



(19) SU (11) 1570223 (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) 4450404/26

(22) 27.06.88

(46) 27.07.95 Бюл. № 21

(71) Институт сверхтвердых материалов АН УССР

(72) Белоусов И.С., Будяк А.А., Ивахненко С.А., Чипенко Г.В.

(56) Патент США N 4034066, кл. C 01B 31/06, 1977.

Патент США N 4042673, кл. C 01B 31/06, 1977.

(54) СПОСОБ СИНТЕЗА МОНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА НА ЗАТРАВКЕ

(57) Изобретение относится к получению монокристаллов алмаза на затравке и может быть использовано для выращивания алмазов ювелирного качества. Цель — уменьшение количества макропримесей на границе кристаллов алмаза — затравок и выращиваемого алмаза. Изобретение представляет собой способ получения монокристаллов алмаза на затравке, включающий послойное разме-

2

щение источника углерода, металла — катализатора и затравочных кристаллов алмаза, при этом в зоне кристаллов — затравок дополнительно размещают кристаллы — поглотители примесей, которые при воздействии высокого давления нагревают на 5 — 15°C ниже температуры нагрева кристаллов — затравок. Указанную разность температур обеспечивают путем расположения кристаллов — затравок затравочной гранью на 0,5 — 5 мм ближе к источнику углерода относительно затравочных граней кристаллов — поглотителей, либо путем размещения кристалла — поглотителя на теплостоке, снижающем его температуру на указанную разность путем активного отвода тепла. Причем кристаллы — затравки и кристаллы — поглотители снабжают индивидуальными ростовыми ячейками, сообщающимися между собой. Отсутствие осаждаемых макропримесей на границе выращиваемого алмаза и затравки повышает качество кристаллов и увеличивает их выход. 2 зп. ф-лы, 3 ил.

SU

1570223

A1

Изобретение относится к получению монокристаллов алмаза и может быть использовано в абразивной и ювелирной промышленности.

Цель изобретения — уменьшение количества микропримесей на границе кристаллов алмаза — затравок и выращиваемого алмаза.

На фиг. 1, 2 и 3 представлены различные варианты расположения затравочных алмазов и кристаллов-поглотителей при снаряжении реакционной ячейки высокого давления, где приняты следующие обозначения: 1 — источник углерода; 2 — сплав металлов-растворителей; 3 — затравочные кристаллы алмаза; 4 — кристаллы алмаза — поглотители; 5 — теплосток; 6 — электротеплоизоляционный материал.

Пример 1 (фиг. 1). В качестве источника углерода берут смесь микропорошка алмаза марки АСМ 40/28 и графита СЗ зернистостью меньше 40 мкм массой 160 мг при массовом соотношении составляющих 3:1.

В качестве металла-растворителя берут железо-никель-углерод в соотношении 46:42:12 (мол. %) слоем толщиной 3 мм. Кристалл-поглотитель, ориентированный кубической гранью размером 0,2х0,3 мм к растворителю, помещают в центре подложки на NaCl на теплостоке из BN_r в виде цилиндра диаметром 2 мм и высотой 4 мм, четыре основных затравочных кристалла располагают на периферии реакционной ячейки и ориентируют кубическими гранями размером 0,2х0,2 мм к растворителю. Система роста, называемая АВД, представляет тип наковальни с лункой диаметром 35 мм. Создают давление 5,5 ГПа по нагрузочной характеристике, определенной при комнатной температуре по фиксированным точкам фазовых превращений в висмуте 2,55 ГПа, таллии 3,7 ГПа, барий 5,5 ГПа (при нагреве давление увеличивается до 5,9-6,0 ГПа). Температуру измеряют с помощью термопар ПР 30/6 без учета влияния давления на электродвижущую силу термопары. На источнике углерода 1483°C, на кристалле-поглотителе 1442°C и на основных затравочных кристаллах 1453°C.

Время выращивания алмаза составляет 24 ч. На основных кристаллах затравках выращены алмазы ювелирного качества лимонно-желтого цвета кубооктаэдрической формы с преимущественным развитием октаэдрических граней массой 18,1; 16,6; 16,8 и 17,8 мг.

При наблюдении монокристаллов в микроскоп МБс-9 в них были обнаружены включения размером 0,05 мм в количестве

4, 6, 7 и 4 шт. соответственно. Эти включения были расположены внутри кристалла на расстоянии не более 0,1 мм от затравочной грани. Кристаллы, содержащие примеси, были сошлифованы, в результате чего были получены бездефектные кристаллы массой 16,2; 14,9; 15,0 и 16,1 мг.

Кристалл-поглотитель массой 32 мг содержал 60 включений размером 0,05-0,3 мм по всему объему.

По способу согласно прототипу были выражены пять кристаллов с массой 20 ± 0,5 мг каждый. Во всех кристаллах наблюдались включения размером 0,03 до 0,2 мм в количестве 10-17 шт. в каждом кристалле.

После сошлифовки частей кристаллов, содержащих наибольшее количество примесей (т.е. у границы затравочный кристалл — выращиваемый алмаз), были получены кристаллы массой 16 ± 0,5 мг, содержащие по 1-3 включениям.

Пример 2 (фиг. 2). Используемые в этом примере АВД, источник углерода, металл-растворитель, давление те же, что и в примере 1.

Затравочная система состоит из одного основного затравочного кристалла, ориентированного кубической гранью размером 0,3х0,3 мм к растворителю и расположенного в центре подложки из NaCl и четырех кристаллов-поглотителей, ориентированных кубическими гранями размером 0,2х0,2 мм к растворителю и расположенных на периферии той же подложки из NaCl. Грань затравочного кристалла находилась на 1,3 мм ближе к источнику углерода, чем грань кристаллов-поглотителей.

Температура на источнике углерода 1492°C, кристаллах-поглотителях 1454°C и на основном затравочном кристалле 1462°C.

За 25 ч на затравке был выращен кристалл лимонно-желтого цвета кубооктаэдрической формы с преимущественным развитием октаэдрических граней массой 20 мг.

Под микроскопом было обнаружено одно включение размером 0,1 мм, после сошлифовки которого был получен бездефектный кристалл 19,6 мг.

Кристаллы-поглотители имели массу 25, 24, 26, 24 мг и содержали примеси металла-растворителя размером 0,05-0,3 мм в количестве 12, 15, 18, 16 шт. в каждом соответственно по всему объему с преимущественным расположением на границе с затравочной гранью на глубину до 0,8 мм.

Пример 3 (фиг. 3). Используемые в этом примере АВД, источник углерода, ме-

талл-растворитель, давление те же, что и в примере 1.

Затравочная система состоит из четырех основных кристаллов, ориентированных кубическими гранями размером 0,2x0,2 мм к растворителю и расположенных на периферии подложки из NaCl, а также кристалла-поглотителя, ориентированного кубической гранью размером 0,3x0,3 мм к растворителю и расположенного в центре той же подложки. Затравочная грань кристалла-поглотителя находится на 1,2 мм дальше от источника углерода, чем грани основных кристаллов.

Каждый из основных кристаллов имеет индивидуальную ростовую систему в виде цилиндра из металла-растворителя диаметром 2 мм, высотой 3 мм, а ростовая система кристалла-поглотителя - цилиндр диаметром 3 мм и высотой 1,2 мм, благодаря чему эти системы соединяются между собой.

Температура на источнике углерода 1490°C, кристалла-поглотителя 1450°C и на основных затравочных кристаллах 1460°C.

За 38 ч на основных затравках были выращены чистые ювелирного качества кристаллы алмаза лимонно-желтого цвета кубооктаэдрической формы в начальный период и цилиндрической в конечный период роста массой 22,1; 23,4; 21,8 и 24,6 мг. В каждом кристалле было обнаружено по 1-2 включения размером до 0,15 мм.

Кристалл-поглотитель массой 25 мг содержал до 50 шт. включений размером 0,05-0,2 мм по всему объему.

Его рост был ограничен цилиндрическим столбиком из NaCl, расположенным над ростовой системой кристалла-поглотителя.

Химический состав включений после выращивания монокристаллов зависит от

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. СПОСОБ СИНТЕЗА МОНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА НА ЗАТРАВКЕ, включающий размещение послойно источника углерода, металлического катализатора-растворителя и кристаллов алмаза-затравок, воздействие на данную послойную реакционную систему высокого давления и температуру с положительным градиентом ее в сторону источника углерода, отличающийся тем, что, с целью уменьшения количества макропримесей на границе кристаллов алмаза-затравок и выращиваемого алмаза, в зоне кристаллов алмаза-затравок дополнительно размещают кристаллы алмаза-поглотители примесей при температуре на 5 - 15°C ниже температуры кристаллов-затравок.

состава металла-растворителя. Например при синтезе монокристаллов в металле-растворителе на основе железа, никеля, кобальта и марганца или их сплавов при введении в них добавок титана и циркония образуются труднорастворимые примеси в алмазах в виде оксикарбидонитридов титана и циркония. Если труднорастворимых примесей в металле-растворителе мало, то химический состав включений в алмазах практически совпадает с составом металла-растворителя. Если их много, то образуются два вида включений - неограниченные включения, совпадающие по составу с металлом-растворителем, и ограниченные включения, содержащие труднорастворимые примеси.

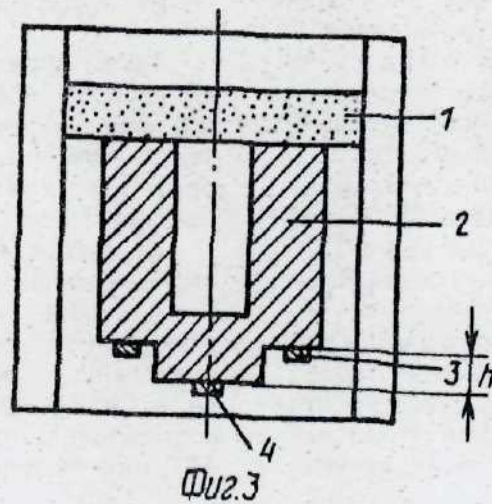
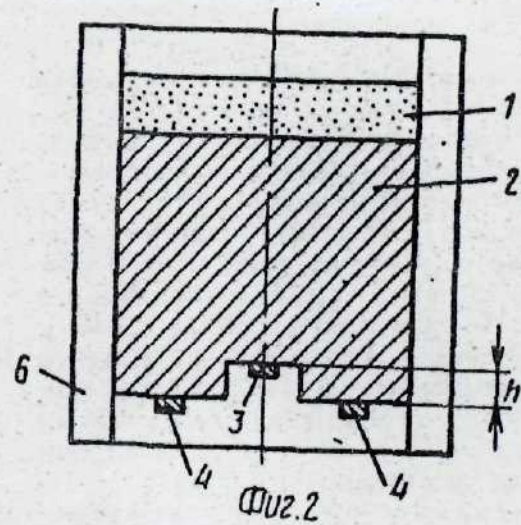
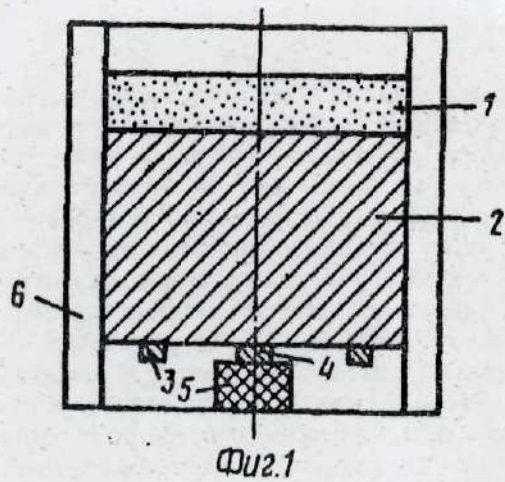
Таким образом, из примеров следует, что способ синтеза монокристаллов алмаза позволяет получить алмазы ювелирного качества с минимальным количеством примесей и увеличить выход годных монокристаллов.

Этот способ позволяет получать кристаллы алмаза ювелирного качества не только на АВД типа "Белт" с большой реакционной ячейкой и равномерным распределением температуры в ростовой ячейке, но и в АВД с более неравномерным распределением температуры, например АВД типа наковальни с лункой.

Способ позволяет увеличить также выход высококачественных кристаллов алмаза ювелирного качества, а также полупроводниковых кристаллов алмаза с заданным уровнем легирования, нашедших в последнее время широкое применение в качестве активных элементов электронных приборов.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что разность температур обеспечивают путем расположения кристаллов алмаза-затравок затравочной гранью ближе к источнику углерода на 0,5 - 5 мм относительно затравочных граней кристаллов-поглотителей либо путем размещения кристалла алмаза - поглотителя на теплостоке, снижающем температуру кристалла-поглотителя относительно уровня температуры подложки кристаллов алмаза-затравок на указанную разность путем активного отвода тепла.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что кристаллы-затравки и кристаллы-поглотители снабжают индивидуальными ростовыми ячейками, сообщаемыми между собой.



Редактор Л.Курасова

Составитель Л.Романцева
Техред М.Моргентал

Корректор Л.Пилипенко

Заказ 619

Тираж
НПО "Поиск" Роспатента
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5

Подписное

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