**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. |

 |