

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02828503.4

[51] Int. Cl.

B01J 3/00 (2006.01)

B01J 3/04 (2006.01)

B01J 3/06 (2006.01)

B01J 19/00 (2006.01)

B01J 19/02 (2006.01)

[45] 授权公告日 2008 年 1 月 2 日

[11] 授权公告号 CN 100358621C

[22] 申请日 2002.11.22 [21] 申请号 02828503.4

[30] 优先权

[32] 2002.1.31 [33] US [31] 09/683,658

[86] 国际申请 PCT/US2002/037755 2002.11.22

[87] 国际公布 WO2003/064021 英 2003.8.7

[85] 进入国家阶段日期 2004.9.8

[73] 专利权人 通用电气公司

地址 美国纽约州

[72] 发明人 马克·P·德伊夫林

克里斯蒂·J·纳兰

罗伯特·A·吉丁斯

小罗伯特·V·莱昂尼利

斯蒂芬·L·多尔

[56] 参考文献

JP60-091062A 1985.5.22

US6270569 2001.8.7

JP1998-5572A 1998.1.13

审查员 刘克宽

[74] 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

代理人 马高平 杨 梧

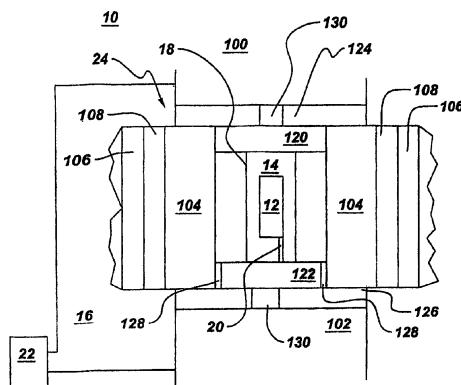
权利要求书 7 页 说明书 13 页 附图 4 页

[54] 发明名称

改进的压力容器

[57] 摘要

一种在超临界流体中处理至少一种材料的压力容器(10)，包括：在大致上没有空气的环境中容纳至少一种材料和所述超临界流体的一自行加压的包裹(12)；包围所述包裹(12)的用于保持该包裹(12)上的外压力的压力传递介质(14)；可插入所述压力传递介质(14)中的至少一个加热元件(18)，使该加热元件(18)包围包裹(12)；用于测量包裹(12)的温度温度测量装置；控制温度和向加热元件(18)提供电力的温度控制器(22)；一个容纳并保持包裹(12)，压力传递介质(14)和加热元件(18)的限制器(24)；和放置在限制器(24)和压力传递介质(14)之间的至少一个密封(120, 122)保持在适当的位置的限制器(24)。还说明了在包裹(12)内存在超临界流体条件下，在高温和高压下利用所述压力容器(10)处理材料的方法。



1. 一种用于在超临界流体中处理至少一种材料的压力容器(10)，所述压力容器(10)包括：

a) 在大致上没有空气的环境中，容纳所述至少一种材料和所述超临界流体的气囊(12)，所述气囊(12)是自行加压的；

b) 用于保持在所述气囊(12)上的外压力的压力传递介质(14)，所述压力传递介质(14)包围所述气囊(12)；

c) 加热所述气囊(12)的加热系统；所述加热系统包括可插入所述压力传递介质(14)中的至少一个加热元件(18)，使所述至少一个加热元件(18)接近所述气囊(12)；另外，该加热系统还包括功率控制系统(16)，它电气上与所述至少一个加热元件(18)连接，其中所述功率控制系统(16)为所述至少一个加热元件(18)提供电力；

d) 容纳和保持所述气囊(12)、所述压力传递介质(14)和所述至少一个加热元件(18)的限制器(24)，其中所述限制器(24)在恒定压力下保持所述气囊(12)、所述压力传递介质(14)和所述至少一个加热元件(18)；

e) 用于防止所述压力传递介质逸出的至少一个密封(120, 122)；所述至少一个密封(120, 122)放置在所述限制器(24)和所述压力传递介质(14)之间。

2. 如权利要求1所述的压力容器(10)，其中所述加热系统还包括至少一个放置在接近所述气囊(12)处的用于测定所述气囊(12)的温度的温度传感器(20)。

3. 如权利要求2所述的压力容器(10)，其中所述至少一个温度传感器(20)包括热电偶、热敏电阻和与光学高温计连接的光纤中的至少一种。

4. 如权利要求2所述的压力容器(10)，其中所述功率控制系统(16)根据由所述至少一个温度传感器(20)所产生的至少一个信号，提供闭环温度控制。

5. 如权利要求1所述的压力容器(10)，其中所述至少一个加热元件(18)为电阻加热元件(18)，它包括至少是一个箔、至少一根管、至少一条带、至少一根杆和至少一条金属丝及其组合中的至少一种。

6. 如权利要求1所述的压力容器(10)，其中所述至少一个加热元件(18)

包括石墨、镍铬合金、铌、钛、钽、不锈钢、镍、铬、锆、钼、钨、铼、钨、铂、碳化硅和它们的组合中的至少一种。

7. 如权利要求 1 所述的压力容器(10)，其中所述加热系统有区别地将所述气囊(12)的第一部分加热至第一个温度，并且将所述气囊(12)的第二部分加热至第二个温度。

8. 如权利要求 1 所述的压力容器(10)，其中它还包括压板，用于给所述限制器(24)的至少一个部分加载和减少在所述限制器(24)的至少一个部分上的纵向应力和轴向应力中的至少一种应力。

9. 如权利要求 8 所述的压力容器(10)，其中它还包括放置在所述压板和所述限制器(24)的至少一个部分之间的至少一个垫片(124, 126)。

10. 如权利要求 9 所述的压力容器(10)，其中所述至少一个垫片(124, 126)包括电气绝缘垫片，其中所述电气绝缘垫片为天然或合成橡胶、聚酯薄膜、聚酰亚胺、碳氟聚合物、四氟乙烯碳氟化合物、氟化乙烯-丙烯、叶蜡石、滑石粉、橄榄石、氧化镁、碳酸钙、氧化钙、氧化锶、氧化钡、夹布胶木、胶合纸合成物，梅岭粘土、膨润土粘土、硅酸钠和六角形的氮化硼中的至少一种。

11. 如权利要求 10 所述的压力容器(10)，其中所述至少一个垫片(124, 126)包括在所述电气绝缘垫片内的导电元件(130)，其中所述导电元件(130)由钼、石墨、钨、钽、铌、镍、镍合金、铁、铁合金及其组合中的至少一种制成。

12. 如权利要求 9 所述的压力容器(10)，其中所述至少一个垫片(124, 126)包括导电垫片，其中所述导电垫片由铜、黄铜、钼、石墨、镍、钴、铁和不锈钢中至少一种制成。

13. 如权利要求 1 所述的压力容器(10)，其中所述至少一个密封(120, 122)包括顶部密封(120)和底部密封(122)。

14. 如权利要求 13 所述的压力容器(10)，其中所述顶部密封(120)包括顶部端盖，并且所述底部密封(122)包括底部端盖，其中所述顶部端盖和所述底部端盖由钢制成。

15. 如权利要求 14 所述的压力容器(10)，其中所述顶部端盖还包括可变形的圆环，用以在所述压板和所述限制器(24)之间形成密封。

16. 如权利要求 1 所述的压力容器(10)，其中所述压力传递介质(14)

在大约 1000℃以下是热稳定的，其内部摩擦系数小于大约 0.2。

17. 如权利要求 16 所述的压力容器(10)，其中所述压力传递介质(14)在大约 1300℃以下为固体。

18. 如权利要求 16 所述的压力容器(10)，其中所述压力传递介质包括碱金属卤化物滑石粉、叶蜡石、二硫化钼、石墨、六角形氮化硼、氯化银、氟化钙、氟化锶、碳酸钙、氧化镁、氧化锆、梅岭粘土，膨润土粘土和硅酸钠中的至少一种。

19. 如权利要求 18 所述的压力容器(10)，其中所述压力传递介质(14)包括氯化钠，溴化钠和氟化钠中的至少一种。

20. 如权利要求 1 所述的压力容器(10)，其中所述限制器(24)包括至少一个冲模(104)、至少一个冲头(100, 102)和压力机。

21. 如权利要求 20 所述的压力容器(10)，其中它还包括放置在所述至少一个冲模(104)和所述至少一个压紧环(106)之间的冷却套筒，其中所述冷却套筒包括至少一个使冷却介质在其中循环的冷却通道。

22. 如权利要求 20 所述的压力容器(10)，其中所述至少一个冲模(104)容纳在至少一个拉伸卷绕钢丝和至少一条钢带中的至少一个的内部中。

23. 如权利要求 20 所述的压力容器(10)，其中所述至少一个冲头(100, 102)中的至少一个为平底冲头，并且其中所述平底冲头由所述压力机挤压在所述至少一个冲模上。

24. 如权利要求 20 所述的压力容器(10)，其中所述压力容器(10)的压力响应小于大约 0.2。

25. 如权利要求 24 所述的压力容器(10)，其中所述压力响应小于大约 0.05。

26. 如权利要求 1 所述的压力容器(10)，其中所述限制器(24)包括多砧座式压力机。

27. 如权利要求 26 所述的压力容器(10)，其中所述多砧座压力机的压力响应小于大约 0.2。

28. 如权利要求 27 所述的压力容器(10)，其中所述压力响应小于大约 0.05。

29. 如权利要求 1 所述的压力容器(10)，其中所述限制器(24)包括至少两个端面法兰(36)、放置在所述至少两个端面法兰(36)之间的冲模(104)

和连接所述至少两个端面法兰(36)的至少一个紧固件(38)。

30. 如权利要求 29 所述的压力容器(10)，其中所述至少两个端面法兰(36)中的每一个还包括结构支承(34)，用于增强所述至少两个端面法兰(36)的每一个。

31. 如权利要求 29 所述的压力容器(10)，其中所述结构支承(34)包括 I 字梁。

32. 一种用于在大致上没有空气的环境中容纳至少一种材料和超临界流体的气囊(12)，其中所述气囊(12)具有至少一个壁(52)、封闭端(58)和限定用于容纳所述至少一种材料和所述超临界流体的腔(54)的密封端(56)，其中所述气囊(10)为自行加压的。

33. 如权利要求 32 所述的气囊(12)，其中所述气囊(12)由有延展性的金属制成，并且其中所述气囊(12)的氢渗透性低。

34. 如权利要求 32 所述的气囊(12)，其中所述气囊(12)由包括不锈钢，铜，银，金和铂中的至少一种的第一种材料制成。

35. 如权利要求 32 所述的气囊(12)，其中所述气囊(12)包括插入所述腔(54)中的中性的衬套(60)，其中所述中性的衬套(60)由包括金，铂，铈，钯，银，铱，钌，二氧化硅中的至少一种的第二种材料制成，并且其中所述中性的衬套(60)的厚度约为 1 微米~5mm；其中所述第二种材料与所述第一种材料不同。

36. 如权利要求 32 所述的气囊(12)，其中所述至少一个壁(52)，所述封闭端(58)和所述密封端(56)中的每一个的厚度约为 0.5~25mm。

37. 如权利要求 32 所述的气囊(12)，其中所述气囊(12)可以从大约 1bar 自行加压至大约 80kbar 以下。

38. 如权利要求 37 所述的气囊(12)，其中所述气囊(12)可自行加压至大约 5~80kbar。

39. 如权利要求 37 所述的气囊(12)，其中所述气囊(12)可自行加压至大约 5~60kbar。

40. 在高温和高压下，在有超临界流体的条件下，使用压力容器(10)处理至少一种材料的一种方法，该方法包括下列步骤：

a) 提供容纳该至少一种材料和形成超临界流体的溶剂的密封气囊(12)，其中该气囊(12)是自行加压的；

b) 提供包括用于容纳该密封包囊(12)的限制器(24)、放在该压力容器(10)内的压力传递介质(14)和放在该压力传递介质(14)内并与功率控制系统(16)电连接的至少一个加热元件(18)的压力容器(10);

c) 将该密封包囊(12)放在该压力传递介质(14)中,使该密封包囊(12)接近该至少一个加热元件(18);

d) 将容纳该压力传递介质(14)、该密封包囊(12)和该至少一个加热元件(18)的压力容器(10)放在压力机中;

e) 给压力机加压,将预定的压力加在该压力容器(10)、该压力传递介质(14)、该密封包囊(12)和该至少一个加热元件(18)上;

f) 从该功率控制系统(16)将电力送至该至少一个加热元件(18)上,从而将该密封的包囊(12)加热至预定的温度,其中放在该密封包囊(12)内的溶剂成为超临界流体,并且其中在该密封的包囊(12)内,该超临界流体产生预定的压力;

g) 通过保持与该限制器(24)等价的压力和通过该压力传递介质(14)传递该等价压力以平衡在该密封的包囊(12)内的该预定的压力,其中在高温和高压下,在有超临界流体的条件下,处理该至少一种材料。

41. 如权利要求 40 所述的方法,其中该限制器(24)包括至少一个冲模(104)、至少一个冲头(100, 102)和水压机;并且其中该压力传递介质(14)和该至少一个加热元件(18)放置在该冲模(104)内;其中将该密封包囊(12)放置在该压力容器(10)内的步骤包括:将该密封的包囊(12)放在该冲模(104)内,使该密封包囊(12)接近该至少一个加热元件(18)。

42. 如权利要求 41 所述的方法,其中该限制器(24)包括冲模(104)、顶部冲头(100)和底部冲头(102),其中该顶部冲头(100)和该底部冲头(102)彼此相对,并且其中该给压力机加压、将预定的压力加在该压力容器(10)上的步骤包括给该压力机加压,将预定的压力加在该顶部冲头(100)和该底部冲头(102)上。

43. 如权利要求 42 所述的方法,其中该给压力机加压,将预定的压力加在该压力容器(10)上的步骤包括下列步骤:

a) 给该压力机加压,将第一预定的压力加在该顶部冲头(100)和该底部冲头(102)上;和

b) 当该包囊(12)加热和在其内部产生压力时,调整该预定的压力,保

持该顶部和底部冲头(100, 102)在固定位置和冲程中的一个上。

44. 如权利要求 42 所述的方法, 其中它还包括将至少一个温度传感器(20)插入该压力容器(10)内, 使该温度传感器(20)靠近该密封的包囊(12)的步骤, 其中至少一个温度传感器(20)电气上与该功率控制系统(16)连接。

45. 如权利要求 44 所述的方法, 其中该从该功率控制系统(16)将电力送至该至少一个加热元件(18)的步骤还包括根据该至少一个温度传感器(20)产生的至少一个信号, 进行闭环温度控制。

46. 如权利要求 45 所述的方法, 其中该根据由该至少一个温度传感器(20)产生的至少一个信号进行闭环温度控制的步骤包括:

a) 根据接近该密封的包囊(12)的第一个部分的第一个温度传感器(20)产生的第一个信号进行闭环温度控制; 和

b) 根据接近该密封的包囊(12)的第二个部分的第二个温度传感器(20)产生的第二个信号进行闭环温度控制。

47. 在存在超临界流体条件下, 在高温高压下处理至少一种材料的方法, 该方法包括下列步骤:

a) 提供容纳该至少一种材料和形成超临界流体的溶剂的一个密封包囊(12), 其中该包囊(12)为自行加压的,

b) 提供包括限制器(24)、放在该限制器(24)内的压力传递介质(14)和放在该限制器(24)内至少一个加热元件(18)的压力容器(10);

c) 将该密封包囊(12)放在该压力传递介质(14)中, 使该密封包囊(12)接近该至少一个加热元件(18);

d) 通过将电力送至该至少一个加热元件(18), 将该密封的包囊(12)加热至预定的温度, 其中容纳在该密封的包囊(12)内的溶剂变成超临界流体, 其中该超临界流体在该密封的包囊(12)内产生预定的压力; 和

e) 通过加压力至该限制器(24)上, 平衡在该密封包囊(12)内的该预定的压力, 其中该至少一种材料与该密封包囊(12)内的超临界流体起反应。

48. 一种金属氮化物的单一晶体, 其中该金属氮化物单一晶体是这样制成的: 将金属氮化物源材料和溶剂放入密封的自行加压的包囊(12)内; 将该密封包囊(12)放入包括限制器(24)、放在该限制器(24)内的压力传递介质(14)和放在该限制器(24)内的至少一个加热元件(18)的压力容器(10)内; 加热该密封包囊(12)至预定的温度, 其中容纳在该密封的包囊(12)内

的溶剂变成超临界流体，并在该密封气囊(12)内产生预定的压力；并通过加压力至该限制器(24)上而平衡在该密封的气囊(12)内的该预定的压力；其中在高温和高压下，该金属氮化物源材料与该密封气囊(12)内的超临界流体起反应，形成金属氮化物的单晶体。

49. 如权利要求 48 所述的方法，其中所述金属氮化物包括氮化铝。

改进的压力容器

技术领域

一般来说,本发明涉及压力容器,更具体地说,本发明涉及在一种超临界的流体中处理至少一种材料的改进的压力容器。

背景技术

许多化学或材料合成过程可以很好地在装有固体、液体或气体介质的一个容器或隔室内,在高压和高温下进行。当该介质在室温下为固体时,可以使用众所周知的隔室设计(例如在商业合成钻石制造中使用的设计)。当在室温下该介质为液体或气体时,可以在高压釜(autoclave)中高达几千帕(kbar)的压力下进行反应。然而,目前还没有适当的高压釜设计,可以在不是惰性气体的介质中以及在超过几个千帕的压力下进行处理。

在要求更高压力的情况下,将反应物和溶剂密封在一个气囊内,然后承受由压力机(例如活塞气缸式压力机,皮带式单轴压力机或多砧座式压力机)施加的外部压力。如果外加的压力不够,则该气囊爆裂。相反,如果外部压力太大,则该气囊被压扁。在两种情况下,该反应物和溶剂从该气囊中释出,并渗入加压的隔室或容器中。

在高压、高温条件下处理材料的本方法一般使用充满反应物和溶剂并继而密封的气囊。因为没有一般的可采用的从气囊中排除空气的方法,因此,通常该充满的工序是在周围条件下进行的。结果,该过程可受到在充满过程中进入该气囊中的空气的污染。

材料不能在大致上没有空气的环境中,在高压、高温条件下进行处理。因此需要一种可以在高压、高温条件下处理材料的改进的压力容器。更具体地说,需要在处理压力超过几个千帕的条件下,可以用液体,气体或超临界流体处理材料的一种压力容器。还需要一种可以在高压、高温条件下,在没有空气的环境中处理材料的压力容器。

发明内容

通过提供一种在高压高温条件下，在大致上没有空气的环境中，使至少一种材料与超临界流体起反应的压力容器，本发明可满足这些和其他要求，该装置还包括一个自行加压的容器，在该容器中进行反应，并对实际的处理压力不敏感。本发明还包括使用该压力容器，在高温高压下，在存在超临界流体条件下，在该压力容器内处理材料的方法。

因此，本发明的一个方面提供了一种在超临界流体中处理至少一种材料的压力容器。所述压力容器包括：在大致上没有空气的环境中，容纳所述至少一种材料和所述超临界流体的一个气囊，所述气囊是自行加压的；用于保持在所述气囊上的外压力的一个压力传递介质，所述压力传递介质包围所述气囊；加热所述气囊的一个加热系统，所述加热系统包括可插入所述压力传递介质中的至少一个加热元件，使所述至少一个加热元件接近所述气囊，以及一个功率控制系统，它与所述至少一个加热元件电连接，所述功率控制系统为所述至少一个加热元件提供电力；一个容纳和将所述气囊，所述压力传递介质和所述至少一个加热元件保持在适当位置的限制器，所述限制器在恒定压力下保持所述气囊，所述压力传递介质和所述至少一个加热元件；用于防止所述压力传递介质逸出的至少一个密封，所述至少一个密封放置在所述限制器和所述压力传递介质之间。

本发明的第二个方面提供了一种用于在大致上没有空气的环境中容纳至少一种材料和超临界流体的气囊。所述气囊具有至少一个壁，一个封闭端，和限定一个用于容纳所述至少一种材料和所述超临界流体的腔的一个密封端，其中所述气囊为自行加压的。

本发明的第三个方面提供了一种在超临界流体中处理至少一种材料的压力容器，所述压力容器包括：在大致上没有空气的环境中，容纳所述至少一种材料和所述超临界流体的一个气囊，其中所述气囊具有至少一个壁，一个封闭端，和限定一个用于容纳所述至少一种材料和所述超临界流体的腔的一个密封端，并且其中所述气囊为自行加压的；用于保持所述气囊上的外压力的一个压力传递介质，所述压力传递介质包围所述气囊；加热所述气囊的一个加热系统，所述加热系统包括可插入所述压力传递介质中的至少一个加热元件，使所述至少一个加热元件接近所述气囊；包括至少一个接近所述气囊放置的、用于测定所述气囊的温度的温度传感器；一个电气上与所述至少一个加热元件和至少一个温度传感器连接的功率控制系

统,其中所述功率控制系统向所述至少一个加热元件提供电力并控制温度;一个容纳和将所述包囊,所述压力传递介质和所述至少一个加热元件保持在适当位置的限制器,其中所述限制器在恒定压力下保持所述包囊,所述压力传递介质,和所述至少一个加热元件;用于防止所述压力传递介质逸出的至少一个密封,所述至少一个密封放置在所述限制器和所述压力传递介质之间。

本发明的第四方面提供了在高温和高压下,在存在超临界流体的条件下,使用压力容器处理至少一种材料的一种方法,该方法包括下列步骤:提供容纳所述至少一种材料和形成超临界流体的溶剂的一个密封包囊,其中该包囊是自行加压的;提供一个压力容器,包括一个用于容纳该密封包囊的限制器,一个放置在压力容器内的压力传递介质,和至少一个放置在压力传递介质内并和功率控制系统电连接的加热元件;将该密封包囊放在该压力传递介质中,使该密封包囊接近该至少一个加热元件;将容纳该压力传递介质,该密封包囊和该至少一个加热元件的压力容器放在压力机中;给压力机加压,将预定的压力加在该压力容器,该压力传递介质,该密封包囊和该至少一个加热元件上;从该功率控制系统将电力送至该至少一个加热元件上,将该密封的包囊加热至预定的温度,其中放在该密封包囊内的溶剂成为超临界流体,其中在该密封的包囊内该超临界流体产生预定的压力;通过该限制器保持一相等的压力,并通过该压力传递介质传递该等价压力,以平衡该密封包囊内的该预定的压力,其中该至少一种材料在高温和高压和超临界流体存在的条件下被处理。

本发明的第五个方面提供了在高温和高压下,在有超临界流体的条件下处理至少一种材料的一种方法,该方法包括下列步骤:提供容纳该至少一种材料和形成超临界流体的溶剂的一个密封包囊,其中该包囊是自行加压的;提供包括一个限制器,放在该限制器内的压力传递介质和放在该限制器内的至少一个加热元件的压力容器;将该密封包囊放在该压力传递介质中,使该密封包囊接近该至少一个加热元件;通过将电力送至该至少一个加热元件,将该密封的包囊加热至预定的温度,其中容纳在该密封包囊内的溶剂变成超临界流体,其中该超临界流体在该密封包囊内产生预定的压力;通过该限制器保持一等价的压力,并通过该压力传递介质传递该等价压力以平衡在该密封包囊内的该预定压力,其中在高温和高压下,该至

少一种材料在该密封包囊内与该超临界流体发生反应。

本发明的第六个方面提供了一种金属氮化物的单一晶体。该金属氮化物单一晶体是这样制成的：将金属氮化物源材料和溶剂放入一个密封的自行加压的包囊内；将该密封包囊放入一个压力容器内，该压力容器包括一个限制器，放在该限制器内的压力传递介质，和放在该限制器内的至少一个加热元件的；加热该密封包囊至预定的温度，其中容纳在该密封的包囊内的溶剂变成超临界流体，并在该密封包囊内产生预定的压力；并通过施加由该限制器提供的压力至该密封包囊而平衡在该密封包囊内的该预定压力。

本发明的这些和其他方面、优点和突出特点，从以下的详细说明、附图和所附权利要求书中将会了解。

附图说明

图 1 为本发明的压力容器组件的示意图，其中，限制器包括一台带有一对冲头和一个冲模的水压机；

图 2 为根据本发明的一个实施例的包囊的示意图；

图 3 为本发明的压力容器的示意图，其中，限制器包括一台多砧座式压力机；和

图 4 为本发明的压力容器的示意图，其中，限制器包括一个冲模和增强的端面法兰。

具体实施方式

在以下的说明中，在图中所示的几个视图中，相同的符号表示相同或相应的零件。还应理解，例如“顶部”、“底部”、“向外”、“向内”等术语为方便用语，不是限制性术语。

参见附图，特别是图 1，应了解，一般这些图是为了说明本发明的优选实施例，而不是限制本发明。图 1 表示在超临界流体中，用于处理至少一种材料的压力容器装置 10 (也称为“压力容器”)。压力容器 10 包括一个隔室。在该隔室内放置一个用于容纳该至少一种材料和溶剂的密封的自行加压的包囊 12。该溶剂在高温和高压 (也称为“HPHT”) 下变成一种超临界流体。HPHT 条件包括温度大于大约 100℃，压力大于大约 1atm。放置在该隔

室中的一种压力传递介质 14 包围该自行加压的包囊 12, 并保持在该自行加压的包囊 12 上的外压力, 以防止该自行加压的包囊 12 破裂或爆裂。用于处理该至少一种材料所必需的高压, 在该自行加压的包囊 12 本身内产生, 而不是从外部加在该包囊上的必需压力。当该包囊加热时, 溶剂的蒸气压力增加。在给定温度下的该溶剂的蒸气压力和存在于该包囊内的溶剂数量(也称为“百分率充满”)是可以从该溶剂的相图确定。在足够高的温度和压力下, 该溶剂变成一种超临界流体。当该自行加压的包囊 12 内的内部压力增加时, 该自行加压的包囊 12 的壁向外变形, 并压在该压力传递介质 14 上。

在该至少一种材料在超临界流体中被处理的温度以下，该压力传递介质 14 是热稳定的。即：该压力传递介质 14 不会分解，或与该压力容器 10 的其他部件起反应或转换为固态相。优选的，该压力传递介质 14 在处理温度下保持为固体，并具有较低的抗剪强度和内摩擦。例如，内摩擦系数小于大约 0.2。为了避免在该隔室中引入过大的孔隙度，当将该压力传递介质 14 放入压力容器 10 的隔室中时，希望将该压力传递介质 14 压实至大于其理论密度的大约 85%。优选的，该压力传递介质在大约 1000℃ 以下，更优选的是大约 1300℃ 以下仍为固体。在一个实施例中，该压力传递介质 14 包括至少一种碱卤化物（例如 NaCl，NaBr 或 NaF）。氯化钠在接近其熔点的温度下性能特别好，该熔点在大约 10~20kbar 的压力下大约为 1000~1150℃。另一种方案是，该压力传递介质 14 可以包括滑石粉、叶蜡石、钼、二硫化物、石墨、六角形氮化硼、氯化银、氟化钙、氟化铈、碳酸钙、氧化镁、氧化锆、梅岭（merylinite）粘土，膨润土粘土和硅酸钠中的至少一种。

至少一个加热元件 18 放置在该隔室内，并接近该自行加压气囊 12。该至少一个加热元件 18 包括石墨、镍铬合金、铌、钛、钽、不锈钢、镍、铬、锆、钼、钨、铈、镧、铂、碳化硅和它们的组合中的至少一种。该至少一个加热元件 18 的形式可以为电阻加热管、箔、带、杆、线或它们的组合中的至少一种。

功率控制系统 16 电气上与该至少一个加热元件 18 连接，给加热该自行加压气囊 12 提供电力。另外，该功率控制系统 16 可以直接或间接控制该自行加压气囊 12 的温度。在一个实施例中，该功率控制系统 16 包括一

个给该至少一个加热元件 18 供电和控制它的控制器 22。优选的，控制器 22 对加热功率进行闭环控制。在一个实施例中，该功率控制系统 16 包括至少一个温度传感器 20，用与产生与该自行加压气囊 12 相关的温度信号。在另一个实施例中，该功率控制器根据从该温度传感器 20 产生的温度信号，进行闭环温度控制。在一个实施例中，该至少一个温度传感器 20 靠近，优选的是直接与该自行加压的气囊接触。该温度传感器 20 可以包括热电偶、热敏电阻，与光学高温计连接的光纤，或它们的任何组合中的至少一种。

对于一些在高压和高温下处理的超临界流体形式，希望该隔室为等温的。然而，在其他应用场合中，希望该自行加压的气囊 12 的两个末端之间有温度梯度。例如，晶体生长就是希望具有温度梯度的应用中的一种应用。在一个实施例中，通过将该自行加压的气囊 12 放置为比另一端更接近该隔室一端，可以达到该温度梯度。另一种方案是，通过提供至少一个沿其长度电阻率不均匀的加热元件 18 来达到该温度梯度。该至少一个加热元件 18 的不均匀的电阻率可以通过下列方法达到：提供至少一个厚度不均匀的加热元件 18，在选择的一点上在该至少一个加热元件 18 上穿孔；或在提供包括沿着该至少一个加热元件 18 的长度的选择的点上具有至少两种电阻率不同的材料的层压件的至少一个加热元件 18。在一个实施例中，为了测量和控制该自行加压的气囊 12 的两个相反末端之间的温度梯度，提供至少两个独立的温度传感器。在一个实施例中，在该隔室内的至少两个位置上，形成闭环温度控制。该至少一个加热元件 18 还可包括可以单个地供电，以在该自行加压的气囊 12 的两个末端之间得到所希望的温度梯度的多个区域。

设置了一个限制器 24，以便将补偿压力施加在该压力传递介质 14 的外表面上，用于在处理过程中，将该自行加压的气囊 12，该压力传递介质 14，该至少一个加热元件 18，另外还有该温度传感器 20 保持在适当位置（即保持相对位置），防止彼此偏移。通过平衡在高温下，在该自行加压的气囊 12 内产生的压力，该限制器 24 还可以防止该自行加压的气囊 12 爆裂。在处理过程中，限制器 24 使单个零件（即压力传递介质 14 和气囊 12）保持互相对的位置。该限制器 24 将在室温下作用小于大约 1kbar 的外部压力在该自行加压的气囊 12 上。

该自行加压的气囊 12 可自行加压至大约 1atm ($\approx$ 1bar) $\sim$ 80kbar。在一个实施例中，该自行加压气囊 12 加压至大约 5 $\sim$ 80kbar。在另一个实施例

中,该自行加压气囊 12 加压至大约 5~60kbar。该自行加压的气囊 12 一般由有延展性的金属制成(但不限于此),例如:铜、银、金、铂、不锈钢等。另外,该自行加压气囊 12 通常具有低的氢渗透性,并且化学上相对于该超临界流体和要在该自行加压气囊 12 内处理的材料是惰性的。

如图 2 所示,在本发明的一个实施例中,该自行加压的气囊 12 包括一个环形壳体 50,该壳体 50 具有限定一个内腔或腔 54 的壁 52,一个封闭端 58 和一个密封端 56。一般外壁 52,封闭端 58 和密封端 56 中的每个的厚度在大约 0.5~25mm 范围内。在将要在 HPHT 条件下进行处理的至少一种材料和溶剂放入该内腔 54 中后,再形成该密封端 56。当保持该内腔 54 在真空或在或包括溶剂蒸气,惰性气体或它们的组合的空气中时,形成该密封端 56。该自行加压气囊 12 还可以包括一块隔板(没有示出),将该内腔 54 分成多于 1 个部分,各个部分互相通过在该隔板上的通孔流体连通。这样,密封后,该内腔 54 形成一个没有空气的环境,可用于在 HPHT 条件下,在存在超临界流体时处理该至少一种材料。结果,可以减小处理该至少一种材料时被污染的危险。

在另一个实施例中,该自行加压气囊 12 包括一个中性的衬套 60,它在将该至少一种材料和溶剂放入该自行加压气囊 12 中以前,可滑动地插入在该内部腔 54 中。该中性的衬套 60 起附加壁垒作用,以防止或减小该至少一种材料、溶剂或超临界流体对该自行加压气囊的化学侵蚀。一般,该中性的衬套 60 的厚度为大约 1 微米~大约 5mm。该中性的衬套 60 由与该自行加压气囊 12 的材料不同的材料制成,并包括金、铂、铑、钯、银、铱、钇、二氧化硅和它们的组合中的至少一种。

在 2002 年 1 月 31 日由 Markphilip D'Evelyn 等人提出的题为“在超临界流体中处理材料用的高温高压气囊”的美国专利申请 09/683659 号中,更详细地说明了该自行加压气囊和充满与密封该自行加压气囊的方法。在此引用该专利的全部以供参考。

如上所述,为了将该自行加压的气囊 12 和压力传递介质 14 保持在适当位置,放置一个限制器 24(图 1),将平衡或补偿压力加在该压力传递介质 14 的外表面上。该限制器 24 可以包括任何数目的复合装置,例如(但不是局限于)水压机、平板、压板、皮带、冲模、冲头、砧座、活塞等。

在一个实施例中,该限制器 24 包括一个单轴的水压机(没有示出),一

对相对的冲头(例如顶部冲头 100 和底部冲头 102),一个冲模 104 和至少一个压紧环 106。优选的,该顶部冲头 100 和底部冲头 102 为平底冲头。砧座可以代替该相对的冲头。该至少一个压紧环 106 一般由淬硬钢制造。并用于压紧冲模 104,允许在该自行加压气囊 12 内产生更大的内部压力而不会使该冲模 104 损坏。在该冲模 104 和该至少一个压紧环 106 之间可选的放置一个冷却套筒 108,以有效地冷却该冲模 104。该冷却套筒 108 可以容纳至少一个冷却介质通过它循环的冷却通道。该冷却介质可以为气体(例如氩、氮、氦等),或为液体(例如-但不限于-水、盐水、水和乙二醇的混合物等)。在工作中,冲模 104 被该至少一个压紧环 106 包围,并放置在该底部冲头 102 上。不被或除了被该压紧环 106 包围以外,该冲模 104 可以包含在至少一条拉伸缠绕的钢丝和至少一条钢带及它们的组合内。一般,冲模 104 为一个直壁式冲模,它可由各种材料制成,这些材料包括(但不限于)胶结(cemented)的碳化钨和淬硬钢。另一种方案是,该冲模 104 可以具有倾斜的壁或凹形壁,而该冲模 104 的中心部分的内径比该冲模 104 的末端附近的内径小。一般为氯化钠(NaCl)的压力传递介质放在该冲模 104 内。为了减小该压力传递介质 14 和冲模 104 之间的化学反应性和摩擦,在该压力传递介质 14 和冲模 104 之间可以放置至少一个衬套或润滑剂。合适的衬套或润滑剂材料包括(但不限于):铅箔、金、银、铜、滑石粉、叶蜡石、二硫化钼、石墨、六角形氮化硼、氯化银、碳酸钙、氧化镁、氧化锆、梅岭粘土、膨润土粘土和硅酸钠。接着,将该至少一个加热元件 18 和至少一个温度传感器 20 插入该压力传递介质 14 中。将容纳至少一种反应物和在高温和高压下变成超临界流体的溶剂的该自行加压气囊 12 插入该压力传递介质 14 中。优选的,将该顶部冲头 102 放在该冲模的顶部,以封闭该压力容器装置 10。

装配后,将该压力容器装置 10 移动至单轴水压机中,将压力加在该压力机的相对的顶部和底部冲头 100、102 上。开始,可将该压力机加载至全力。另一种方案是,为了压实部件(例如压力传递介质 14,顶部垫片 124 和底部垫片 126)并密封压力容器 10,可以将力加至预定的水平,或至得到所选的冲程。为了保持压力机不受冲击(即改变顶部和底部冲头 100 和 102 的移动位置),从而将该顶部和底部冲头 100 和 102 保持在固定或恒定位置,当加热该自行加压气囊 12 时,可再加上附加的力。在较低温度下,在该自

行加压气囊 12 内只有适量的内部压力(例如,小于大约 1kbar),而实际上,整个冲头的负荷都加在该冲模 104 上。比如使电流在该顶部和底部冲头 100 和 102 之间通过,并通过加热元件 18,可加热该自行加压气囊 12。当加热该自行加压气囊 12 时,该溶剂开始蒸发,并随着温度的升高,变成超临界流体。相应地,在该自行加压气囊 12 内产生内部压力。通过所选的来处理的该至少一种材料的溶剂的相图,可以确定在给定温度下,在该自行加压气囊 12 内产生的内部压力的实际大小。该自行加压气囊 12 向外变形,给该压力传递介质 14 加载,并反过来再将压力作用在该顶部冲头 100 的下部和该底部冲头 102 的顶部上。当该气囊和压力传递介质内的内部压力增大时,冲头负载增加的部分与该内部压力平衡或补偿该内部压力。然而,冲头负载的大部分(即至少大约 30%)留在冲模 104 上,以减小冲模 104 中的纵向或轴向应力。

HPHT 装置的性能可用其压力响应来表征。压力响应的定义为相对于参考工作条件,产生增大的隔室压力的压力机力的百分率增长除以隔室压力的百分率增长。在通常的 HPHT 装置中,一般压力响应高,其范围从活塞气缸式压力机的接近 1 变化至皮带式压力机和多砧座式压力机的大约 50%。在这种情况下,为了防止该气囊爆裂或被压扁,需要精确控制通过压力机的力加在该气囊上的压力。

与通常的 HPHT 装置相反,本发明的压力容器装置 10 为“零冲击”装置,其压力响应在 0.2 以下,更优选的在 0.05 以下。零冲击装置在超临界流体处理应用中更容易控制,并能捕捉或包含在该气囊内产生的压力,而很少或不会压扁它。虽然在工作过程中可以出现一些冲击(例如,冲头或砧座之间的分离的增加或减小),但冲击的程度比先前设计小得多。

由于本发明的压力容器装置 10 的几何形状,冲头上负载的增加几乎完全被该冲模 104 承受,而隔室压力的增加很小。因此,在工作过程中,该压力容器装置 10 的最后压力响应值在 0.2 以下,更有可能在 0.05 以下。

在一个实施例中,分别在顶部和底部冲头 100、102 与压力传递介质 14 之间放置一个顶部密封 120 和底部密封 122,以防止该压力传递介质 14 逸出。一般,该顶部和底部密封 120、122 包括钢制的端盖,它们与黄铜或另一种同样可变形的材料制成的圆环配合。该顶部和底部密封 120、122 中的至少一个密封由一个套筒 128 隔开,不与冲模 104 接触,以防止在冲模 104

和该至少一个加热元件 18 或将该至少一个加热元件 18 与功率源连接的电气引线之间产生电气短路。在工作条件下,该绝缘套筒的内摩擦系数大约为 0.2~0.7,或更优选的大约为 0.25~0.5。该绝缘套筒包括叶蜡石、滑石粉、橄榄石、氧化镁、碳酸钙、氧化钙、氧化锶、氧化钡、夹布胶木和相似的胶合纸合成物(a glued paper composite),梅岭粘土,膨润土粘土,硅酸钠和六角形的氮化硼中的至少一种。

顶部垫片 124 和底部垫片 126 一般分别放置在顶部冲头 100 和冲模 104,以及底部冲头 102 和冲模 104 之间。另一种方案是,该顶部垫片 124 和底部垫片 126 可以分别放置在该顶部冲头 100 和顶部密封 120,与底部冲头 102 和底部密封 122 之间。顶部垫片 124 和底部垫片 126 中至少一个垫片为电气绝缘体。因此该冲模 104 不能使该至少一个加热元件 18 电气短路。在一个实施例中,该绝缘垫片包括:天然或合成橡胶、Mylar[®](聚酯薄膜)、聚酰亚胺、Teflon[®](碳氟聚合物、四氟乙烯碳氟化合物(tetrafluoroethylene fluorocarbons)、氟化乙烯-丙烯等),叶蜡石、滑石粉、橄榄石、氧化镁、碳酸钙、氧化钙、氧化锶、氧化钡、夹布胶木和相似的胶合纸合成物,梅岭粘土、膨润土粘土、硅酸钠和六角形的氮化硼中的至少一种。在一个实施例中,非绝缘的或导电的垫片包括铜、黄铜、钼、石墨、镍、钴、铁和不锈钢中的至少一种。在顶部垫片 124 放在顶部冲头 100 和顶部密封 120 之间,以及底部垫片 126 放在底部冲头 102 与底部密封 122 之间的一个实施例中,形成顶部垫片 124 和底部垫片 126,使导电元件 130 在一个绝缘垫片元件内,使电流可从冲头 100 流至加热元件 18,而冲模 104 不引起电气短路。该导电元件可以包括钼、石墨、钨、钽、铌、铜、铜合金、镍、钨合金、铁、铁合金中的至少一种。该绝缘垫片元件包括天然或合成橡胶、Mylar[®](聚酯薄膜)、聚酰亚胺、Teflon[®](碳氟聚合物、四氟乙烯碳氟化合物、氟化乙烯-丙烯等),叶蜡石、滑石粉、橄榄石、氧化镁、碳酸钙、氧化钙、氧化锶、氧化钡、夹布胶木和相似的胶合纸合成物,梅岭粘土、膨润土粘土、硅酸钠和六角形的氮化硼中的至少一种。在一个实施例中,顶部垫片 124 和底部垫片 126 还可作为密封,以防止压力传递介质 14 逸出。

在图 3 所示的本发明的另一个实施例中,该限制器 24 包括具有至少 4 个砧座的多砧座式压力机。在这个实施例中,该自行加压气囊 12,压力传

递介质 14 和该至少一个加热元件 18 的布局方式与图 1 所示相同，但它们插入具有至少 4 个砧座的多砧座式压力机中。该压力传递介质 14 由支承板包围。当该气囊在低温和内部压力低时，这些支承板支承由压力机产生的负载。该支承板彼此由电气绝缘的垫片材料隔开。该垫片材料包括天然或合成橡胶、Mylar[®](聚酯薄膜)、聚酰亚胺、Teflon[®](碳氟聚合物、四氟乙烯、碳氟化合物、氟化乙烯-丙烯等)，叶蜡石、滑石粉、橄榄石、氧化镁、碳酸钙、氧化钙、氧化锶、氧化钡、夹布胶木和相似的胶合纸合成物，梅岭粘土、膨润土粘土、硅酸钠和六角形的氮化硼中的至少一种。外部压力可以由 4 个或更多的独立砧座或活塞，或由一个放置在单轴压力机内的多砧座式组件，一个裂开球体式压力机或其他技术上已知的相似的加压装置加在该支承板上。当该气囊加热时，在该自行加压气囊 12 内产生内部压力，使其壁向外变形，压在该压力传递介质 14 上。当在压力传递介质 14 中产生压力时，压力机力增加的部分与该内部压力平衡或补偿该内部压力，而压力机力的减小部分被该支承板支承。隔室压力大致上不增加，压力机力的增加大部分被该支承板承受，因此压力响应值小于 0.2。

在图 4 所示的又一个实施例中，该限制器 24 包括一个冲模和增强的端部法兰。该自行加压气囊 12，压力传递介质 14，加热器 18，顶部密封 20，底部密封 122 和冲模 104 被该至少一个限制器 24 包围，其配置方式与图 1 所示相似，但替换为被两个端部法兰 34 包围。每一个端部法兰被一个 I 字梁 36 或相似的结构支承增强。冲模 104 由垫片 32 与端部法兰 34 隔开。在一个实施例中，垫片 32 与冲模 104 的上表面和下表面接触，以便容纳或防止压力传递介质 14 从冲模 104 的泄漏。至少一个垫片 32 包括电气绝缘部分，以防止在冲模 104 和至少一个加热元件 18，或连接加热元件 18 至功率源的电气引线之间形成电气短路。该绝缘垫片材料可以包括天然或合成橡胶、Mylar[®](聚酯薄膜)、聚酰亚胺、Teflon[®](碳氟聚合物、四氟乙烯碳氟化合物、氟化乙烯-丙烯等)，叶蜡石、滑石粉、橄榄石、氧化镁、碳酸钙、氧化钙、氧化锶、氧化钡、夹布胶木和相似的胶合纸合成物，梅岭粘土、膨润土粘土、硅酸钠和六角形的氮化硼中的至少一种。至少一个垫片 32 可以为导电垫片，或在绝缘垫片内包括导电元件 130。该导电垫片或导电元件 130 可以包括钼、石墨、钨、钽、铌、铜、铜合金、镍、镍合金、铁和铁合金中的至少一种。端部法兰 34 利用紧固装置 38 互相固定或与冲模组件固

定。这种紧固装置 38 包括(但不限于)螺栓、螺杆或相似的紧固件。拧紧紧固装置使端部法兰 34 在冲模组件上产生压紧负荷。当该自行加压气囊 12 在低温且内部压力低时,该端部法兰 34 的负荷几乎全部被冲模 104 本身支承。当该自行加压气囊 12 加热时,在其内部产生的内部压力,使得其壁向外变形,压紧在压力传递介质 14 上。当在压力传递介质 14 中产生压力时,由该端部法兰 34 产生的负载的增大部分,与该自行加压的气囊 12 内的内部压力平衡或补偿该内部压力,而负载力的降低部分由该冲模 104 支承。

该压力容器 10 可以用于形成材料的单个晶体例如(但不限于)包括氮化铝,其他氮化物材料等的金属的氮化物。为了形成这种单个晶体,至少一种原材料和在 HPHT 条件下变成超临界流体的一种溶剂密封在该自行加压的气囊 12 内。然后,将该自行加压气囊 12 送至压力容器装置 10 中,并加上使该溶剂变成超临界流体的 HPHT 条件。该超临界流体与该至少一种材料起反应,形成单个晶体。

下面的例子可说明本发明的特点和优点,但不是对本发明的限制。

例 1

如下这样制造用在 1000 吨水压机中的压力容器装置。内径约为 2.0 英寸,外径为 6.9 英寸,高度为 3.7 英寸的胶结碳化钨冲模采用收缩配合装入一个钢制的冲模套筒中。该冲模套筒有 8 个轴向冷却通道,为该冲模提供水冷。将该冲模和冲模套筒压入包括外径分别约为 10.7 英寸、14.7 英寸和 19 英寸的三个压配合钢环的皮带中。该冲模,冲模套筒和钢压紧圆环互相接触,压紧该冲模。该皮带组件与第 4 个钢制“保护”环压配合,该环的一个外唇部可允许升高和运输。内表面上加工出通道的黄铜圆环固定在该冲模套筒的顶部和底部。使该通道与该冲模套筒中的轴向冷却通道对准,因此,可以迫使水以盘旋方式流过该通道,进行冷却。为了使水流入和流出该冲模套筒,将铜管铜焊在该上部黄铜圆环上。砧座表面包括直径约为 3.8 英寸,厚度约为 1.0 英寸的胶结的碳化钨圆盘,并与钢的套筒和一个钢的支座压配合。在该砧座表面平面上,该砧座支座的直径约为 5.38 英寸。

大约 0.20g 的 AlN 粉末和 0.10g 的 NH_4F 粉末压成两个片(pills),并放入气囊中。将一片放入该气囊的底部,将一块隔板插入该气囊中,将该气囊内部分成两个腔。然后将第二个片放在该隔板顶部,使两个片被该隔板隔开。该气囊的内径上包括带有大约 25 微米厚的金涂层的铜,其外径大

约为 0.5 英寸，高度大约为 1.3 英寸。该包囊中加入大约 0.91g 的氨水。再将一个金涂层的铜塞压入该包囊的开放端，以将该包囊密封起来。

再将该密封包囊放在与图 1 所示相同的一个装置中。将该密封包囊插入在该冲模内的一个隔室中。将 NaCl 压力传递介质，包括石墨箔、Mo 箔和 Ta 箔的一个 3 层箔加热管，复式 K 型热电偶，钢制端盖和垫片放在该冲模内。封闭在氧化铝管中的二对热电偶金属丝通过在底部砧座中心的一个孔，并通过在底部钢制端盖中的一个孔。裸金属丝再通过 NaCl 压力传递介质中的一个小孔。一个热电偶接点或焊缝放置在该铜包囊的底部，而第二个热电偶的接点在靠近该包囊的顶部，沿着包囊的外径放置。该底部端盖由低碳钢制成，而上部端盖由不锈钢制成。上端盖的下部外径有一个 45° 斜角，并与一个黄铜圆环配合，用以改善对冲模壁的密封。下部端盖的外径用一个叶蜡石套筒与该冲模壁隔开。将顶部砧座与该冲模的顶部平面和顶部端盖隔开的铜垫片形成电气触点并可使负荷分布。底部端盖直接与该下部砧座接触。Mylar 垫片将该冲模底部与底部砧座隔开。加热器管由一个含盐套筒 (salting bushing) 与冲模壁隔开。石墨粉与 NaCl 混合，等同加压并加工以制成该套筒。为了在运转结束时，在除去隔室过程中减小摩擦，黑色的含盐套筒的外径由一个 0.002 英寸厚的 Pb 箔与该冲模壁隔开。

使电流通过该加热器管，将包囊加热至大约 800°C 的温度。将包囊在该温度下保持大约 16 小时，然后冷却。再将隔室从冲模中压出，在水中溶解该压力传递介质。为了减小氨水的蒸气压力，将包囊在干冰/丙酮池 (bath) 中冷却，并再用锥子刺穿。加温时，氨水从气囊中逸出。由于逸出氨水造成的重量损失大约为 0.87g，相当于在运转结束时仍在该包囊中的氨水重量。运转前后氨水重量几乎相等表示在运转过程中，包囊没有爆裂或严重泄漏，这样可以在 800°C 温度下，在存在溶解的 NH_4F 条件下，在超临界的氨水中处理 AlN 粉末。根据超临界氨水的相图，在 800°C 温度和充满氨水的包囊的自由容积的一部分 (70%) 中，假设有 Born-Haber 平衡但忽略溶解的溶质的作用，则在 800°C 下该包囊内所产生的压力大约为 10kbar。

虽然为了说明举出了典型的实施例，但上述说明不是对本发明范围的限制。例如，可以使用所述的压力容器制造除氮化铝以外的材料的单个晶体。因此，在不偏离本发明的精神和范围的条件下，本领域内的技术人员可作各种修改、改进和替换。

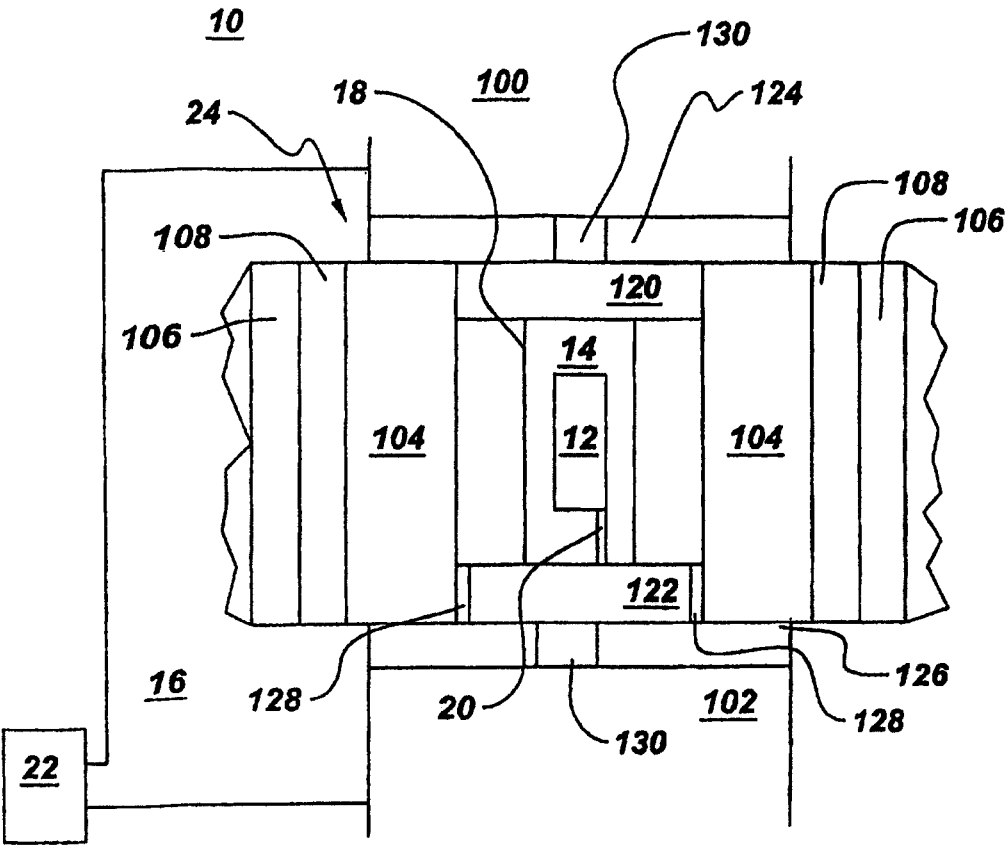


图 1

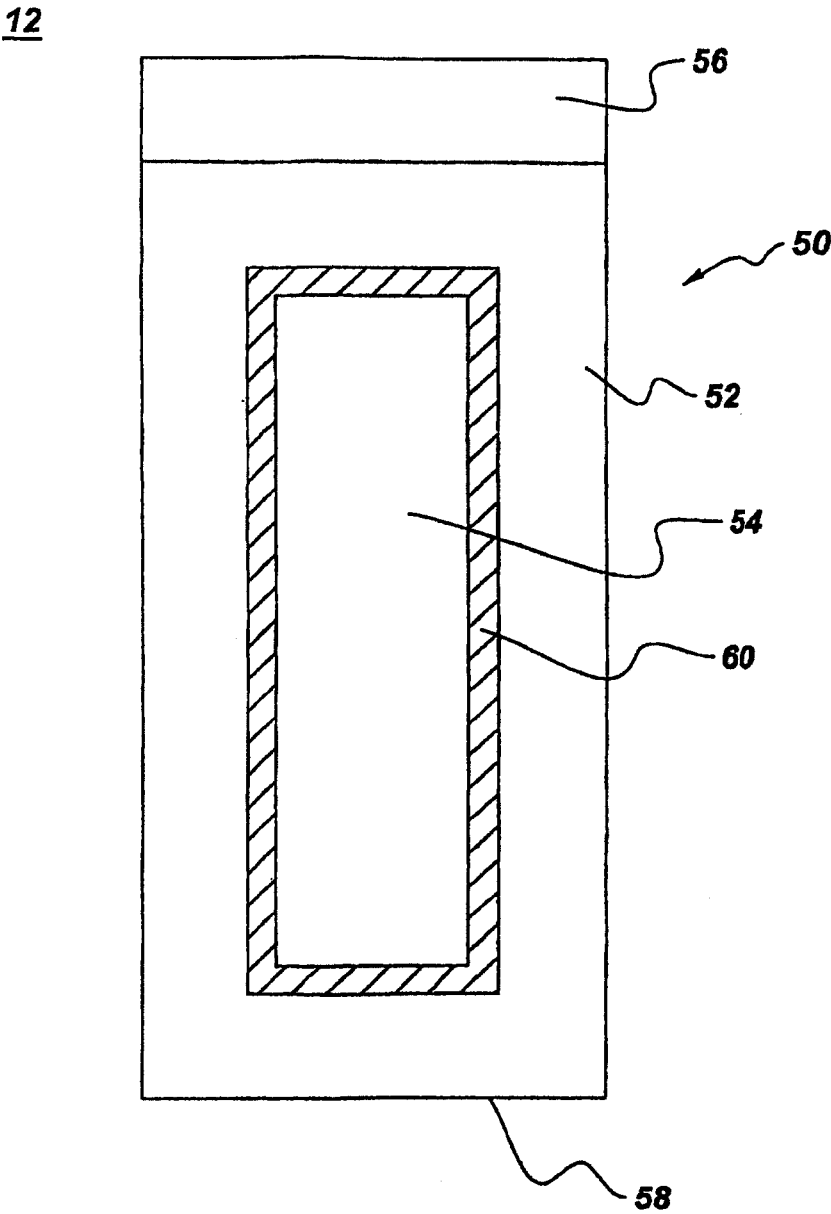


图 2

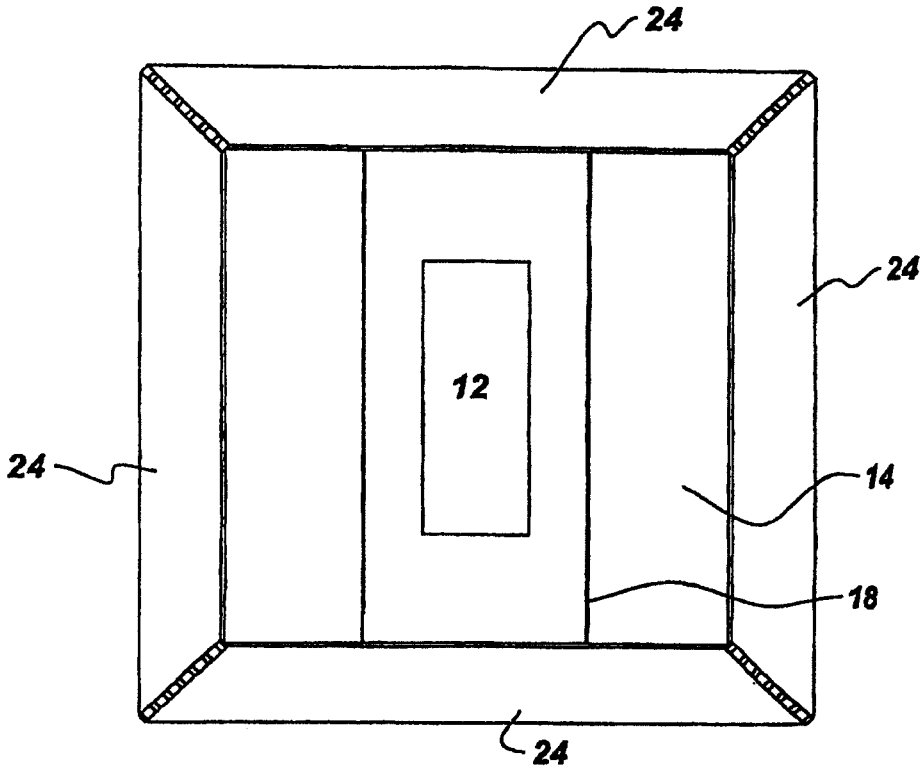


图 3

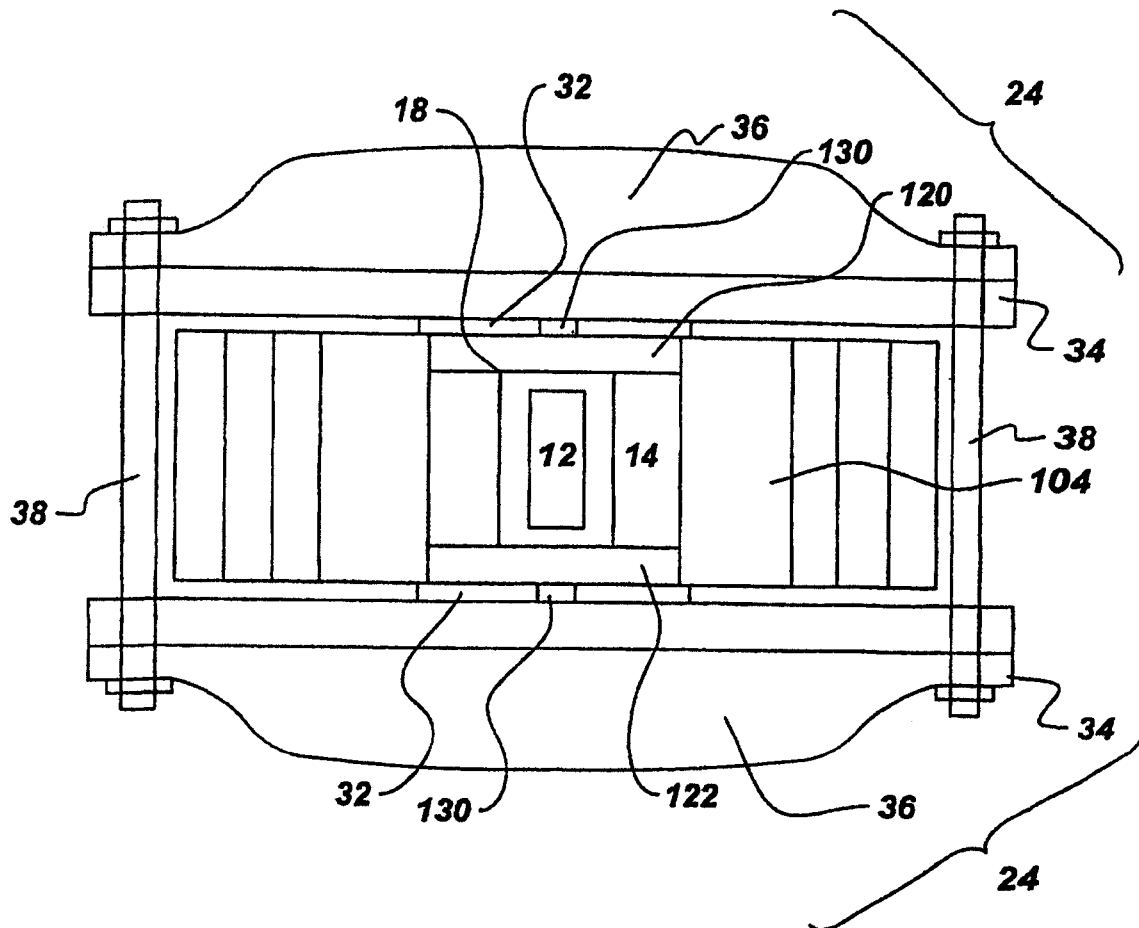


图 4