



(19) SU (11) 1655080 (13) A1
(51) 6 C 01 B 31/06

СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО СССР (ГОСПАТЕНТ СССР)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ к авторскому свидетельству

1

- (21) 4450301/26
(22) 27.06.88
(46) 10.09.95 Бюл. № 25
(71) Институт сверхтвердых материалов АН УССР
(72) Белоусов И.С.; Витюк В.И.; Заневский О.А.; Ивахненко С.А.; Чипенко Г.В.
(56) Патент США N 3423127, кл. 23-209.1, 1969.
Патент США N 4034066, кл. 423-446, 1977.
(54) СПОСОБ СИНТЕЗА МОНОКРИСТАЛЛОВ
АЛМАЗА
(57) Изобретение относится к технологии получения крупных монокристаллов алмаза, а именно к способу синтеза монокристаллов алмаза на затравках для целей электронной промышленности. Цель изобретения — повышение теплопроводности и термостойкости монокристаллов алмаза. Собирают ростовую ячейку, в качестве основных компонентов которой берут : растворитель углерода

2

(сплав $\text{Fe}_{46}\text{Ni}_{42}\text{C}_{12}$); источник углерода — алмазные зерна размеров не менее 100 мкм, пропитанные никелем в вакууме при 1773 К, затравочную систему — 5 затравок, ориентированных к растворителю кубической гранью, и барьерный слой, отделяющий затравочную систему от сплава-растворителя. После этого ростовую ячейку помещают в аппарат высокого давления и создают в нем необходимое давление и температуру. Параметры термобарической выдержки составляют 5,9 ГПа и 1673 К. Время выдержки 12 ч. По окончании выдержки выключают нагрев и из ростовой ячейки путем химической обработки извлекают выращенные кристаллы алмаза желто-лимонного цвета с размером 1,3 — 1,5 мм. Теплопроводность полученных монокристаллов алмаза 1600 — 1800 Вт (м · К), термостойкость 1673 — 1773 К. 2 зпф-лы, 1 табл.

SU

1655080

A1

Изобретение относится к технологии получения крупных монокристаллов алмаза, а именно к способу синтеза монокристаллов алмаза на затравке для целей электронной промышленности.

Целью изобретения является повышение теплопроводности и термостойкости монокристаллов алмаза.

Способ осуществляют следующим образом.

Пр и м е р. Собирают ростовую ячейку, основными компонентами которой являются: а) растворитель углерода – сплав $\text{Fe}_{46}\text{Ni}_{42}\text{C}_{12}$; б) источник углерода – алмазный порошок с пористостью 100/80 мкм, пропитанный никелем. При этом пропитку алмазного порошка никелем осуществляют следующим образом. В ячейку высокого давления насыпают алмазный порошок и сверху него помещают никель в количестве, рассчитанном так, чтобы никель, расплавившись, заполнил весь объем пор в порошке. Затем систему нагружают до давления в ячейке $\sim 5,0$ ГПа, после чего температуру в камере повышают со скоростью 3–5 К/мин до температуры плавления никеля 1893 К. Выдержав систему при этих параметрах в течение 20–30 с, производят закалку образца выключением тока нагрева. Полученный компакт используют в качестве источника углерода.

в) затравочная система – 5 рассредоточенных затравок, ориентированных к растворителю кубической гранью;

г) барьерный слой, отделяющий затравочную систему от сплава-растворителя – платиновая фольга толщиной 0,05 мм.

После этого ростовую систему с элементами токоввода помещают в пиротермостат

вую трубку, а затем всю сборку закладывают в форвакуумный сушильный шкаф и выдерживают ее при 393–403 К в течение 10–12 ч. После этого систему заполняют аргоном, извлекают из сушильного шкафа и помещают в аппарат высокого давления. Параметры термобарической выдержки составляют: давление – 5,9 ГПа, температура 1673 К, время выдержки 12 ч.

По окончании выдержки нагрев выключают и из ростовой ячейки путем химической обработки извлекают выращенные кристаллы. В результате получают пять монокристаллов алмаза желто-лимонного цвета с максимальным размером 1,3–1,5 мм.

Качество выращенных монокристаллов оценивают по наличию в них включений, а также по данным теплопроводности и термостойкости. По данному примеру количество включений в каждом из кристаллов составило 2–3 шт.

В качестве металла для пропитки источника углерода по данному изобретению используют медь, олово, цинк, никель, а также сплавы: железо-алюминий, медь-олово. При этом необходимым условием для выбора металла или сплава для пропитки источника углерода является то, чтобы пропитывающий металл растворялся в растворителе углерода в условиях синтеза монокристаллов алмаза.

В таблице представлены данные по свойствам монокристаллов алмазов, полученных по данному изобретению, в зависимости от состава источника углерода и растворителя углерода, в сравнении с аналогичными характеристиками монокристаллов алмаза, полученных по известному способу.

| Пример | Состав источника углерода | Зернистость алмазного порошка, мкм | Сплав-растворитель углерода |
|--------|--|------------------------------------|-----------------------------|
| 1 | Предлагаемый Алмазный порошок, пропитанный никелем при давлении 5,0 ГПа | 400/315 | Fe-Ni-C |
| 2 | Алмазный порошок, пропитанный 42Н (43% никеля+57% железа) при давлении 5,0 ГПа | 400/315 | Fe-Ni-C |
| 3 | Алмазный порошок, пропитанный сплавом $\text{Fe}_{95}\text{Al}_5$ при давлении 5,0 ГПа | 400/315 | $\text{Fe}_{95}\text{Al}_5$ |

Продолжение таблицы

| Пример | Состав источника углерода | Зернистость алмазного порошка, мкм | Сплав-растворитель углерода |
|--------|--|------------------------------------|-----------------------------|
| 4 | Алмазный порошок, пропитанный в вакууме при 692 К | 400/315 | Fe-Ni-Co |
| 5 | Алмазный порошок, пропитанный никелем в вакууме при 1773 К | 400/315 | Fe-Ni-C |
| 6 | То же Прототип | 50/40 | Fe-Ni-C |
| 7 | Смесь алмазного порошка (3 вес.ч.) и графита (1 вес.ч.) | 50/40 40 | Fe-Ni-C |

Продолжение таблицы

| Пример | Наличие включений | Теплопроводность монокристаллов алмаза, Вт (м · К) | Термостойкость монокристаллов, К |
|--------|-------------------|--|----------------------------------|
| 1 | Нет | 1600-1800 | 1673 |
| 2 | То же | 1600-1800 | 1773 |
| 3 | — | 1600-1800 | 1673 |
| 4 | — | 1600-1800 | 1673 |
| 5 | — | 1600-1800 | 1773 |
| 6 | 8-10 включений | 1300-1400 | 1473 |
| 7 | 26-30 включений | 1000-1300 | 1373 |

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. СПОСОБ СИНТЕЗА МОНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА путем воздействия высокого давления и температуры на источник углерода на основе алмазных зерен, растворитель углерода и затравочные кристаллы алмаза, отличающийся тем, что, с целью повышения теплопроводности и термостойкости монокристаллов алмаза, в качестве источника углерода используют алмазные зерна размером не менее 100 мкм, предварительно пропитанные металлом или сплавом, растворяющимся в раство-

рителе углерода в условиях синтеза.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что металл берут из группы, включающей медь, олово, цинк, никель, а сплав - из группы, включающей железо-никель, железо-алюминий, медь-олово.

3. Способ по пп.1 и 2, отличающийся тем, что в качестве растворителя углерода используют сплав из группы, включающей железо-никель-углерод, железо-алюминий, никель-марганец-углерод, железо-никель-кобальт, железо-марганец-углерод.

| | | |
|---------------------|---|---------------------|
| Редактор С.Кулакова | Составитель Л.Романцева Техред М.Моргентал | Корректор А.Козориз |
| Заказ 792 | Тираж НПО "Поиск" Роспатента 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5 | Подписное |

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул.Гагарина, 101