



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

000134
для служебного пользования ЭКЗ №

(19) **SU** (11) **1027878** **A**

3150 В 01 J 3/06

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3285112/23-26

(22) 08.05.81

(72) В. Н. Барабан, П. И. Глушко,
Ю. В. Жеребцов, В. И. Змий,
В. Ф. Зеленский, Г. Н. Картмазов,
В. М. Криворучко, В. М. Кривоспиц-
кий, В. Г. Маринин, Ю. И. Поляков,
С. Г. Руденский и О. А. Саванович
(53) 66.083(088.8)

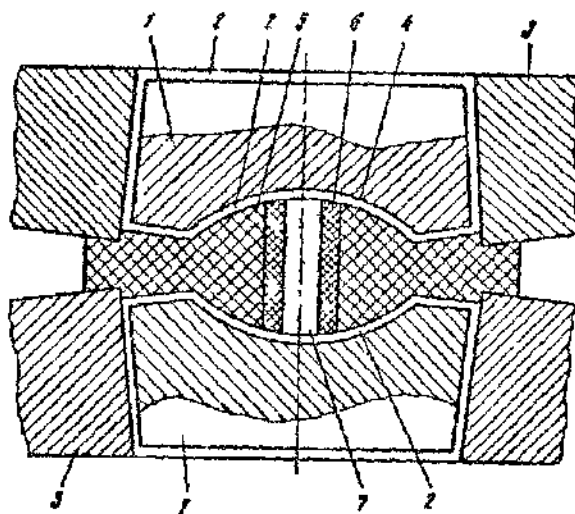
(56) 1. Авторское свидетельство СССР
№ 807524, кл. В 01 J 3/06, 1976
(непубл.).

2. Авторское свидетельство СССР
№ 646489, кл. В 01 J 3/06, 1974
(непубл.).

3. Авторское свидетельство СССР
по заявке № 3233133/26,
кл. В 01 J 3/06, 1980, непубл.
(прототип).

(54)(57) 1. УСТРОЙСТВО СВЕРХВЫСОКОГО
ДАВЛЕНИЯ И ТЕМПЕРАТУРЫ, содержащее
соосно установленные, скрепленные
поддерживающими кольцами матрицы с
центральной углублениями на обра-
щенных один к другому торцах, покры-
тие из тугоплавкого металла, нане-
сенное на поверхность центральных
углублений, и контейнер с нагревате-
лем и обрабатываемым образцом, разме-
щенный в центральных углублениях,
отличающееся тем, что, с
целью увеличения эксплуатационной
стойкости устройства, на всей по-
верхности матрицы дополнительно на-
несено пиролитическое покрытие из
тугоплавкого металла.

2. Устройство по п. 1, отли-
чающееся тем, что покрытие
выполнено из вольфрама или молибдена.



(19) **SU** (11) **1027878** **A**

Изобретение относится к устройствам для создания сверхвысоких давлений и высоких температур, в частности для синтеза сверхтвердых материалов (СТМ), таких как искусственные алмазы, кубический нитрид бора и др.

Известно устройство для создания сверхвысокого давления и температуры, с помощью которого осуществляют синтез СТМ, состоящее из двух расположенных соосно, опрессованных скрепляющими кольцами, твердосплавных матриц с центральными углублениями на обращенных одна к другой рабочих поверхностях, контейнера из теплоизоляционного материала, в котором используются прокладки из пластичного металла (меди, алюминия), которые помещают в кольцевых углублениях между боковой поверхностью матриц и поддерживающих колец [1].

Известно также устройство, в котором на боковую поверхность матрицы наносят покрытие из меди или алюминия [2]. Покрытие боковой поверхности матриц так же, как и прокладки, не могут придать матрицам качественно новых свойств, оно лишь в определенной степени сглаживает поверхности матрицы и контактирующего материала (медь, алюминий) в качестве пластичной прокладки способствует, главным образом, более равномерному распределению прилагаемого к матрице со стороны поддерживающего кольца усилия на элементы боковой поверхности матрицы, тем самым предупреждая возникновение локальных механических напряжений, превышающих напряжение, соответствующее пределу прочности материала матрицы или же предельному усилию, необходимому для развития на поверхности матрицы трещин и др. дефектов. Указанные пути решения проблемы повышения стойкости устройств частично предотвращают прогар, снижают вероятность хрупкого разрушения матрицы, однако они не могут привести к значительному увеличению срока службы устройства.

Наиболее близким к предложенному устройству по технической сущности и достигаемому эффекту является устройство для создания сверхвысокого давления и температуры, содержащее соосно установленные, скрепленные

поддерживающими кольцами матрицы с центральными углублениями на обращенных одна к другому торцам, покрытие из тугоплавкого металла, нанесенное на поверхность центральных углублений, и контейнер с нагревателем и обрабатываемым образцом, размещенным в центральных углублениях [3].

Недостатком этого устройства является отсутствие защиты от повреждений боковой, опорной и части рабочей поверхности матрицы (на рабочей поверхности защищена только лунка), что приводит к снижению эксплуатационной стойкости устройства.

Целью изобретения является увеличение эксплуатационной стойкости устройства.

Поставленная цель достигается тем, что в устройстве сверхвысокого давления и температуры, содержащем соосно установленные, скрепленные поддерживающими кольцами матрицы с центральными углублениями на обращенных одна к другому торцах, покрытие из тугоплавкого металла, нанесенное на поверхность центральных углублений, и контейнер с нагревателем и обрабатываемым образцом, размещенный в центральных углублениях, на всей поверхности матрицы дополнительно нанесено пиролитическое покрытие из тугоплавкого металла (из вольфрама или молибдена).

Отличие устройства заключается в том, что на всей поверхности матрицы дополнительно нанесено пиролитическое покрытие из тугоплавкого металла, выполненного, например, из вольфрама или молибдена.

Существо предлагаемого решения сводится к тому, что выполнение матриц с покрытием по всей поверхности, с одной стороны, вследствие заглаживания поверхностных дефектов (микротрещин, раковин и др.) приводит к упрочнению исходного материала, а с другой стороны, вследствие более высокой электропроводности уменьшает контактное сопротивление между нагревателем и поверхностью матрицы и тем самым предотвращает ее прогар, что в конечном итоге приводит к увеличению срока службы устройства сверхвысокого давления. Наличие более пластичного наружного слоя на всей поверхности матриц снижает вероят-

ность трещинообразования на поверхности матриц вследствие локализации термомеханических напряжений демпфирования за счет пластической деформации слоя, работающего в условиях всестороннего сжатия.

На чертеже изображено предложенное устройство, разрез.

Оно содержит матрицы 1, на каждую из которых по всей поверхности нанесено покрытие 2, матрицы 1 запрессованы в опорных кольцах 3. Между центральными углублениями 4 расположен контейнер 5, в отверстии которого помещен графитовый нагреватель 6 и реакционная смесь 7.

При воздействии усилия на опорные поверхности матриц, развиваемого прессом (не показан), матрицы 1 сближаются, контейнер 5, нагреватель 6 и реакционная смесь 7 деформируются. В центральных углублениях 4 матриц 1 создается высокое давление (30-80 кбар). При пропускании электрического тока через нагреватель 6 создается высокая температура (1280-1750°C). Покрытие 2 защищает матрицы 1 от прогорания и разрушения. В качестве материала покрытия были опробованы вольфрам и молибден. Результаты испытаний представлены в табл. 1 и 2.

В табл. 1 представлены данные по эксплуатационной стойкости матриц с покрытиями из пиролитического вольфрама толщиной 0,10-0,15 мм и матриц, изготовленных по прототипу.

1. Матрицы изготовлены из твердого сплава ВК 6.

2. Габаритные размеры матриц: высота 25 мм, диаметр 45 мм.

3. Матрицы испытывали в режиме синтеза АСПК (температура синтеза 1750-1800°C, давление синтеза 80 кбар, время выдержки 7-15 с, объем реакционной ячейки 0,25 см³, усилие пресса 500 т.с.).

В табл. 2 представлены данные по эксплуатационной стойкости матриц с покрытиями из пиролитического молибдена, толщиной 0,08-0,10 мм и матриц, изготовленных по прототипу.

1. Матрицы изготовлены из твердого сплава ВК-6.

2. Габаритные размеры матриц: высота 15 мм, диаметр 35 мм.

3. Матрицы испытывали в режиме синтеза АСО (температура синтеза

1250-1300°C, давление синтеза 45-50 кбар, время выдержки 15-30 с, объем реакционной ячейки 0,9 см³, усилие пресса 500 т.с.).

Во всех случаях наблюдается эффект увеличения стойкости таких твердосплавных матриц по сравнению с прототипом, особенно до прогара. Величина этого эффекта зависит от многих факторов, в частности от выбора материала покрытия, способа формирования, условий синтеза и др. Лучшие результаты из опробованных устройств были достигнуты при наличии вольфрамового покрытия толщиной 150-200 мк, полученного при разложении хлорида вольфрама в вакууме на операции синтеза "Карбонадо". Это обусловлено тем, что вследствие высоких давлений (60-70 кбар) и температур (1500-1700°C) матрицы испытывают большие сдвиговые напряжения, которые приводят к их сравнительно быстрому разрушению. Одновременно высокие температуры усугубляют процесс, т.к. прогар, по существу, является мощным дополнительным источником различного рода поверхностных дефектов. Наличие сравнительно пластичного и электропроводного покрытия тормозит процесс разрушения вследствие заживления поверхностных микродефектов и частичной релаксации сдвиговых напряжений за счет проявления пластической деформации. Покрытие всей поверхности матрицы согласно изобретению соответствует, по существу, созданию матрицы с новым комплексом свойств, приводящих к положительному эффекту в сравнении с известными устройствами, которые не позволяют создать матрицу с подобным комплексом свойств, поскольку, с одной стороны, покрытие лишь центрального углубления принципиально не может привести, например, к заживлению дефектов по всей поверхности матрицы, с другой стороны, покрытие или прокладки на боковой поверхности матрицы предназначены для согласования свойств матрицы и поддерживающего кольца (с точки зрения оптимизации коэффициента скольжения матрицы относительно поддерживающего кольца и т.п.), но ни в коем случае не изменяют свойств самой матрицы непосредственно, тем самым выполняя функцию, отличную от назначения предлагаемых типов покрытий.

Таким образом, предложенное устройство обладает более высокой стойкостью по сравнению с прототипом, особенно до прогара лулки вставки, что позволяет существенно повысить выход качественной продукции, сокра-

тить потребление дефицитного и дорогостоящего вольфрам-содержащего твердого сплава типа ВК и увеличить производительность труда при получении искусственных алмазов.

Т а б л и ц а 1

Показатель	Количество спеканий до прогорания центрального углубления	Количество спеканий до полного разрушения матриц
Известное устройство	11	160
Предложенное устройство	104	254
Коэффициент увеличения стойкости	9,5	1,59

П р и м е ч а н и е: а) в таблице приведены среднестатистические данные промышленных испытаний;

б) испытания проведены в заводских условиях цеха горного оборудования

Т а б л и ц а 2

Показатель	Количество спекания до прогорания центрального углубления	Количество спеканий до полного разрушения
Известное устройство	60	235
Предложенное устройство	162	317
Коэффициент увеличения стойкости	2,7	1,4