

6. Изучение структуры и свойств керамики карбид кремния – нитрид алюминия при высоких температурах / В. А. Мельникова, В. К. Казаков, П. С. Кислый, В. К. Сульженко // *Сверхтвердые матер.* – 1991. – № 2. – С. 33–36.
7. Спінання композиційного матеріалу AlN-SiC / Т. Б. Сербенюк, В. В. Івженко, В. Б. Свєрдун та ін. // *Сверхтвердые матер.* – 2006. – № 1. – С. 38–46.
8. Структура, механічні, тепло- та діелектричні властивості керамічного матеріалу нїтрид алюмінію – карбїд кремнію / Т. Б. Сербенюк, Л. І. Александрова, М. І. Заїка та ін. // *Сверхтвердые матер.* – 2008. – № 6. – С. 29–39.
9. Дослідження керамічного матеріалу, одержаного вільним спіканням з порошкової композиції AlN-Y₂O₃-(SiC-C), за допомогою електронної мікроскопії, раманівської спектроскопії і вимірювання теплопровідності та поглинання мікрохвильового випромінювання / І. П. Фесенко, В. І. Часник, О. Ф. Коломис та ін. // *Сверхтвердые матер.* – 2015. – № 2. – С. 11–20.
10. Raman scattering studies on single-crystalline bulk AlN under high pressures / M. Kuball, J. M. Hayes, A. D. Prins et al. // *Appl. Phys. Let.* – 2001. – 78. – N 6. – P. 724–726.
11. Raman scattering studies on single-crystalline bulk AlN: temperature and pressure dependence of the AlN phonon modes / M. Kuball, J. M. Hayes, Shi Ying et al. // *J. of Crystal Growth.* – 2001. – 231. – P. 391–396.

Надійшла 26.05.17

УДК 546.26-419

О. В. Савіцький; В. В. Лисаковський, М. А. Серга, кандидати технічних наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ

ПИТОМА ЕЛЕКТРОПРОВІДНІСТЬ КОМПОЗИЦІЙНИХ НАГРІВАЧІВ НА ОСНОВІ ГРАФІТУ ДЛЯ НТНР ВИРОЩУВАННЯ АЛМАЗУ

Вирощування монокристалів алмазу в області термодинамічної стабільності (НТНР вирощування) потребує стабільних температурних параметрів кристалізації за високого тиску (до 6–6,5 ГПа). Для забезпечення відповідних умов слід контролювати властивості матеріалів, що становлять електричний ланцюг нагрівання. Запропоновано та випробувано два методи визначення електропровідності, що різняться принципами взаємодії зі зразками. Визначено питому електропровідність композиційних нагрівачів ростових комірок високого тиску та розподіл питомого опору в нагрівальних елементах.

Ключові слова: *питома електропровідність, метод вихрових струмів, чотиризондовий метод вимірювання електропровідності, композиційний нагрівач, графіт, апарат високого тиску.*

Вирощування монокристалів алмазу в області термодинамічної стабільності потребує якісного, ефективного та стабільного нагрівання ростових комірок. Для забезпечення відповідної температури кристалізації алмазу з розплав-розчинної системи на затравці доцільно використовувати дисперсно-композиційні нагрівачі на основі електро- та теплоізованих тугоплавких оксидів з додаванням струмопровідних компонентів, зокрема порошків графіту [1].

Одержані дисперсно-композиційні матеріали для виготовлення нагрівачів повинні мати відповідні електропровідні властивості зі збереженням упродовж вирощування. Значення електричного опору таких матеріалів відхиляються, що спричинено технологічними умовами одержання дисперсно-композиційних сумішей та формування нагрівальних

елементів ростових комірок. З метою одержання стабільних значень резистивних нагрівальних систем ростових комірок і, отже, необхідних значень температури, слід контролювати електропровідність сформованих з відповідних сумішей елементів нагрівальних систем для ростових комірок високого тиску.

Основна вимога до контролю електропровідності композиційних нагрівачів полягає в неруйнівному контролі значень. Для реалізації такого дослідження перспективне використання неруйнівного вихрострумовеого контролю, в основу якого покладено аналіз взаємодії зовнішнього електромагнітного поля з полем вихрових струмів, що створюється збуджуючою індуктивною котушкою [2]. Для одержання первинних результатів питомої електропровідності використовували багатofункціональний пристрій вимірювання геометричних параметрів «Константа К6» з перетворювачем ПФ-ІЕ-30-У1. Такий комплект призначений для вимірювання питомої електропровідності вуглеграфітових та інших матеріалів з високим значенням електричного опору [3].

Достовірні значення електропровідності матеріалів одержували калібруванням за експериментальним еталоном, що виявляв наближене значення електропровідності до досліджуваного значення [3]. Як калібрант використовували графіт марки ГСМ-1, позаяк він входить до складу дисперсно-композиційних сумішей, які застосовують для виготовлення нагрівачів. Калібрантом узяли диск, виготовлений методом пресування з ГСМ-1 (діаметром 40 мм, висотою 7,6 мм), з подальшим вимірюванням для порівняння значень електропровідності при використанні чотиризондового методу.

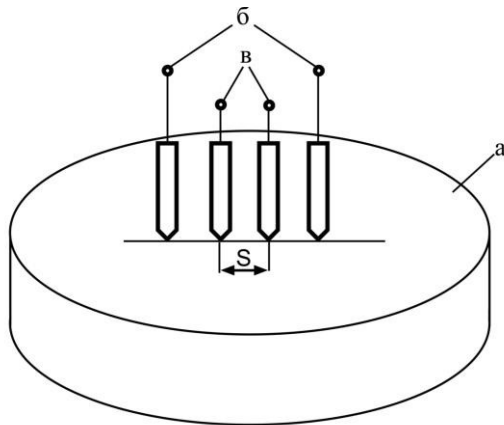


Рис 1. Схема чотиризондового методу визначення питомого опору матеріалів [5]: а – зразок; б – контакти підведення електричного струму; в – контакти потенціометра; s – відстань між контактами (мм)

Як калібрант використовували графіт марки ГСМ-1, позаяк він входить до складу дисперсно-композиційних сумішей, які застосовують для виготовлення нагрівачів. Калібрантом узяли диск, виготовлений методом пресування з ГСМ-1 (діаметром 40 мм, висотою 7,6 мм), з подальшим вимірюванням для порівняння значень електропровідності при використанні чотиризондового методу.

Загальну схему чотиризондового методу показано на рис. 1. Цей метод полягає у визначенні зниження напруги при проходженні струму через певну ділянку довжиною s досліджуваного зразка електронагрівача.

За отриманими експериментальними результатами з вимірювання напруги та сили струму зразків розраховували електропровідність графіту марки ГСМ-1 [4]:

$$\rho = \frac{2\pi SU}{I}, \quad (1)$$

де S – відстань між зондами; U – виміряна напруга; I – сила струму, що подається на зразок.

Одержані результати калібрування приладу «Константа К6» за графітом ГСМ-1 показано на рис. 2.

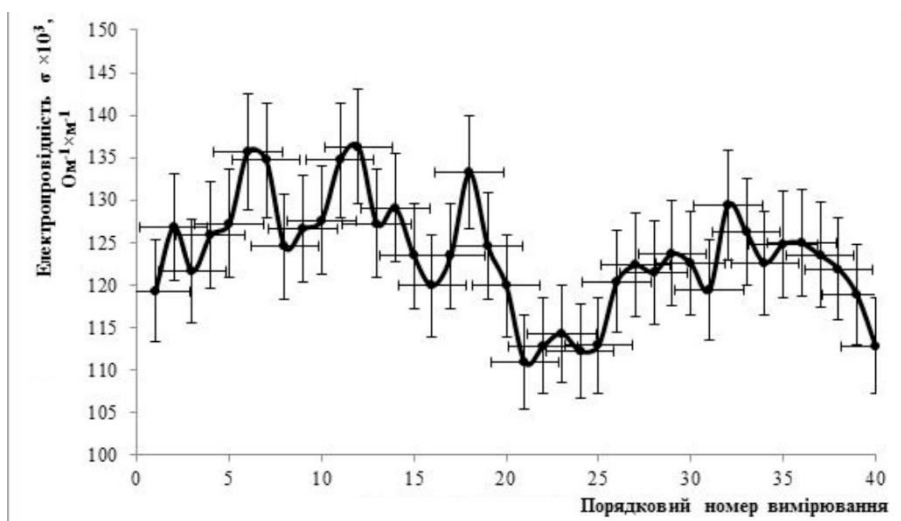


Рис. 2. Значення електропровідності графіту ГСМ-1, одержані при калібруванні приладу «КОНСТАНТА К6»

Після калібрування виміряли електропровідність композиційних нагрівачів, виготовлених у формі диску діаметром 40 мм та товщиною 2,4 мм, уздовж діаметральної лінії, а також визначили розподіл електропровідності за діаметральною лінією (рис. 3).

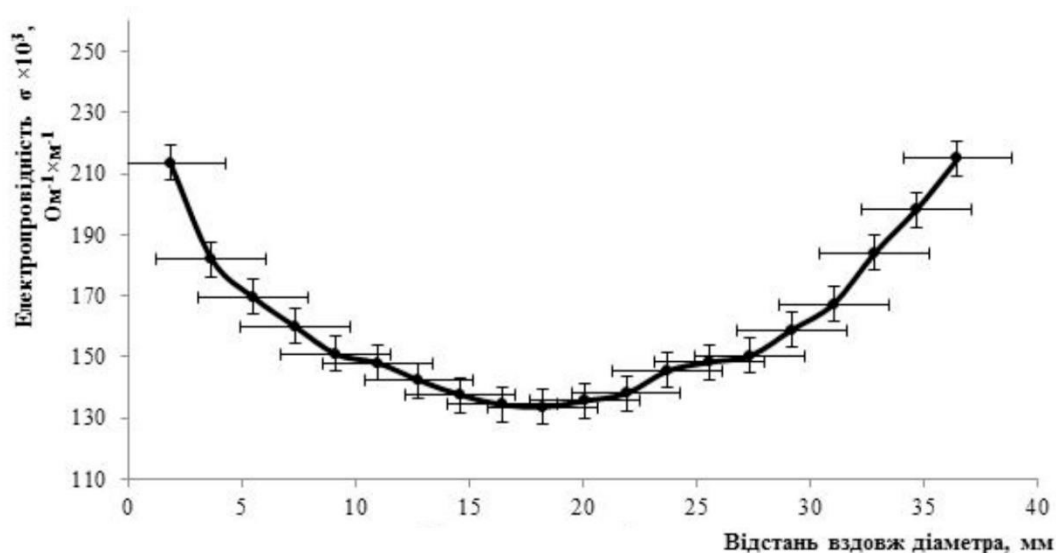


Рис. 3. Залежність питомого опору нагрівача від положення датчика вздовж діаметра дискового нагрівача після вирощування монокристалу алмазу

Отримані значення питомої електропровідності за чотиризондовим методом та методом вихрових струмів у середньому значенні відхиляються приблизно на 5%, (див таблицю).

Порівняння значень електропровідності, отриманих різними методами

Метод	Електропровідність, Ом ⁻¹ ·м ⁻¹	
	ГСМ-1	Нагрівача
Вихрострумівий		
Чотиризондовий		

Виходячи з вигляду залежності на рис. 3, очевидно, що в центральній частині нагрівача найнижча електропровідність, а отже, найзначніше нагрівання відбувається в центральній частині нагрівального елемента.

При вимірюванні опору композиційного нагрівача ростової комірки високого тиску чотиризондовим методом визначили значення електропровідності, що склало $157,897 \cdot 10^3 \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{м}^{-1}$. Отримане значення відповідає середньому значенню результатів безконтактного методу вихрових струмів з похибкою 1,73% (див. таблицю).

У результаті дослідження зразків композиційних нагрівачів виготовлених із різним відсотковим вмістом графіту встановили гранично малі концентрації ГСМ, а саме менше 16% мас. Це означає, що такі нагрівачі не підлягають дослідженню безконтактним методом вихрових струмів із застосуванням пристрою «Константа К6». Це може зумовлюватись малим вмістом струмопровідного матеріалу у вигляді дрібно дисперсної фракції, через що збуджене вихрове поле є меншим за поріг чутливості приладу. При застосуванні чотиризондового методу область дослідження значно ширша, що дає змогу здійснювати вимірювання.

За результатами чотиризондового методу дослідження питомого опору визначили, що електропровідність нагрівача із вмістом графіту марки ГСМ-1 8% мас. становить $117,226 \cdot 10^3 \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{м}^{-1}$.

Висновки

Встановлено, що електропровідність нагрівачів залежно від вибраної точки вимірювання може варіюватись у межах 15%. Відмінність значень зумовлена малим нерівномірним розподілом струмопровідного матеріалу в об'ємі нагрівачів.

Резистивні характеристики нагрівачів можна ефективно контролювати методом вихрових струмів із забезпеченням технічного контролю.

У результаті дослідження було доведено таке: методом вихрових струмів доволі коректно визначати електропровідність на локалізованих ділянках нагрівачів та розподіл її значень за геометричними розмірами зразків;

Розбіжність значень електропровідності, визначених методом вихрових струмів та чотиризондовим методом вимірювання електричного опору становить 1,70–5,07%.

Выращивание монокристаллов алмаза в области термодинамической стабильности (НТНР выращивания) требует стабильных температурных параметров кристаллизации при высоком давлении (6–6,5 ГПа). Для обеспечения соответствующих условий следует контролировать свойства материалов, составляющих электрическую цепь нагрева. Предложены и испытаны два метода определения электропроводности, различающиеся принципами взаимодействия с образцами. Определены удельная электропроводность композиционных нагревателей ростовых ячеек высокого давления и распределение удельного сопротивления в нагревательных элементах.

Ключевые слова: удельная электропроводность, метод вихревых токов, четырехзондовый метод измерения электропроводности, композиционный нагреватель, графит, аппарат высокого давления.

SPECIFIC ELECTRICAL CONDUCTIVITY OF GRAPHITE COMPOSITE HEATERS FOR HPHT DIAMOND GROWING

Growing of diamond crystal has needed stable temperature parameters in condition of thermodynamic stability of diamond at high pressures and temperatures (HTHP growing). It has needed to control properties of material to involve in heating circuit. It has ensured necessary conditions for the crystallization process. It had been proposed and tested two methods for determining electrical conductivity, characterized by the principle of interaction models. It has determined conductivity of composite heater cells grown under high pressure, and also the resistivity distribution in the heating elements.

Key words: electrical conductivity, eddy current method, four-probe method of measuring conductivity, composite heater, graphite, high-pressure equipment.

Література

1. Резистивные свойства дисперсно-композиционных материалов на основе графита. М. А. Серга, А. А. Будяк, С. А. Ивахненко, О. А. Заневский – Сверхтвердые матер.– 2004. № 5. –С. 20 – 26.
2. Білокур І. П. Основи дефектоскопії. – К.: Азимут-Україна, 2004. – 496 с.
3. Константа К6 измеритель электропроводности [электронный ресурс] – Режим доступа: http://constanta.ru/catalog/izmeriteli_elektroprovodnosti2/konstanta_k6_izmerit_elektroprov/.
4. Батавин В. В. Контроль параметров полупроводниковых материалов и эпитаксиальных слоев. – М. :Сов. Радио, 1976. – 104 с.

Надійшла 21.06.17

УДК 621.921.343

В. З. Туркевич, член-кор. НАН України, **Л. П. Стасюк**, **Д. А. Стратійчук**, кандидати технічних наук¹; **Н. М. Білявіна**, канд. фіз.-мат. наук²;
А. П. Загора, **М. В. Супрун**, **Ю. О. Мельнічук**, кандидати технічних наук¹;

¹Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ

²Київський національний університет імені Тараса Шевченка, Україна

ДОСЛІДЖЕННЯ ПРОЦЕСІВ ФАЗОУТВОРЕННЯ ПРИ СПІКАННІ АТП З АКТИВУЮЧИМИ ДОБАВКАМИ

Досліджено процеси фазоутворення, під час спікання АТП в умовах високого тиску і високої температури при додаванні до алмазного порошку кремнію або титану для активації спікання і підвищення зносостійкості АТП при бурінні твердих порід. Показано, що при додаванні кремнію він взаємодіє з кобальтом з утворенням інтерметалідів, що сприяє підвищенню зносостійкості АТП. При додаванні титану інтерметаліди не утворюються, а спостерігається процес карбідоутворення, що призводить до погіршення якості алмазного шару АТП і зниження його зносостійкості.

Ключові слова: алмазно-твердосплавні пластини, високий тиск, висока температура, кремній, титан, інтерметаліди, карбіди, зносостійкість.

Вступ

Алмазно-твердосплавні пластини (АТП) широко використовують у різних галузях промисловості: нафто-, гірничовидобувній, металообробній, деревообробній та ін. Основним методом отримання АТП є спікання алмазних порошоків на твердосплавній підкладці в умовах високого тиску і високої температури. Рідка фаза Со-WC евтектичного складу, яка утворюється у твердосплавній підкладці, інфільтрує в алмазний порошок і сприяє утворенню полікристалічного алмазного шару. Проте при бурінні по твердих породах температура в зоні різання може досягати 1000 °С; при цьому значний вміст кобальту спричиняє фазове перетворення алмазу в графіт, що призводить до зниження зносостійкості та термостійкості АТП. З метою зменшення вмісту кобальту в алмазоносному шарі деякі дослідники [1–4] пропонують вводити до алмазного порошку карбідоутворюючі метали, такі як кремній, титан, молібден, хром, цирконій, вольфрам, або їх карбіди чи оксиди. У роботах [5; 6] детально описано фазоутворення при просочуванні кремнієм алмазного шару АТП у процесі спікання в умовах високого тиску і високої температури.