

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(22) Přihlášeno 21 12 85
(21) [PV 9723-85]

(40) Zveřejněno 16 05 88

(45) Vydáno 15 04 89

260454
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 01 B 31/06

(75)

Autor vynálezu

DVOŘÁK BOHUMIL ing., KAŠKA LUBOMÍR ing., ŠUMPERK,
HORÁK JAROMÍR prof. dr. ing. DrSc., PARDUBICE

(54) Způsob úpravy reakční náplně pro výrobu syntetických diamantů

1

2

Řešení se týká vysokotlaké syntézy syntetických diamantů. Řeší způsob úpravy reakční náplně, pro výrobu syntetických diamantů, sestávající z uhlíku a rozpouštědla z kovů VII. a VIII. skupiny periodické soustavy prvků s cílem zvýšení podílu vyšších velikostních frakcí syntetických diamantů. Podstatou je, že mezi jednotlivými kotoučky grafitu a rozpouštědla je mezivrstva, vrstva nebo proklad z elektricky izolační látky, jejíž hmotnostní poměr ke grafitu je 0,001 až 15.

Vynález se týká úpravy reakční náplně pro výrobu syntetických diamantů, sestávající z uhlíku a rozpouštědla z kovů VII. a VIII. skupiny periodické soustavy prvků nebo jejich slitin s cílem zvýšení podílu vyšších velikostních frakcí syntetických diamantů.

V současné době se při syntéze diamantových krystalů používá obvykle uhlík ve formě grafitu, který je v kontaktu s kovovým rozpouštědlem. Podmínku použití čistého grafitu není třeba zachovávat. Jsou známy i jiné formy uhlíku, které je možné přeměnit na diamant. Vedle grafitu lze použít látky obsahující uhlík, jako například koks, dřevěné uhlí, organické nebo anorganické sloučeniny. Jako kovového rozpouštědla se nejčastěji používá kovů skupiny železa, například Mn, Ni, Fe, Co nebo jejich slitin. Metoda syntézy diamantu je popsána v řadě patentů. Spočívá v tom, že uhlíkatý materiál a kovové rozpouštědlo je podrobeno působením vysokých teplot a tlaků, při kterých dochází ke krystalické přeměně grafitu na diamant. Podle druhu použitého rozpouštědla mohou být použity tlaky od 5 GPa a teploty od 1 200 °C. Takto získané diamanty se často vyznačují tvarovou nedokonalostí, malou zrnitostí i nižší výtěžností. Vliv podstatně vyšších tlaků a teplot, které jsou užitečné pro efektivnější výtěžnost syntézy, vytvářejí předpoklady, které výrazně negativně ovlivňují životnost vysokotlaké aparatury, zejména trvanlivost matric a razníků, při zvýšené míře pravděpodobnosti destrukce ostatních komponent.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob úpravy reakční náplně pro výrobu syntetických diamantů, sestávající z uhlíku a rozpouštědla z kovů VII. a VIII. skupiny periodické soustavy prvků nebo jejich slitin, s cílem zvýšení podílu vyšších velikostních frakcí syntetických diamantů podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že mezi jednotlivými kotoučky grafitu a rozpouštědla je mezivrstva, vrstva nebo proklad z elektricky izolační látky, jejíž hmotnostní poměr ke grafitu je 0,001 až 15.

Výhodou způsobu podle tohoto vynálezu je dosažení vyšší přeměny grafitu na diamant, zvláště pak dosažení vyšší výtěžnosti frakce nad 600 μm .

Aby byly uvedené nedostatky sníženy a bylo dosaženo efektivní konverze grafitu na diamant, je nutno zajistit, aby syntéza probíhala za změněných jak termodynamických, tak i kinetických veličin. Tyto pak vytyčují rámec podmínek, za kterých by bylo možné požadované krystaly realizovat. Jako látky ovlivňující výtěžnost a růst syntetických diamantů je použito elektricky izolační látky, která je nanášena formou roztoku, pasty na uhlíkatý materiál, nebo vkládána ve formě fólie mezi rozpouštědlo a grafit. Vhodný hmotnostní poměr elektricky izolační látky ke grafitu je 0,001 až 15.

Izolační látkou se rozumí takový materiál,

který má za normálních podmínek (atm. tlaku a teploty 20 °C) vodivost menší než $10^{-8} \Omega/\text{cm}^{-1}$, nebo šířku zakázaného pásma, z hlediska pásmové teorie, větší než 3,0 e-lektrovoltu.

Vsázka byla uspořádána takto: vrstvy spektrálně čistého grafitu a rozpouštědla, jehož hlavní složkou byl nikl, byly vkládány do reakčního prostoru střídavě. Náplň byla zahřívána odporovým ohřevem za tlaku do 7 GPa na teplotu asi 1 500 °C. Tyto podmínky trvaly asi 5 minut. Po snížení tlaku a teploty na normální podmínky byly získány diamanty. Takový postup byl používán při výrobě diamantů v současné době. U takto realizovaných syntéz se nedosahuje většího množství diamantů velikosti nad 400 μm a jejich pevnostní charakteristiky jsou průměrné.

Použije-li se metody výše popsané a přidá-li se ke grafitu vhodný materiál s katalytickou schopností do reakční náplně, způsob průběhu syntézy je obdobný jako v předcházejícím případě, potom vzniknou diamanty, jejichž velikost je podstatně rozdílnější a pevnost podstatně vyšší. Materiálem, který vykazuje katalytickou funkci jsou zde myšleny materiály — izolátory, například syntetická slída, silicium karbid, nitrid boru, oxid hliníku a podobně. Zásadou je, že materiál má charakter aktivátoru a musí tvořit souvislou vrstvu mezi grafitem a kovovým rozpouštědlem.

V následujících příkladech je vynález popsán na základě experimentálních výsledků.

Příklad 1

Reakční sestava byla osazena spektrograficky čistým grafitem s rozpouštědlem na bázi Ni-Mn. Na grafitové kotoučky o tloušťce 2,5 mm byla nanášena vrstva pasty tvořené SiC a etylalkoholem. Po vysušení byly grafitové kotoučky střídavě vrstveny s kovovými kotoučky síly 0,5 mm do reakční sestavy. Pasta obsahující izolátor byla přidávána v množství 0,36 % hmot. vzhledem k hmotnosti grafitu.

Takto připravená reakční náplň byla vystavena ve vysokotlakém nástroji po dobu asi 20 min. teplotě 1 450 °C a tlaku 5,8 GPa.

Příklad 2

Bylo použito uspořádání jako u příkladu 1.

Kotoučky rozpouštědla byly ze slitiny Ni-Fe. Na plochy grafitu byla nanášena vrstva izolační látky ve formě směsi obsahující bor nitrid a lžh v množství 0,5 % hmot. k hmotnosti grafitu. Po vysušení byla sestava kompletována a podrobena po dobu 15 minut teplotě 1 470 °C a tlaku 5,2 GPa. Pro zabezpečení efektu výtěžnosti je možné použít vnitřní vodivé těleso, které prochází kotouč-

ky rozpouštědla a upravených grafitových kotoučů.

Příklad 3

Užito uspořádání jako u příkladu 2.

Rozpouštědlo tvořily kobaltové kotoučky, grafitové kotoučky byly ponořovány do směsi NiO s lihem tak, aby bylo dosaženo přírůstku NiO v množství 0,1 % hmot. hmotnosti grafitu. Takto upravená reakční náplň je podrobena působení po dobu 25 min. teplotě 1 500 °C a tlaku 7 GPa.

Příklad 4

Bylo použito uspořádání jako u příkladu 2.

Rozpouštědlo tvořily kotoučky slitiny Ni-Co, na grafitové kotoučky byla nanášena pasta AlN (nitrid hliníku) tak, aby bylo dosaženo hmotnostního přírůstku 0,015 % hmot. grafitu. Takto upravená reakční náplň je podrobena působení teploty 1 480 °C a tlaku 4,9 GPa po dobu 15 minut.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob úpravy reakční náplně pro výrobu syntetických diamantů, sestávající z uhlíku a rozpouštědla z kovů VII. a VIII. skupiny periodické soustavy prvků nebo jejich slitin s cílem zvýšení podílu vyšších velikost-

ních frakcí syntetických diamantů vyznačený tím, že mezi kotoučky grafitu a rozpouštědla se uspořádá mezivrstva, vrstva nebo proklad z elektricky izolační látky, jejíž hmotnostní poměr ke grafitu je 0,001 až 15.