

НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ  
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ им. акад. Ж.ЖЕЕНБАЕВА

Диссертационный совет Д 01.18.586

На правах рукописи  
УДК 535.211 (575)(04)

**Хайдаров Бактыяр Камбаралиевич**

**Синтез и упрочнение поликристаллов алмаза «карбонадо»**

Специальность 01.04.07 – физика конденсированного состояния

Автореферат диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Бишкек – 2019

**Работа выполнена в** лаборатории Сверхтвёрдых материалов Института физики им. академика Ж.Жеенбаева НАН КР

**Научный руководитель:**

Макаров Владимир Петрович  
доктор физико-математических наук,  
профессор кафедры физики и  
микроэлектроники, Кыргызско –  
Российский Славянский университет  
им. Б.Ельцина

**Официальные оппоненты:**

Шаршеев Каныбек  
доктор физико-математических наук,  
профессор, гл. научн.сотр. лаб.  
кристаллофизики и радиометрии ИФ  
НАН КР

Шукуров Уметалы  
кандидат физико-математических  
наук, зав. лаб. систем преобразования  
энергии возобновляемых источников  
Института машиноведения и  
автоматики

**Ведущая (оппонирующая)  
организация:**

Ошский государственный  
университет, кафедре физики  
адрес: Кыргызстан, 723500, г. Ош, ул.  
Ленина, 331

Защита диссертации состоится 11 декабря 2019 г. в 14:30 часов на заседании диссертационного совета Д 01.18.586 при Институте физики им. академика Ж.Жеенбаева Национальной академии наук Кыргызской Республики и Кыргызско-Российского Славянского Университета им. Б.Ельцина по адресу: г. Бишкек, 720071, проспект Чуй 265-а.

С диссертацией можно ознакомиться в Центральной научной библиотеке Национальной академии наук Кыргызской Республики по адресу: г. Бишкек, 720071, проспект Чуй 265-а и на сайте [iorjournal.org](http://iorjournal.org)

Автореферат разослан «\_\_» ноября 2019 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
д.ф-м.н.

Касмамытов Н.К.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность темы диссертации.** Кристаллы синтетического алмаза, ввиду своих уникальных свойств, фактически применяются во всех отраслях промышленности как высокоэффективные, а в ряде случаев - незаменимые, сверхтвёрдые материалы. Задача синтеза кристаллов алмаза давно привлекает внимание исследователей, однако до настоящего времени, несмотря на предпринимаемые усилия исследователей из разных стран, не нашлось оптимального решения, что связано в первую очередь с высокими технологическими сложностями при решении этой проблемы. В Советском Союзе впервые синтезировали кристаллы алмаза 1960 – году в ИФВД АН СССР под руководством Л.Ф. Верещагина. Получение кристаллов алмаза прямым фазовым превращением из графита требует весьма высоких давлений порядка 12 – 25 ГПа и температур (около 3000°C), что делает этот метод дорогостоящим. Использование катализаторов позволяет существенно снизить подаваемое давление (6 - 9 ГПа) и температуру (1200 - 1400 °C). Но и это остаётся весьма трудной задачей, так как твердосплавная технологическая оснастка под действием огромных нагрузок быстро разрушается, что приводит к повышенному расходу твердого сплава, а также, при генерации давления происходит разгерметизация камеры ячейки, что приводит к «выстрелам» и вытеканию материала контейнера из лунки. Поэтому **актуальна** задача исследования контейнеров аппарата высокого давления с целью уменьшения разгерметизации камеры ячейки и усилия пресса для воспроизводимой генерации высокого давления, необходимого для синтеза алмаза.

С другой стороны постоянный рост твёрдости обрабатываемых материалов требует использования для их обработки более прочных кристаллов алмаза. Поэтому **актуальной** задачей является также упрочнение самих поликристаллов синтетического алмаза дешёвыми и доступными способами.

**Связь темы диссертации с крупными научными программами (проектами) и основными научно-исследовательскими работами.** Диссертационная работа выполнена в соответствии с планами научно-исследовательских работ Лаборатории сверхтвёрдых материалов Институт физики им. акад. Ж.Жеенбаева Национальной академии наук Кыргызской Республики (ЛСТМ ИФ НАН КР) по темам: «Исследование основ получения, реальной структуры и свойств кристаллов синтетического алмаза и композиционных алмазосодержащих материалов» и «Установление закономерностей изменения структуры и физико-механических свойств моно- и поликристаллов синтетического алмаза и композиционных алмазосодержащих материалов инструментального назначения (КАМИН) после различных внешних воздействий».

**Цель и задачи исследования.** Целью данной диссертационной работы является создание композиционных контейнеров аппарата высокого давления (АВД) типа наковальня с лункой и тороидом (НЛТ) на основе местного минерального сырья для синтеза поликристаллов алмаза карбонадо и

упрочнение полученных поликристаллов синтетического алмаза (СА) дешёвыми и доступными методами.

Для достижения цели работы решались следующие основные **задачи**:

1. Исследовать процесс генерации высокого давления в твёрдофазовых АВД типа НЛТ.
2. Разработать и провести синтез поликристаллов алмаза в контейнерах для АВД типа НЛТ, изготовленных на местной сырьевой базе.
3. Провести исследование влияния сверх низких температур на свойства синтезируемых поликристаллов алмаза.
4. Провести структурные и морфологические исследования получаемых синтетических алмазов.

**Научная новизна полученных результатов:**

1. Выявлена 2х стадийная закономерность процесса сжатия (пластического деформирования) контейнеров АВД типа НЛТ и исключительная роль 2й стадии при синтезе сверхтвёрдых материалов.
2. Разработаны 4 типа композиционных послойно-упрочненных контейнеров АВД типа НЛТ на основе местного минерального сырья, которые увеличивают продукт синтеза на 26 % и улучшают работоспособность АВД.
3. Впервые выявлено увеличение показателя прочности до 1,8 раза и уменьшение периода кристаллической решётки в поликристаллах алмаза карбонадо после низкотемпературных обработок.
4. Впервые обнаружено измельчение кристаллических блоков в монокристаллах СА и увеличение угла их разориентировки от 17,7 в исходных образцах и до 36 минут после криогенной обработки.

**Практическая значимость полученных результатов:**

1. На основе местной сырьевой базы созданы контейнеры АВД типа НЛТ с дисперсно-упрочняющими материалами.
2. Получены поликристаллические алмазы с использованием опытных контейнеров АВД на основе доломитизированного ангидрида Чантетсууского м.р. Джалал-Абадской обл.
3. Внедрена в производство разработанная технология изготовления контейнера АВД типа НЛТ с концентрично упрочненной частью, подтвержденная Актом внедрения от 28.11.2012г.
4. Установлена возможность изготовления из упрочненных порошков поликристаллического СА алмазных инструментов с повышенными эксплуатационными свойствами для шлифования и финишной обработки природного камня средней твердости. Акт испытания прилагается.

**Экономическая значимость полученных результатов.** Применение местного минерального сырья для изготовления контейнеров АВД для синтеза алмазов приводит к снижению себестоимости продукта синтеза. Упрочнение полученных поликристаллов алмаза быстрым и дешёвым способом, показанным в диссертационной работе, приводит к улучшению эксплуатационных характеристик алмазного инструмента.

### **Основные положения диссертации, выносимые на защиту:**

1. Закономерность процесса генерации высокого давления в реакционном объёме, где протекает синтез алмазов в АД типа НЛТ.
2. Композиционные послойно-упрочнённые контейнеры АД типа НЛТ.
3. Экспериментальные результаты упрочнения поликристаллов СА типа карбонадо, обработанных при низких температурах.
4. Результаты сравнительного исследования параметров кристаллической решетки и морфологии поверхности поли- и монокристаллов СА.

**Личный вклад соискателя.** Автор принимал участие в планировании эксперимента. Самостоятельно провёл большинство экспериментов. Анализ и интерпретацию полученных результатов проведены совместно с научным руководителем.

**Апробации результатов исследований.** По теме диссертационной работы сделано 16 научных докладов на различных конференциях и школах. Результаты работы докладывались на международных научных конференциях: «Физика и физическое образование: достижения и перспективы развития» (Бишкек, 7-9 сентября 2006); на межвузовской конференции молодых ученых (Бишкек, апреля 2007), где награждён Почётной грамотой III – степени; на международной конференции: «Распространения упругих и упругопластических волн», посвященной 100-летию со дня рождения академика, Героя социалистического труда Х. А. Рахматуллина, (г. Бишкек, 28-29 мая 2009 г.); на международной конференции по инновационным материалам, посвященной 60-летию со дня рождения член-корр. НАН КР М. М. Кидибаева, (с. Барскоон, 5-8 августа 2010г.); на 13-й Всероссийской научной молодежной школе с международным участием по твердотельной электронике «Физика и технология микро- и наносистем» (Санкт-Петербург, 12-13 ноября 2010 г.); на международной научной конференции - конкурсе молодых ученых «Наука – важнейший ресурс развития страны», (г. Бишкек, 27-28 октября 2011г.), где занял 1-ое призовое место (300\$); на научно-практической конференции молодых ученых Кыргызстана «Старт в большую науку», (г. Бишкек 5-6 ноября 2013 г.), где награждён дипломом II степени; на II международной межвузовской научно-практической конференции-конкурсе студентов и молодых учёных «Инновационные технологии и передовые решения» (г. Бишкек 15-16 май 2014 г.); на XII международной научной конференции «Физика твердого тела» (г. Астана, 25-27 июня, 2014г.); на XI Исык-Кульской международной школе-конференции по радиационной физике твердого тела SCORPh-2015, (г. Бишкек-Каракол 2-8 августа, 2015 г.); на международной научно-практической конференции «Современное состояние физико-технических проблем и материаловедения», посвященной 60-летию академика НАН КР, д.т.н., профессора К. М. Жумалиева (г. Бишкек, 26-апреля 2016 г.); на научно-практической конференции «Современное состояние исследований в области физико-технических проблем и материаловедения в Кыргызской Республике», посвященной памяти академика НАН КР, лауреата Государственной премии

КР в области науки и техники, Директора Института физики, Президента Национальной академии наук КР Жеенбаева Жаныбека Жеенбаевича (г. Бишкек, 24-октября 2016 г.); на международной научной конференции «Рахматулинские-Ормонбековские чтения» (г. Бишкек, 1-2 июня 2017 г.); на X Международной конференции молодых учёных и студентов «Современные техника и технологии в научных исследованиях», (Бишкек, КРСУ им. Б. Н. Ельцина 18-20 апреля 2018 г.); на XIV Международной научной конференции «Физика твёрдого тела, функциональные материалы и новые технологии», (г. Караганда-Бишкек 1-4 августа 2018 г.); на молодежной научной школе «Приборы и методы экспериментальной ядерной физики. Электроника и автоматика экспериментальных установок» (г. Дубна РФ 20-28 октября 2018 г.).

**Полнота отражения результатов диссертации в публикациях.** Материалы диссертационной работы приведены в полном объёме в научных статьях, опубликованных в научных журналах, в том числе РИНЦ и Web of science.

**Структура и объём диссертации.** Диссертация состоит из оглавления, перечня условных обозначений, введения и 4 глав, которые разбиты на разделы и подразделы, выводов, практических рекомендаций, списка литературы и приложения. Общий объём работы составляет 109 страниц, включая 13 таблиц, 31 рисунок и 2 приложения. Список использованной литературы содержит 48 наименований.

## **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ**

**Во введении** раскрыта актуальность темы, показана связь темы диссертации с основным научно-исследовательским направлением ЛСТМ ИФ НАН КР, сформулирована цель работы и определены задачи исследования, показаны научная новизна работы, практическая и экономическая значимость полученных результатов и основные положения, выносимые на защиту. Отмечен личный вклад соискателя, а также даны сведения об апробации результатов исследований. Основной материал по результатам диссертации в полном объёме отражены в публикациях. Коротко описана структура и объём диссертации.

**В первой главе** содержится обзор и анализ литературных данных по теме диссертации. Приведены сведения о методах синтеза кристаллов алмаза. Подробно рассмотрен способ синтеза алмаза при высоких квазигидростатических давлениях и температурах в АД типа НЛТ. Приведены механизмы полиморфного превращения графита в алмаз. Представлены данные о строении, свойствах и прочностных характеристиках кристаллов СА.

**Во второй главе** говорится о результатах исследований и созданий материалов послойно-упрочненного контейнера АД на основе местного минерала. Одним из основных составляющих АД для синтеза алмазов является упругопластический контейнер, который одновременно играет роль

среды, передающей давление на реакционную ячейку. От правильного выбора материала контейнера, обладающего оптимальным комплексом свойств, которые удовлетворяют ряду предъявляемых требований, зависят надежность и долговечность работы АД, воспроизводимость и стабильность давления и температуры в АД, а также качество и количество синтезируемого сверхтвёрдого материала. Требования к материалам, используемым в качестве контейнеров камер высокого давления, очень противоречивы и поэтому подобрать необходимое сырьё среди дешёвых природных материалов весьма затруднительно.

Для изготовления контейнеров АД типа НЛТ наибольшее распространение получил литографский камень (кальцит: 95-99%  $\text{CaCO}_3$ ) Алгетский известняк, недостатком которого является его фазовый переход в арагонит при высоких давлениях и температурах.

В диссертационной работе разработка эффективных материалов контейнеров АД проводилась для конкретного заданного диапазона давлений и температур с учетом конструктивных особенностей пуансонов АД, используемых нами для синтеза поликристаллов алмаза типа карбонадо. Исследования велись для контейнеров АД типа наковальня с лункой и тороидом для синтеза поликристаллов алмаза типа «карбонадо», где контейнеры должны обеспечить давление ( $p$ ) в реакционной зоне  $7,0 \div 8,0$  ГПа и температуру ( $T$ ) 1500-2000 К. Форма и базовые размеры контейнеров для АД типа НЛТ показаны на рис. 1.

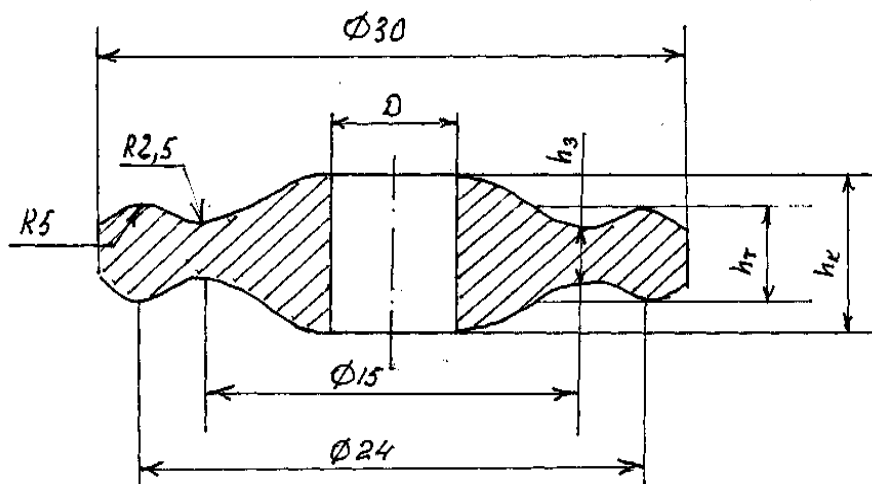


Рис. 1. Схематическое изображение в разрезе контейнера для АД типа НЛТ.  $h_з$  - высота по запирающему слою,  $h_т$  - высота по тороиду,  $h_к$  - высота контейнера,  $D$  - диаметр реакционной ячейки.

Для достижения требуемого уровня свойств контейнеров исследования проводились в направлении разработки оптимальных составов контейнеров на основе минерального сырья месторождений Кыргызстана, являющиеся по содержанию многокомпонентными композиционными материалами.

Методика изготовления контейнеров прессованием шихты включало в себя следующие основные операции: приготовление порошков и связки,

дозирование, их смешивание, приготовление навесок и прессование с последующей термообработкой.

В качестве исходных компонентов материала контейнера были взяты: пирофиллит (силлиманит) Ак-Тюзского месторождения Чуйской области; доломитизированный ангидрид Чангегского месторождения Джалал-Абадской области; известняк Сары-Ташского месторождения Ошской области; мрамор Чичканского месторождения Джалал-Абадской области; галит (NaCl) Кочкорского месторождения Нарынской области; оксиды железа ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) и магнезия ( $\text{MgO}$ ); высокоглинозёмистый портландцемент.

Для оценки эффективности работы контейнера по генерированию давления, достаточного для протекания фазового перехода графит – алмаз, выбраны следующие критерии: 1. Критерий эффективности использования усилия пресса; 2. Критерий эффективности деформируемого уплотнения («заусенца»); 3. Критерий стабильности работы контейнера.

В таблице 1. показаны результаты экспериментов по определению параметров толщины запорного слоя, критерий однородности и коэффициента эффективности использования усилия пресса в зависимости от состава материала контейнера массовых процентах, режима термообработки и высоты контейнера по тороиду.

Таблица 1 - Состав материала контейнера в массовых процентах.

№ п. п.	Состав материала контейнера, масс %	Режим термообраб отки		$h_T$ мм,	$h_3$ мм,	q	d
		T, K	$t_{\text{выд}}$ , мин				
1	2	3	4	5	6	7	8
1.	Смесь ДА <sup>1</sup> + ППЦ <sup>2</sup> +MgO+ +Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> в соотнош-и:25:20:2,5:1 - 98,5	443	60	7,3±0,6	1,41±0,25	0,04	1,02
2.	Пульвербакелит– 1,5 Смесь ДА +силлиманит +MgO+Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> в соотношении: 30:20:3:1 – 95,0. Связка поливиниловый спирт - 5,0	380	300	6,7±0,5	1,27±0,30	0,06	1,03
3.	ДА+галит в соотношении: 19:1 – 100,0 Связи силикатный клей - 5,0	400	120	6,7±0,6	0,95±0,3	0,05	1,12
4.	Известняк + ДА + MgO+Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> в	600	90	7,0± 0,5	1,4±0,3	0,04	1,02



	соотношении 25:20:4:1-95,0 Связи силикатный клей - 5,0						
5.	Известняк+ДА+ППЦ+MgO+Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> в соотношении 10:4:3:2:1-93,0 Связка силикатный клей - 7,0	600	90	6,8±0,4	1,45± 0,3	0,03	0,98
Примечание: 1) Доломитизированный ангидрид Чангетсууского месторождения Джалал-Абадской области. 2) Высокоглиноземистый портландцемент.							

Режим термообработки (температура нагрева – Т, К и время выдержки при этой Т, -  $t_{\text{выд}}$ , мин.), высота испытанного контейнера по тороиду –  $h_T$ , мм, толщина запорного слоя (заусенца) –  $h_z$ , мм, критерий однородности  $q$  и коэффициент эффективности использования усилия прессы  $d$  контейнеров для АД типа НЛТ.

Толщина деформируемого уплотнения является одной из основных характеристик работы АД. Зависимость толщины запирающего слоя (заусенца) контейнера АД типа НЛТ от усилия прессы на примере двух различных составов показана на рис. 2. Кривая 2 соответствует композиционному материалу контейнера, состоящему из смеси известняка и доломита на связке из бакелитового лака – БФ4. Кривая 1 получена для композиционного материала контейнера, сложного состава, состоящего из доломита, пластифицированного портландцемента и оксидов Mg и Fe.

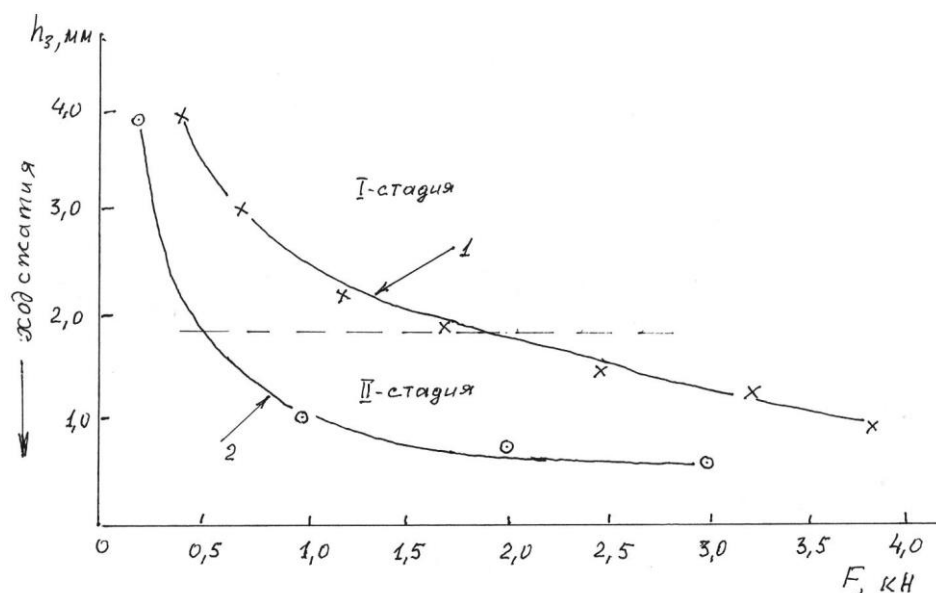


Рис.2. Зависимость толщины запирающего слоя (заусенца) контейнера АД типа НЛТ от усилия прессы. Материал контейнера: 1 – композиция доломита, пластифицированного портландцемента и оксидов Mg и Fe; 2 – композиция известняка и доломита на связке из бакелитового лака.

Видно, что зависимости толщины запирающего слоя (заусенца) от усилия пресса можно условно разделить на две стадии (участки 1 и 2 рис.2) по направлению сжатия контейнера. Такая же закономерность изменения толщины запирающего слоя обнаружена при измерении генерируемого давления в реакционном объеме камеры НЛТ в зависимости от  $h_3$  и исходной высоты контейнера.

I-стадия. Деформация контейнера на этом этапе сжатия осуществляется при небольших значениях и малых изменениях усилия пресса. На этот участок, как правило, уходит большая часть всего хода процесса сжатия. Материал контейнера разрушается и вытекает в кольцевой зазор между матрицами. После полного разрушения материала контейнера образуется вновь сформированная структура без трещин, однако, связи еще несильные, контейнер достаточно легко рассыпается.

II-стадия. На этой стадии сжатия толщина заусенца изменяется незначительно и медленно при интенсивном возрастании усилия пресса. Идет процесс значительного упрочнения материала контейнера, зона деформируемого уплотнения герметизирует реакционный объем. Это в свою очередь препятствует вытеканию материала контейнера из полости лунки АВД. При нагружениях контейнера усилиями, соответствующих этой стадии, образуется целостная, сплошная структура материала контейнера.

Материалы контейнера, обеспечивающие наибольшие значения длины хода сжатия контейнера на II-стадии и толщины заусенца при одних и тех же значениях усилия пресса, считаются лучшими по удовлетворению требований, предъявляемых к материалам прокладок АВД. Обнаружено, что уменьшение высоты контейнера приводит к сокращению длительности I-стадии. В некоторых случаях наблюдалось, что при наиболее малых высотах контейнера I-стадия отсутствует и с началом сжатия давление в реакционном объеме резко возрастает, однако, при этом величина  $h_3$  стремительно уменьшается, что не позволяет достичь рабочих параметров давления, необходимых для синтеза алмаза, а в случаях, когда все же удастся набрать требуемое давление, происходят частые разгерметизации полости высокого давления в процессе нагрева реакционной ячейки.

В экспериментальных исследованиях обнаружено, что в более прочных материалах контейнеров, у которых предел разрушения при сжатии составляет 25÷30 МПа и более, пластическая деформация сопровождается значительным нарушением сплошности материала, причем, чем выше прочность, тем больше требуется усилий для достижения заданного рабочего давления. При прочностях  $\geq 45\div 50$  МПа контейнер приобретает большую хрупкость и в процессе сжатия растрескивается по всему объему, не обеспечивая формирование монолитной структуры, позволяющей удерживать давление при дальнейшем сжатии.

В случае малой прочности материала контейнера пластическая деформация идет при небольших усилиях. Это требует большего хода сжатия, то есть приложения больших усилий на генерацию заданного давления, что

видно из рис. 2. (кривая 2). Кроме того, низкая прочность материала контейнера не обеспечивает сохранения правильной цилиндрической формы реакционной ячейки и долговечности твердосплавных матриц АВД.

С целью устранения и приведении к минимуму тех недостатков контейнеров АВД типа НЛТ при генерации высокого давления, которые обнаружены при исследовании работоспособности (надёжности) контейнеров, нами предложено послойно-упрочнённые контейнеры.

Технология изготовления послойно-упрочнённых контейнеров АВД типа НЛТ такая же, как и обычных контейнеров. Отличие заключается лишь в том, что дополнительно приготавливаются шихта (смесь) упрочняющего слоя на той же связке, что и основная шихта материала контейнера. Массы навесок рассчитывались исходя из конечного объёма и расчётной плотности составляющих слоёв контейнеров. Навески засыпались в пресс-форму для прессования, по необходимости границы засыпок отделялись тонкой фольгой, которая удалялась после выполнения своей функции.

Состав упрочняющего слоя контейнеров АВД состоит из основного материала, который составляет 85 – 95 масс %, а остальная 5 – 15 масс % - упрочняющее составляющее:  $MgO$ ,  $Fe_2O_3$  и высокоглиноземистый портландцемент. При этом упрочняющие материалы применялись как в отдельности, так и в комбинированном виде.

В диссертационной работе приводятся результаты разработки четырёх типов контейнеров АВД типа НЛТ для синтеза сверхтвёрдых материалов, в частности поликристаллов алмаза типа карбонадо: I. Радиально – концентрическое упрочнение непосредственно у реакционной ячейки; II. Радиально – концентрическое упрочнение на некотором расстоянии от реакционной ячейки; III. упрочнение приповерхностного слоя; IV – упрочнение срединной части.

Радиально – концентрическое упрочнение. Идея заключается в том, что для сохранения правильной цилиндрической формы реакционной ячейки при её заправке порошкообразным углеродсодержащим исходным материалом или графитом малой плотности, центральная, прилегающая к реакционной ячейке, часть контейнера изготавливается из более прочного материала с большим коэффициентом внутреннего трения, чем остальная часть контейнера, которая состоит из основного материала. К прочным с большим коэффициентом внутреннего трения материалам относятся оксиды металлов, например  $Fe_2O_3$  и  $MgO$ . Такая схема расположения упрочнённого слоя показан на рис. 3. (а) I – тип.

В процессе сжатия и пластического деформирования контейнера этот концентрический послойно-упрочнённый по I-типу упрочнённый слой менее подвергается разрушению, и, благодаря высокому значению коэффициента внутреннего трения ещё на I – стадии создания высокого давления в реакционном объёме прекращает сдвиговое течение, что позволяет сохранить форму и целостность реакционной ячейки.

В случае, когда реакционный объём заполняется сплошным (брикетом) графитом, например, марки МГ – ОСЧ, предлагается расположить упрочнённый концентрический слой на некотором определённом расстоянии от реакционной ячейки, которое определяется экспериментально и зависит от плотности снаряжаемого графита для синтеза поликристаллов алмаза карбонадо. Схематическое расположение такого упрочнённого слоя показано на рис. 3. (б).

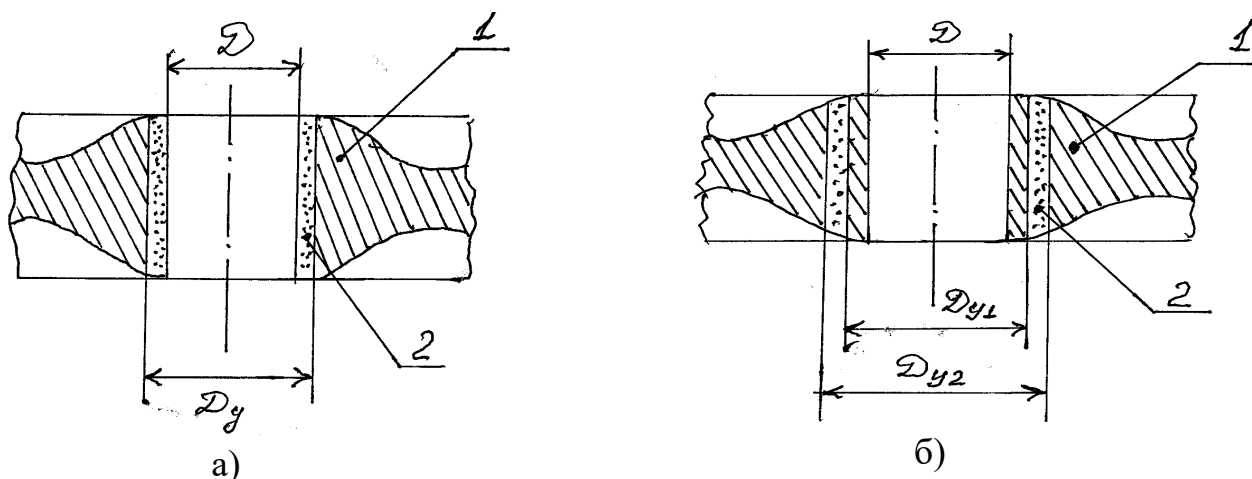


Рис.3. Схематическое изображение в разрезе расположение концентрических упрочнённых слоёв материала контейнера АД типа НЛТ. 1 – основной материал контейнера, 2 – упрочнённый слой.

При таком расположении упрочнённого слоя (II-тип) из-за вышеуказанных свойств он не позволяет прилегающему к реакционной зоне слою материала контейнера вытекать из лунки и при наступлении II-стадии процесса создания высокого давления равномерно сжимает реакционную зону, сохраняя её цилиндрическую форму.

Упрочнение приповерхностных слоёв контейнера. Сжатие контейнера для создания высокого давления в реакционной зоне происходит в матрице из твёрдого сплава марки ВК-6, ВК-6С, при этом идёт процесс скольжения материала контейнера по поверхности матрицы.

Целью упрочнения приповерхностного слоя контейнера является увеличения трения скольжения материала контейнера о поверхности твёрдосплавной матрицы. Для достижения этой цели упрочняющий материал должен быть достаточно твёрдым и обладать высоким коэффициентом внутреннего трения. Этими свойствами обладают из доступных материалов:  $Fe_2O_3$ ,  $MgO$  и портландцемент. При упрочнении приповерхностных слоёв контейнера указанными веществами в процессе сжатия контейнера (со снаряжённой реакционной ячейкой) вытекание материала из лунки и тороида прекращается на ранней стадии, чем у неупрочнённых контейнеров. Это происходит за счёт достаточно высокого внутреннего трения и твёрдости, увеличивается сила трения между поверхностью матрицы и скользящего материала контейнера, что, в свою очередь, должно привести к раннему

запиранию пояса. Таким образом, увеличивается толщина запирающего слоя, что приводит к росту II стадии хода создания высокого давления и лучшему скреплению деталей АД. Схематическое изображение этого вида послойно-упрочненного контейнера представлено на рис. 4. а.

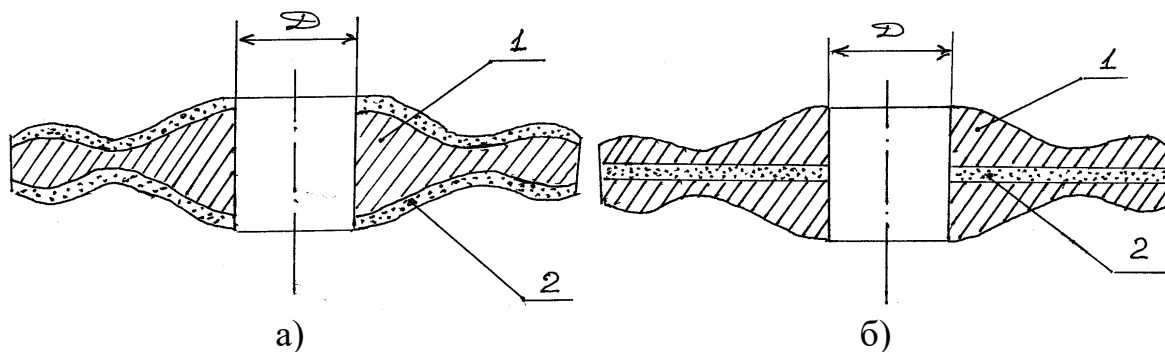


Рис. 4. Схематическое изображение послойно-упрочнённых контейнеров АД типа НЛТ. а) III-тип – упрочнение приповерхностного слоя; б) IV – упрочнение серединной части.

В IV типе упрочнения контейнеров упрочняется их серединная часть, как показано на рис. 4. (б). Здесь, при сжатии контейнера за счёт высокого коэффициента внутреннего трения движение и течь серединной части материала контейнера затрудняется и быстрее образуется запирающий слой, не позволяя вытекать из лунки и тороида большого количества материала. Это также увеличивает ход поршней прессы во II-стадии генерации высокого давления в реакционном объёме. Повышение величины  $h_3$  приводит к улучшению работоспособности АД, требуемое значение давления для синтеза поликристаллов алмаза карбонадо достигается при меньших значениях усилия прессы. Такой тип упрочнения контейнеров АД устраняет изменения формы реакционной ячейки, сохраняя её цилиндрическую форму. Синтезированные алмазы карбонадо в таких контейнерах имеют правильный цилиндрический вид.

В качестве основного материала для изготовления композиционных послойно-упрочнённых контейнеров АД типа НЛТ использован состав, разработанный нами, который состоит из: известняка (литографский камень), доломитизированного ангидрида,  $MgO$ ,  $Fe_2O_3$  и высокоглиноземистого портландцемента в соотношении 10:4:2:1:3, соответственно. Связкой служил водный раствор поливинилового спирта. Послойно-упрочнённые контейнеры с объёмом реакционной ячейки  $0,33 \text{ см}^3$  изготавливались не менее 5 штук одного состава и каждого типа.

Экспериментальные испытания разработанных контейнеров проводились непосредственно при синтезе поликристаллов алмаза типа карбонадо. Состав и результаты испытаний представлены, ниже, в таблице 2.

Таблица 2 - Тип, состав и результаты синтеза карбонадо в 5ти контейнерах.

Тип упрочняющего слоя	Состав упрочняющего слоя, масс %			Выход карбонадо, карат	Увеличение выхода карбонадо, %
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Высокоглиноземистый портландцемент		
Без упрочняющего слоя	0,00	0,00	0,00	21,0 ± 1,0	
I	1,0	1,0	3,0	22,0 ± 0,5	4,7 ± 2,3
	4,0	2,0	4,0	29,0 ± 0,7	38,0 ± 2,7
	7,0	3,0	5	23,5 ± 0,6	11,9 ± 2,6
II	2,0	1,0	2,0	24,5 ± 0,6	16,6 ± 2,4
	4,0	2,0	4,0	31,0 ± 0,8	47,6 ± 2,6
	6,0	3,0	7,0	27,0 ± 0,7	28,5 ± 2,6
III	2,0	2,0	2,0	23,0 ± 0,6	9,5 ± 2,6
	5,0	4,0	6,0	26,0 ± 0,7	23,8 ± 2,7
	7,0	3,0	5,0	24,0 ± 0,6	14,2 ± 2,5
IV	2,0	2,0	1,0	21,5 ± 0,6	2,4 ± 2,79
	4,0	3,0	3,0	27,0 ± 0,9	28,5 ± 3,3
	6,0	4,0	5,0	22,5 ± 0,7	7,1 ± 3,1

Из таблицы 2. видно, что использование послойно-упрочнённых контейнеров увеличивает продукт синтеза в среднем на 26,25 %.

**В третьей главе** отражены результаты исследования влияния низких температурных обработок на показатель прочности синтетических алмазов. В работе исследования проводились на поликристаллах синтетического алмаза карбонадо, полученных в АД типа НЛТ при давлениях порядка 7,7 ГПа и температурах 1400÷1500 К. Для экспериментов было выделено семь фракций порошковых образцов поликристаллов СА зернистостью 630/500, 500/400, 400/315, 315/250, 250/200, 200/100 и 80/63 мкм. Монокристаллические образцы СА выращивались в системе: графит + металл-растворитель. В качестве металл – растворителя использовался сплав, состоящий из Ni и Mn. Для определения прочности использовался метод статических испытаний на сжатие, всех предложенных фракций, кроме самых мелких (зернистостью 200/100 и 80/63 мкм). Испытания проводили на установке ДА-2М, конструкции Института сверхтвёрдых материалов НАН Украины.

Значения показателя прочности поликристаллов карбонадо различных зернистостей при вариации времени обработки в жидком азоте представлены на рис. 5.

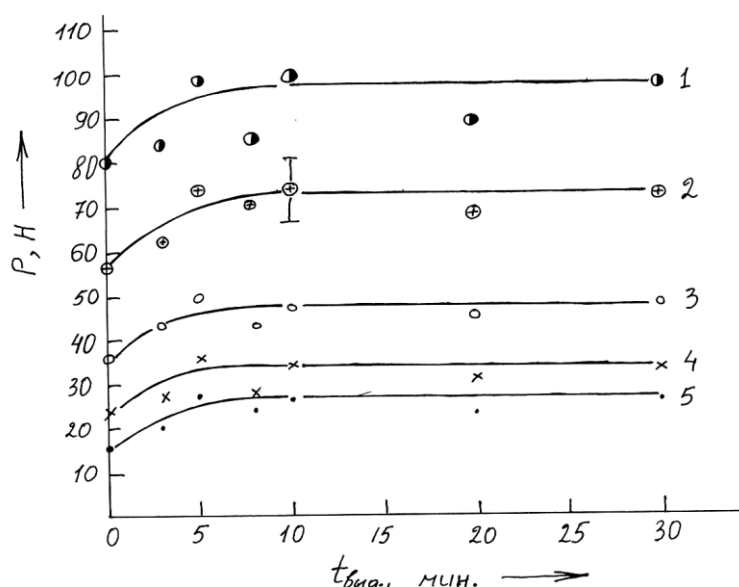


Рис.5. Зависимость разрушающей нагрузки порошков синтетического карбонадо различной зернистости от времени выдержки при 77 К. Цифры на кривых соответствуют зернистостям порошка в мкм: 1 - 630/500, 2 – 500/400, 3 – 400/315, 4 – 315/250, 5 – 250/200.

Из рис. 5. видно, что для всех исследованных зернистостей поликристаллического СА карбонадо зависимость разрушающей нагрузки ( $P$ ) от времени выдержки в ЖА качественно носит одинаковый характер. Для всех образцов наблюдается заметное увеличение показателя прочности после 5-минутной обработки в ЖА. Дальнейшее увеличение времени выдержки ( $t_{\text{выд}}$ ) до 10 - минут приводит к насыщению зависимости  $P=f(t_{\text{выд}})$ . При временах обработки образцов СА в ЖА, начиная от 10-ти до 30-минут, величина разрушающей нагрузки остается постоянной в пределах погрешности измерений.

Увеличение прочности поликристалла СА карбонадо, можно объяснить тем, что они состоят из собственно алмаза, металлической и графитовой фаз со значительно отличающимися коэффициентами теплового расширения (КТР) и теплопроводностью (значения КТР никеля  $14 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ , хрома  $7,78 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$  и КТР алмаза  $1,2 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ ) и содержат структурные микро и макро дефекты. При быстром охлаждении образцов в жидком азоте в них возникает градиент температур, при этом поверхностные слои образцов испытывают напряжения растяжения, а этому препятствуют более теплые слои сердцевины, испытывающие напряжения сжатия, что приводит к изменению границ зерен и микропор, увеличению сил сцепления между фазами, кристаллитами. Последующий отогрев образцов до комнатной температуры также может за счет остаточных термических напряжений привести к уплотнению алмазных кристаллитов (т.к. металлические включения сжимаются сильнее, чем сам алмаз), увеличению их связи друг с другом.

Здесь следует отметить, что при резком охлаждении образцов, возможно, протекание фазового перехода типа мартенситного превращения в металлических включениях, содержащихся в поликристаллах СА карбонадо. При синтезе алмазов карбонадо нами использовался сплав нихрома в качестве

металла катализатора – растворителя. Содержание металлических включений в СА карбонадо составляет в среднем 8-10%, которые и, в основном, определяют прочностные свойства исследуемых поликристаллов СА. При обратном процессе – отогреве охлажденных при 77,К образцов – релаксация внутренних напряжений может привести к неполной обратимости мартенситного превращения – возникновению гистерезиса. Это также может быть одной из возможных причин увеличения прочности поликристаллов СА карбонадо при обработке жидким азотом (77,К).

В работе также проводилось изучение прочности монокристаллов СА до и после воздействия низких температур. Экспериментальные результаты, показывали, что в монокристаллах СА прочность и разрушающее напряжение при криогенной обработке не претерпевают существенных изменений в отличие от карбонадо, где заметно увеличение прочности после обработки в ЖА.

**Четвёртая глава** посвящена результатам рентгенографических и электронномикроскопических исследований и их обсуждениям.

Для изучения влияния низких температур на структуру моно- и поликристаллов СА применяли рентгеноструктурный анализ по методу Лауэ и Дебая-Шеррера соответственно. Изучение внешней формы и поверхности отдельных кристаллов алмаза проводили на растровом электронном микроскопе S3400N, КАРС, TESCAN 3 LMN до и после криогенной обработки. Визуальные наблюдения проводили с помощью бинокулярного стереографического микроскопа МБС-10.

Результаты измерений этих рентгенограмм и вычислений параметров кристаллической решетки приведены в табл. 3 для исходных поликристаллов карбонадо и табл. 4 – обработанных при температуре 77К.

Из табл. 4.1 видно, что период элементарной кристаллической решетки синтетического поликристаллического алмаза с микроструктурой типа карбонадо равен  $0,3607 \pm 0,0002$  нм. Полученное значение  $a$  больше на величину  $4 \cdot 10^{-3}$  нм по сравнению с периодом элементарной ячейки для идеально чистого алмаза, что равен 0,3567 нм. Это свидетельствует о наличии в исследованном синтетическом карбонадо достаточно большого количества примесей, атомы которых могут внедряться в элементарную кристаллическую решетку поликристалла СА при его росте при высоких давлениях и температурах, и тем самым увеличить ее размеры.

Таблица 3 - Характеристики кристаллической структуры и фазовый состав исходных кристаллов синтетического карбонадо.

2 L, мм	$\theta$ , град.	$d_{\text{HKL}}$ , нм	$a$ , нм	HKL	Вещество
39,7	18,1	0,3382		002	Графит
49,8	24,9	0,213		100	Графит
51,5	25,7	0,2064	0,3575	111	Алмаз
60,9	30,4	0,1769	0,3538	200	Никель



90,3	45,15	0,126	0,3574	220	Алмаз
112,9	56,4	0,1075	0,3579	311	Алмаз
113,9	56,95	0,1067	0,3540	311	Никель
165,9	83,0	0,0902	0,3607	400	Алмаз

Таблица 4 - Характеристики кристаллической структуры и фазовый состав кристаллов синтетического карбонадо, обработанных при температуре 77,К.

2 L, мм	$\theta$ , град.	$d_{hkl}$ , нм	$\alpha$ , нм	HKL	Вещество
49,7	24,84	0,112		100	Графит
54,2	27,1	0,1965	0,3403	111	Алмаз
93,6	46,8	0,1228	0,3473	220	Алмаз
115,7	57,9	0,1057	0,3504	311	Алмаз
167,9	84	0,09	0,3600	400	Алмаз

Сравнение таблиц 3 и 4 также показывает, что параметр элементарной решетки поликристалла СА, подвергнутого 5 – минутной криогенной обработке меньше аналогичного параметра для исходного кристалла на  $7 \cdot 10^{-4}$  нм.

Рентгенограммы Лауэ, монокристаллов алмаза исходного и обработанных жидким азотом при различных временах выдержки показали, что вместо округлых интерференционных пятен появляются штрихи или „хвосты” различной длины, направленные к центру рентгеновского снимка. Это свидетельствовало о том, что кристалл был деформирован или разделен на разориентированные блоки. Нами была оценена величина этой разориентировки. Угол разориентировки блоков меняется от 17,7' для исходных образцов и до  $\sim 36'$  — образцов, обработанных при температуре ЖА (77,К) при временах выдержки 10 и 20 минут.

Так же в диссертационной работе предпринята попытка исследование структурных изменений в поли- и монокристаллах СА, подвергнутых низкотемпературной и лазерной обработке, рентгенографией методом Дебая. Образцы поли- и монокристаллов СА после охлаждения в жидком азоте подвергались лазерному воздействию на устройстве ЛТН 102 с длиной волны 1064 нм. Рентгенограмма и результаты ее расчета образцов поликристаллического алмаза, подвергнутых обработке ЖА и лазерному облучению показали, что после облучения неодимовым лазером в течение 30 сек на дебаграмме заметны следующие изменения: интенсивность линий 111 алмаза резко уменьшилась, возросла интенсивность металлической линии никеля. Линия 311 алмаза смешается после облучения, что может быть связана с изменением периода решетки.

Дебаграмма монокристаллического алмаза, подверженного охлаждению ЖА и облучению лазером, показал, что фазовый состав образца после облучения лазером не изменился – в образце присутствует графит. Период кристаллической решетки образцов монокристаллического алмаза после

низкотемпературной обработки и лазерного воздействия равен:  
 $\alpha = 3,567 \pm 3 \cdot 10^{-3} \text{ A}^\circ$ .

### ВЫВОДЫ:

1. Сформулированы и систематизированы основные требования к материалам контейнеров твёрдофазового аппарата высокого давления и критерии эффективности работы контейнеров АВД типа НЛТ;
2. Установлена общая закономерность сжатия контейнеров, которая заключается в двух стадийном процессе пластического деформирования материала контейнера. При этом выявлена исключительная роль 2-стадии при генерации высокого давления, когда герметизируется лунка матрицы АВД с реакционной зоной;
3. Установлено, что наиболее перспективными для изготовления контейнеров АВД типа НЛТ являются композиционные материалы на основе известняка Сары-Ташского, доломитизированного ангидрида Чангетсууского и силлиманита (пирофиллит) Ак-Тюзского месторождений с дисперсно-упрочняющими составляющими из пластифицированного портландцемента и оксидов некоторых металлов, в частности,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  на различных связках, в том числе, на галите Кочкорского месторождения;
4. Разработаны 4 типа композиционных послойно-упрочнённых контейнеров АВД типа НЛТ, улучшающие работоспособности АВД при создании высоких давлений;
5. Показано, что использование композиционных послойно-упрочнённых контейнеров увеличивает продукт синтеза в среднем на 26 %.
6. Обнаружено, что воздействие низких температур (77 К) на синтетические черные поликристаллы алмаза приводит к увеличению их прочности до 1,8 раза по сравнению с исходными кристаллами.
7. Впервые показано, что в отличие от поликристаллов в монокристаллах синтетического алмаза не наблюдается заметного изменения прочности при воздействии низких температур.
8. Обнаруженным эффектом повышения прочности, предложены объяснения возможных механизмов упрочнения на основе представлений о развитии термонапряжений в кристаллах при значительных изменениях температуры.
9. Обнаружено уменьшение периода элементарной кристаллической решетки поликристаллических алмазов типа карбонадо после обработки в жидком азоте.
10. Обнаружено измельчение кристаллических блоков в монокристаллах СА и увеличение угла их разориентировки от 17,7 в исходных образцах и до 36 минут после криогенной обработки.

### СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ:

1. Хайдаров Б.К. Изучение влияния низких температур на прочностные свойства поликристаллов синтетического алмаза [Текст] / О.Ч. Кожогулов, Б.К.Хайдаров // Вестник. КНУ им.Ж.Баласагына, -Бишкек, 2007, Сер.3, С.24-28.
2. Хайдаров Б.К. Структура и фазовый состав монокристаллов синтетического алмаза после низкотемпературных обработок [Текст] / Б.К. Хайдаров, К. Хайдаров // Труды Международной конференции по распространению упругих и упругопластических волн, посвящённой 100-летию со дня рождения акад.,Героя социалистического труда Х.А. Рахматулина, -Бишкек, 2009, - С. 380-383.
3. Хайдаров Б.К. Влияние внешних воздействий на физико-механические свойства синтетических алмазов [Текст] / Б.Д. Минбаева, Б.К. Хайдаров // 13-я научная молодежная школа по твердотельной электронике “Физика и технология микро- и наносистем”, -Сант-Петербург, 2010, -С. 52-56.
4. Хайдаров Б.К. Исследование получения и упрочнения поликристаллов синтетического алмаза типа карбонадо [Текст] / Б.К. Хайдаров // Известия НАН КР, -Бишкек, 2012, № 1. - С. 37-40.  
<https://elibrary.ru/contents.asp?id=34336294>. импакт-фактор РИНЦ – 1,52.
5. Хайдаров Б.К. Влияние низкотемпературной обработки на прочность и структуру моно- и поликристаллов синтетического алмаза [Текст] / Б.К. Хайдаров, К. Хайдаров // II международная научно-техническая конференция «Современные методы и средства исследований теплофизических свойств веществ», -Санкт-Петербург, 2012, - С. 410-416.  
[http://nbuv.gov.ua/UJRN/Pimi\\_2016\\_19\\_42](http://nbuv.gov.ua/UJRN/Pimi_2016_19_42)
6. Хайдаров Б.К. Синтез, прочность и структура поликристаллов алмаза [Текст] / Б.К. Хайдаров // Материалы XII Международной научной конференции «Физика твёрдого тела», - Астана, 2014, - С. 204-208.
7. Хайдаров Б.К. Обработка жидким азотом композиционных алмазосодержащих материалов инструментального назначения [Текст] / К. Хайдаров, А.К. Арыков, Б.К. Хайдаров // Научный информационный журнал «Материаловедение», -Бишкек, 2014, № 1 (4), - С. 31-35.
8. Хайдаров Б.К. Свойства поликристаллов алмаза, синтезированных в контейнерах аппарата высокого давления из местного минерального сырья [Текст] / Б.К. Хайдаров // Научный и информационный журнал «Материаловедение», -Бишкек, 2014, № 2 (5), - С. 151-154.
9. Хайдаров Б.К. О процессе сжатия контейнеров аппаратов высокого давления [Текст] / Б.К. Хайдаров, В.П. Макаров, К. Хайдаров // Сборник трудов. XI Исык-Кульская международная школа- Конференция по радиационной физике твёрдого тела SCORPh, -Каракол, 2015, - С. 119-124.
10. Хайдаров Б.К. Слоистые композиционные контейнеры аппаратов высокого давления [Текст] / Б.К. Хайдаров, В.П. Макаров, К. Хайдаров // Научный информационный журнал «Материаловедение», -Бишкек, 2016, №1 (12), - С. 26-29.

11. Хайдаров Б.К. Генерация высокого давления для синтеза сверхтвёрдых материалов [Текст] / Б.К. Хайдаров, В.П. Макаров // Научный журнал «Физика», -Бишкек, 2016, №2, - С. 146-152.
12. Хайдаров Б.К. Композиционные послойно-упрочненные контейнеры для синтеза алмаза [Текст] / Б.К. Хайдаров, В.П. Макаров, К. Хайдаров // Научно-методический журнал. Наука, техника и образование, -Москва, 2016, №7(25), - С. 14-17. <https://3minut.ru> импакт-фактор РИНЦ – 1,56.
13. Хайдаров Б.К. Особенности контейнеров аппаратов высокого давления для синтеза искусственных алмазов, изготовленные из местного сырья [Текст] / К. Хайдаров, О.Соронбаев, Б.К. Хайдаров // Научный и информационный журнал «Материаловедение» Тр. Межд. Конфер. «Рахматулинские-Ормонбековские чтения», - Бишкек, 2017, №1 (13), -С. 121-123.
14. Хайдаров Б.К. Влияние низкотемпературных обработок на показатель прочности поликристаллов синтетического алмаза карбонадо [Текст] / Б.К. Хайдаров // Научный журнал «Физика», -Бишкек, 2017, №1, -С. 105-110.
15. Хайдаров Б.К. Исследования процесса генерации высокого давления для синтеза сверхтвёрдых материалов [Текст] / Б.К. Хайдаров, В.П. Макаров // XIV Международная научная конференция «Физика твёрдого тела, функциональные материалы и новые технологии», -Караганда, 2018, -С. 175-179.
16. Хайдаров Б.К. Композиционные послойно-упрочнённые контейнеры для синтеза поликристаллов алмаза типа карбонадо [Текст] / Б.К. Хайдаров, В.П. Макаров, К. Хайдаров // Вестник Карагандинского университета, серия Физика, -Караганда, 2018, №4(92), -С. 101-107. <https://Vestnik.ksu.kz> , web of science core.
17. Хайдаров Б.К. Исследование и создание материалов контейнера аппаратов высокого давления на основе местного минерала [Текст] / Б.К. Хайдаров, В.П. Макаров // Научный журнал «Физика», -Бишкек, 2018, №2, -С. 42-49.
18. Хайдаров Б.К. Исследование композиционных алмазосодержащих материалов после криогенной обработки [Текст] / Б.К. Хайдаров, В.П. Макаров, А.К. Арыков // Научный журнал «Физика», -Бишкек, 2018, №2, -С. 49-55.
19. Хайдаров Б.К. Исследование структуры, фазового состава и показателя прочности монокристаллов синтетического алмаза после обработки в жидком азоте [Текст] / Б.К. Хайдаров, В.П. Макаров, К. Хайдаров // Евразийское научное объединение «Стратегии устойчивого развития мировой науки», - Москва, 2019. –С. 77-80. <http://esa-conference.ru/> импакт-фактор РИНЦ – 2,2.
20. Пат. №2078 Кыргызпатент, 20170062.1 Способ упрочнения алмазного инструмента [Текст] / К.Хайдаров, А.К. Арыков, Б.К. Хайдаров (KG); заявл. 22.05.17 ; опубл. 29.06.18

## **Хайдаров Бактыяр Камбаралиевичтин**

01.04.07 – конденсациялык абалынын физикасы адистиги боюнча физика жана математика илимдеринин кандидат наамына талапкерлик боюнча “Алмаздын карбонадо поликристаллдарын синтездөө жана бекемдигин күчөтүү” темасындагы диссертациянын **резюмеси**

**Урутунду сөздөр:** синтетикалык алмаз, карбонадо, поликристалл, монокристалл, криогендик иштетүү, бекемдик, бекемдигин күчөтүү, жогорку басым, синтез, композиттик контейнер, рентгенограмма.

**Изилдөө объектиси:** Ойукча жана тороиден турган дөшү түрүндөгү жогорку басым аппаратынын контейнерлеринин материалдары. Синтетикалык алмаздын монокристаллдары жана карбонадо түрүндөгү поликристаллдары.

**Изилдөөнүн предмети:** Жогорку басым аппаратында жогорку басымды жаратуу. Өтө төмөнкү температурада иштетилген синтетикалык алмаздардын физика-механикалык касиеттеринин өзгөрүлүүсү.

**Жумуштун максаты:** Алмаздын карбонадо түрүндөгү поликристаллдарын синтездөө үчүн жергиликтүү минералдык чийки заттардын негизинде ойукча жана тороидден турган дөшү түрүндөгү жогорку басым аппаратынын композиттик контейнерлерин жаратуу жана алынган синтетикалык алмаздын поликристаллдарынын бекемдигин арзан жана жеткиликтүү ыкмалар менен күчөтүү.

**Изилдөөнүн ыкмалары:** Жогорку басымды репердик металлдардын жардамы менен ченөө. Рентгентүзүлүштүк, оптикалык, электрон-микроскопиялык анализдер, бекемдиктин көрсөткүчү, микрокатуулук. **Аппараттар:** ДО137«А» жана ДО-0043 моделдериндеги гидропресстери. Рентгентүзүштүк анализ – УРС- 60, КРОС, ДРОН-3.0; оптикалык анализ – МБС 10; электрон-микроскопиялык анализ – S3400N, КАРС, TESCAN 3 LMN; бекемдиги – ДА-2М; микротвердость – ПМТЗ.

**Илимий жаңылыктар:** **1.** ОТД түрүндөгү ЖБАнын контейнерлерин кысуу процессинде (пластикалык деформациялоо) эки тепкичтүү мыйзам ченемдиги жана өтө катуу заттарды синтездөөдө экинчи тепкичтин өзгөчө маанилүүлүгү аныкталган.

**2.** ЖБАнын иштөө жөндөмдүүлүгүн жогорулаткан ОТД тибиндеги ЖБА композиттик катмарланып-бекемделген контейнерлердин 4 түрү иштелип чыккан жана композиттик катмарланып-бекемделген контейнерлерди колдонуу синтездөөнүн продукциясын орточо 26%га көбөйүүсүнө алып келери такталып көрсөтүлгөн. **3.** Биринчи жолу төмөнкү температуранын САнын карбонадо түрүндөгү поликристаллдарына тийгизген таасиринин негизинде алардын бекемдигинин көрсөткүчү 1,8 эсеге чейин көбөйүүсү жана кристаллдык торчосунун мезгилдик аралыгынын азайуусу аныкталган. **4.** САнын монокристаллдарын криогендик иштетүүдөн кийин кристаллдардык бөлүкчөлөрүнүн майдаланышы жана бөлүкчөлөрүнүн багыттарынын өзгөрүүлүсүнүн бурчу баштапкы үлгүлөрдө 17,7ден криогендик иштетүүдөн кийинки үлгүлөрдө 36 мүнөткө чейин өсүшү байкалган.

**Пайдалануу боюнча сунуштар:** Өтө катуу заттарды өнөр жайда өндүрүүдө, мисалы, алмаздын карбонадо поликристаллдарын синтездөөдө. Катуулугу орточо жаратылыш таштарын жылмалоодо жана аяктоочу иштетүүдө пайдалануу үчүн эксплуатациялык сапаттары жогорулатылган алмаздык аспаптарды САдын поликристаллдарынын алдын ала бекемдиги күчөтүлгөн күкүмдөрүнөн жасоо мүмкүнчүлүгүнүн перспективдүүлүгү көрсөтүлгөн.

**Колдонуунун чөйрөсү:** Машина куруу, таштарды иштетүү, металлдарды иштетүү, курулуш индустриясында.

## РЕЗЮМЕ

**диссертации Хайдарова Бактыяра Камбаралиевича на тему:**  
**“Синтез и упрочнение поликристаллов алмаза “карбонадо”**  
**на соискание учёной степени кандидата физико-математических наук**  
**по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния**

**Ключевые слова:** синтетический алмаз, карбонадо, поликристалл, монокристалл, криогенная обработка, прочность, упрочнение, высокое давление, синтез, композиционный контейнер, рентгенограмма.

**Объект исследования:** Материал контейнера АВД типа НЛТ. Моно –и поликристаллы типа карбонадо СА.

**Предмет исследования:** Генерация ВД в АВД. Изменение физико-механических свойств СА после сверхнизких температурных обработок.

**Цель работы:** Исследование и создание композиционных контейнеров АВД типа НЛТ на основе местного минерального сырья для синтеза поликристаллов алмаза карбонадо и упрочнение полученных поликристаллов алмаза дешёвыми и доступными методами.

**Методы исследования:** Измерение ВД с помощью реперных металлов. Рентгеноструктурные, оптические, электронно-микроскопические анализы, показатель прочности, микротвердости. **Аппаратуры:** Гидравлические пресса модели ДО137«А» и ДО-0043. Рентгеноструктурные анализы – УРС- 60, КРОС, ДРОН-3.0; оптический анализ – МБС 10; электронно-микроскопические анализы – S3400N, КАРС, TESCAN 3 LMN; прочность – ДА-2М; микротвердость – ПМТЗ.

**Научная новизна:** 1. Выявлена 2х стадийная закономерность процесса сжатия (пластического деформирования) контейнеров АВД типа НЛТ и исключительная роль 2й стадии при синтезе сверхтвёрдых материалов. 2. Разработаны 4 типа композиционных послойно-упрочнённых контейнеров АВД типа НЛТ на основе местного минерального сырья, которые увеличивают продукт синтеза на 26 % и улучшают работоспособность АВД. 3. Впервые выявлено увеличение показателя прочности до 1,8 раза и уменьшение периода кристаллической решётки в поликристаллах алмаза карбонадо после низкотемпературных обработок. 4. Впервые обнаружено измельчение кристаллических блоков в монокристаллах СА и увеличение угла их разориентировки от 17,7 в исходных образцах и до 36 минут после криогенной обработки.

**Рекомендации по использованию:** При промышленном производстве сверхтвёрдых материалов, например, синтезе поликристаллов алмаза карбонадо. Перспективным является использование предварительно упрочнённых поликристаллов алмаза карбонадо в создании КАМИН для обработки природного камня и строительных материалов низкой и средней твёрдости.

**Область применения:** Машиностроение, камнеобработка, металлообработка, стройиндустрия.

## SUMMARY

**of thesis on “Synthesis and strengthening of polycrystals of diamond “carbonado” submitted by Bakhtiyar Kambaralievich Khaidarov for a degree of candidate of physical and mathematical sciences on specialty 01.04.07 – Physics of condensed state.**

**Key words:** synthetic diamond, carbonado, polycrystal, monocrystal, cryogenic treatment, strength, strengthening, high pressure, synthesis, composite container, radiograph.

**Object of the research.** Material of the container of apparatus of high pressure (AHP) of a type anvil with a hole and toroid (AHT). Mono- and poly-crystals of a type carbonado SD (synthetic diamond).

**Subject of the research.** Generation of high pressure (HP) in AHP. Variation of physico-mechanical properties of diamonds after ultralow temperature treatment.

**Goal of the work.** Study and creation of composite containers AHP of a type AHT based on local mineral raw materials for synthesis of polycrystals of diamond carbonado and strengthening the obtained diamond polycrystals by cheap and available methods.

**Methods of the research.** Measuring of HP with the help of reference metals. X-ray structural, optical, electron-microscopic analyses, indices of strength and micro hardness. **Equipment.** Hydraulic presses DO137 “A” and DO-0043, X-ray structural analyses - URS-60, KROS, DRON-3.0; optical analysis MBS 10; electron-microscopic analyses – S3400N, CARS, TESCAN 3 LMH; strength – DA-2M; microhardness – PMT3.

**Scientific novelty.** **1.** A two-stage regularity of compression process (plastic deformation) of containers AHP of a type AHT and the exceptional role of the second stage in synthesis of super hard materials were revealed. **2.** Four types of composite layer-wise strengthened containers AHP of a type AHT were developed based on local mineral raw materials, which increase the product synthesis by 26% and improve AHP efficiency. **3.** It was revealed for the first time that the strength index increases up to 1.8 times and a period of a crystal lattice decreases in polycrystals of diamond carbonado after low-temperature treatment. **4.** For the first time it was found that after cryogenic treatment the crystal blocks reduce in SD monocrystals and the angle of their misorientation increases from 17.7 in the initial samples up to 36 minutes.

**Recommendations for use.** In the industrial production of superhard materials and synthesis of polycrystals of diamond carbonado the use of pre-hardened polycrystals of diamond carbonado is promising in creation of composite diamond-containing material of instrumental purpose for treatments of natural stone and building materials of low and medium hardness.

**Area of application:** mechanical engineering, stone treatment, metal processing, building industry.

### **1) Перечень условных обозначений:**

АВД – Аппарат высокого давления.

ВД – высокое давление.

ЖА – жидкий азот.

КАМИН – композиционный алмазосодержащий материал инструментального назначения.

НЛТ – наковальня с лункой и тороидом.

СА – синтетический алмаз.

### **2) Перечень сокращений и аббревиатур:**

БФ4 – бакелитовый лак с фенолформальдегидными смолами.

ВК – вольфрама карбид.

г. – год.

г. – город.

ДА-2М – установка для измерения показателя прочности сверхтвёрдых материалов..

ДО-0043 – гидравлический пресс для синтеза и спекания сверхтвёрдых материалов усилием 20 кН.

ДО137 А – гидравлический пресс для синтеза сверхтвёрдых материалов усилием 5 кН.

ДРОН – дифрактометр рентгеновский общего назначения.

ИФВД АН СССР – Институт физики высоких давлений академии наук Союза Советских Социалистических Республик.

КР – Кыргызская Республика.

КРОС – камера рентгеновская обратной съёмки.

КТР – коэффициент теплового расширения.

ЛСТМ ИФ НАН КР – лаборатория сверхтвёрдых материалов Института физики им. академика Ж.Жеенбаева Национальной академии наук Кыргызской Республики.

ЛТН – лазер твердотельный неодимовый.

МБС 10 – оптический микроскоп для металлографических исследований.

МГ – марка графита.

НАН – Национальная академия наук

обл. – область.

ОСЧ – особо чистый.

ПМТЗ – прибор для измерения микротвёрдости твёрдых тел.

РИНЦ – Российский индекс научного цитирования.

Рис. – рисунок.

РФ – Российская Федерация.

УРС-60 – установка рентгеновская для структурного анализа.



### 3) Перечень символов и единиц измерения:

$\text{\AA}$  – ангстрем.

$\alpha$  – период кристаллической решётки.

$^{\circ}\text{C}$  – градус Цельсия.

ГПа – Гига Паскаль.

D – диаметр.

d – коэффициент эффективности использования усилия пресса.

$D_y$  – диаметр упрочнённого слоя.

K – Кельвин.

кН – килоньютон.

МПа – Мега Паскаль.

N – Ньютон.

нм – нанометр.

мин. – минут.

мкм – микрометр.

мм – миллиметр.

Па – Паскаль.

$\text{см}^3$  – сантиметр куб.

T – температура.

f – усилие (пресса).

HKL – Индексы Миллера образуют систему обозначений в кристаллографии для плоскостей в кристаллических (Bravais) решетках.

h – высота.

$h_z$  – высота запирающего слоя.

p – давление.

q – критерий однородности.

R – радиус.

t – время.

% – процент.

' – угловая минута.

№ – номер.

### 4) Термины:

Астеризм – размытие в определённых направлениях дифракционных пятен на лауэграммах.

Гистерезис – запаздывание изменения физической величины, характеризующей состояние вещества.

Деформация – любое изменение формы и размеров тела.

Мартенситное превращение – полиморфное превращение, при котором изменение взаимного расположения составляющих кристалл атомов (или молекул) происходит путём их упорядоченного перемещения, причем относительные смещения соседних атомов малы по сравнению с межуатомным расстоянием.

Пластическая деформация – деформация, остающаяся после удаления действующих на тело сил, сопряженная с относительными перемещениями смежных между собой частиц тела.