

1694

Номер 5

ISSN 0207-3528

Май 2002



ПОВЕРХНОСТЬ

*Рентгеновские, синхротронные
и нейтронные исследования*

<http://www.maik.ru>

ЖУРНАЛУ 20 ЛЕТ



“НАУКА”

МАИК “НАУКА/ИНТЕРПЕРИОДИКА”

УДК 669.14.046.621.375.826

ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА ЭЛЕКТРОРАЗРЯДНОГО СПЕКАНИЯ СИНТЕТИЧЕСКИХ АЛМАЗОВ

© 2002 г. С. В. Шалупас¹, Е. Б. Шершев², Н. Н. Федосенко¹, Ю. В. Никитюк¹, В. П. Морозов¹

¹Гомельский государственный университет им. Ф. Скорины, Гомель, Беларусь
²ПО "Кристалл", Гомель, Беларусь
Поступила в редакцию 30.07.2001 г.

Эксплуатация оборудования для электроразрядного спекания синтетических алмазов в экстремальных условиях приводит к быстрому износу деталей аппаратуры. Для решения вопроса продления срока службы матриц аппаратов высокого давления использованы методы поверхностной лазерной обработки и ионной имплантации. Для повышения производительности процесса и снижения его себестоимости катализатор осаждался на порошок графита с помощью резистивного испарения. Проведенные исследования позволили определить оптимальные технологические режимы процессов спекания синтетических алмазов.

ВВЕДЕНИЕ

На современном этапе промышленного развития основным направлением технического прогресса является технологическое совершенствование производства [1], что обуславливает повышение его экономической эффективности, улучшение технических параметров и эксплуатационных характеристик изделий. Применение инструментов из сверхтвердых материалов (в частности, алмазов) является устойчивой тенденцией совершенствования технологии. Благодаря уникальным свойствам алмазов их применение перспективно также в электронике, электротехнике, оптике, научном приборостроении. В связи с этим очевидна необходимость синтеза искусственных алмазов с заданными тепло- и электрофизическими свойствами, твердостью, износостойкостью и прочностью.

В настоящее время наиболее эффективным методом получения синтетических алмазов является электроразрядное спекание, суть которого состоит в сжатии шихты с последующим разогревом ее путем пропускания электрического тока. Эксплуатация оборудования для синтеза происходит в экстремальных условиях (высокая температура и давление), что приводит к быстрому износу дорогостоящих деталей конструкции, изготовленных из твердых сплавов. Поэтому продление срока службы матриц аппаратов высокого давления и повышение производительности процессов синтеза искусственных алмазов являются актуальными.

АНАЛИЗ ПРОБЛЕМЫ

Высокая себестоимость синтеза искусственных алмазов обусловлена двумя факторами: значитель-

ной энергоемкостью процесса и дороговизной расходных материалов, таких как специально обработанный порошок графита, металлический катализатор, матрицы аппаратов высокого давления.

Поскольку расходы на матрицы аппаратов высокого давления составляют не менее 30% от общих затрат при производстве синтетических алмазов [1], то повышение их долговечности является одним из путей снижения выхода из строя матрицы процесса. Анализ причин выхода из строя матрицы из сплава ВК6, применяемых при производстве синтетических алмазов на ПО "Кристалл" (г. Гомель), показал, что основной из них является хрупкое разрушение матриц в первую очередь в области кромок (рис. 1), ограничивающих углубление срока службы матриц аппаратов высокого давления целесообразно проведение экспериментальных исследований обработки их рабочих поверхностей концентрированными потоками энергии с целью модификации их свойств. Такая обработка материалов составляет одно из перспективных направлений современного материаловедения [2], причем особенно интенсивно развиваются методы, использующие лазерные и ионные пучки. С помощью метода ионной имплантации удается направленно изменять такие свойства материала как микротвердость, износостойкость и жаростойкость. Применение лазерных технологий обеспечивает возможность создания поверхностных структур с улучшенными физико-механическими свойствами при использовании относительно простого оборудования в несложных технологических процессах.

Снижение затрат на производство искусственных алмазов также возможно путем увеличения

производительности процесса. При подготовке шихты для синтеза искусственных алмазов углерод смешивают с переходными металлами и их сплавами, что позволяет уменьшить максимальные давление и температуру при синтезе. Предполагается [3], что быстрое обволакивание графита металлом катализатора положительно влияет на степень превращения графита в алмаз. Указывается [4, 5], что кристаллиты графита, находящиеся в сплаве-катализаторе или в непосредственном контакте с ним, являются активными источниками центров кристаллизации. Сделано предположение о возможности увеличения выхода реакции превращения графита в алмаз при напылении сплава-катализатора непосредственно на порошок графита.

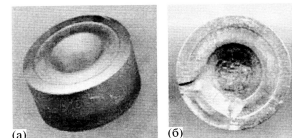


Рис. 1. Матрица аппарата высокого давления: а – внешний вид; б – характерные технологические повреждения.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Экспериментальные исследования поверхностной лазерной закалки выполнены на лабораторном макете, включающем излучатель лазера с блоками питания и охлаждения (твердотельный лазер на Nd:ИАГ с длиной волны излучения 1,06 мкм, работающий в импульсном режиме), блок управления приводами и систему сканирования образца.

Экспериментальные исследования ионной имплантации были выполнены на вакуумной установке ВУ 1-А с ионно-лучевым источником типа "AIDA", выполненным по схеме торцевого холлового ускорителя с открытым анодным слоем.

Резистивное испарение катализатора с его последующим осаждением на порошок графита проводилось с использованием вакуумной установки ВУ 1-А с внесением необходимых конструктивных изменений в стандартное оборудование.

Схема лазерной обработки матриц аппаратов высокого давления представлена на рис. 2. Излучение лазера 1, отразившись от поворотного зеркала 2, попадает на узел фокусировки 3, содержащий оптическую систему для формирования лазерного излучения в пучок кольцевого сечения с высокой однородностью распределения плотности мощности [6]. Далее сфокусированный пучок направляется на поверхность обрабатываемой матрицы 4, установленной на системе сканирования 5. Лазерный пучок, используемый при обработке, имеет следующие параметры: длина волны лазерного излучения 1,06 мкм, энергия в импульсе 4 Дж, длительность импульса $4 \cdot 10^{-7}$ с, частота следования импульсов 30 Гц.

Схема макета для ионно-лучевой обработки матриц аппаратов высокого давления изображена на рис. 3. Вакуумная камера 3 установки откачивается до рабочего давления $2-4 \cdot 10^{-3}$ Па. Затем производится напуск аргона в ионно-лучевой источник с помощью натекателя 1 до парциальной энергии $4 \cdot 10^1-8 \cdot 10^2$ Па. Матрица 4 крепится

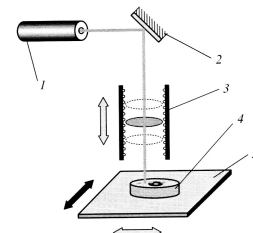


Рис. 2. Схема реализации процесса лазерной обработки матриц аппаратов высокого давления: 1 – лазер; 2 – поворотное зеркало; 3 – механизм фокусировки; 4 – обрабатываемая матрица; 5 – координатный стол.

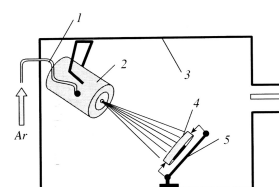


Рис. 3. Схема ионно-лучевой обработки матриц аппаратов высокого давления: 1 – натекатель; 2 – ионно-лучевой источник "AIDA"; 3 – вакуумная камера; 4 – матрица; 5 – держатель.

на держателе 5 на расстоянии 10–15 см от источника, позволяющего формировать пучок ионов с энергией 40–200 эВ и углом разлета $140^\circ-160^\circ$.

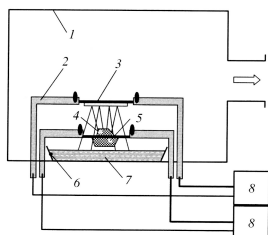


Рис. 4. Схема наполнения катализатора на порошок графита методом резистивного испарения: 1 - вакуумная камера; 2 - токовводы; 3 - вольфрамовый экран; 4 - порошок катализатора; 5 - лодочка; 6 - кювета; 7 - порошок графита; 8 - блок питания резистивного испарителя.

После получения устойчивой аргоновой плазмы осуществлялась обработка матриц в течение 30-40 мин.

Напыление катализатора на порошок графита осуществлялось резистивным методом. Схема установки представлена на рис. 4. Нагревательным элементом служила вольфрамовая лодочка 5. Катализатор 4 испарялся из лодочки и, отразившись от нагреваемого вольфрамового экрана 3, попадал на графитовый порошок 7. Графит был распылен тонким слоем в кювете 6. После напыления обработанный графит тщательно перемешивался и процесс напыления повторялся еще раз. Напыление производилось при остаточном давлении 10^{-3} Па. Катализатор и графит дополнительной очистке перед напылением не подвергались. Перемешивание графита и подача катализатора в лодочку осуществлялись без нарушения вакуума. В лабораторной установке катализатор подавался в лодочку из бункера с помощью шнека, а графит перемешивался крыльчаткой с наклонными лопастями. Оба устройства соединены с внешним двигателем с помощью электромагнитной муфты.

В дальнейшем полученная шихта смешивалась в определенной пропорции с порошком катализатора и чистым графитом и использовалась при синтезе искусственных алмазов на ПО "Кристалл". Опытная проверка результатов экспериментальных исследований проводилась путем эксплуатации обработанных партий при производстве синтетических алмазов на ПО "Кри-

сталл". Исходя из результатов опытной проверки, можно сделать выводы об экономической эффективности предложенных методов обработки матриц. После ионно-лучевой и лазерной обработки зафиксировано увеличение срока эксплуатации матриц на 14-15%. Однако применение технологии ионной имплантации в условиях высокого вакуума при аналогичных конечных результатах оказалось экономически менее целесообразным, чем использование лазерной обработки. Применение резистивного испарения катализатора с его последующим осаждением на порошок графита, обеспечило повышение производительности процесса синтеза и уменьшение расхода дорогостоящего катализатора.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Выполненные исследования позволили определить оптимальные технологические режимы ионной имплантации и лазерной заделки матриц аппаратов высокого давления, обеспечивающие продление срока их службы. Установлено, что осаждение катализатора на порошок графита приводит к уменьшению расхода дорогостоящего катализатора и увеличению производительности процесса синтеза.

Таким образом, проведенный комплекс работ обеспечил снижение энерго- и ресурсозатрат при производстве синтетических алмазов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Синтетические сверхтвердые материалы. Т. 1. Синтез сверхтвердых материалов / Ред. Новиков Н.В. и др. Киев: Наукова думка, 1986. 280 с.
2. Быковский Ю.А., Неволин В.Н., Фоминский В.Ю. Ионная и лазерная имплантация металлических материалов. М.: Энергоатомиздат, 1991. 240 с.
3. Найдич Ю.В., Логанова О.Б., Перевертайло В.М., Шмельченко А.А. // Алгебра распылов и пайка материалов. 1981. № 7. С. 10.
4. Прихна А.И., Шмельченко А.А., Кацай М.Я. // Синтетические алмазы. 1974. № 4. С. 3.
5. Кочержинский Ю.А., Шмельченко А.А., Белякина А.В. // Влияние высокого давления на структуру и свойства материалов. Киев: ИСМ АН УССР, 1983. С. 39.
6. Патент № 65 (Республика Беларусь). Установка для лазерной обработки / Гомельский гос. ун-т им. Франциска Скорины. Мышковец В.Н., Максименко А.В., Шалупаев С.В. 1999 г.

Optimization of Electric-Discharge Baking of Artificial Diamonds

S. V. Shalupaev, E. B. Shershnev, N. N. Fedosenko,
Yu. V. Nikityuk, V. P. Morozov

The exploitation of the equipment for electric-discharge baking of artificial diamonds in extreme conditions causes quick wear of the parts of the design. For the solution of the problem of prolongation of the life of the parts of the design and the problem of raising of the productivity of the process of synthesis of artificial diamonds are quite actual. The methods of surface laser processing and ionic implantation were used. For increase of the productivity of the process and to decrease of its cost the resistive evaporation of the catalyst was deposited on the powder of the graphite of resistive evaporation. The carried out researches allowed to determine the optimum technological conditions of the processes of baking of artificial diamonds.