**Лисаковський Валентин Володимирович. Закономірності кристалізації алмазу на затравці в розчин-розплавних системах Fe-Co-Ti(Zr)-C : Дис... канд. наук: 05.02.01 - 2008.**

|  |  |
| --- | --- |
| |  | | --- | | **Лисаковський В.В.** **Закономірності кристалізації алмазу на затравці в розчин-розплавних системах Fe-Co-Ti(Zr)-C.**  Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук зі спеціальності 05.02.01 – „Матеріалознавство”. Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, Київ, 2008.  Дисертацію присвячено вирішенню науково-технічної задачі, що полягає в розробці способу отримання монокристалів алмазу різного дефектно-домішкового складу в розчин-розплавних системах Fe-Co-Ti(Zr)-C та способу вирощування структурно-досконалих монокристалів алмазу типу ІІа. Вперше на *р*,Т – діаграмі вуглецю визначено області, в яких в залежності від температури спостерігається ріст монокристалів алмазу різного ступеня структурної досконалості – скелетний ріст, структурно-досконалі монокристали та кристали з підвищеною кількістю включень розчинника. Встановлено, що збільшення вмісту добавок титану і цирконію в межах від 1,80 до 3,60 ат. % і від 0,65 до 2,55 ат. %, відповідно, призводить до зміни типу кристалів в послідовності Ib Ib+IIb IIa (згідно фізичної класифікації), при цьому вміст домішки азоту змінюється від 30 – 35 до < 5 ppm. Виявлено, що в розчинниках Fe-Co-Ti(Zr) при Р = 5,5 – 6,1 ГПа та підвищенні температури від 1380 до 1700 С спостерігається зміна габітусу монокристалів алмазу в послідовності кубоктаедричний тетрагонтриоктаедр-октаедричний октаедричний. Розроблено спосіб вирощування структурно-досконалих монокристалів алмазу типу IIa масою до 1,5 ct зі швидкістю росту 5 мг/год. | |
| |  | | --- | | В роботі вирішено актуальну науково-технічну задачу вирощування структурно-досконалих монокристалів алмазу завдяки використанню розчин-розплавної системи Fe–Co–Ti(Zr)–C, вивчена кінетика їх росту та закономірності формування дефектно-домішкового складу, що дозволяє одержувати методом температурного градієнту кристали алмазів різних типів масою до 3 ct.  Результати проведених робіт дозволяють зробити наступні висновки:  1. Досліджено вплив добавок Ti (1,80 – 5,40 ат. %) і Zr (0,65 – 6,30 ат. %) на особливості росту монокристалів алмазу та їх дефектно-домішковий склад і встановлено, що збільшення вмісту добавок титану або цирконію в межах від 1,80 до 3,60 ат. % і від 0,65 до 2,55 ат. %, відповідно, приводить до зміни типу кристалів в послідовності Ib Ib+IIb IIa (згідно фізичної класифікації), при цьому вміст домішки азоту змінюється від 30 – 35 до < 5 ppm. Зменшення вмісту азоту в кристалах відбувається внаслідок зменшення його в розчині-розплаві за рахунок взаємодій Ti+N TiNx(Zr+NZrNx), шляхом зв’язування в азотовмісні комплекси титану та цирконію.  2. Досліджено кінетику росту монокристалів алмазу в розчин-розплавних системах Fe-Co-Ti(Zr)-С при оптимальних значеннях вісьових та радіальних градієнтів температури та встановлено, що підвищення температури вирощування призводить до збільшення швидкостей росту структурно-досконалих монокристалів на 12–19 % (кристали типів Ib та Ib+IІb) та на 16–24 % (зразки типу IIa), порівняно з визначеними раніше значеннями для розчинників Fe-Ni-C та Fe-Al-C, відповідно та визначено, що збільшення швидкостей росту пов’язане з тим, що вирощування при високих температурах поліпшує характеристики поверхневої дифузії та призводить до збільшення швидкостей забудови атомарних площин.  3. При вирощувані монокристалів алмазу методом температурного градієнту в ростових систем Fe-Co-Ti(Zr)-С на *р*,Т-діаграмі вуглецю вперше визначено області вирощування монокристалів алмазу різного ступеня структурної досконалості і встановлено, що якісні зміни процесу росту, пов’язані з різними температурними умовами кристалізації алмазу при Р= 5,5–6,1 ГПа – для скелетних та реберних форм росту Т = 1380–1520 С, для структурно-досконалих монокристалів алмазу Т = 1460–1580 С, для кристалів з підвищеною кількістю включень розчинника, Т = 1480–1680 С.  4. Вперше встановлено, що в розчинниках Fe-Co-Ti(Zr) під тиском 5,5 – 6,1 ГПа при підвищенні температури від 1380 до 1700 С спостерігається зміна габітусу монокристалів алмазу в послідовності кубоктаедричний тетрагонтриоктаедр-октаедричний октаедричний, яка обумовлена зміною сукупності факторів – ступеня пересичення вуглецем метала-розчинника в залежності від температури та розподілу температурних градієнтів в реакційному просторі.  5. Вперше встановлено, що в ростових системах Fe-Co-Ti(Zr)-С спостерігається утворення нових простих форм росту: (134), (127), (112), (469), (123), (047), (345), (223), (135), (145), (149), причому ініціювання росту нових граней відбувається при розчиненні затравочного кристалу до досягнення сплавом-розчинником рівноважного складу, після чого грань розчинення, що знаходиться найближче до джерела вуглецю, ініціює початок росту.  6. Вперше визначені концентрації вмісту титану та цирконію для вирощування монокристалів типів Ib, IIa, IIb й змішаного типу Ib+IIb в розчинниках Fe-Co-Ti(Zr)-С при Р = 5,5 – 6,1 ГПа і Т = 1380 – 1600 С та, за допомогою ІЧ-спектроскопії і вимірювання електроопору, показано, що змішаний тип є результатом секторіальної будови кристалів, які складаються з секторів росту Іb та ІІb, що дозволяє вирощувати монокристали алмазу з контрольованим вмістом домішкового азоту та бору.  7. При виконанні дисертаційної роботи було проведено більше 100 експериментів з вирощування монокристалів алмазу в розчин-розплавних системах Fe-Co-Ti(Zr)-С; тривалість одного циклу вирощування складала від 48 до 150 годин; в результаті отримано більше 150 зразків масою від 0,43 до 3, 74 сt, розроблено технологічний процес вирощування структурно-досконалих монокристалів алмазу типу ІІа масою 0,75 – 1,5 ct в розчин-розплавній системі Fe-Co-Zr-С, який випробувано в умовах Державного підприємства „Алкон-Діамант” і отримано позитивний висновок для його промислового використання. | |