



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

204352
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
H 05 B 3/10

(22) Přihlášeno 12 12 79
(21) (PV 2392-78)

(40) Zveřejněno 31 07 80

(45) Vydáno 30 03 82

(75)

Autor vynálezu

PETRIČKO Jan ing., ŠUMPERK

(54) Ohřevový grafitový článek

Vynález se týká ohřevového grafitového článku pro nepřímý nebo kombinovaný ohřev obsahu vysokotlaké komory při syntéze diamantu, kubického nitridu boru, polykrystalu diamantu či kubického nitridu boru se zlepšeným průběhem teplotní křivky v axiálním i radiálním směru a zvýšenou kapacitou vysokotlaké komory.

V případě syntézy diamantu se ohřev provádí přímým odporovým ohřevem soustavy reakčního článku, sestávajícího z jednotlivých vrstev grafitu a katalyzátoru. Soustava těchto součástí se vyznačuje jak požadovaným odporem, tak i patřičnou vodivostí. V tomto případě je přímý odporový ohřev reakčního článku i při vysokých tlacích jednoduchý. Při vysokotlaké syntéze látek, jejichž vlastnosti neumožňují přímý odporový ohřev, je tento prováděn nepřímým, t. j. nejčastěji grafitovým článkem ve formě trubičky o síle stěny 0,5 až 1,5 mm, nebo vhodným vysokotajícím kovem jako jsou titan, molybden a podobně opět ve formě trubičky o síle 0,2 až 1,0 mm. Tato je naplněna jednotlivými součástmi reakčního článku a v některých případech i heterogenní látkou ve formě výlisku o velikosti otvoru buď grafitové, nebo i kovové trubičky. V některých případech je provedeno topení středem reakčního článku, nejčastěji formou grafitového válečku nebo soustav válečků rovno-

běžných s osou reakčního článku. Průměr těchto válečků je ovlivněn velikostí vysokotlaké komory a dosahuje průměru až 10 mm. V případě syntézy na velkých komorách o průměru 35 mm a více je mnohdy použito i kombinace těchto ohřevů, t. j. trubičky z grafitu nebo kovu a dále pak i grafitový či kovový váleček vhodných vlastností, který je umístěn v otvoru předlisovaném v materiálu, jenž je podroben vysokému tlaku a teplotě.

Značnou nevýhodou těchto systémů jsou vysoké výrobní náklady a navíc pak elementy, pomocí nichž se provádí ohřev, zabírají ve vysokotlaké komoře značný objem a snižují tak vlastně výtěžnost, což je z hlediska vysokého nákladu na zařízení a dále také na cenu lisovacího nástroje při jeho limitované životnosti jev zcela nežádoucí. U klasického odporového ohřevu reakčního článku při syntéze diamantu dochází navíc k nežádoucímu vnikání materiálu těsnění, (např. pyrofylytu nebo břidlice, mezi součásti reakčního článku, t. j. grafitových kotoučků a katalyzátorů, vyrobených rovněž ve formě kotoučků, takže je možno zcela zřetelně pozorovat nezreagované povrchové oblasti reakčního článku. Tento jev je dále ovlivněn i vysokým odvodem tepla do matrice a razníků lisovacího nástroje, což se projevuje v přilehlých částech reakčního článku podmínkami nevhodnými pro vývoj kva-

litního diamantového zrna a tudíž dochází i z tohoto důvodu ke zbytečným ztrátám. K velkým nevýhodám tohoto systému patří i vliv kyslíku, který se do prostoru reakčního článku dostane z krystalické vody, vázané za normálních podmínek v materiálu těsnění, k jejímuž rozpadu dochází při vysokém pracovním tlaku a teplotě vysokotlaké komory. Kyslík pak opět nežádoucím způsobem ovlivňuje kvalitu produktu vysokotlaké a vysokoteplotní syntézy.

Uvedené nevýhody odstraňuje ohřevový grafitový článek pro nepřímý nebo kombinovaný ohřev obsahu vysokotlaké komory při syntéze diamantu kubického nitridu boru, polykrystalu diamantu, polykrystalu kubického nitridu boru se zlepšeným průběhem teplotní křivky v axiálním i radiálním směru a zvýšenou kapacitou vysokotlaké komory podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že je tvořen vícevrstevným snímatelným grafitovým obalem o síle jedné vrstvy 0,02 až 2 mm, jehož měrná hmotnost je v rozsahu 0,9 až 1,5 g/cm³ s obsahem grafitu ve vrstvě do 99,9 % a při specifickém odporu vrstev v rozsahu $1,5 \cdot 10^{-1}$ až $17 \cdot 10^{-4}$ Ω cm.

Výhodou ohřevového grafitového článku dle vynálezu je podstatně lepší průběh teplotní křivky v reakčním článku v průběhu syntézy, dále pak zabránění nežádoucí difuze zplodin vznikajících při vysokém tlaku a teplotě z materiálu součástí těsnění komory, výrazné zvýšení plnicího faktoru komory, obzvláště výrazné při nepřímém ohřevu náplně komory při syntéze kubického nitridu boru nebo při výrobě polykrystalu diamantu a jiných látek, podrobených vysokým tlakům a teplotám, u nichž přímý ohřev nepřipadá v úvahu. U přímého odporového ohřevu reakčního článku je tímto přídavným grafitovým obalem možno zabránit reakci mezi materiálem těsnění a samotným reakčním článkem, což má za následek nejen lepší kvalitu produktu, ale i vyšší výtěžnost velmi žádaných druhů diamantu.

Ohřevový grafitový článek podle vynálezu lze prakticky použít při výrobě materiálů vyráběných vysokotlakou technikou následně.

Například při syntéze diamantu, u které je zatím používáno přímého ohřevu, je reakční článek obalen jednou nebo více grafitovými vrstvami s výhodou o síle 0,1 až 0,5 mm. Tímto způsobem dosáhneme kombinovaného ohře-

vu a tudíž zlepšíme teplotní poměry v reakčním článku natolik, že dojde k přeměně grafitu na diamant i v oblastech těsně přiléhajících k použitému těsnicímu materiálu, například pyrofylitu. Zároveň článek zabráňuje vniknutí jak materiálu těsnění, tak i zplodin vznikajících z materiálu těsnění při vysokých tlacích a teplotách do prostoru reakčního článku a tudíž ovlivňuje i kvalitu konečného produktu syntézy. Použitý článek tudíž odstraňuje nepříznivý vliv kyslíku jako katalytického jedu na produkty syntézy.

Při další variantě, to znamená při použití nepřímého ohřevu je možno ohřevovým grafitovým článkem, sestávajícím z jedné nebo více vrstev o síle 0,05 až 0,5 mm se specifickým odporem jednotlivých vrstev tohoto obalu ve směru axiálním v rozsahu $1,5 \cdot 10^{-3}$ až $20 \cdot 10^{-4}$ Ω cm, kdežto ve směru radiálním $1,5 \cdot 10^{-1}$ až $9,9 \cdot 10^{-2}$ Ω cm při měrné hmotnosti snímatelného grafitového obalu před použitím, t. j. podrobením vysokým tlakům a teplotám v rozsahu 0,9 až 1,5 g/cm³ a při obsahu grafitu v jednotlivých vrstvách ve výši do 99,9 % je prováděn nepřímý ohřev výlisku, z něhož je při velmi vysokých tlacích a teplotách vyráběn polykrystal ať již na bázi diamantu, kubického nitridu boru, jejich směsí, případně i jiných druhů materiálů vyráběných vysokotlakou technikou, u nichž nelze provést přímý ohřev. Toto není zatím při použití pouzdra vyrobeného z kompaktního grafitu soustružením možné.

U varianty, která vyžaduje zajištění vodivosti i na čelech válcové části náplně reakčního článku, je tato opět pokryta rotačními výstrižky požadovaného průměru o síle 0,05 až 2 mm s odporem vrstvy ve směru osy komory v rozsahu $1,5 \cdot 10^{-1}$ až $9,9 \cdot 10^{-2}$ Ω cm. Při práci s velkými komorami je možno použít při nevodivém reakčním článku kromě samotného grafitového obalu z jedné nebo více vrstev o síle 0,05 až 2 mm navíc vodivý i nevodivý, t. j. grafitový, kovový nebo keramický váleček o průměru 0,5 až 10 mm, umístěný s výhodou v ose reakčního článku, opatřeného eventuálně rovněž snímatelným grafitovým vícevrstevným obalem o síle jedné vrstvy v rozsahu 0,10 až 0,30 mm. Touto kombinací dojde k ideálnímu rozložení teploty v reakčním článku a to nejen při nevodivých vlastnostech reakční náplně, ale dokonce i v případech, že se jedná o náplň vodivou.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Ohřevový grafitový článek pro nepřímý nebo kombinovaný ohřev obsahu vysokotlaké komory při syntéze diamantu, kubického nitridu boru, polykrystalu diamantu a polykrystalu kubického nitridu boru se zlepšeným průběhem teplotní křivky v axiálním i radiálním směru a zvýšenou kapacitou vysokotlaké ko-

mory vyznačený tím, že je tvořen vícevrstevným snímatelným grafitovým obalem o síle jedné vrstvy 0,02 až 2 mm, jehož měrná hmotnost je v rozsahu 0,9 až 1,5 g/cm³ s obsahem grafitu ve vrstvě do 99,9 % a při specifickém odporu vrstev v rozsahu $1,5 \cdot 10^{-1}$ až $17 \cdot 10^{-4}$ Ω cm.