



УКРАЇНА

(19) UA (11) 79645 (13) C2
(51) МПК (2006)
B01J 3/06

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) АПАРАТ ДЛЯ СТВОРЕННЯ ВИСОКОГО ТИСКУ І ТЕМПЕРАТУРИ

1

(21) а200504591
(22) 17.05.2005
(24) 10.07.2007
(46) 10.07.2007, Бюл. № 10, 2007 р.
(72) Боримський Олександр Іванович
(73) Інститут надтвердих матеріалів ім.В.М.Бакуля
НАН України, Боримський Олександр Іванович
(56) UA 7325, B01J3/06, B22F3/15, 1995
UA 20524, B01J3/06, 1997
UA 5087, B01J3/06, 1994
US 3746484, B30B11/32, 1973
US 3732043, B30B11/32, 1973
GB 1524621, B01J3/06, 1978
Сверхтвердые материалы. Получение и применение. Монография в 6 т./ Под общей редакцией

2

акад. НАН Украины Н.В.Новикова. Том 1. Синтез алмаза и подобных материалов. / Под ред. члена-корр. НАН Украины А.А.Шульженко. - Киев, 2003, С.30-45.

(57) Апарат для створення високого тиску і температури, що містить дві сталеві матриці із центральними заглибленнями на обернених один до одного торцях, запресовані в блоки скріпних кілець, та встановлений в заглибленнях контейнер з порожниною для розміщення зразка, який **відрізняється** тим, що матриці виконано із сталі з твердістю HRC 59...64, а відношення площі поперечного перерізу заглиблення до площі поперечного перерізу матриці складає 0,28...0,31.

Винахід відноситься до апаратів для створення високого тиску і температури (АВТ) і може бути використаний для обробки зразків різного призначення, наприклад, для синтезу надтвердих матеріалів (НТМ), таких як алмаз та кубічний нітрид бору (КНБ), а також для спікання полікристалів на їх основі.

Відомий АВТ для синтезу НТМ, який включає дві співвісно встановлені блок-матриці, кожна з яких містить матрицю із заглибленням в формі сферичного сегменту, запресовану в блок скріпних кілець, та встановлений в заглибленнях між блок-матрицями контейнер з порожниною для розміщення реакційної шихти [патент Великобританії №1360281, кл. МПК² B01J3/00, опубл. в 1974р.].

Основний недолік вказаного АВТ - порівняно невеликий об'єм порожнини в контейнері для розміщення реакційної шихти.

Більш ефективним при синтезі НТМ є використання АВТ, який відрізняється від розглянутого раніше тим, що заглиблення в його матрицях мають форму сфери спряженої з конусом [патент США №3732043, кл. МПК B30B11/32, опубл. в 1973р.], завдяки чому збільшено об'єм порожнини в контейнері для розміщення реакційної шихти.

Для виготовлення матриць вказаних АВТ використовуються тверді сплави різних марок, наприклад, сплав марки ВК6. АВТ з матрицями із твердих сплавів широко використовуються для

синтезу НТМ на пресових установках при зусиллі навантаження до 6,3МН.

Спроби створити АВТ з матрицями із твердих сплавів для синтезу НТМ на пресових установках при більших зусиллях навантаження не привели до бажаних результатів - при збільшенні геометричних параметрів матриць мало місце різке зменшення їх довговічності внаслідок негативного впливу масштабного фактору на механічні властивості твердих сплавів, що робило їх використання економічно недоцільним [Сверхтвердые материалы. Получение и применение: В 6 т. / Под общ. ред. Н. В. Новикова. - Київ: ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ "АПКОН" НАНУ, 2003. - Том 1: Синтез алмаза и подобных материалов / Отв. ред. А. А. Шульженко. - С.30-45].

Відомий також найбільш близький за технічною суттю до винаходу АВТ, що містить дві сталеві матриці із центральними заглибленнями на звернутих один до одного торцях, запресовані в блоки скріпних кілець, та встановлений в заглибленнях контейнер з порожниною для розміщення зразка [пат. № 5087 Україна, МПК² B01J3/06, опубл. в 1994р.].

Використання сталі для виготовлення матриць дозволило створити ефективні АВТ для синтезу НТМ на пресових установках при зусиллях навантаження до 50МН завдяки значно меншому негативному впливу масштабного фактору на механічні властивості сталей в порівнянні із твердими

(13) C2

(11) 79645

(19) UA

сплавами [Сверхтвердые материалы. Получение и применение: В 6 т. / Под общ. ред. Н. В. Новикова. - Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ "АЛКОН" НАНУ, 2003. - Том 1: Синтез алмаза и подобных материалов / Отв. ред. А. А. Шульженко. - С.30-45].

Для виготовлення матриць АВТ для синтезу НТМ використовуються переважно швидкорізальні сталі різних марок, наприклад, сталь марки Р6М5, та штампові сталі, наприклад, сталі марок Х6Ф4М (ЭП770), 6Х4М2ФС (ДИ55), 11Х4Ф3С2В2М (ДИ37). Твердість сталевих матриць звичайно складає HRC 59...65.

Слід відмітити, що в АВТ зі сталевими матрицями, які використовуються для синтезу НТМ на пресових установках при зусиллях навантаження від 6,3 до 50МН, відношення площі поперечного перерізу заглиблень в матрицях до площі поперечного перерізу матриць (площа поперечного перерізу матриць вимірюється зі сторони заглиблень), яке визначається за формулою $K=d_y^2/D_m^2$, де d_y - діаметр заглиблення в матриці, а D_m - зовнішній діаметр матриці, знаходиться в діапазоні 0,32-0,34.

Блоки скріпних кілець в залежності від призначення АВТ, геометричних параметрів блока, і механічних характеристик матеріалу кілець містять від 2 до 7 елементів. Для виготовлення кілець найчастіше застосовують загартовані конструкційні сталі, наприклад, сталь марки 35ХГСА.

Слід відзначити як один із суттєвих недоліків, який має місце при використанні АВТ зі сталевими матрицями в порівнянні з АВТ з матрицями із твердих сплавів, значно більшу їх пластичну деформацію в процесі синтезу НТМ [Сверхтвердые материалы. Получение и применение: В 6 т. / Под общ. ред. Н. В. Новикова. - Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ "АЛКОН" НАНУ, 2003. - Том 1: Синтез алмаза и подобных материалов / Отв. ред. А. А. Шульженко. - С.30-45]. Значна пластична деформація сталевих матриць обумовлена меншими значеннями механічних характеристик сталей в порівнянні з твердими сплавами. В результаті пластичної деформації сталевих матриць збільшується їх зовнішній діаметр, що призводить до підвищення контактного тиску між матрицями та блоками скріпних кілець. Збільшення навантаження на блоки скріпних кілець призводить до передчасного їх руйнування, в результаті чого зменшується довговічність АВТ. Довговічність АВТ визначається кількістю робочих циклів до виходу його із ладу в результаті руйнування блоку скріпних кілець, або матриць.

В основу винаходу покладено завдання такого вдосконалення АВТ зі сталевими матрицями, при якому за рахунок оптимізації геометричних параметрів матриць значно зменшується їх пластична деформація в процесі експлуатації, завдяки чому зменшується навантаження на блоки скріпних кілець і, як наслідок, підвищується довговічність АВТ.

Для вирішення поставленого завдання в АВТ, що містить дві сталеві матриці із центральними заглибленням на звернутих один до одного торцях, запресовані в блоки скріпних кілець, та встановлений в заглибленнях контейнер з порожниною

для розміщення зразка, згідно з винаходом відношення площі поперечного перерізу заглиблення до площі поперечного перерізу матриці складає 0,28...0,31, матеріал матриці має твердість HRC 59...64.

Конкретне значення для вибору відношення площі поперечного перерізу заглиблення до площі поперечного перерізу матриці із вказаного оптимального діапазону вибирають у кожному конкретному випадку індивідуально з урахуванням умов експлуатації АВТ.

Вказаний оптимальний діапазон значень для відношення площі поперечного перерізу заглиблень в матрицях до площі поперечного перерізу матриць встановлено в результаті проведених нами експериментів по синтезу НТМ в АВТ зі сталевими матрицями, геометричні параметри яких змінювалися в широкому діапазоні. При проведенні експериментів для кожного АВТ із зафіксованою площею заглиблення визначали таке мінімальне значення площі поперечного перерізу матриці, при якому довговічність АВТ при синтезі НТМ досягала найбільших значень.

Так, при виготовленні АВТ зі сталевими матрицями, для яких відношення площі поперечного перерізу заглиблень в матрицях до площі поперечного перерізу матриць становило менше величини 0,28, не спостерігалось подальшого підвищення довговічності АВТ. При виготовленні АВТ, для яких відношення площі поперечного перерізу заглиблень в сталевих матрицях до площі поперечного перерізу матриць перевищувало величину 0,31, мало місце суттєве зменшення довговічності АВТ при синтезі НТМ внаслідок передчасного руйнування скріпних кілець в результаті пластичної деформації матриць.

Як показали проведені нами експерименти, при синтезі НТМ в АВТ з встановленим нами оптимальним відношенням площі поперечного перерізу заглиблення в сталевих матрицях до площі поперечного перерізу матриць оптимальне значення їх твердості, як і для АВТ відомих конструкцій, складає HRC 59...64. При меншому значенні твердості сталевих матриць значно зростає їх пластична деформація, що призводило до зниження довговічності АВТ в результаті передчасного руйнування скріпних кілець, а при збільшенні твердості мало місце передчасне руйнування матриць внаслідок різкого зменшення їх пластичності. Конкретне значення для вибору твердості матриць із вказаного діапазону необхідно вибирати у кожному конкретному випадку індивідуально з урахуванням умов експлуатації АВТ.

АВТ пропонованої конструкції (можливі варіанти виготовлення) показано на Фіг.1-3 (АВТ для синтезу алмазу) та Фіг.4-6 (АВТ для синтезу КНБ). Для більшої наочності, АВТ на Фіг.1-3 та Фіг.4-6 представлено в розімкнутому вигляді, де на Фіг.1,3 та Фіг.4,6 показано блок-матриці апаратів, а на Фіг.2, та на Фіг.5 показано контейнери в зборі з розміщеними в них деталями.

Кожен із АВТ (Фіг.1-6) включає дві співвісно встановлені блок-матриці 1 твердістю HRC 59...64, кожна з яких містить сталеву матрицю 2, зовнішній діаметр якої дорівнює D_m , із заглибленням діаметр

ром d_3 , запресовану в блок скріпних кілець 3. В заглибленнях між блок-матрицями 1 встановлено контейнер 4 з порожниною 5 для розміщення реакційної шихти 6, шайб 7 та нагрівачів 8. Контейнери 4, а також шайби 7 виготовлено із тепло- та електроізоляційного матеріалу, наприклад, із вапняку. Нагрівачі 8 виготовлено із графіту.

Зазначимо, що для виготовлення пропонованих АВТ, представлених на Фіг.1-6, використано матеріали та технології, які широко використовуються при виготовленні АВТ відомих конструкцій. Зазначимо також, що реакційна шихта 6 для синтезу алмазу (Фіг.1-3) є електропровідним матеріалом, в той час як реакційна шихта 6 для синтезу КНБ (Фіг.4-6) являється не електропровідною.

АВТ кожної із представлених конструкцій працює наступним чином.

Для створення високого тиску АВТ встановлюють в робочому просторі преса (на малюнку умовно не показаний) і стискають зусиллям заданої величини. При цьому матриці 2 в свою чергу стискають контейнер 4 із реакційною шихтою 6, шайбами 7 та нагрівачами 8. Частина матеріалу контейнера 4 при його стисканні видавлюється в зазор між матрицями 2, утворюючи ущільнюючу прокладку.

Після створення в АВТ високого тиску, необхідного для синтезу НТМ, нагрівають реакційну шихту 6 до температури синтезу. Для нагрівання реакційної шихти 6 пропускають електричний струм упродовж часу, необхідного для синтезу НТМ через матриці 2, нагрівачі 8 та електропровідну реакційну шихту 6 (Фіг.1-3), або через матриці 2 та нагрівач 8 (Фіг.4-6).

Після завершення процесу синтезу відключають електричний струм, зменшують зусилля преса, АВТ виймають із робочого простору преса, проводять заміну контейнера 4 із шайбами 7, нагрівачами 8 та реакційною шихтою 6 і експеримент повторюють.

Розглянемо приклади конкретного виконання апарата для створення високого тиску і температури.

Приклад 1. Виготовляли АВТ (Фіг.1-3) зі сталевими матрицями 2, зовнішній діаметр D_m яких дорівнював 75мм, а діаметр заглиблено d_3 дорівнював 40мм. Для вказаного АВТ відношення площі заглиблень в матрицях 2 до площі поперечного перерізу матриць 2 складало величину 0,28. Матриці 2 виготовляли із швидкорізальної сталі марки Р6М5 твердістю HRC 61...63. Матриці 2 були запресовані в блоки скріпних кілець 3. В контейнері 4 розміщували реакційну шихту 6 для синтезу алмазу.

АВТ випробовували при синтезі алмазу, для чого його стискали за допомогою преса для створення в реакційній шихті 6 тиску, необхідного для синтезу алмазу. Після цього реакційну шихту 6 нагрівали до температури синтезу алмазу упродовж 300с. Необхідні для синтезу алмазу зусилля навантаження АВТ та температуру нагрівання реакційної шихти 6 встановлювали експериментально.

В результаті проведених експериментів була визначена довговічність АВТ, яка була прийнята

нами за величину, рівну 1, для зручності порівняння між собою АВТ з однаковим діаметром заглиблень d_3 в матрицях 2, рівним 40мм, як пропонованих, так і відомих конструкцій (порівнювати між собою АВТ з різними значеннями d_3 ми вважаємо некоректним).

Приклад 2. Було виготовлено та випробувано при синтезі алмазу АВТ, який відрізнявся від АВТ, представленого в прикладі 1, тільки зовнішнім діаметром D_m матриць 2, який дорівнював 72мм. Для вказаного АВТ відношення площі заглиблень в матрицях 2 до площі поперечного перерізу матриць 2 дорівнювало 0,31.

В результаті проведених експериментів була визначена довговічність АВТ, яка дорівнювала 0,95.

Приклад 3. Було виготовлено та випробувано при синтезі алмазу АВТ, який відрізнявся від АВТ, представленого в прикладі 1, тільки зовнішнім діаметром D_m матриць 2, який дорівнював 74мм. Для вказаного АВТ відношення площі заглиблень в матрицях 2 до площі поперечного перерізу матриць 2 складало величину 0,29.

В результаті проведених експериментів була визначена довговічність АВТ, яка дорівнювала 0,98.

Приклад 4. Було виготовлено та випробувано при синтезі алмазу АВТ, який відрізнявся від АВТ, представленого в прикладі 1, тільки зовнішнім діаметром D_m матриць 2, який дорівнював 70мм. Для вказаного АВТ відношення площі заглиблень в матрицях 2 до площі поперечного перерізу матриць 2 складало величину 0,33.

В результаті проведених експериментів була визначена довговічність АВТ, яка дорівнювала 0,90.

Приклад 5. Було виготовлено та випробувано при синтезі алмазу АВТ, який відрізнявся від АВТ, представленого в прикладі 1, тільки зовнішнім діаметром D_m матриць 2, який дорівнював 74мм. Для вказаного АВТ відношення площі заглиблень в матрицях 2 до площі поперечного перерізу матриць 2 складало величину 0,29.

В результаті проведених експериментів була визначена довговічність АВТ, яка дорівнювала 0,98.

Приклад 6. Було виготовлено АВТ (Фіг.4-6) для синтезу КНБ, який відрізнявся від АВТ, представленого в прикладі 1, використанням іншого складу реакційної шихти 6 та формою нагрівачів 8. Матриці 2 виготовляли із швидкорізальної сталі марки Р6М5 твердістю HRC 58...61. Для вказаного АВТ відношення площі заглиблень в матрицях 2 до площі поперечного перерізу матриць 2 складало величину 0,28.

АВТ випробовували при синтезі КНБ, для чого, як і при синтезі алмазу, в реакційній шихті 6 створювали необхідні для синтезу тиск та температуру, які визначали експериментально. Синтез проводили упродовж 300с.

В результаті проведених експериментів була визначена довговічність АВТ, яка дорівнювала 0,95.

Приклад 7. Було виготовлено АВТ (Фіг.4-6) для синтезу КНБ, який відрізнявся від АВТ, представ-

леного в прикладі 4, використанням іншого складу реакційної шихти 6 та формою нагрівачів 8. Матриці 2 виготовляли із швидкорізальної сталі марки Р6М5 твердістю HRC 58...61. Для вказаного АВТ відношення площі заглиблень в матрицях 2 до площі поперечного перерізу матриць 2 складало величину 0,35.

АВТ випробовували при синтезі КНБ, як і в прикладі 5.

В результаті проведених експериментів була визначена довговічність АВТ, яка дорівнювала 0,84.

Приклад 8. Виготовляли АВТ (Фіг.1-3) зі сталевими матрицями 2, зовнішній діаметр D_m яких дорівнював 100мм, а діаметр заглиблено d_3 дорівнював 55мм. Матриці 2 виготовляли із швидкорізальної сталі марки Р6М5 твердістю HRC 62...64. Для вказаного АВТ відношення площі заглиблень в матрицях 2 до площі поперечного перерізу матриць 2 складало величину 0,30. Матриці 2 були запресовані в блоки скріпних кілець 3. В контейнері 4 розміщували реакційну шихту 6 для синтезу алмазу.

АВТ випробовували при синтезі алмазу, для чого його стискали за допомогою преса для створення в реакційній шихті 6 тиску, необхідного для синтезу алмазу. Після цього реакційну шихту 6

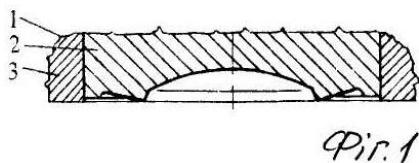
нагрівали до температури синтезу алмазу упродовж 300с. Необхідні для синтезу алмазу зусилля навантаження АВТ та температуру нагрівання реакційної шихти 6 встановлювали експериментально.

В результаті проведених експериментів була визначена довговічність АВТ, яка була прийнята нами за величину, рівну 1, для зручності порівняння між собою АВТ з однаковим діаметром заглиблень d_3 в матрицях 2, рівним 55мм, як пропонування, так і відомих конструкцій.

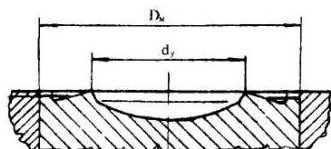
Приклад 9. Було виготовлено та випробовано при синтезі алмазу АВТ за прототипом, який відрізнявся від АВТ, представленого в прикладі 1, тільки зовнішнім діаметром D_m матриць 2, який дорівнював 95мм. Для вказаного АВТ відношення площі заглиблень в матрицях 2 до площі поперечного перерізу матриць 2 складало величину 0,34.

В результаті проведених експериментів була визначена довговічність АВТ, яка дорівнювала 0,92.

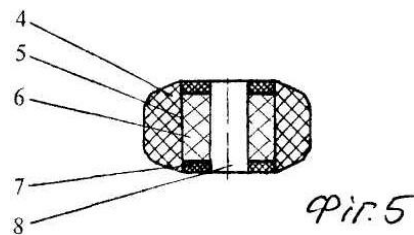
Як видно з представлених матеріалів, для АВТ відомої конструкції значення відношення площі поперечного перерізу заглиблення в матрицях 2 до площі поперечного перерізу матриць 2 знаходиться за межами встановленого нами шляхом експериментів діапазону.



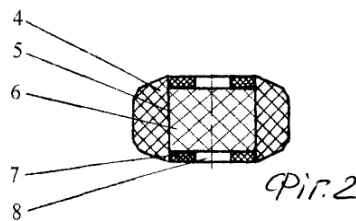
Фіг. 1



Фіг. 3



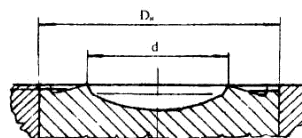
Фіг. 5



Фіг. 2



Фіг. 4



Фіг. 6