

Изобретение относится, к синтезу алмаза и может быть использовано на предприятиях по производству алмаза и алмазного инструмента.

Известен способ получения алмаза [1], при котором воздействуют высоким давлением и температурой, лежащими в области термодинамической стабильности алмаза на шихту, содержащую искусственный графит, металлический катализатор-растворитель и аморфный углерод в следующих пропорциях, (масс. %):

искусственный графит - 44-49%

аморфный углерод - 0,5-6%

металл или сплав

элементов 8-ой группы и

марганца

- остальное.

Недостатком способа являются недостаточно высокий выход алмаза и его прочность, а также высокие параметры синтеза, что приводит к снижению срока службы аппаратов высокого давления (АВД).

Известен способ получения алмаза, при котором воздействуют высокими давлением и температурой, лежащими в области термодинамической стабильности алмаза, на шихту, содержащую катализатор-растворитель и углеродный материал, в которую вводят добавку Fe_2O_3 или Fe_3O_4 в количестве 3-10 масс. % от веса катализатора растворителя (прототип) [2].

Недостатками способа являются невысокие выход алмаза и его прочность, высокие параметры синтеза, что приводит к снижению срока службы АВД.

Задачей изобретения является разработка такого способа получения алмаза, который позволил бы повысить выход алмаза, увеличить срок службы АВД, а также увеличить прочность алмаза путем введения в шихту добавок, снижающих параметры синтеза.

Поставленная задача решается тем, что а способе получения алмаза путем воздействия высокого давления и температуры в области термодинамической стабильности алмаза на шихту, содержащую графит и катализатор-растворитель, согласно изобретению, в шихту предварительно вводят добавку, разлагающуюся в условиях процесса с образованием водорода в количестве, обеспечивающем содержание водорода 0,002-0,03 мас.% от массы катализатора-растворителя, а графит и катализатор-растворитель берут в соотношении 3-7:7-3.

В качестве добавки используют вещество из ряда, включающего пентан, пентадекан, парафин, нафталин, ферроцен, канифоль, каучук, гидрид меди, гидрид титана, боргидрид алюминия, декаборан, лимонную или аскорбиновую кислоты, крахмал, глюкозу, пентозу.

Кроме того, дополнительно вводят в шихту оксид металла из ряда, включающего оксид меди (II), оксид цинка, оксид свинца (II) в количестве, обеспечивающем содержание кислорода 0.1-1,2 масс. % от массы катализатора-растворителя с добавкой.

Исследованиями автора было установлено, что совместное введение водородсодержащих добавок и добавок кислорода в виде оксидов металлов приводит к повышению прочности алмазов, так как при этом образуются кристаллы алмаза более изометричной формы.

Конкретный пример осуществления способа получения алмаза.

Для получения алмаза использовали АВД типа наковальни с лункой. Диаметр лунки 58 мм. Реакционный состав представлял собой шихту - однородную смесь катализатора-растворителя $\text{Ni}_{0.5} - \text{Mn}_{0.5}$ (50 мас. %) и графита (50 мас. %), в которую была введена путем перемешивания добавка из класса ациклических предельных углеводов - пентан C_5H_{12} в количестве 0,05 масс. %, обеспечивающем содержание водорода 0,010 масс. % от массы катализатора-растворителя. Давление и температуру выбирали в области термодинамической стабильности алмаза, $p = 4.0$ ГПа; $t = 1300^\circ\text{C}$. Время выдержки 15 мин. Средний выход алмазов составил 19,5 ст/цикл. Прочность кристаллов алмаза составила 133 Н. Срок службы АВД - 78 циклов.

По технологии, изложенной выше был проведен ряд серий опытов, с добавками водорода, результаты которых по сравнению с прототипом приведены в таблице 1.

Результаты опытов, в которых была использована добавка кислорода, приведены в табл.2 (добавка водорода выбиралась близкой к оптимальной по табл.1).

Из анализа таблицы 2 можно сделать вывод, что совместное введение элементов водорода и кислорода (в заявляемых пределах) приводит к увеличению прочности алмаза.

Т а б л и ц а 1

Результаты синтеза алмаза с добавками водорода

№	Графит (%) маталл (%)	Добавка водо- рода, соединение	Содержание водорода, мас. %	Параметры процесса синтеза	
				P, ГПа	T, °C
1	50/50	нет (прототип)	0	4,4	1340
2	—"	пентан C_5H_{12}	0,010	4,0	1300
3	—"	пентадекан $\text{C}_{15}\text{H}_{32}$	0,012	4,0	1300
4	—"	парафин $\text{C}_{35}\text{H}_{72}$	0,012	4,0	1300
5	—"	нафталин C_{10}H_8	0,001	4,4	1340
6	—"	—"	0,002	4,4	1340
7	—"	—"	0,0005	4,3	1330

Продолжение табл. 1

№	Графит (%) маталл (%)	Добавка водо- рода, соединение	Содержание водорода, мас. %	Параметры процесса синтеза	
				Р, ГПа	Т, °С
8	—	—	0,075	4,2	1320
9	—	—	0,010	4,1	1310
10	—	—	0,0128	4,0	1300
11	—	—	0,015	4,1	1310
12	—	—	0,020	4,2	1320
13	—	—	0,026	4,3	1330
14	—	—	0,030	4,4	1340
15	—	—	0,040	4,5	1340
16	—	—	0,048	4,6	1340
17	—	ферроцен	0,011	4,0	1300
18	—	канифоль	0,012	4,0	1300
19	—	каучук	0,012	4,0	1300
20	50/50	гидрид меди CuH ₂	0,012	4,0	1300
21	—	гидрид тита- на TiH ₂	0,012	4,0	1300
22	—	декаборан B ₁₀ H ₁₄	0,012	4,0	1300
23	—	гидрид алюминия Al(BH ₄) ₃	0,011	4,0	1300
24	30/70	нафталин C ₁₀ H ₈	0,0128	4,0	1300
25	20/80	—	—	4,2	1320
26	70/30	—	—	4,1	1300
27	80/20	—	—	4,1	1300
28	графит Fe-Ni	нафталин C ₁₀ H ₈	0,010	4,1	1310
29	50/50 графит Fe-Co	нафталин C ₁₀ H ₈	0,010	4,2	1320
	50/50				

Продолжение табл. 1

№	Минимальное давление алмазо- образования, ГПа	Выход алмазов, ст	Срок службы АВД, циклы	Прочность, Н
1	4,03	13,0	63	130
2	3,77	19,5	78	133
3	3,76	19,8	75	132
4	3,76	20,1	69	131
5	3,97	13,0	63	130
6	3,97	13,4	65	131
7	3,90	15,9	67	131
8	3,83	17,8	69	133
9	3,76	19,0	72	131
10	3,76	19,7	76	130
11	3,85	18,3	71	133
12	3,95	14,9	68	132
13	3,99	14,2	65	132
14	4,03	13,3	64	131
15	4,06	12,4	59	130
16	4,10	7,8	55	132
17	3,76	19,5	74	130

Продолжение табл. 1

№	Минимальное давление алмазо- образования, ГПа	Выход алмазов, ст	Срок службы АВД, циклы	Прочность, Н
18	3,76	19,8	76	133
19	—"	19,1	73	132
20	—"	19,7	75	131
21	—"	19,4	78	132
22	—"	19,8	74	133
23	—"	19,6	77	131
24	3,81	14,3	65	131
25	3,92	11,4	56	131
26	3,79	13,4	75	133
27	3,83	9,9	78	130
28	3,80	18,1	74	132
29	3,90	19,2	70	131

Таблица 2

Результаты синтеза алмаза с совместным введением водорода и кислорода

№	Графит %, ме- талл %	Добавка водо- рода, соединение	Добавка кислорода, соединение	Содержание элементов, мас. %	
				водород	кислород
1	50/50	нет (прототип)		—	—
30	50/50	лимонная кислота		0,01	0,12
31	—"	крахмал		0,014	0,112
32	—"	глюкоза		0,014	0,112
33	—"	пентоза		0,014	0,112
34	—"	аскорбиновая кислота		0,005	0,06
35	—"	—"		0,01	0,12
36	—"	—"	CuO	0,01	0,20
37	—"	—"	—"	0,01	0,30
38	—"	—"	—"	0,01	0,40
39	—"	—"	—"	0,01	0,50
40	—"	—"	—"	0,01	0,60
41	—"	—"	—"	0,01	0,70
42	—"	—"	—"	0,01	0,80
43	—"	—"	—"	0,01	0,90
44	—"	—"	—"	0,01	1,00
45	—"	—"	—"	0,01	1,20
46	—"	—"	—"	0,01	1,30
47	—"	нафталин	CuO	0,01	0,05
48	—"	—"	—"	0,01	0,10
49	—"	—"	—"	0,01	0,20
50	—"	—"	—"	0,01	0,30
51	—"	—"	—"	0,01	0,40
52	—"	—"	—"	0,01	0,50
53	—"	—"	—"	0,01	0,60
54	—"	—"	—"	0,01	0,70
55	—"	—"	—"	0,01	0,80
56	—"	—"	—"	0,01	0,90
57	—"	—"	—"	0,01	1,00
58	—"	—"	—"	0,01	1,20
59	—"	—"	—"	0,01	1,30
60	—"	—"	PbO	0,01	0,40
61	—"	—"	ZnO	0,01	0,40

Продолжение табл. 2

№	Параметры процесса синтеза		Выход алма- зов, ст	Срок службы АВД, циклы	Прочность, Н
	Р, ГПа	Т, °С			
1	4,4	1340	13,0	63	130
30	4,0	1300	20,8	69	133
31	—	—	19,5	71	135
34	—	—	21,3	70	134
33	—	—	19,1	73	138
34	—	—	17,6	70	126
35	—	—	19,9	75	136
36	—	—	21,6	72	143
37	—	—	22,9	73	154
38	—	—	22,6	74	162
39	—	—	24,1	74	168
40	—	—	25,4	70	176
41	—	—	25,0	72	178
42	—	—	24,6	70	160
43	—	—	25,0	74	154
44	—	—	23,1	71	146
45	—	—	21,1	74	137
46	—	—	20,5	73	129
47	—	—	20,1	71	127
48	—	—	20,8	74	131
49	—	—	21,6	68	136
50	—	—	22,9	72	149
51	—	—	24,1	71	158
52	—	—	25,1	70	170
53	—	—	25,0	69	174
54	—	—	25,2	73	179
55	—	—	24,4	67	162
56	—	—	25,3	73	156
57	—	—	22,8	72	146
58	—	—	21,0	69	137
59	—	—	20,1	73	129
60	—	—	21,3	72	147
61	—	—	24,1	70	149