

УДК 62-987:539.89

Н. В. Новиков, академик НАН Украины, **П. А. Балабанов**, **В. В. Лысаковский**,
С. Н. Шевчук, кандидаты технических наук

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

ПРИМЕНЕНИЕ АППАРАТА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ «BELT-40» ДЛЯ ВЫРАЩИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА НА ЗАТРАВКАХ

Приведены результаты применения аппарата высокого давления цилиндрического типа «Belt» для выращивания монокристаллов алмаза на затравках методом температурного градиента в области их термодинамической стабильности. Показаны основные особенности генерирования высокого давления и температуры в ростовых ячейках высокого давления, применяемых в этом аппарате.

Ключевые слова: монокристалл алмаза, выращивание на затравках, высокое давление, аппарат высокого давления, калибровка.

Выращивание структурно-совершенных монокристаллов алмаза размером более 1 мм представляет научный и практический интерес, так как получаемые в контролируемых условиях монокристаллы имеют широкую перспективу использования в электронике, лазерной технике, суперпрецизионной обработке и обладают преимуществами перед природными относительно постоянства примесного состава, теплопроводности, электропроводности и задания габитусной формы.

В настоящее время основным способом получения структурно-совершенных монокристаллов алмаза является метод температурного градиента в области их термодинамической стабильности, т. е. перекристаллизация углерода в области термодинамической стабильности алмаза на затравку в растворителях на основе переходных металлов.

В Украине для выращивания монокристаллов алмаза методом температурного градиента широко применяют аппарат высокого давления (АВД) типа «тороид», для которого разработана опытно-промышленная технология, позволяющая выращивать монокристаллы на 4–7 затравках, массой 0,7–1,8 карат каждый с общим выходом до 5 карат за цикл [1].

За рубежом для выращивания монокристаллов алмаза методом температурного градиента широко применяют АВД цилиндрического типа. Благодаря конструктивным особенностям в таких аппаратах, в отличие от АВД типа «тороид», при создании высокого давления одновременно образуются два деформируемых уплотнения, расположенных под углом к направлению, вдоль которого они сжимаются. Благодаря этому увеличивается сжимающий ход пуансонов аппарата, что позволяет создавать давление в значительно большем, чем в АВД типа «тороид», рабочем объеме при сравнимом рабочем усилии нагружения обоих аппаратов. Таким образом, главным достоинством АВД цилиндрического типа является большой рабочий объем, достигающий десятков кубических сантиметров [1].

Приведем результаты работы по применению АВД цилиндрического типа «Belt-40» для выращивания монокристаллов алмаза на затравках методом температурного градиента в области их термодинамической стабильности.

Эксперименты проводили на прессовой установке IDE (Industrial Diamond Engineering, Финляндия) усилием 10 МН, оснащенной АВД цилиндрического типа «Belt» (модификация «Girdle») с диаметром цилиндрического отверстия в матрице 40 мм и предназначенной для спонтанного синтеза алмаза.

Для выращивания монокристаллов алмаза первоначально испытали ячейку высокого давления, применявшуюся ранее на этой же установке для термобарической обработки

природных ювелирных алмазов при высоком давлении и высокой температуре в целях изменения их дефектно-примесного состава и цвета [2]. Для этого содержимое реакционного объема ячейки с обрабатываемыми образцами заменили на реакционный состав, предназначенный для роста алмаза на затравках: источник углерода, сплав-растворитель углерода и затравочные кристаллы. Однако попытки использования этой ячейки без изменения ее геометрии оказались неудачными. Также безуспешными были попытки адаптировать для использования в АД «Belt-40» ячейку высокого давления, применяемую

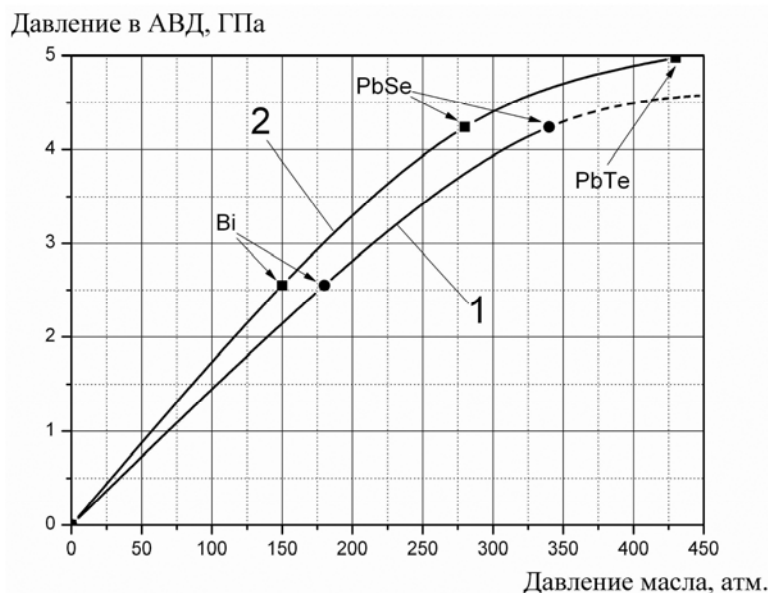


Рис. 1. Калибровочные кривые ячеек высокого давления АД «Belt-40» для прессовой установки IDE усилием 10 МН

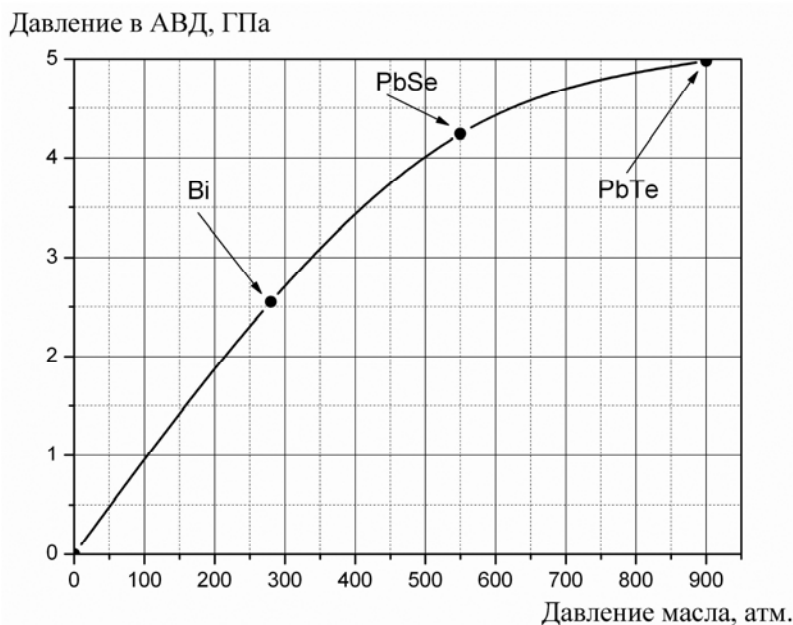


Рис. 2. Калибровочная кривая ячейки высокого давления АД «Тороид-40» для прессовой установки ДО 044 усилием 25 МН

кривых АД, устанавливающих зависимость между давлением масла в рабочем цилиндре пресса, за счет которого происходит сжатие АД, и давлением в реакционной ячейке.

для выращивания монокристаллов алмаза на затравках в АД «Тороид-40» с диаметром центрального углубления в матрице 40 мм [1].

Возможной причиной неудач могло быть недостаточное создаваемое в ростовой ячейке давление, поэтому не происходило необходимого для нормального протекания процесса превращения источника углерода (графита) в алмаз.

Проведенная для уточнения создаваемого в ячейке давления калибровка аппарата по давлению подтвердила это предположение (кривая 1 на рис. 1).

Для сравнения и более точного определения давления, необходимого для выращивания кристаллов, также осуществили калибровку АД «Тороид-40» (рис. 2).

Калибровку ростовых ячеек АД по давлению при комнатной температуре проводили по общепринятой методике с помощью калибровочных датчиков, которые размещали в реакционных ячейках, и содержали репер – материал, скачкообразно изменявший электрическое сопротивление при фазовом переходе, происходящем при определенном заранее известном давлении.

Полученные реперные точки использовали для построения калибровочных

При калибровке АВД по давлению при комнатной температуре использовали фазовые переходы в Bi (2,55 ГПа), PbSe (4,23 ГПа) и PbTe (4,98 ГПа) [3; 4].

После сравнения и анализа полученных данных пришли к выводу, что в силу особенностей создания давления в АВД «Belt-40» необходима корректировка геометрии ростовой ячейки.

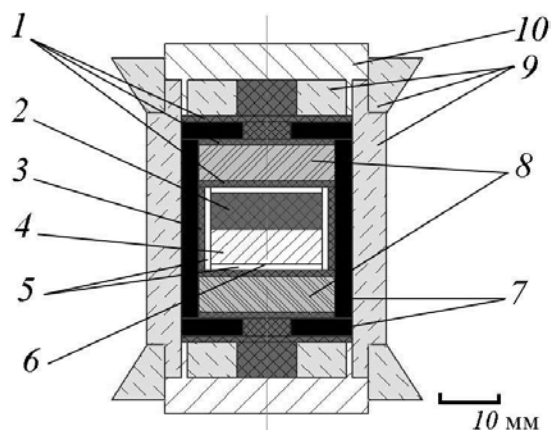


Рис. 3. Схема ростовой ячейки для выращивания монокристаллов алмаза на затравках в АВД «Belt-40»: 1 – распределительные графитовые диски; 2 – источник углерода (графит); 3 – графитовая втулка-нагреватель; 4 – сплав-растворитель углерода; 5 – изоляция реакционного объема; 6 – затравочные кристаллы; 7 – теплоизоляция ростовой ячейки; 8 – композиционные нагревательные элементы; 9 – элементы контейнера 10 – стальные токоподводы

После тестирования использованных для изготовления деталей ростовой ячейки материалов относительно их влияния на эффективность создаваемого в ячейке давления оказалось возможным подобрать оптимальную конструкцию ростовой ячейки и усилия пресса, необходимого для создания требуемого для роста монокристаллов алмаза давления.

В результате исследований разработали (рис. 3) и прокалибровали (кривая 2 на рис. 1) новую ячейку высокого давления, предназначенную для выращивания кристаллов алмаза на затравках методом температурного градиента.

Проведенные в дальнейшем эксперименты с нагревом реакционного состава до высокой температуры подтвердили создание в новой ячейке давления, достаточного для превращения источника углерода в алмаз (рис. 4).

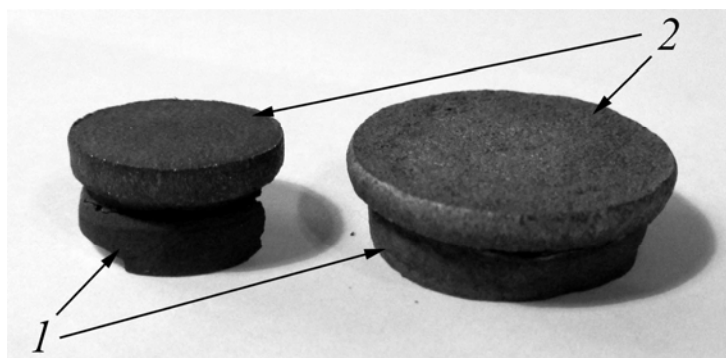


Рис. 4. Реакционный состав ячеек высокого давления АВД «Тороид-40» (слева) и «Belt-40» (справа) после нагрева под высоким давлением до температуры плавления сплава-растворителя углерода: сплав-растворитель углерода (1) и пропитанный им источник углерода, превратившийся в конгломерат алмазов спонтанного синтеза (2)

При этом следует отметить значительно больший по сравнению с АВД «Тороид-40» объем реакционной зоны, а также связанную с конструктивными особенностями АВД цилиндрического типа большую осевую деформацию сжатия и радиальную растяжения реакционной зоны ячейки высокого давления, которая наблюдается при создании высокого

давления в АД «Belt-40» (см. рис. 4). Однако итоговая конфигурация реакционной зоны ячейки высокого давления в АД «Belt-40» во всех экспериментах оставалась стабильной.

Характерной особенностью АД типа «Belt» также является образование при плавлении сплава-растворителя большого наплыва, представляющего собой пропитанный сплавом-растворителем источник углерода, который при высоком давлении превращается в конгломерат алмазов спонтанного синтеза (см. рис. 4). При этом до плавления сплава-растворителя наплыв не появляется.

В связи с образованием этого наплыва изменяется конфигурация окружающей реакционную зону втулки из графита, используемой в качестве нагревателя. Это, в свою очередь, приводит к довольно резкому изменению (повышению) общего сопротивления ячейки, что хорошо заметно на графиках изменения параметров давления и нагрева реакционной ячейки (рис. 5).

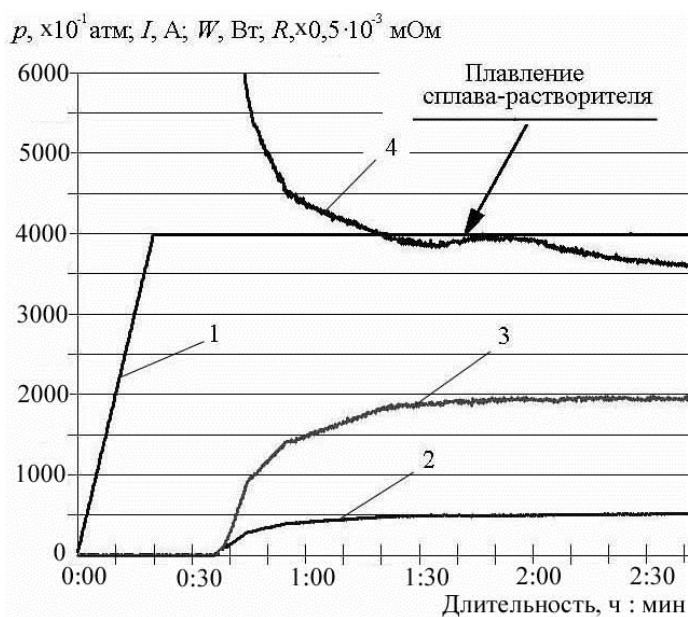


Рис. 5. Изменение с течением времени параметров давления и нагрева реакционной ячейки высокого давления в АД «Belt-40»: 1 – давление масла p в цилиндре прессовой установки; 2 – сила электрического тока I ; 3 – мощность электрического тока W ; 4 – электросопротивление R

Это обстоятельство помогает определить момент плавления сплава-растворителя углерода, что представляет большое удобство при проведении экспериментов.

В дальнейшем после подбора необходимых для создания температурного градиента параметров нагрева, был получен рост кристаллов алмаза на затравках (рис. 6); длительность процесса составляла 17 ч.

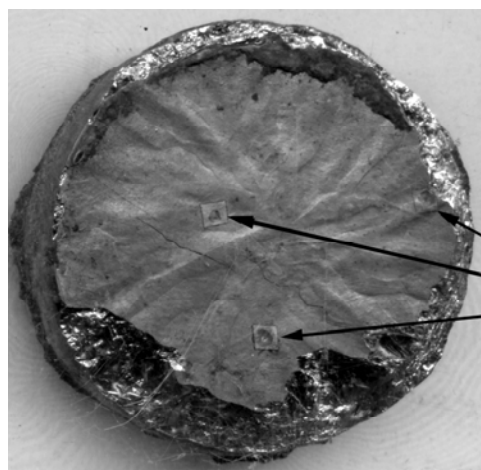


Рис. 6. Сплав-растворитель углерода с начавшими расти в нем кристаллами алмаза

Кристаллы алмаза, выросшие на затравках

Выводы

1. Аппарат высокого давления цилиндрического типа «Belt» с диаметром цилиндрического отверстия в матрице 40 мм при использовании сборки реакционной ячейки высокого давления новой конструкции позволяет создавать давление и температуру, необходимые для выращивания монокристаллов алмаза на затравке методом температурного градиента.

2. Несмотря на значительную деформацию реакционной зоны в процессе создания давления и нагрева, итоговая конфигурация реакционной зоны стабильна от эксперимента к эксперименту, что позволяет создавать в этой зоне требуемый для роста монокристаллов алмаза на затравках градиент температуры.

3. Аппарат высокого давления цилиндрического типа «Belt-40» перспективен для выращивания крупных монокристаллов алмаза на затравке методом температурного градиента.

Наведено результати застосування апарата високого тиску циліндричного типу «Belt» для вирощування монокристалів алмазу на затравках методом температурного градієнта в області їх термодинамічної стабільності. Показано основні особливості генерування високого тиску та температури в ростових комірках високого тиску, які застосовують у цьому апараті.

Ключові слова: монокристал алмазу, вирощування на затравках, високий тиск, апарат високого тиску, калібрування.

The results of application of the cylindrical type high pressure apparatus «Belt» for growing of diamond single crystals on seed crystals by a method of a temperature gradient in the field of their thermodynamic stability are considered. The basic features of a high pressure and high temperature generation in high pressure growing cells applied in this device are shown.

Key words: diamond single crystal, growing on seed crystals, high pressure, high pressure apparatus, calibration.

Литература

1. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: В 6 т. / Под общ. ред. Н. В. Новикова; отв. ред. А. А. Шульженко. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ «АЛКОН» НАН Украины, 2003. – Т. 1: Синтез алмаза и подобных материалов. – 320 с.
2. Ячейка аппарата высокого давления типа «Белт» для работы при температуре до 2300 °С / В. В. Лысаковский, Т. В. Коваленко, М. А. Серга, С. А. Ивахненко // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. –К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2007. – Вып. 10. – С. 296–300.
3. Герасимович А. В., Григорьев Н. М. Сопротивление сдвигу материалов деформируемых уплотнений твердофазовых аппаратов высокого давления // Сверхтв. матер. – 1996. – № 1. – С. 36–43.
4. Герасимович А. В. Сопротивление сдвигу материалов деформируемых уплотнений твердофазовых аппаратов до давления 10 ГПа // III Всесоюз. конф. “Гидростатическая обработка материалов”, Донецк, 1985 г.: Тез. докл. – Донецк, 1985. – С. 66.

Поступила 26.06.12