

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ
Інститут надтвердих матеріалів НАН України

РЕФЕРАТ

науково-технічної роботи на здобуття щорічної премії
Президента України для молодих вчених

**Одержання структурно досконалих монокристалів алмаза
типу Ib масою від 5 до 10 каратів в шестипуансонних
пресах**

Бурченя Андрій Віталійович

кандидат технічних наук

молодший науковий співробітник Інституту Надтвердих матеріалів

ім. В. М. Бакуля НАН України

Савіцький Олександр Володимирович

Інженер першої категорії Інституту Надтвердих матеріалів

ім. В. М. Бакуля НАН України

Київ 2020 р.

Загальна характеристика роботи

Актуальність роботи. На сьогодні основним способом вирощування структурно досконалих монокристалів алмаза є метод температурного градієнта (H. Strong, R. Wentorf, 1972 p.). Цей метод передбачає використання високих тисків і температур, затравочного кристалу, джерела вуглецю та металічного розчинника, що розміщені в ростовій комірці з заданим розподілом температури. Створення необхідних умов вирощування алмаза за допомогою апаратів високого тиску (АВТ) з робочими об'ємами $\sim 1\text{см}^3$ та більше дозволяє вирощувати структурно досконалі монокристали. Найбільш перспективним, з точки зору експлуатаційних, економічних показників та ростового об'єму, є використання шестипуансонних кубічних пресів, які знайшли широке застосування для промислового одержання алмазних шліфпорошків. З метою вирощування монокристалів алмаза на затравці такі преси раніше майже не використовувались по причині існування методичних труднощів з вибору конструкції ростового об'єму та матеріалів контейнера, що забезпечують стиснення і створення необхідного квазігдростатичного тиску та ефективної теплоізоляції ростової комірки. Для шестипуансонних пресів також не вирішені проблеми контролю високих тисків, оскільки в силу конструкційних особливостей цих апаратів неможливо використання стандартних методик побудови характеристик навантаження. Існують суттєві труднощі керування температурою, хоча контроль температури є важливим при дослідженні процесу вирощування та визначенні величин пересичень вуглецем.

Згідно літературних джерел, основними факторами, що в значній мірі визначають швидкість і форму росту, впливають на структурну досконалість монокристалів алмаза, є термодинамічні параметри процесу вирощування – тиск і температура ростового середовища, а також склад розчинника вуглецю. Тому вивчення і визначення граничних умов параметрів кристалізації алмаза в ростових комірках шестипуансонних пресів кубічного типу, вирішення питань керування ними впродовж процесу вирощування представляють значну наукову цінність і є важливими для одержання монокристалів заданого дефектно-домішкового складу зі збереженням повногранних форм росту; дослідження методів керування параметрами росту та створення системи спрямованого керування процесом вирощування структурно досконалих повногранних форм монокристалів алмаза на одиничній затравці в шестипуансонних пресах кубічного типу є актуальною науковою та практичною задачею.

Метою роботи є створення системи спрямованого керування параметрами росту алмазів та визначення умов їх вирощування для одержання структурно досконалих монокристалів алмаза типу *Ib* масою від 5 до 10 каратів в ростовій системі на базі розчинника Fe-Ni з використанням шестипуансонних пресів кубічного типу CS-VII зусиллям $6 \times 28,5$ МН.

Для досягнення поставленої мети вирішувались наступні **основні задачі**:

1. Вивчення властивостей матеріалів для використання у якості квазігідростатичних середовищ стиснення та теплоізоляції і розробка методів виготовлення деталей кубічного контейнера та ростової комірки, що забезпечують проведення довготривалих циклів вирощування тривалістю до 220 год та більше.

2. Визначення складу та дослідження особливостей виготовлення розчинника вуглецю діаметром 29–32 мм для вирощування структурно досконалих монокристалів алмаза типу *Ib* і його використання в якості ростового середовища; визначення конфігурації та співвідношень розмірів складових елементів системи резистивного нагріву і теплоізоляції ростового об'єму та вибір матеріалів нагрівачів для формування необхідного розподілу температури та її градієнтів.

3. Розробка системи керування потужністю електричного струму резистивних ланцюгів нагріву ростових комірок з точністю не менше $\pm 0,1$ %, поєднаної з системою охолодження і можливістю змінення величин потоків та температури охолоджуючої рідини для роботи в автоматичному режимі.

4. Розробка методів контролю квазігідростатичних тисків до 7 ГПа та температури до 1600 °С у ростовій комірці для проведення циклів вирощування монокристалів алмаза на затравці.

5. Вивчення кінетики росту повногранних форм монокристалів алмаза типу *Ib* масою від 5 до 10 каратів та особливостей спрямованого керування процесом вирощування для їх одержання в шестипуансонних пресах зусиллям до 28,5 МН.

Короткий зміст роботи. Розроблений сучасний спосіб вирощування монокристалів алмаза типу *Ib* високої структурної досконалості масою від 5 до 10 каратів з збереження повногранних форм росту і можливістю варіювання ступеня розвитку граней куб/октаедр у співвідношенні (%) 10/90–70/30, а також сплосчених пластин кубічного габітусу. Авторами науково-технічної роботи Бурченою А. В. та Савіцьким О. В. створено системи та виготовлено і введено в експлуатацію блоки керування процесом росту монокристалів та охолодженням пуансонів шестипуансонного преса CS-VII. Розроблено конструкцію контейнера з ростовою коміркою для вирощування монокристалів алмаза типу *Ib* на одиничній затравці методом температурного градієнта і методичні основи вимірювання тисків та температур в них диференційним методом з використанням резистометрії; виконана калібровка показань термопар, завдяки чому можливо проводити процес вирощування з безперервним контролем температури впродовж часу циклу вирощування.

Робота дозволила підвищити ефективність процесу вирощування монокристалів алмаза в 2–3 рази та отримувати зразки масою до 10 каратів та більше з збереженням повногранних форм росту.

Усі основні результати цієї групи робіт одержані вперше, є оригінальними, надруковані в провідних наукових виданнях, захищені патентами України та доповідались на вітчизняних і міжнародних конференціях.

Результати роботи опубліковані в 25 друкованих працях у фахових виданнях України, виданнях, що входять у міжнародні наукометричні бази.

Структура роботи. Науково-технічна робота виконувалась протягом 2014-2019 рр. в ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України. Робота складається з публікацій у наукових фахових виданнях. До складу цієї роботи входять 25 друкованих праць у фахових вітчизняних та міжнародних виданнях, в т.ч. 6 патентів України. Крім того результати роботи доповідалися на вітчизняних та міжнародних конференціях та були опубліковані в тезах доповідей. Об'єм поданої науково-технічної роботи становить 96 сторінок.

Новизна одержаних результатів:

1. Вперше на основі вивчення кінетики росту монокристалів алмаза на одиничній затравці від грані (100) в області термодинамічної стабільності при тиску 6,0–6,2 ГПа в шестипуансонному пресі кубічного типу CS-VII встановлено, що для одержання зразків з пріоритетним розвитком граней куба або октаедра температура започаткування росту алмаза повинна підтримуватися на рівні 1300–1350 °С та 1400–1450 °С, відповідно.

2. Вперше вивчено кінетику росту монокристалів алмаза октаедричного, кубооктаедричного та кубічного габітусів на одиничній затравці при збільшенні маси від 5 до 10 каратів, визначено головну необхідну умову одержання структурно досконалих повногранних форм алмаза типу Ib в процесі вирощування: підтримання масових швидкостей росту не вище 3, 7 і 11 мг/год при досягненні монокристалом значень маси 5, 7 та 10 каратів, відповідно.

3. Вперше шляхом використання резистометрії розроблено методу побудови характеристики навантаження ростової комірки шестипуансонного преса CS-VII для визначення значень тисків при температурах до 1400 °С, яка дозволяє оцінювати ефективність стиснення до 7 ГПа при температурах 500–700 °С та 1150–1400 °С з використанням датчиків Fe–Co і Cu–Ag, відповідно, а також придатність використання матеріалів ростової комірки та конфігурації деталей, виготовлених з них.

4. Показано, що збільшення маси вирощеного кристала зі збереженням повногранних форм протягом всього циклу вирощування необхідно забезпечувати шляхом зміни теплового стану ростової комірки, що полягає у поступовому підвищенні температури зі швидкістю 0,3–1,0 °С/год, починаючи з 80–100 год після початку процесу вирощування.

Практична значимість. Розроблено конструкцію контейнера з ростовою коміркою для вирощування монокристалів алмаза типу Ib на одиничній затравці масою від 5 до 10 каратів методом температурного градієнта; розроблено дослідно-лабораторну технологію для отримання структурно досконалих повногранних кристалів кубооктаедричного габітусу з можливістю варіювання розвитку граней куб/октаедр у співвідношенні (%) 10/90–70/30, а також сплосчених пластин кубічного габітусу.

Розроблено системи та виготовлено і введено в експлуатацію блоки керування процесом росту монокристалів з охолодженням пуансонів шестипуансонного преса CS-VII і можливістю роботи в автоматичному режимі при тривалості циклів вирощування до 220 годин та більше.

Визначено методичні підходи вимірювання температур в характеристичних точках ростової комірки з використанням термопарних датчиків платина–платина-родій (ПП1) та виводом сигналу термопар шляхом їх під'єднання до натискаючих пуансонів; виконана калібровка показань термопар, завдяки чому можливо проводити процес вирощування з безперервним контролем температури впродовж часу циклу вирощування.

Дослідно-лабораторний спосіб вирощування структурно досконалих монокристалів алмаза типу Ib масою від 5 до 10 каратів пройшов виробничі випробування в промислових умовах та отримав позитивну оцінку для впровадження.

В умовах ТОВ «Алькор-Д» проведена дослідно-промислова перевірка дослідно-лабораторної технології вирощування. Встановлено, що в порівнянні з традиційною схемою вирощування розроблена технологія дозволяє підвищити продуктивність процесів вирощування в 2-3 рази. Також результати роботи використовуються на заводах «Best» (м. Цзинань, КНР) та «Алькор-Д» (м. Київ, Україна).

Зразки монокристалів алмаза, отриманих в ході виконання роботи, пройшли виробничі випробування в умовах «ІФТТМТ ННЦ ХТФІ», де з них виготовлялись підкладинки, що використовувались в процесах гомоепітаксiального вирощування алмаза методом CVD, на що був отриманий акт випробувань з високою оцінкою.

Зміст та основні результати роботи

Робота присвячена розробці системи спрямованого керування параметрами росту монокристалів алмаза високої структурної досконалості та визначенні умов їх вирощування з використанням шестипуансонного кубічного преса зусиллям $6 \times 28,5$ МН з діаметром плунжера 560 мм.

Заводська конструкція шестипуансонного преса була модернізована з повною заміною системи керування нагрівом ростової комірки і охолодження пуансонів. Для проведення досліджень по вирощуванню монокристалів алмаза були розроблені і виготовлені зразки цих систем, конструкції яких відповідали сформульованим вимогам відносно точності керування параметрами і забезпечення температури та величини потоків холодогенту.

Конструкція системи керування була реалізована на базі програмованого логічного контролера VIPA S300, який складений з блоків стабілізації і регулювання потужністю та тиском; вона передбачає можливість задання параметрів з використанням циклограм навантаження та нагріву; точність стабілізації потужності складає $\pm 0,1\%$ (± 5 Вт). Для візуального відображення процесу контролю параметрів нагріву ростової комірки, робочого тиску та функціональних показників інших систем була використана система вводу-виводу даних Weintek eMT 3150A.

Конструкція системи охолодження має два пов'язаних між собою контури, у першому з яких відбувається охолодження холодогенту до необхідного рівня, а у другому – змішування та стабілізація температури з подальшою подачею його в робочий контур пуансонів.

Вивчення проблеми контролю тисків показало, що створення квазігiдростатичних умов в робочому просторі та визначення залежності

величин тиску в ростовій комірці від прикладеного зусилля плунжерної системи потребує побудови комбінованої характеристики навантаження при кімнатній (RT) та високих температурах (до $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$) (рис. 1).

При кімнатній температурі були використані фіксовані точки фазових перетворень вісмуту Bi I-II ($2,54\text{ ГПа}$) та талію Tl II-III ($3,67\text{ ГПа}$); для високих температур до $1300\text{--}1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ було розроблено диференційний метод вимірювання тиску, суть якого полягає в визначенні різниці ΔT_d між температурами фазових перетворень ΔT_{nl}^{Fe-Co} та ΔT_{nl}^{Cu-Ag} , вихідні дані для яких були раніше вивчені з достатньо високою точністю експериментально.

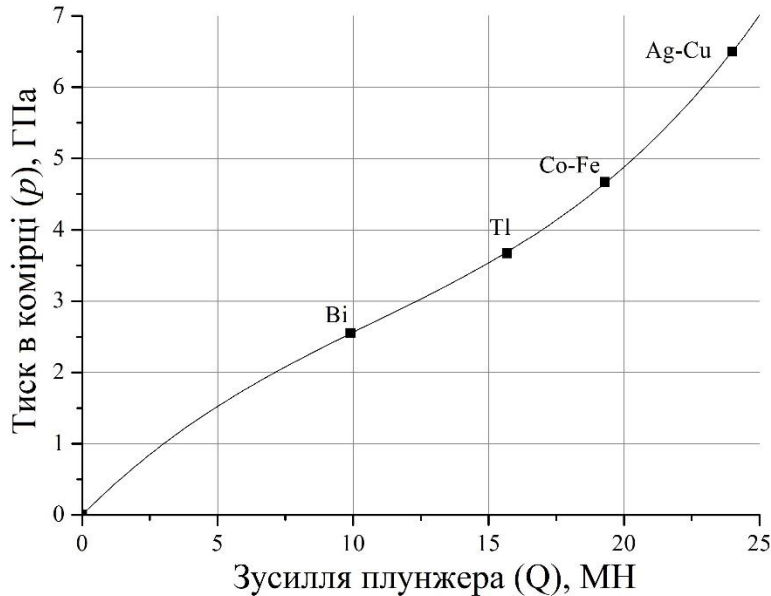


Рис. 1. Характеристика навантаження шестипуансонного пресу при використанні фіксованих точок фазових перетворень в Bi і Tl при кімнатній температурі та диференційних різниць температур $\text{Fe}^{\alpha-\gamma}\text{-Co}^{\alpha-\beta}$, $\text{Ag}^{nl}\text{-Cu}^{nl}$: $\Delta T_d^{Co-Fe}=118\text{ }^{\circ}\text{C}$, $p=4,61\text{ ГПа}$; $\Delta T_d^{Cu-Ag}=33\text{ }^{\circ}\text{C}$, $p=5,42\text{ ГПа}$.

які не мають фазових перетворень в температурному діапазоні вирощування; максимальна температура в ланцюгу нагріву не повинна перевищувати $1950\text{ }^{\circ}\text{C}$; конструкція комірки повинна забезпечувати значення осьового температурного градієнта в ростовому об'ємі від 4 до $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мм}$; радіальний температурний градієнт не повинен перевищувати $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мм}$; температуру в зоні ініціації росту алмаза необхідно підтримувати в межах $1300\text{--}1480\text{ }^{\circ}\text{C}$. Для забезпечення цих умов були вивчені термостійкість, теплоізоляційні властивості та можливість використання матеріалів CsCl , ZrO_2 , їх сумішей між собою та з графітом. Оптимізація складу цих матеріалів дозволила створити конструкцію ростової комірки (рис. 2).

Різниці ΔT_d вимірювались за допомогою резистометрії двохкінцевим методом; для проведення вимірювань величини ΔT_d були сконструйовані спеціальні датчики. Різниці температур ΔT_d^{Co-Fe} і ΔT_d^{Cu-Ag} визначали при $500\text{--}700\text{ }^{\circ}\text{C}$ і $1150\text{--}1400\text{ }^{\circ}\text{C}$, відповідно; шляхом інтерполяції комбінована характеристика навантаження контейнера з ростовою коміркою побудована до значення тиску 7 ГПа .

При розробці ростової комірки та виборі матеріалів встановлено, що в процесі її виготовлення необхідно використовувати матеріали,

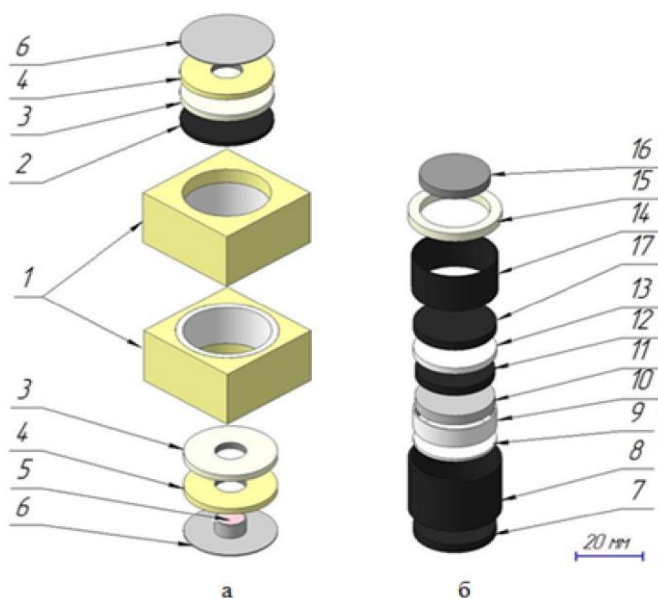


Рис. 2. Схема складання контейнера і комірки високого тиску: а – контейнер високого тиску, що складається з двох пірофілітових ($\text{Al}_2[\text{Si}_4\text{O}_{10}]\text{OH}_2(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O})$) напівкубів (1) зі сталевими струмопідводами (6), струморозподільчим диском (2) та теплоізоляторами, виготовленими у формі кільця (3), та дисків (5) з доломіту ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) та пірофіліту (4, 6); б – комірка високого тиску: 7, 17 – графітовий струморозподіляючий диск; 8 – втулка теплоізолююча на основі CsCl ; 9, 13 – диски з CsCl ; 10 – кільце з CsCl ; 11 – сплав-розчинник; 12 – джерело вуглецю; 14 – циліндричний графітовий нагрівач; 15 – теплоізолююче кільце з CsCl-ZrO_2 ; 16 – нагрівальний елемент з суміші графіту з ZrO_2 .

розміщувались в ростовій комірці за схемою, приведеною на рис. 3. Вимірювання температур в характеристичних точках 1–4 під час проведення процесу вирощування виконувалось для контролю нагріву з метою визначення його функціональної залежності від величини потужності електричного струму; в таких випадках для кожного експерименту використовувалася тільки одна термопара, спай якої розміщувався в характеристичній точці 3. Вимірювання температури в характеристичних точках 2 і 4 одночасно з використанням одразу двох термопар проводилось для визначення осьових значень $|\text{grad}T|$ у ростовому об'ємі. Необхідну температуру вирощування задавали за допомогою регулювання по показникам термопарних датчиків ППІ або з використанням

В якості ростового середовища для отримання монокристалів алмаза типу Ib був використаний розчинник вуглецю на базі сплаву Fe-Ni з діаметром 29–33 мм та висотою 7–10 мм. Виготовлення сплавів проводилось шляхом переплавлення вихідних компонентів в індукційній печі та виливці розплаву в ливарні форми. Встановлено, що для забезпечення умов гомогенності хімічного складу по об'єму злитків при їх виготовленні необхідно: зберігати співвідношення діаметру злитку до його довжини не більше 1:10; здійснювати операцію пластичного деформування у вигляді гарячої проковки чи прокатки при температурі 700–900 °С.

Розроблено методи контролю температури в ростовому об'ємі за допомогою термопар, які

калібрування потужності електричного струму згідно функціональної залежності $W=f(t)$ ($W=1,03t+4,9\times 10^3$).

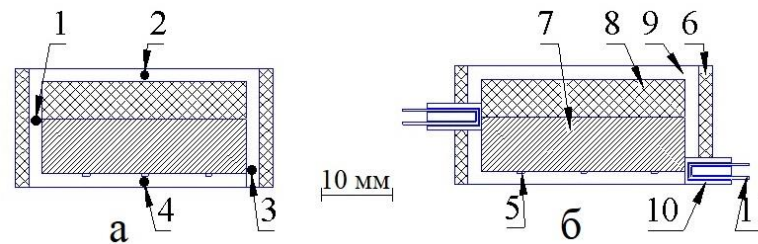


Рис. 3. Вимірювання температури за допомогою термопари та використанням термопарного блоку з CsCl: а – характерні точки 1–4 для розміщення спаїв термопар в ростовому об’ємі комірки високого тиску; б – розміщення термопарних блоків для вимірювання температури в характеристичних точках: 5 – затравка; 6 – графітовий нагрівач; 7 – сплав-розчинник; 8 – джерело вуглецю; 9 – ізоляція ростового об’єму з CsCl; 10 – термопарний датчик; 11 – термопара.

Аналіз результатів експериментальних циклів вирощування показав, що при тривалості циклів понад 80–100 год процес перекристалізації на затравці може приводити до утворення двох основних ростових форм:

1 – повногранні форми кубічного чи кубооктаедричного габітусу (рис. 4);

2 – дефектні форми росту з реалізацією двохстадійного розвитку кристалів; кожна з стадій характеризується індивідуальною швидкістю росту та отриманням в результаті цього «бінарного» кристала, який складається з двох субіндивідів. Такі кристали утворюються в результаті зміни умов вирощування, в першу чергу за рахунок перерозподілу температури у ростовому середовищі внаслідок збільшення об’єму нової фази (алмаза), яка суттєво змінює теплопровідність ростового середовища. В результаті виникають умови для започаткування та росту частини поверхні кристалу, що знаходиться в кращих умовах відносно переносу вуглецю від джерела. Для уникнення ефекту утворення «бінарних» кристалів алмаза необхідне корегування розподілу температури в ростовому об’ємі впродовж циклу вирощування. При створенні алгоритму зміни температури для вирощування монокристалів алмаза головною задачею було досягти можливості росту від затравки тільки однієї повногранної форми з масою до 10 каратів (рис. 5). Проведені експерименти по корегуванню розподілу температури в ростовому об’ємі показали, що для запобігання утворення «бінарних» кристалів необхідно, починаючи з 80–100 год часу вирощування, підвищувати температуру в характеристичних точках зі швидкістю 0,3–1,0 °C/год.

Вивчена кінетика росту монокристалів алмаза типу Ib кубічного, кубооктаедричного та октаедричного габітусів. Встановлено, що для отримання монокристалів алмаза в системі Fe-Ni-C з пріоритетним розвитком граней куба процес вирощування необхідно ініціювати при температурі 1300–1350 °C та величинах температурного градієнта 4–5 °C/мм; для отримання монокристалів

октаедричного габітуса процес вирощування слід започатковувати при температурі 1400–1450 °С і значеннях температурного градієнта 7–10 °С/мм.



Рис. 4. Монокристали алмаза типу Ib «бінарного» типу: а – тривалість циклу вирощування $t=189$ год, маса $m=6,93$ каратів, температура вирощування $T=1453-1389$ °С; б – $t=178$ год, $m=5,72$ каратів, $T=1445-1392$ °С; в – $t=192$ год, $m=8,07$ каратів, $T=1441-1378$ °С.

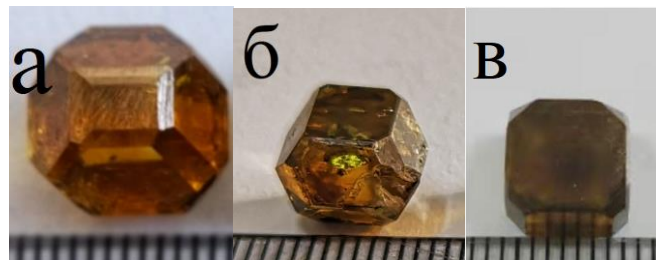


Рис. 5. Структурно досконалі гранні форми монокристалів алмаза типу Ib: а – тривалість циклу вирощування $t=187$ год, маса $m=9,98$ каратів, $T=1446-1518$ °С; б – $t=175$ год, $m=8,12$ каратів, $T=1450-1505$ °С; в – $t=181$ год, $m=6,54$ каратів, $T=1381-1437$ °С.

Вивчення зміни маси повногранних форм монокристалів алмаза різного габітуса в залежності від часу вирощування показало, що найменша величина швидкості росту притаманна монокристалом кубічного габітуса; збільшення площинного розвитку граней октаедра підвищує величину швидкості вирощування кубооктаедричного і октаедричного габітусів на 16,2 та 22,4 %, відповідно. Приріст маси отриманих монокристалів алмаза всіх габітусних типів можна представити співвідношенням $m=-0,01t+2,68 \times 10^{-4}t^2+2,44$. Аналіз кінетичних особливостей росту монокристалів алмаза показав, що для забезпечення умов вирощування повногранних форм при досягненні монокристалом маси 5, 7 та 10 каратів масові швидкості росту необхідно підтримувати на рівні не вище 3, 7 і 11 мг/год, відповідно. Перевищення вказаних значень швидкостей росту приводить до виникнення на периферії кристала елементів реберного росту, які ведуть до порушення досконалості повногранної форми кристала.

На ≈ 50 % кристалів октаедричного та кубооктаедричного габітусів в якості додаткових спостерігались грані $\{311\}$ з площинним розвитком 5–18 %; 20–25 % таких кристалів мали присутність в якості додаткових граней $\{110\}$ з площинним розвитком 3–7 %. На кристалах кубічного габітуса додаткова грань $\{311\}$ спостерігалась тільки в одному випадку (7 % від загальної кількості таких кристалів) з площинним розвитком 2–3 %. Щільність дислокацій для монокристалів октаедричного та кубооктаедричного габітуса складає 10^2-10^4 см⁻²; для кристалів кубічного габітуса, щільність дислокацій складає $(1-5) \times 10^3$ см⁻² в секторах куба і $7 \times 10^4-10^5$ см⁻² в зонах цих секторів, що примикають до секторів росту граней октаедра. Мікротвердості отриманих алмазів типу Ib при кімнатній температурі складає 101,9–113,5 ГПа, а при температурі 900 °С – 47 ± 7 ГПа. За результатами спектрів ІЧ-поглинання було встановлено, що вміст парамагнітного азоту в кристалах складає 4×10^{19} см⁻³ (240 ppm).

Висновки

В роботі вирішено актуальну науково-технічну задачу з вирощування структурно досконалих монокристалів алмаза на затравці методом температурного градієнта з використанням шестипуансонного пресу кубічного типу CS-VII в ростовій системі на основі Fe-Ni-C; вивчення особливостей спрямованого керування параметрами росту та їх впливу на формування габітусу монокристалів дозволило, в залежності від p - T умов вирощування, отримати алмази типу *Ib* масою до 10 каратів з різним ступенем розвитку граней куба чи октаедра.

Основні висновки та результати роботи полягають у наступному:

1. Розроблено методичні основи введення термопар в ростову комірку шестипуансонних пресів кубічного типу та спосіб їх ізоляції, що дозволило підвищити точність вимірювання температур під час проведення циклів вирощування.

2. Виготовлено і введено в експлуатацію блоки керування параметрами росту алмаза та охолодження пуансонів для шестипуансонного пресу CS-VII з можливістю роботи в автоматичному режимі з тривалістю циклів вирощування до 220 год та більше; передбачає можливість задання параметрів з використанням циклограм навантаження та нагріву; система дозволяє контролювати процес вирощування по даним струму та напруги на вторинній обмотці силового трансформатора; точність стабілізації потужності складає $\pm 0,1\%$ чи ± 5 Вт.

3. Розроблено конструкцію ростової комірки та визначено конфігурацію резистивної системи нагріву для вирощування монокристалів алмаза типу *Ib* масою від 5 до 10 каратів методом температурного градієнту.

4. Вперше розроблено методику вимірювання тисків, яка дозволяє за допомогою резистометрії визначати величини тисків по різниці температур фазових перетворень в реперних датчиків Fe-Co та Ag-Cu.

5. Розроблено метод побудови характеристик навантаження ростової комірки пресу CS-VII для визначення значень тисків при температурах до 1400 °C, що дозволяє оцінювати ефективність стиснення до 6,5–7 ГПа при температурах 1300–1400 °C та проводити порівняння придатності використання матеріалів та конфігурації деталей, виготовлених з них.

6. Вперше вивчена кінетика росту монокристалів алмаза типу *Ib* на одиничній затравці в області термодинамічної стабільності при тиску 6–6,2 ГПа в шестипуансонному пресі кубічного типу CS-VII при контролі температури кристалізації за допомогою термопарних датчиків впродовж часу вирощування, що дозволило отримувати зразки масою до 10 каратів.

7. Показано, що збільшення маси вирощеного кристала зі збереженням повногранних форм протягом всього циклу вирощування забезпечується шляхом зміни теплового стану ростової комірки з підвищенням температури вирощування зі швидкістю 0,3–1 °C/год, починаючи з 80–100 годин часу вирощування.

8. Розроблено дослідно-лабораторну технологію отримання структурно досконалих повногранних кристалів типу *Ib* кубооктаедричного габітусу масою від 5 до 10 каратів з можливістю варіювання розвитку граней куб/октаедр з співвідношенням 90/10–30/70 %.