



УКРАЇНА

(19) UA (11) 47797 (13) A

(51) B 01J3/06

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДВидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) АПАРАТ ВИСОКОГО ТИСКУ І ТЕМПЕРАТУРИ

1

2

(21) 2001096451

(22) 20 09 2001

(24) 15 07 2002

(46) 15 07 2002, Бюл. № 7, 2002 р.

(72) Будяк Олександр Ананійович, Івахненко
Сергій Олексійович, Білоусов Ігор Святославович(73) ІНСТИТУТ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ НАН
УКРАЇНИ ІМ В.М. БАКУЛЯ(57) Апарат високого тиску і температури, що
містить реакційний об'єм для пошарового
розміщення в ньому металевого каталізатора-

розчинника, джерела вуглецю і принаймні одного кристала-затравки, охоплений з усіх боків оболонкою з електро- та теплоізолюючого матеріалу, яка в свою чергу по бічній поверхні охоплена трубчастим нагрівачем, а на торцях розміщені пластинчаті нагрівачі, виконані з суміші графіту і цирконієвмісного матеріалу, а на торцях цих нагрівачів розміщені прокладки, виконані з тугоплавкого металу, який відрізняється тим, що як цирконієвмісний матеріал використано діоксид цирконію

Винахід відноситься до техніки високих тисків і температур, а саме до пристроїв для отримання крупних монокристалів алмазу ювелірної якості на затравці в області його термодинамічної стабільності.

Відомий найбільш близький за технічною суттю до пристрою, що заявляється, апарат високого тиску і температури (див. патент України № 31987А опубл. 15.12.2000 р. МПК⁶ B01J13/06, бюл. № 7 - 11), що містить реакційний об'єм для пошарового розміщення в ньому металевого каталізатора-розчинника, джерела вуглецю і принаймні одного кристала-затравки, охоплений з усіх боків оболонкою з електро- та теплоізолюючого матеріалу, яка в свою чергу по бічній поверхні охоплена трубчастим нагрівачем, а на торцях розміщені пластинчаті нагрівачі, виконані з суміші графіту і цирконієвмісного матеріалу, а на торцях цих нагрівачів розміщені прокладки, виконані з тугоплавкого металу.

Суттєвим недоліком такого пристрою слід вважати недостатньо високу якість монокристалів алмазу, що пояснюється тим, що створені в процесі синтезу перепади температури між верхньою і нижньою поверхнями металевого каталізатора-розчинника мають нестабільну величину оскільки при температурі вище 600°C цирконій окислюється і перетворюється або в діоксид цирконію, або в карбід цирконію, або в нітрид цирконію, і при цьому відповідно

змінюються електричні і теплофізичні властивості пластинчатих нагрівачів.

В основу винаходу поставлена задача такого удосконалення апарату високого тиску і температури, при якому за рахунок зміни складу пластинчатих нагрівачів останні матимуть більш стабільні електричні і теплофізичні властивості, завдяки чому в металевому каталізаторі-розчиннику буде створюватись таке температурне поле, що перепад температури між верхньою і нижньою поверхнями металевого каталізатора-розчинника прийматиме більш прогнозоване і стабільне значення в процесі синтезу, завдяки чому запобігатиметься виникненню спонтанних кристалів і домішок та включень в кристалах, що ростуть на затравках.

Для рішення цієї задачі в апараті високого тиску і температури, що містить реакційний об'єм для пошарового розміщення в ньому металевого каталізатора-розчинника, джерела вуглецю і принаймні одного кристала-затравки, охоплений з усіх боків оболонкою з електро- та теплоізолюючого матеріалу, яка в свою чергу по бічній поверхні охоплена трубчастим нагрівачем, а на торцях розміщені пластинчаті нагрівачі, виконані з суміші графіту і цирконієвмісного матеріалу, а на торцях цих нагрівачів розміщені прокладки, виконані з тугоплавкого металу, згідно винаходу як цирконієвмісний матеріал використано діоксид цирконію.

(13) A

(11) 47797

(19) UA

Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю ознак, що заявляються і технічними результатами, що досягаються при її реалізації, полягає у наступному

Використання пластинчатих нагрівачів, виготовлених із суміші графіту саме з діоксидом цирконію призведе до поліпшення якості монокристалів алмазу тому, що температурне поле змінюється таким чином, що перепад температури між верхньою і нижньою поверхнями металевого каталізатора-розчинника стає стабільним і керованим не зменшується нижче 01°C , що призвело б до розчинення затравки, і не перевищує 40° , що призвело б до росту на спонтанних центрах кристалізації

Вибір матеріалу пластинчатих нагрівачів обумовлено тим, що для стабільного відтворення експериментів по вирощуванню крупних монокристалів алмазу ювелірної якості електро- та теплопровідність нагрівачів повинна бути теж стабільною, що забезпечуються технологією виготовлення нагрівачів матеріал нагрівачів спочатку розмільчується, перемішується, а потім пресується. Оскільки пластинчаті нагрівачі, як правило, виготовляються з графіту, а графіт майже усіх марок пресується погано, то матеріал для пластинчатих нагрівачів можна використовувати суміш порошків графіта будь-якої марки і діоксиду цирконію, що пресується добре

На кресленні представлено загальний вигляд апарату високого тиску і температури, що містить реакційний об'єм для поширеного розміщення в ньому металевому каталізатора-розчинника 1, джерела вуглецю 2 і принаймні одного кристала-затравки 3, охоплений з усіх боків оболонкою 4 з електро- та теплоізолюючого матеріалу, яка, в свою чергу, по бічній поверхні охоплена трубчатим нагрівачем 5, а на торцях розміщені пластинчаті нагрівачі 6, виконані з суміші графіту і цирконіємісного матеріалу, а на торцях цих нагрівачів 6 розміщені прокладки 7, виконані з тугоплавкого металу, який відрізняється тим, що як цирконіємісний матеріал використано діоксид цирконію

Відсотковий склад матеріалу пластинчатих нагрівачів 6 вибирається в кожному конкретному випадку окремо і залежить від конкретних умов синтезу, величин тиску, температури, електричної напруги, тощо

Апарат високого тиску і температури працює таким чином після створення тиску в апараті на зовнішні прокладки 7 (фиг) подається електрична напруга, в результаті чого через трубчатий нагрівач 5, прокладки 7 проходить електричний

струм 1 по закону Джоуля-Ленца в них виділяється тепло

Робота пристрою при будь-якому складі матеріалу пластинчатих нагрівачів 6, суміші графіту і цирконію або суміші графіту і діоксиду цирконію, повністю аналогічна. Але при виготовленні пластинчатих нагрівачів 6 з графіту і діоксиду цирконію температурний перепад між верхньою і нижньою поверхнями металевому каталізатора-розчинника і стає більш стабільним і керованим

Внаслідок виділення тепла в трубчатому нагрівачі 5, прокладках 7 і додаткових прокладках 8 в металевому каталізаторі-розчиннику і створюється таке температурне поле, що між джерелом вуглецю 2 і кристалом-затравкою 3 встановлюється перепад температури $10 - 40^{\circ}\text{C}$ при робочих тиску і температурі в області стабільності алмазу фазової діаграми вуглецю, причому кристал-затравка 3 нагріта до температури близької до мінімальної для даного перепаду температури, джерело вуглецю 2 - до температури, близької і до максимальної для величини вказаного перепаду, а ріст алмазу відбувається на кристалі-затравці 3 шляхом дифузії вуглецю через шар металевому каталізатора-розчинника 1

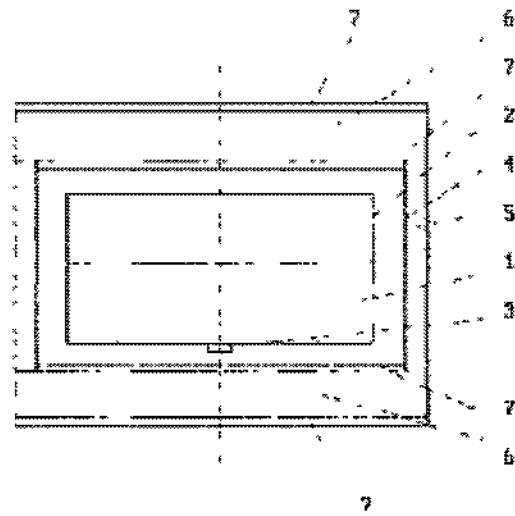
Рушійною силою руху вуглецю від джерела вуглецю 2 до кристала-затравки 3 є різниця розчинностей вуглецю в верхній і нижній частинах металевому каталізатора-розчинника 1. А оскільки розчинність вуглецю прямо пропорційна температурі, то швидкість росту монокристала алмазу залежить від величини вищезгаданого перепаду температури

Для отримання крупних монокристалів алмазу, максимально можливих за розміром для даного реакційного об'єму, кристал-затравку 3 розміщують в центрі нижньої поверхні металевому каталізатора-розчинника 1

Завдяки застосуванню пластинчатих нагрівачів 6, виготовлених з суміші графіту і діоксиду цирконію перепад температури між верхньою і нижньою поверхнями металевому каталізатора-розчинника

і стає стабільним і керованим перепад температури не зменшується нижче 10°C , що призвело б до розчинення кристала-затравки 3, і не перевищує 40° , що призвело б до росту на спонтанних центрах кристалізації

Крім вищезгаданої переваги суміші графіту і діоксиду цирконію можна вказати ще на додаткову перевагу винаходу діоксид цирконію коштує орієнтовно в 20 разів дешевше, ніж цирконій



Фіг.

ДП «Український інститут промислової власності» (Укрпатент)
вул. Сім'ї Хохлових, 15, м. Київ, 04119, Україна
(044) 456 – 20 – 90

ТОВ "Міжнародний науковий компет"
вул. Артема, 77, м. Київ, 04050, Україна
(044) 216 – 32 – 71