

Изобретение относится к области физики высоких давлений и температуры, в частности, к материалам для изготовления контейнеров аппаратов высокого давления и температуры, которые используются при синтезе сверхтвердых материалов, например алмазов.

Известна шихта для прессования контейнеров аппаратов высокого давления, содержащая наполнитель из группы карбонатов (известняков) - литографский камень и неорганическое связующее - жидкое стекло [1].

Недостатком этого состава является также большое количество взрывов вследствие разгерметизации ячейки аппарата высокого давления (АВД) и снижение из-за этого производительности процесса синтеза.

Задачей, положенной в основу данного изобретения, является разработка такого состава шихты для изготовления контейнеров аппаратов высокого давления, который содержал компоненты с физико-техническими свойствами, обеспечивающими нормальные условия синтеза за счет максимального сокращения количества разгерметизаций ячейки.

Поставленная задача решается тем, что в состав шихты для изготовления контейнеров АВД, содержащий наполнитель на основе известняка и связующее, в качестве наполнителя вводят известняк с величиной условной твердости 100-300МПа при следующем соотношении компонентов шихты, мас. %: наполнитель 80-95, связующее 5-20.

Были проведены исследования различных типов известняков, их параметров с точки зрения влияния их на разгерметизацию во время синтеза. В результате многочисленных опытов, установлена корреляция между величиной условной твердости известняка и числом разгерметизаций при синтезе. Впервые был установлен опытным путем конкретный диапазон значений условной твердости, в пределах которого наблюдается значительное сокращение количества взрывов при синтезе сверхтвердых материалов.

Изобретение поясняется следующим конкретным примером.

Из бута литографского камня Дубовецкого месторождения (Ивано-Франковская область) было отобрано случайным образом 10 образцов. На каждом образце были выполнены две плоско-параллельные поверхности (ГОСТ 24941-81), необходимые для измерения твердости материала образцов. Образцы высушивают до воздушно-сухого состояния. Затем измеряют механические характеристики каждого образца - восстановленную  $H_B$  и невосстановленную  $H_{NB}$  твердость. Для измерений использовали прибор для определения твердости материалов по методу Супер-Роквел. Образец помещают на предметном столике прибора, ходовым винтом подводят образец до соприкосновения с индентором (стальным шариком диаметром  $1/16=1,588\text{мм}$ ) и нагружают предварительной нагрузкой  $P_{пр}=3\text{кг}$ . Затем, нажатием на рычаг, осуществляют автоматическое нагружение индентора основной нагрузкой  $P_{ос}=15\text{кг}$ . После выдержки в течение 5с нагрузка автоматически сбрасывалась. Эти действия осуществлялись в соответствии с ГОСТ 22975.78. В ходе испытания снимают показания с индикатора прибора при действии основной нагрузки  $ПТ_1$  и предварительной нагрузки после снятия основной  $ПТ_2$ . По этим показаниям индикатора определяют глубину внедрения индикатора при действии соответственно основной и предварительной нагрузки:

$$\begin{aligned} h_1 &= (100 - HT_1) \cdot 0,001 \text{ мкм} \\ h_2 &= (100 - HT_2) \cdot 0,001 \text{ мкм} \end{aligned} \quad (1)$$

Зная диаметр шарика индентора  $d$ , величины  $h_1$  и  $h_2$ , определяем величины восстановленной и невосстановленной твердости по формулам:

$$\begin{aligned} H_B &= \frac{P_{ос}}{\pi h_2 (d - h_2)} \\ H_{NB} &= \frac{P_{ос}}{\pi h_1 (d - h_1)} \end{aligned} \quad (2)$$

Условную твердость  $H_y$  вычисляли по формуле:

$$H_y = \frac{H_B - H_{NB}}{H_B} \cdot H_{NB} \quad (3)$$

Описанную процедуру испытаний повторяли не менее, чем в трех точках образца. В качестве характеристики материала образца принимают среднее значение условной твердости  $H_y$ . Процедуру определения  $H_y$  повторяют на каждом образце, величину  $H_y$  после каждого испытания определяли по номограмме в осях  $HT_1$  и  $HT_2$ , построенной на основании формул (1)-(3). Среднее значение условной твердости, определенной для десяти образцов было равно 200МПа.

50кг этого камня дробят на дробилках, используемых на Опытном заводе ИСМ АН Украины. Затем в 9кг (90мас.%) полученного порошка литографского камня влили 1,3кг (10мас.%) бакелитового лака ЛБС-1 и размешали. После сушки в течение 2 часов смесь протирают до разрушения больших комков и вновь сушат до воздушно-сухого состояния. Прессование контейнеров проводили на серийном оборудовании Опытного завода ИСМ АН Украины. Было изготовлено 80 контейнеров. После термообработки контейнеров при  $T=150^\circ\text{C}$  в течение 45 минут их снаряжали по режиму 1459 и устанавливали в стальной аппарат высокого давления с диаметром углубления 55мм. Контейнер нагружали до давления 4,2ГПа и нагревали реакционную смесь прямым пропусканием тока до температуры 1200-1250 $^\circ\text{C}$  После выдержки в течение 10 минут контейнер разгружали и извлекали из АВД. В процессе испытаний были зафиксированы 13% разгерметизаций контейнеров. После химической обработки спеков определяли средний выход алмазов. Он составил 23 карата.

Аналогично описанной технологии был осуществлен ряд опытов при различных значениях условной твердости известняка и при различных соотношениях компонентов шихты. Результаты опытов приведены в таблице.

Таким образом, как следует из результатов испытаний, использование для изготовления контейнеров аппаратов высокого давления известняка с условной твердостью в пределах 100-300МПа позволяет наряду с

высоким выходом алмазов в одном опыте достичь значительного снижения количества взрывов (разгерметизацию) контейнеров аппаратов высокого давления и повысить производительность синтеза сверхтвердых материалов (при условии соблюдения при этом процентного соотношения компонентов шихты). Использование известняка с условной твердостью ниже заявляемой (пример 8) приводит к тому, что снижается выход алмазов в одном опыте. Использование известняка с более высокой условной твердостью приводит к увеличению количества взрывов реакционной ячейки аппарата высокого давления, т.е. числа разгерметизаций (пример 9). Снижение количественного соотношения связующего (пример 5) является причиной разрушения контейнеров еще при снаряжении. Повышение количества связующего выше заявляемого (пример 4) приводит к снижению выхода алмазов в одном опыте. Таким образом, только в пределах заявляемых соотношений достигается решение поставленной технической задачи, а именно снижение количества разгерметизаций контейнеров при высоком выходе сверхтвердых материалов в одном опыте.

Таблица сравнительных испытаний

№№ п/п	Наполни- тель, мас. %	Связую- щее, мас. %	Условн. тверд., МПа	Выход алмаза, карат	Кол-во взрывов, %	Примечание
1	Лит.камень (известняк) 80	Бакелит, лак 20	250	23	15	40% кон- тейнеров разруши- лись при снаряжен.
2	Лит.камень 95	Бакелит, лак 5	200	22	10	
3	Лит.камень 85	Бакелит, лак 15	250	25	13	
4	Лит.камень 78	Бакелит, лак 22	200	15	28	
5	Лит.камень 97	Бакелит, лак 3	200	10	5	
6	Лит.камень 85	ПВС(поли- винил, спирт) 15	300	24	20	
7	Лит.камень 85	ПВС 15	100	22	4	
8	Лит.камень 85	Бакелит, лак 15	70	5	1	
9	Лит.камень 85	Бакелит, лак 15	350	18	40	
10	Прототип			22	37	