



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 4579

(13) U

(51) 7 B01J3/06

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

(54) ШИХТА ДЛЯ ВИГОТОВЛЕННЯ НАГРІВАЧА ПРИСТРОЮ ВИСОКОГО ТИСКУ

1

2

(21) 20040604528

(22) 10.06.2004

(24) 17.01.2005

(46) 17.01.2005, Бюл. № 1, 2005 р.

(72) Лисаківський Валентин Володимирович

(73) ІНСТИТУТ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ІМ.  
В.М. БАКУЛЯ НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК  
УКРАЇНИ, ЛИСАКІВСЬКИЙ ВАЛЕНТИН ВОЛО-  
ДИМИРОВИЧ(57) 1. Шихта для виготовлення нагрівача при-  
строю високого тиску, що містить електропровід-  
ний і теплоелектроізоляційний матеріали, яка від-різняється тим, що як електропровідний матеріал  
вона містить наноструктурний терморозширений  
графіт при наступному співвідношенні компонен-  
тів, ваг. %.

електропровідний матеріал 5-25

електроізоляційний матеріал 75-95

2. Шихта за п. 1, яка відрізняється тим, що нано-  
структурний терморозширений графіт має співвід-  
ношення розміру частинок в одному з напрямків і  
розміру частинок теплоелектроізоляційного мате-  
ріалу  $\leq 0,001$ .

Корисна модель відноситься до галузі отри-  
мання композиційних матеріалів з використанням  
нанопорошків і може бути використана для синте-  
зу надтвердих матеріалів, при створенні стабіль-  
ного температурного градієнту і для забезпечення  
необхідних дифузійних процесів в реакційному  
просторі, що створює умови рівномірного і безде-  
фектного росту алмазів.

Проблема розробки нагрівачів, які забезпечать  
необхідні умови росту надтвердих матеріалів є  
однією із основних проблем при розробці констру-  
кції комірки високого тиску. Нагрівачі повинні задо-  
вільняти наступним вимогам: стабільність при  
високих тисках і температурі, стабільність складу,  
відсутність фазових перетворень і хімічної взає-  
модії з іншими елементами комірки, рівномірний  
розподіл температури по поверхні.

Відома шихта для виготовлення електронагрі-  
вача пристрою високого тиску [див. авт. св. СРСР  
№1619500, кл. B01J3/06, опубл. 03.06.88], яка міс-  
тить в своєму складі графіт (15-50ваг.%) і моноте-  
рміт з монотермітовою глиною (30-90ваг.%) Голо-  
вним недоліком цієї шихти є те, що виготовлений з  
неї нагрівач не забезпечує ефективного нагрівання  
та необхідної теплоізоляції реакційного простору,  
а це в свою чергу може призвести до зниження  
стійкості металевих конструкції апарату високого  
тиску (АВТ)

Також відома шихта для нагрівачів АВТ [див.  
авт. св. СРСР №1570097, кл. B01J3/06,  
опубл. 11.11.87], яка складається із суміші графіту  
(10-90ваг.%) з каолінітом і каолінітовою глиною.  
Недоліком цієї шихти є також недостатній елект-

ричний опір та низька теплоізоляція реакційного  
простору, виготовлених з неї нагрівачів.

Найбільш близьким за технічною суттю до  
пропонованої є шихта для виготовлення електро-  
нагрівача пристрою високого тиску (див. патент UA  
№20283A, МПК7 B01J3/06 опубл. 27.02.98,  
Бюл. №1), що використовується при синтезі над-  
твердих матеріалів і призначена для забезпечення  
електровводу в реакційний простір і теплоізоляції  
реакційного простору від металічних деталей при-  
строю високого тиску, яка містить, ваг. %:

електропровідний матеріал 10-30ваг.%

теплоелектроізоляційний матері-  
ал 70-90ваг.%

Причому, як електропровідний матеріал вона  
містить графіт марки ГМЗ, а як теплоелектроізо-  
ляційний матеріал - порошок літографського  
каменю.

Для підвищення міцності нагрівачів додавали  
зв'язуючий матеріал - 20% розчин гідроокису калію  
в кількості 10ваг. % від загальної маси електропро-  
відного і теплоелектроізоляційного матеріалів.

Основними недоліками даної корисної моделі  
є недостатньо висока термостійкість оскільки при  
температурі 1800°C літографський камінь починає  
плавитись

В основу корисної моделі покладено завдання  
такого удосконалення шихти для виготовлення  
електронагрівача пристрою високого тиску, при  
якому за рахунок стабільності її фазового складу  
при високих тисках і температурі будуть забезпе-  
чуватись стійкі електричні параметри, низька теп-  
лопровідність та висока термостійкість нагрівачів,  
виготовлених з використанням пропонованої

(13) U

(11) 4579

(19) UA

шихти.

Означене завдання вирішується завдяки тому, що у шихті для виготовлення нагрівача пристрою високого тиску, що містить електропровідний і електроізоляційний матеріали, згідно винаходу як електропровідний матеріал вона містить наноструктурний терморозширений графіт при наступному співвідношенні компонентів, ваг %:

електропровідний матеріал	5-25
електроізоляційний матеріал	75-95,

оптимальним при цьому буде, коли наноструктурний терморозширений графіт має співвідношення розміру частинок в одному з напрямків до розміру частинок теплоелектроізоляційного матеріалу  $\leq 0,001$

Було встановлено, що використання шихти такого складу і з такими співвідношеннями розмірів частинок компонентів дозволяє надати матеріалу нагрівача необхідне поєднання низької теплопровідності та відносно високого електричного опору. Це досягається тим, що при заявленому співвідношенні розмірів частинок компонентів шихти кожна частинка теплоелектроізоляційного матеріалу оточена тонким шаром частинок електропровідного матеріалу. В цьому випадку отриманий композиційний матеріал має високий електричний опір, оскільки тонкі прошарки, які утворюють безперервний шлях для струму нагріву, мають низьке значення площі поперечного перерізу, а теплопровідність цього композиційного матеріалу визначається теплопровідністю теплоелектроізоляційного матеріалу тому, що його об'ємний вміст більш ніж у п'ять разів більше вмісту електропровідного матеріалу.

Заявлене співвідношення розмірів частинок електропровідного і теплоелектроізоляційного матеріалів дозволяє значно знизити теплопровідність матеріалу нагрівача при заданому електроопорі, оскільки можливий вміст тепло електроізоляційного матеріалу в нашому випадку значно вище. В результаті підвищення теплоізоляції реакційного простору знижується кількість тепла, яка передається від нагрівача до матеріалу деталей АВТ, що призводить до їх перегріву та зменшення стійкості. Граничні значення вмісту компонентів шихти були визначені експериментально. При вмісті електроізоляційного матеріалу менш ніж % за рахунок низьких значень електропровідності деталей нагрівачів прогрів реакційного простору нерівномірний, в результаті чого градієнти температури досягають величин 15 і більше град/мм, що негативно впливає на характеристики отриманих надтвердих матеріалів. При вмісті теплоелектроізоляційного матеріалу більш ніж 95ваг.% із-за неможливості рівномірно розподілити електропровідний матері-

ал у композиті, в результаті чого електропровідність нагрівачів, виготовлених з однієї і тієї ж шихти, може відрізнятися на 7-9%, що обумовлює їх нестабільність у роботі.

Корисна модель характеризується наступним оптимальним прикладом її використання

Була виготовлена шихта наступного складу: електропровідний матеріал (графіт марки ТРГ з розміром частинок 30-50нм) - 15ваг % і теплоелектроізоляційний матеріал (стабілізований  $ZrO_2$  з розміром частинок 50мкм) - 85ваг.%, тобто співвідношення розмірів частинок складає число, що більш ніж 1000. Перед пресуванням суміш попередньо ретельно змішували в апараті типу "п'яна бочка". Після змішування нагрівачі пресували (тиск пресування 0,1-0,15ГПа) в вигляді дисків діаметром 19мм і висотою 2,5мм. Потім споряджали контейнер для синтезу монокристалів алмазу на затравці з використанням нагрівачів з пропонованого матеріалу. Контейнер в АВТ навантажували до необхідного зусилля за допомогою пресу ДОО44. Після навантаження через резистивну систему пропускали електричний струм і фіксували електричні параметри. Результати дослідів із заявленою шихтою показали швидку стабілізацію та збереження стабільності електричних параметрів нагрівачів при витримках до 20 годин і більше (див Рисунок), додається, на якому показано залежність електричного опору від часу витримки комірки для вирощування монокристалів алмазу на затравці при виході на режим, де 1 - графік для пропонованих нагрівачів, 2 - графік для нагрівачів згідно прототипу.

Зміна складу нагрівачів впливає на їх електричний опір тим самим змінюючи температуру нагріву реакційного простору.

Як показали результати експериментів, поставлене завдання досягається в межах заявленого складу компонентів шихти і найвищі показники досягаються при пропонованому співвідношенні розмірів частинок компонентів електропровідного матеріалу. Завдяки використанню шихти пропонованого складу з'являється можливість більш точно визначати температури та їх розподіл в реакційному просторі, зростає швидкість росту монокристалів надтвердих матеріалів

Розроблені нагрівачі можуть використовуватись для синтезу монокристалів алмазу і кубічного нітриду бору, при проведенні термоборичної обробки натуральних алмазів, при створенні полікристалічних і композиційних матеріалів, які потребують високих тисків і температур, при розробці градієнтних методів нагріву та виготовлення градієнтних матеріалів.

