



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

для служебного пользования экз. № 100124

(SU) 1031086 A

3(50) C 01 B 31/06

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3363804/23-26
(22) 14.12.81
(72) А.И.Боримский и П.А.Нагорный
(71) Ордена Трудового Красного
Знамени институт сверхтвердых мате-
риалов АН Украинской ССР
(53) 546.26.162(088.8)
(56) 1. Патент США № 2947609,
кл. 23-209.1, 1958.
2. Патент Великобритании
№ 1049182, С 1 А, 1966 (прототип).

(54)(57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МОНОКРИС-
ТАЛЛОВ АЛМАЗА, включающий воздействие
высокого давления при температуре,
соответствующих стабильности алмаза,
на шихту, содержащую графит, металлы-
растворители и карбид тугоплавкого
металла, отличающийся тем, что, с целью снижения содержа-
ния металлических включений в алма-
зах, металлы-растворители и карбид
тугоплавкого металла используют в
виде сплава с содержанием карбида
0,2-4,5 мас.%.
ОПФ

(SU) 1031086 A

Изобретение относится к способам получения алмазов и может быть использовано в станкоинструментальной промышленности.

Известен способ получения порошков алмазов, включающий воздействие высокого давления (55-100 кбар) при температуре (1300-2000°C), соответствующих стабильности алмаза, на шихту, содержащую порошки графита и 80-90 мас.% металла - растворителя или их сплава [1].

Недостатком способа является достаточно высокое содержание металлических включений в алмазах и низкий выход монокристаллов.

Наиболее близким техническим решением является способ получения алмаза, включающий воздействие высокого давления (57-75 кбар) при температуре (1200-1600°C), соответствующих стабильности алмаза, на шихту, содержащую порошки графита (33-60 мас.%), металла - растворителя (20-60 мас.%) и карбида тугоплавких металлов (7-20 мас.%) [2].

Введение в шихту карбидов тугоплавких металлов увеличивает содержание правильных, хорошо ограниченных монокристаллов в продукте синтеза. Однако недостатком способа является достаточно большое количество металлических включений (до 1,5 мас.%) в монокристаллах алмаза.

Содержание металлических включений в алмазах является одной из основных характеристик, определяющих работоспособность алмаза в инструменте при обработке различных материалов. С увеличением содержания металлических включений в алмазах происходит снижение их работоспособности в инструменте.

Цель изобретения - снижение содержания металлических включений в алмазах (при увеличении выхода монокристаллов алмаза крупных зернистостей, например, 315/250 мкм).

Поставленная цель достигается тем, что способ получения монокристаллов алмаза включает воздействие высокого давления при температуре, соответствующей стабильности алмаза, на шихту, содержащую графит с металлами-растворителями и карбидом тугоплавкого металла в виде сплава, с содержанием карбида 0,2-4,5 мас.%.
55

Отличие заключается в том, что металлы-растворители и карбид тугоплавкого металла используют в виде сплава с содержанием карбида 0,2-4,5 мас.%.
5

Показано, что синтез алмазов с применением сплава металлов-растворителей с карбидами тугоплавких металлов, по сравнению с механической смесью тех же компонентов, резко снижает количество металлических включений в алмазах и увеличивает благодаря меньшему количеству центров кристаллизации, содержание алмазов крупных фракций в продукте синтеза.

Установлено, что по мере увеличения до определенной величины содержания карбидов тугоплавких металлов в сплаве уменьшается содержание металлических включений в алмазах, но в то же время несколько снижается содержание в продукте синтеза алмазов крупных зернистостей.

При содержании в сплаве карбидов тугоплавких металлов даже в небольших количествах, составляющих по массе порядка десятых долей процента, наблюдается заметное снижение содержания металлических включений в синтезируемых алмазах. Тем не менее, использовать сплавы, содержащие менее 0,2 мас.% карбидов тугоплавких металлов, не следует, так как в этих случаях практически весьма затруднительно обеспечить равномерное распределение карбидов по объему сплава при его изготовлении. Неравномерное распределение карбидов в сплаве приводит к получению при синтезе алмазов неоднородных по качеству, т.е. при имеющемся месте снижения содержания примесей в синтезируемых алмазах в целом, в партии алмазов содержится сравнительно много монокристаллов с высоким содержанием примесей.
45

При содержании карбидов в сплаве от 0,2 мас.% и более обеспечивается получение сравнительно однородного продукта по содержанию включений. При этом заметное снижение содержания включений в алмазах наблюдается при увеличении содержания карбидов в сплаве до 4-4,5 мас.%. Дальнейшее увеличение содержания карбидов в сплаве не приводит к ощутимому снижению содержания металлических включений и поэтому не целесообразно.

Следует отметить, что поставленная цель — снижение содержания включений в алмазах, достигается в случае, если сплав получают, сплавляя металл — растворитель углерода и карбиды тугоплавких металлов. В случае, если сплавить раздельно те же компоненты — металл и углерод, взятые в количествах, соответствующих количественно составу карбида, положительный эффект не достигается.

При синтезе монокристаллических алмазов используют карбид ванадия (ТУ 6-09-03-5-75), карбид ниобия (ТУ-09-03-6-75), карбид вольфрама (МРТУ 6-09-4838-67), карбид хрома (Т2-6-09-03-10-75), никель марки ПНХ1 ГОСТ 9222-71 и марганец МР 1 ГОСТ 6008-75, предварительно измельченный до размеров 0,8-1 мм.

В качестве металла — растворителя может быть использовано также железо и кобальт, а в качестве карбида тугоплавкого металла — карбиды тантала, хрома, ниобия, вольфрама и др.

Сплав металла — растворителя с карбидом получают смешиванием соответствующих порошков в смесителе в течение 1 ч до получения однородной смеси. Затем смесь порошков помещают в алундовый тигель специальной плавильной установки и нагревают со скоростью 200-250°C/мин до температуры, при которой получают расплав. В расплавленном состоянии материал выдерживают в течение 15 мин, после чего охлаждают на воздухе в тигле до комнатной температуры. Полученные цилиндрические слитки измельчают путем порезки на токарном станке с помощью специальных резцов. Затем полученную стружку рассеивают на ситах, отбирая для получения алмаза в основном частицы зернистостью 800/630 мкм (при содержании частиц зернистостью 100/800 мкм в количестве не более 15 мас.% и частиц зернистостью 630/500 мкм в количестве не более 10 мас.%).

Для приготовления реакционной шихты для всех примеров берут в одинаковом массовом соотношении полученный выше описанным способом порошок сплава и порошок графита марки ГМЗ ОСЧ-7-4 с основным размером частиц зернистостью 500/400 мкм (при содержании частиц зернистостью 630/500 мкм в количестве не более

12 мас.% и частиц зернистостью 400/315 мкм в количестве не более 8 мас.%). Компоненты реакционной шихты загружают в смеситель и смешивают в течение 1 ч для получения однородной смеси.

Приготовление реакционной шихты для синтеза алмазов по известному способу (прототипу) осуществляют, загружая в смеситель стружку металла растворителя, порошок графита (50 мас.%) и карбид тугоплавкого металла.

Фракционный состав порошка графита и стружки металла-растворителя, применяющийся при синтезе алмазов по известному способу был такой же как и при синтезе монокристаллов алмаза согласно предлагаемому способу.

Пример. Порошки сплава металлов-растворителей (никеля и марганца) с 0,2 мас.% карбида ванадия смешивают с 50 мас.% порошка графита в смесителе в течение 1 ч и помещают в реакционный объем в устройства высокого давления, повышают давление до 4311 кбар и при 1250±20°C выдерживают в течение 10 мин, после чего нагрев отключают и через 2-3 мин снижают давление до атмосферного и извлекают содержимое.

Продукт синтеза подвергают дроблению в щековой дробилке до получения частиц размером не более 3 мм, затем обрабатывают химическими реагентами для выделения из него алмазов. При указанной обработке происходит окисление содержащегося в продукте синтеза графита и растворение сплава металла-растворителя. Затем полученные алмазы для разделения сростков на отдельные монокристаллы подвергают ультразвуковому дроблению, после чего рассеивают по зернистости в соответствии с ГОСТ 9206-70.

Выделенные порошки алмазов содержат 58,2 мас.% монокристаллов алмаза с содержанием 0,5 мас.% металлических включений. Фракционный состав показывает наличие в алмазах монокристаллов с размерами от 40 до 630 мкм с содержанием фракции 315/250 мкм и выше 39,1 мас.%, при этом прочность их равна 6,2-8,1 кГс.

В табл.1 приведены примеры выполнения способа с указанием выхода монокристаллов и содержания металлических включений в монокристаллах, в табл.2 показан фракционный состав алмазных порошков, в табл.3 дана прочность на сжатие монокристаллов алмаза в сравнении с прототипом.

Для всех примеров выход монокристаллов алмаза составлял 24-30 мас.%. Фракционный состав и прочность

полученных алмазных порошков проводится в соответствии с методикой по ГОСТ 9206-70. Плотность монокристаллов алмаза составляет $3,52 \pm$

$\pm 0,02$ г/см³ с микротвердостью по Верковичу 60-90 ГПа.

Как следует из результатов, приведенных в таблицах, использование предлагаемого способа позволяет в 3-5 раз снизить содержание металлических включений в синтезируемых алмазах, не менее чем в 1,5 раза увеличить количество монокристаллов алмазов высокой работоспособности с содержанием металлических включений не более 0,5 мас.%. Кроме того, монокристаллы обладают более высокой прочностью на сжатие, а продукт синтеза содержит больше крупных монокристаллов по сравнению с алмазами, полученными по известному способу.

Т а б л и ц а 1

Компоненты сплава	Содержание компонентов, мас.%	Содержание металлических включений в алмазах, мас.%	Количество монокристаллов алмаза с металлическими включениями не более 0,5 мас.%, мас.% в общей массе	Количество алмазов зернистостью 315/250 мкм и выше, мас.%
-------------------	-------------------------------	---	---	---

Предлагаемый способ

Никель	39,92	0,50	58,2	39,1
Марганец	59,88			
Карбид ванадия	0,20			
Никель	39,4	0,34	60,3	31,0
Марганец	59,1			
Карбид ванадия	1,5			
Никель	38,2	0,31	68,7	26,6
Марганец	57,3			
Карбид ванадия	4,5			
Никель	39,4	0,46	59,1	30,3
Марганец	59,1			

Компоненты сплава	Содержание компонентов, мас. %	Содержание металлических включений в алмазах, мас. %	Количество монокристаллов алмаза с металлическими включениями не более 0,5 мас. %, мас. % в общей массе	Количество алмазов зернистостью 315/250 мкм и выше, мас. %
Карбид вольфрама	1,5			
Никель	39,4	0,33	62,4	33,4
Марганец	59,1			
Карбид хрома	1,5			
Никель	39,4	0,34	62,1	36,5
Марганец	59,1			
Карбид ванадия	1,0			
Карбид хрома	0,5			
Прототип				
Никель	39,4	1,5	38,7	19,8
Марганец	59,1			
Карбид ванадия (механическая смесь порошков)	1,5			

Т а б л и ц а 2

Обозначение зернистости, мкм	Количество монокристаллов алмаза, по примерам, мас. %						
	1	2	3	4	5	6	Прото-тип
630/500	0,7	0,2	-	0,1	0,3	0,4	-
500/400	3,9	1,8	1,4	1,4	2,1	2,4	-
400/315	13,0	10,2	7,5	10,1	10,9	12,0	5,4
315/250	21,5	18,8	17,7	18,7	20,1	21,7	14,4
250/200	18,2	22,4	18,5	22,1	22,0	22,3	17,2
200/160	15,6	18,1	19,9	18,4	17,8	16,9	18,9
160/125	13,2	14,5	17,2	14,7	14,0	13,1	20,6
125/100	7,6	8,0	8,5	8,3	7,6	6,8	11,1
100/80	2,6	2,9	4,3	3,1	2,8	2,4	6,9
80/63	1,2	1,3	2,2	1,3	1,0	0,8	1,7
63/50	0,8	0,6	1,1	0,5	0,4	0,3	1,1
50/40	0,2	0,1	0,4	0,2	0,2	0,2	0,8
~40	1,5	1,1	1,3	1,1	0,8	0,7	1,9

Т а б л и ц а 3

Зернистость, мкм	Прочность на сжатие монокристаллов алмаза по примерам, в кгс						
	1	2	3	4	5	6	7 Прото-тип
630/500	6,2	6,7	-	6,6	6,8	6,7	-
500/400	7,6	7,7	6,0	7,8	7,9	7,8	-
400/315	8,1	8,3	6,5	8,4	8,4	8,2	5,8
315/250	7,8	8,4	6,8	8,6	8,5	8,4	6,0
250/200	6,7	7,2	6,9	7,3	7,4	7,3	6,2

Продолжение табл.3

Зерни- стость, мкм	Прочность на сжатие монокристаллов алмаза по примерам, в кгс						
	1	2	3	4	5	6	7 Про- то- тип
200/150	5,5	6,1	6,0	6,2	6,3	6,4	4,3
160/125	4,7	5,0	4,8	5,0	5,1	5,0	3,8
125/100	3,7	4,1	3,7	4,3	4,4	4,2	3,0
100/80	2,6	2,9	2,2	3,1	3,2	3,0	2,3

Редактор О.Шагова Составитель А.Ларина
 Техред А.Кикемезей Корректор Л.Пилипенко

Заказ 3080/ДСП Тираж 299 Подписное
 ВНИИПИ Государственного комитета СССР
 по делам изобретений и открытий
 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д.4/5

Филиал ИПП "Патент", г.Ужгород, ул.Проектная,4

