергают действию высоких квазигидростатических давлений 4 ГПа и температуре 1173 К |

Рисунок А.94 – Технологическая схема получения искусственных алмазов под действием квазигидростатического давления [1]

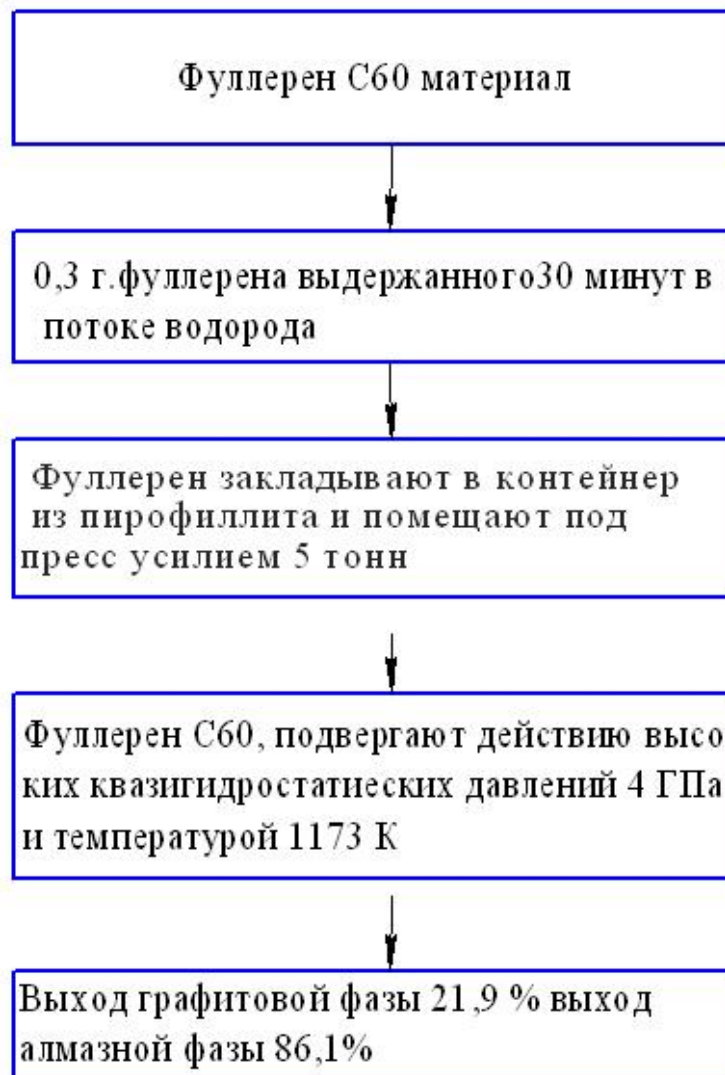


Рисунок А.95 – Технологическая схема получения искусственных алмазов под действием квазигидростатического давления [3.4]



Рисунок А.96 – Промышленный Газовый Хроматографический Комплекс [3.5]



Рисунок А.97 – Пресс Гидравлический ПБ6320М [3.5]



Рисунок А.98 – Оборудование для изготовления алмазов GY750 hpht [3.5]

| |
|--|
| ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ |
| Разовая графитовая пресс-форма |
| ПРОПИТКА |
| пропитка матрицы пропиточным материалом в печи |
| УКЛАДКА И ЗАГРУКА |
| укладка алмазов и загрузка шихты |
| ПРЕССОВАНИЕ |
| формовании и прессовании шихты матрицы под графитовую пресс-форму помещают основание |
| СПЕКАНИЕ |
| спекание в вакуумной печи |
| СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИ |
| графитовую пресс-форму изготавливают со сквозными отверстиями, формы и размеры которых соответствуют нижней проекции сечения секторов матрицы коронки |
| СТРУКТУРА И СВОЙСТВА |
| На рисунке А.100 приведена пресс-форма с установленным корпусом в двух проекциях (вид сбоку и снизу) На рисунке А.101 приведена схема пропитки матрицы буровой коронки в двух проекциях (вид сбоку и снизу) |

Рисунок А.99 – Технологическая схема получения биметаллических материалов с поверхностным слоем упрочненными искусственными алмазами [23]

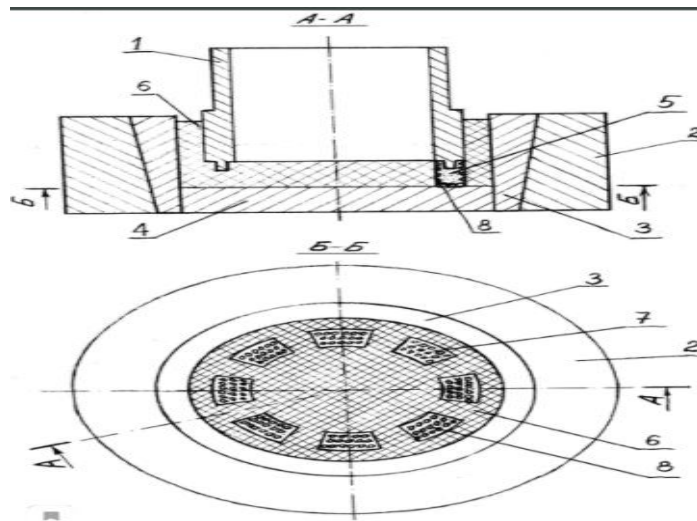


Рисунок А.100 – Пресс-форма с установленным корпусом в двух проекциях (вид сбоку и снизу) [3.6]

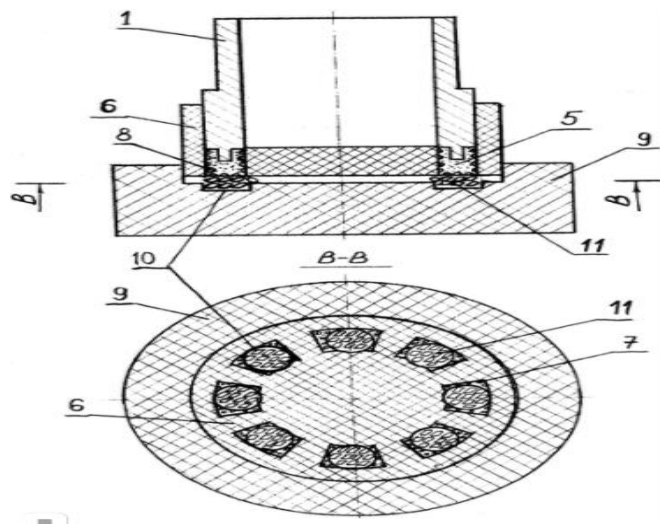


Рисунок А.101 – Схема пропитки матрицы буровой коронки в двух проекциях (вид сбоку и снизу) [3.6]