



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102600768 A

(43) 申请公布日 2012.07.25

(21) 申请号 201210087887.3

(22) 申请日 2012.03.30

(71) 申请人 常熟市怡华金刚石有限公司
地址 215554 江苏省苏州市常熟市冶塘镇
申请人 常州大学

(72) 发明人 李坤 李政 杨青松 沈建民
俞建名

(74) 专利代理机构 南京知识律师事务所 32207
代理人 韩朝晖

(51) Int. Cl.
B01J 3/06(2006.01)

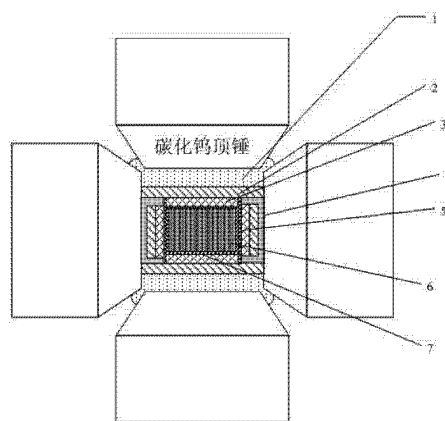
权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种六面顶压机高温高压人工单晶合成中的间接加热式合成装配

(57) 摘要

一种六面顶压机单晶合成中的间接加热式合成装配,包括内衬白云石套管的叶腊石粉压块,其特征在于,白云石套管内包括以金属铌、钽、钼或钨制成的圆柱状金属杯,圆柱外包裹氧化铝陶瓷高温管,氧化铝陶瓷高温管由 α -氧化铝和滑石经高温烧结制作;金属杯两侧分别设置金属导电片并与金属杯连接;白云石套管两端分别由复合导电堵头封闭,复合导电堵头与金属导电片连接。本发明以高熔点金属制作金属杯并兼作电热元件,外加氧化铝陶瓷材料制作高温保护管,适用于六面顶压机合成金刚石等人工单晶,满足更高的温度和更长的加热时间,提高单晶合成中工艺和装备的稳定性,减少顶锤损耗,为宝石级金刚石的合成提供有利条件。



1. 一种六面顶压机高温高压人工单晶合成中的间接加热式合成装配,包括叶腊石粉压块(1),内衬白云石套管(2),白云石套管(2)内为圆柱形合成腔,其特征在于,白云石套管(2)内包括以金属铌、钽、钼或钨制成的圆柱状金属杯(7),圆柱外包裹氧化铝陶瓷高温管(3),所述的氧化铝陶瓷高温管(3)以质量百分比 75 ~ 90% : 10 ~ 25% 的 α -氧化铝和滑石为骨料,经 850-1200℃ 烧结制作;所述的金属杯(7)两侧分别设置金属导电片(5)并与金属杯(7)连接;白云石套管(2)两端分别由复合导电堵头(4)封闭,复合导电堵头(4)与金属导电片(5)连接。

2. 根据权利要求 1 所述的间接加热式合成装配,其特征在于,所述的氧化铝陶瓷高温管(3)壁厚为 3-8mm,内径和金属杯(7)外径相匹配,高度与金属杯(7)相同;外径与白云石套管(2)内径相匹配。

3. 根据权利要求 1 所述的间接加热式合成装配,其特征在于,所述的氧化铝陶瓷高温管(3)采用以下方法制备:按照质量百分比 α -氧化铝 : 滑石 = 75 ~ 90% : 10 ~ 25% 配制骨料,加入骨料质量 1 ~ 4% 的粘结剂聚乙烯醇,通过湿法球磨工艺制得浆料,浆料喷雾造粒制得陶瓷干粉;再将陶瓷干粉压制成型,850-1200℃ 烧结,制得所述的陶瓷高温管。

4. 根据权利要求 1 所述的间接加热式合成装配,其特征在于,所述的金属导电片(5)采用金属铌、钽、钼或钨,为直径与氧化铝陶瓷高温管(3)外径相同的圆片。

5. 根据权利要求 1 所述的间接加热式合成装配,其特征在于,所述的复合导电堵头(4)包括圆柱形导电外壳,厚度 ≥ 3 mm,外径与氧化铝陶瓷高温管(3)外径相同,导电外壳内填充绝热片;导电外壳与金属导电片(5)导电连接。

6. 根据权利要求 5 所述的间接加热式合成装配,其特征在于,所述的绝热片为两块叠加的绝热片,一片为以质量百分比 75 ~ 90% : 10 ~ 25% 的 α -氧化铝和滑石为骨料,850-1200℃ 烧结而成的氧化铝陶瓷圆片,另一片为白云石圆片,其中氧化铝陶瓷圆片厚为 3-8mm,直径 \geq 金属杯(7) 外径,且与金属导电片(5)相接触。

一种六面顶压机高温高压人工单晶合成中的间接加热式合成装配

技术领域

[0001] 本发明属于金刚石或其它单晶人工合成技术领域,涉及一种单晶合成装配,特别是涉及一种六面顶压机高温高压人工单晶合成中的间接加热式合成装配(合成块),可以用于六面顶压机高压高温合成金刚石,也可以应用于立方氮化硼、碳化硅单晶和氮化镓单晶生长。

背景技术

[0002] 人造金刚石工业生产,一般以高纯石墨为原料,加入合金触媒(例如 Fe, Ni, Mn, Co 等形成的合金),在高温高压下将石墨部分转化为金刚石。金刚石的合成通常采用六面顶压机提供单晶生长所需的高温高压,目前绝大多数六面顶压机合成金刚石都采用间接加热方式。合成腔体的加热是以低电压大电流通过碳化钨顶锤与腔体发热元件形成串联形式电路。以石墨质管材或电热合金为加热元件间接加热石墨合成棒。石墨合成棒被包裹于铁质金属管壳(金属杯)之中,以减少非均匀形变。加热元件与管壳之间加装绝缘管,避免电流通过石墨合成棒和铁质金属管壳漏导。合成金刚石所用的粉压块为以水玻璃粘结的叶腊石粉体,立方体粉压块中间为圆柱形合成腔,内衬 3-4mm 厚的白云石保温管。将叶腊石粉压块、保温管、加热元件和导电堵头、绝缘管、金属杯(内含合成棒)等组合成金刚石合成装配(或合成块),置于六面顶合成压机中,按合成工艺条件将压力和温度升到所需值,单晶生长一定时间后得到人工合成金刚石。

[0003] 例如, ZL201020686676 公开了一种金刚石合成用间接加热装置,包括叶腊石复合块,叶腊石复合块上下两端分别安装导电堵头,叶腊石复合块的中心部位安装芯柱,芯柱外周安装金属杯,金属杯上下两个面分别安装绝缘片,金属杯两侧面分别安装绝缘管,绝缘管外壁两侧面分别安装金属电加热管,绝缘片分别与金属片连接,金属片与端头加热片连接。CN200610017366.5 公开了一种外间接加热式金刚石合成块,包括金刚石合成柱,合成柱两端设置有复合导电隔热装置,合成柱及复合导电隔热装置外侧套设有密封传压介质,密封传压介质及复合导电隔热装置与合成柱之间自外向内依次设置有发热元件、传热元件和隔离元件。复合导电隔热装置包括导电金属圆片和一端与其相接且直径较小的金属圆筒,圆筒中紧密嵌入预制的保温材料圆柱,圆筒外围紧密套设有预制保温材料圆筒。

[0004] 目前金刚石生产的合成装配中,金属杯(隔离元件)与加热元件分别设置,之间加装绝缘管;高温绝缘和保温材料采用白云石制作。存在的问题为:(1)长时间加热时,叶腊石粉压块(密封传压介质)温度升高,容易爆锤。合成腔和发热元件的温度超过 1450℃,叶腊石粉压块与发热元件之间绝热差,长时间加热使叶腊石粉压块温度升高,温度高于相变温度时引起材料发生体积突然变化,从而引起爆锤。(2)白云石制作的高温绝缘和保温材料高温时产生的气体排泄容易爆锤。白云石绝缘和保温管制作时加入的粘结剂水玻璃形成二氧化硅凝胶未与白云石充分反应,在高温下两者反应产生水和二氧化碳。虽然叶腊石为片层状晶体结构(不同于金属),允许部分小分子气体沿层间扩散逸出,顶锤可以安全泄压。

但所用保温管和绝缘管的厚度和尺寸加大,加热时产生的气体量增大,提高了爆锤的风险。(3) 发热元件在长时间加热时稳定性差:目前普遍使用的间接加热发热元件为冷压石墨管或电热合金。前者在高压下形变量较大,电阻值的稳定性差、工艺重复性差。后者为铁质合金(含铁 65-80%、铬 13-27%、铝 4-7%、铌、钽、钼三者中的一种或多种的混合物 0.5-2%),熔点相对较低,难以承受更高的加热温度。另外,铁、铝的还原性强,容易在高温下被氧化,与酸性氧化物或含有氧化性离子的氧化物发生反应。进而电阻值发生变化。(4) 长时间加热时顶锤的前后两端温差变大,膨胀应力易引起爆锤。

[0005] 在设备方面,随着我国金刚石合成设备的技术更新,大多数企业已经淘汰了老式的增压器系统,而采用更为有效的高压泵进行增压。打破了增压器系统由于油缸活塞行程有限造成的合成时间限制,用高压泵进行增压可以无时限保压。因此,改进六面顶压机中的间接加热式合成装配,提高金刚石等合成工艺和装备的稳定性,满足工艺所要求的更高的合成温度,延长加热时间,减少顶锤损耗,为宝石级金刚石的合成提供有利条件,对于人造金刚石产业升级有重要意义。

发明内容

[0006] 本发明旨在提供一种六面顶压机高温高压人工单晶合成中的间接加热式合成装配,能克服现有技术中所存在的上述缺陷,提高金刚石等合成工艺和装备的稳定性,满足更高的合成温度和延长加热时间,减少顶锤损耗,提高合成金刚石的质量,进而实现宝石级金刚石的合成。

[0007] 简言之,本发明以高熔点金属(铌、钽、钼、钨)制作金属杯并兼作电热元件,外加氧化铝陶瓷材料制作高温保护管,以其组装成间接加热石合成装配(块),适用于六面顶金刚石压机高温高压合成宝石级金刚石。该装配也可以应用于立方氮化硼、碳化硅单晶和氮化镓单晶生长。

[0008] 为实现上述发明目的,本发明采用如下技术方案:

一种六面顶压机高温高压人工单晶合成中的间接加热式合成装配,包括叶腊石粉压块(1),内衬白云石套管(2),白云石套管(2)内为圆柱形合成腔,其特征在于,白云石套管(2)内包括以金属铌、钽、钼或钨制成的圆柱状金属杯(7),圆柱外包裹氧化铝陶瓷高温管(3),所述的氧化铝陶瓷高温管(3)以质量百分比 75~90%:10~25%的 α -氧化铝和滑石为骨料,经 850-1200℃烧结制作;所述的金属杯(7)两侧分别设置金属导电片(5)并与金属杯(7)连接;白云石套管(2)两端分别由复合导电堵头(4)封闭,复合导电堵头(4)与金属导电片(5)连接。

[0009] 所述的金属杯由高熔点金属,如铌、钽、钼、钨金属板材通过冲压工艺或焊接工艺制作。金属杯可以采用一端封闭的杯体加金属杯盖的形式,或两只单端封闭的杯体开口端扣合的形式组成,其尺寸可根据六面顶压机合成腔大小确定,通常为壁厚 0.1-0.3mm、直径 10-50mm、高度 10-50mm。本发明的合成装配,金刚石(或其它单晶)合成芯柱填充在金属杯内,同时金属杯并兼作电热元件,杯外包裹的氧化铝陶瓷高温管可以有效地将电热元件与叶腊石粉压块隔离。

[0010] 所述的氧化铝陶瓷高温管壁厚为 3-8mm,内径和金属杯外径相匹配,高度与金属杯相同;外径与合成腔直径(白云石套管内径)相匹配。

[0011] 所述的氧化铝陶瓷高温管采用以下方法制备:按照质量百分比 a-氧化铝:滑石 = 75 ~ 90%:10 ~ 25% 配制骨料,加入骨料质量 1 ~ 4% 的粘结剂聚乙烯醇,通过湿法球磨工艺制得浆料,浆料喷雾造粒制得陶瓷干粉;再将陶瓷干粉压制成型,850-1200℃ 烧结,制得所述的陶瓷高温管。

[0012] 所述的金属导电片为直径与氧化铝陶瓷高温管外径相同的圆片,采用高熔点金属,包括金属铌、钽、钼或钨。

[0013] 所述的复合导电堵头包括圆柱形导电外壳,或采用低碳钢材料冲压成型,厚度为 $\geq 3\text{mm}$,外径与氧化铝陶瓷高温管外径相同(与粉压块的合成腔体直径相匹配)。所述的导电外壳与金属导电片导电连接。导电外壳内填充绝热片(通电端保护垫片),优选填充两块叠加的绝热片,一片材料与氧化铝陶瓷高温管相同,即采用上述氧化铝陶瓷高温管制备中的陶瓷干粉,经压制成型,850-1200℃ 烧结而成的氧化铝陶瓷圆片,另一片为白云石圆片。所述的氧化铝陶瓷圆片厚为 3-8mm,直径 \geq 金属杯外径,且与金属导电片相接触。

[0014] 本发明的间接加热式合成装配可按以下方法制备:

(1) 以铌、钽、钼、钨金属板材通过冲压工艺或焊接工艺制作成壁厚 0.1-0.3mm、直径 10-50mm、高度 10-50mm 的金属杯(发热元件)。

[0015] (2) 以氧化铝和滑石(质量百分比为 75 ~ 90%:10 ~ 25%) 为骨料,经高温 850-1200℃ 烧结制作壁厚为 3-8mm,内径和金属杯外径匹配,长度与金属杯相同的氧化铝陶瓷高温管(保护套管)。

[0016] (3) 以氧化铝和滑石(质量百分比为 75 ~ 90%:10 ~ 25%),按步骤(2)相同的方法制作厚为 3-8mm,直径与复合导电堵头匹配的氧化铝陶瓷绝热片(通电端保护垫片)。

[0017] (4) 采用低碳钢材料冲压成型制作复合导电堵头的导电外壳,厚度为 $\geq 3\text{mm}$,外缘直径与粉压块的腔体直径相匹配。导电外壳内依次填充白云石绝热片和氧化铝陶瓷绝热片。

[0018] (5) 在金属杯内填充合成芯柱,组装成为合成装配。

[0019] 上述合成装配即可用于金刚石等人工单晶在六面顶压机高温高压合成中。

[0020] 本发明的有益效果:本发明以高熔点金属(铌、钽、钼、钨)制作金属杯并兼作电热元件,外加氧化铝陶瓷材料制作高温保护管,以其组装成间接加热合成装配(块),适用于六面顶压机高温高压合成金刚石等人工单晶。本发明的合成装配可以提高金刚石等六面顶压机中合成工艺和装备的稳定性,满足工艺所要求的更高的温度和更长的加热时间,减少顶锤损耗,为宝石级金刚石的合成提供有利条件。本发明的有益效果包括:

(1) 铌、钽、钼、钨等金属的熔点高,以高熔点金属制作的金属杯兼作发热元件,可承受的加热温度大幅提高;且长时间加热的稳定性好。

[0021] (2) 金属杯兼作发热元件,可以减少高温绝缘材料的使用,杯外包裹的氧化铝陶瓷高温管可以有效地将电热元件(金属杯)与叶腊石粉压块隔离,降低爆锤风险。

[0022] (3) 采用高温下稳定的刚玉制成陶瓷管,并对其进行高温退火,避免了材料在单晶合成过程中的气体释放。以 a-氧化铝和滑石制作的氧化铝陶瓷管和氧化铝陶瓷绝热片(通电端垫片)的高温绝缘性优良,在高温下不发生相变,体积膨胀率变化小,腔体的保压稳定性好。另外,该陶瓷材料在温度高于 1450℃ 时有少量的液相产生,有利于压力传递,腔体内的压力均匀性好,从而可以改善合成芯柱中单晶颗粒的分布均匀性和粒径分布的集中

度。

[0023] (4) 通过烧结制得的氧化铝陶瓷材料密度较大,强度高,不易破碎,有利于合成装配的组装;金属杯与加热元件合二为一,使得本发明的间接加热合成装配的结构更加紧凑,装配产品的运输性能提高,降低了破损率。

[0024] 下面结合具体实施例对本发明进行详细描述。本发明的保护范围并不以具体实施方式为限,而是由权利要求加以限定。

[0025]

附图说明

[0026] 图 1 本发明的间接加热式合成装配的结构示意图。

[0027] 1、叶腊石粉压块,2、白云石套管,3、氧化铝陶瓷高温管,4、复合导电堵头,5、金属导电片,6、合成芯柱,7、金属杯(兼发热元件)。

[0028]

具体实施方式

[0029] 下面结合具体实施例对本发明进行详细描述。本发明的保护范围并不以具体实施方式为限,而是由权利要求加以限定。

[0030] 本发明所述的六面顶压机高温高压人工单晶合成中的间接加热式合成装配,同样可适用于六面顶压机高温高压合成其它人工单晶,如立方氮化硼、碳化硅单晶和氮化镓单晶等,下面结合附图,以金刚石合成装配为例进行详细描述。

[0031] 根据本发明的六面顶压机间接加热式金刚石合成装配,参见图 1,包括叶腊石粉压块 1、白云石套管 2、氧化铝陶瓷高温管 3、复合导电堵头 4、金属导电片 5、金属杯(兼发热元件)7。叶腊石粉压块 1 内衬白云石套管 2,白云石套管 2 内为圆柱形合成腔,金刚石合成芯柱 6 置于合成腔中,合成芯柱 6 填充在金属杯 7 中,自合成芯柱 6 由内向外分别为金属杯 7、氧化铝陶瓷高温管 3、白云石套管 2 和叶腊石粉压块 1。

[0032] 金属杯 7 由氧化铝陶瓷高温管 3 包裹,高度与金属杯 7 相同;两侧分别设置金属导电片 5。金属导电片 5 一侧与金属杯 7 连接,另一侧与复合导电堵头 4 连接。氧化铝陶瓷高温管 3 外径、金属导电片 5 直径和复合导电堵头 4 外径相同,并与白云石套管 2 内径相匹配,白云石套管 2 两侧分别由复合导电堵头 4 封闭。

[0033] 金属杯 7 以金属铌、钽、钼或钨制成,氧化铝陶瓷高温管 3 以质量百分比 75~90%:10~25% 的 α -氧化铝和滑石为骨料,经 850-1200℃ 烧结制成。金属导电片 5 采用金属铌、钽、钼或钨材料,复合导电堵头 4 包括中空圆柱形低碳钢导电外壳,导电外壳由内向外依次填充白云石绝热片和氧化铝陶瓷绝热片。

[0034] 上述合成装配其制作过程包括如下步骤:

(1) 高熔点金属杯 7 (兼电热元件) 制作

将铌、钽、钼、钨等金属板材冲压或焊接成厚度为 0.1-0.3mm,直径 10-50mm、高度 10-50mm 的杯状发热元件。

[0035] (2) 氧化铝陶瓷干粉制备

将 α -氧化铝和滑石粉按质量百分比 75~90%:10~25% (优选 85%:15%) 混合,装于

球磨罐内,以水为介质,用刚玉球将其研磨成粒径小于 200 目的浆料,再按氧化铝和滑石粉质量 1 ~ 4%(优选 3%)加入聚乙烯醇(PVA 分子量 ≥ 10000 ,聚乙烯醇水溶液浓度为 5-10%),用喷雾造粒工艺将其制备成粒径 0.3-0.7mm 的粉团。

[0036] (3) 氧化铝陶瓷高温管 3 制作

将步骤(2)中制备的陶瓷粉料经压制成型、高温烧结制成壁厚为 3-8mm,内径和长度与上述杯状发热元件外径和高度匹配的保护套管。将陶瓷粉料用钨钢模具压制所需的管状坯件,将管状坯件埋于粗颗粒氧化铝粉中,于 850-1200℃ 烧结 1-3 小时(优选 3.5℃ /min 升温到 550℃ 保温 1 小时脱胶;再以 5℃ /min 升温到至 1000℃,烧结 1 小时)成为氧化铝陶瓷高温管。陶瓷在烧结过程中的收缩率为 5-8%,因此,模具的设计应按实际收缩率做相应的尺寸放大。将管状坯件填埋于氧化铝粉中烧结,一方面埋粉限制了烧结过程中陶瓷管沿直径方向的收缩形变,保证了管的直径均匀性和管径尺寸;另一方面,高温烧结去除了挥发性的物质(如原料中的羟基、水分和粘结剂),避免了所制得的高温管在合成金刚石的高压高温条件下产生气体;第三,通过烧结工艺,陶瓷管的密度较大,强度高,不易破碎。

[0037] (4) 复合导电堵头 4 制作

复合导电堵头堵头的导电外壳为低碳钢材料冲压成型,厚度至少为 3mm,外缘直径与粉压块的腔体直径相匹配。导电外壳内填充两块绝热片,一块为上述步骤(2)中制得的粉体干压成型并于 850-1200℃ (优选 1000℃)烧结 1-3 小时而成的氧化铝陶瓷圆片。另一块为白云石圆片。白云石圆片其通常的制作工艺为:白云石粉体(粒径 100-300 目)、水玻璃(模数 2.3)和聚乙烯醇(分子量大于 10000)的质量百分比为 84%:13%:3% (聚乙烯醇在使用时配制成浓度为 5% 水溶液),将上述物料于搅拌器内搅拌均匀,用干压成型工艺压制圆片,再于 450℃ 加热 1-2 小时。将白云石绝热片和氧化铝陶瓷绝热片依次填充在导电外壳内,制成复合导电堵头。

[0038] (5)将叶腊石粉压块 1、白云石套管 2、氧化铝陶瓷高温管 3、金属杯 7 (内含合成芯柱 6)、金属导电片 5、复合导电堵头 4 组装成合成装配,按上述结构组装(如图 1)成间接加热式合成装配。

[0039] 当所述的合成装配用于宝石级金刚石的合成中,金属杯(兼电热元件)内物料填充方式为:将粒径小于 50 微米的优质金刚石微粉和片式触媒以层叠方式填装于金属杯中,在 200-400MPa 压力下致密化,然后组装成为合成装配。

[0040] 组装后的合成装配可用于宝石级金刚石的合成:将组装后的合成装配,放置于六面顶合成压机中,按程序将压力和温度升到所需值,保持 10-240 小时。所得合成棒经电解、破碎、筛选即可得产品。

[0041]

实施例 1

腔体直径 23mm 的六面顶金刚石压机中的合成装配,包括:

叶腊石粉压块,尺寸 38mm³;内衬白云石套管,中间为直径 23mm 圆柱形合成腔

氧化铝陶瓷高温保护管:壁厚 5mm,外径 23mm,内经 13mm,高度 11.6 mm

金属杯:金属钼,壁厚 0.2mm,外径 13mm,高度 11.6mm

高熔点金属导电片:金属钼,厚度 0.2mm,直径 23mm

复合导电堵头:钢壳:厚度 3mm,外径 23mm,高度 13mm

钢壳内填充 :氧化铝陶瓷圆片,直径 17mm,厚度 5mm

白云石圆片 :直径 17mm,厚度 5mm

组装成合成装配,金属杯中填充合成芯柱。

[0042] 合成装配放置于六面顶压机中,按程序将压力和温度升到所需值并保持至合成时间。所得合成棒经电解、破碎、筛选即可得产品。

[0043] 合成条件 :温度 1450℃ ; 压力 52000 大气压(用铋丝相变估算);合成时间 55 小时。

[0044] 合成芯柱 :使用原料为 W14 金刚石微粉 2.8g,铁 - 镍触媒片 4 片 ;按层叠方式填装于金属杯中,在 200-400MPa 压力下致密化。

[0045] 所得产品 :直径 1mm 以上金刚石单晶 1.61 克,最大颗粒直径 2.8mm。

[0046]

实施例 2

腔体直径 23mm 的六面顶金刚石压机中的合成装配,包括 :

叶腊石粉压块,尺寸 38mm³ ;内衬白云石套管,中间为直径 23mm 圆柱形合成腔

氧化铝陶瓷高温保护管 :壁厚 5mm,外径 23mm,内经 13mm,高度 11.6 mm

金属杯 : 金属钼,壁厚 0.2mm,外径 13mm,高度 11.6mm

高熔点金属导电片 :金属钼,厚度 0.2mm,直径 23mm

复合导电堵头 :钢壳 :厚度 3mm,外径 23mm,高度 13mm

钢壳内填充 :氧化铝陶瓷圆片 :直径 17mm,厚度 5mm

白云石圆片 :直径 17mm,厚度 5mm

组装成合成装配,金属杯中填充合成芯柱。

[0047] 合成装配放置于六面顶压机中,按程序将压力和温度升到所需值并保持至合成时间。所得合成棒经电解、破碎、筛选即可得产品。

[0048] 合成条件 :温度 1450℃ ; 压力 52000 大气压(用铋丝相变估算);合成时间 76 小时。

[0049] 合成芯柱 :使用原料为 W14 金刚石微粉 2.8g,铁 - 镍触媒片 4 片 ;按层叠方式填装于金属杯中,在 200-400MPa 压力下致密化。

[0050] 所得产品 :直径 1mm 以上金刚石单晶 1.79 克,最大颗粒直径 3.0mm。

[0051]

实施例 3

合成装配与实施例 1 相同,延长合成时间至 96 小时。

[0052] 合成条件 :温度 1450℃ ; 压力 52000 大气压(用铋丝相变估算);合成时间 96 小时。

[0053] 合成芯柱 :使用原料为 W14 金刚石微粉 2.8g,铁 - 镍触媒片 4 片 ;按层叠方式填装于金属杯中,在 200-400MPa 压力下致密化。

[0054] 所得产品 :直径 1mm 以上金刚石单晶 :1.91 克,最大颗粒直径 3.2mm。

[0055]

实施例 4

腔体直径 23mm 的六面顶金刚石压机中的合成装配,包括 :

粉压块尺寸 : 38mm^3 ;内衬白云石套管,中间为直径 23mm 圆柱形合成腔
氧化铝陶瓷高温保护管 :壁厚 5mm,外径 23mm,内经 13mm,高度 11.6 mm
金属杯 : 金属钽,壁厚 0.2mm,外径 13mm,高度 11.6mm
高熔点金属导电片 :金属钽,厚度 0.2mm,直径 23mm
复合导电堵头 : 钢壳 :厚度 3mm,外径 23mm,高度 13mm
 钢壳内填充 :氧化铝陶瓷圆片,直径 17mm,厚度 5mm
 白云石圆片 :直径 17mm,厚度 5mm。

[0056] 合成条件与实施例 1 相同,所得产品 :直径 1mm 以上金刚石单晶 1.62 克,最大颗粒直径 2.8mm。合成块的电解处理速度很慢,需要氟化物电解质做电解液。

[0057]

实施例 5

与实施例 4 基本相同,金属杯和金属导电片采用铌。由于金属铌相对较软,金属杯容易成型。

[0058] 合成条件与实施例 1 相同,所得产品 :直径 1mm 以上金刚石单晶 1.60 克,最大颗粒直径 2.8mm。金属管现状保持完好,形变均匀,合成块的电解处理速度较快。

[0059]

实施例 6

与实施例 4 基本相同,金属杯和金属导电片采用钨。由于金属钨硬度大,金属杯不能用冲压成型。采用氩弧焊接工艺制作金属杯。

[0060] 合成条件中除温度为 1700°C ,其它条件与实施例 1 相同,所得产品 :直径 1mm 以上金刚石单晶 1.80 克,最大颗粒直径 3.0 mm。金属管现状保持完好,形变均匀,合成块的电解处理速度较快。电解液含有机酸对提高电解速度有利。

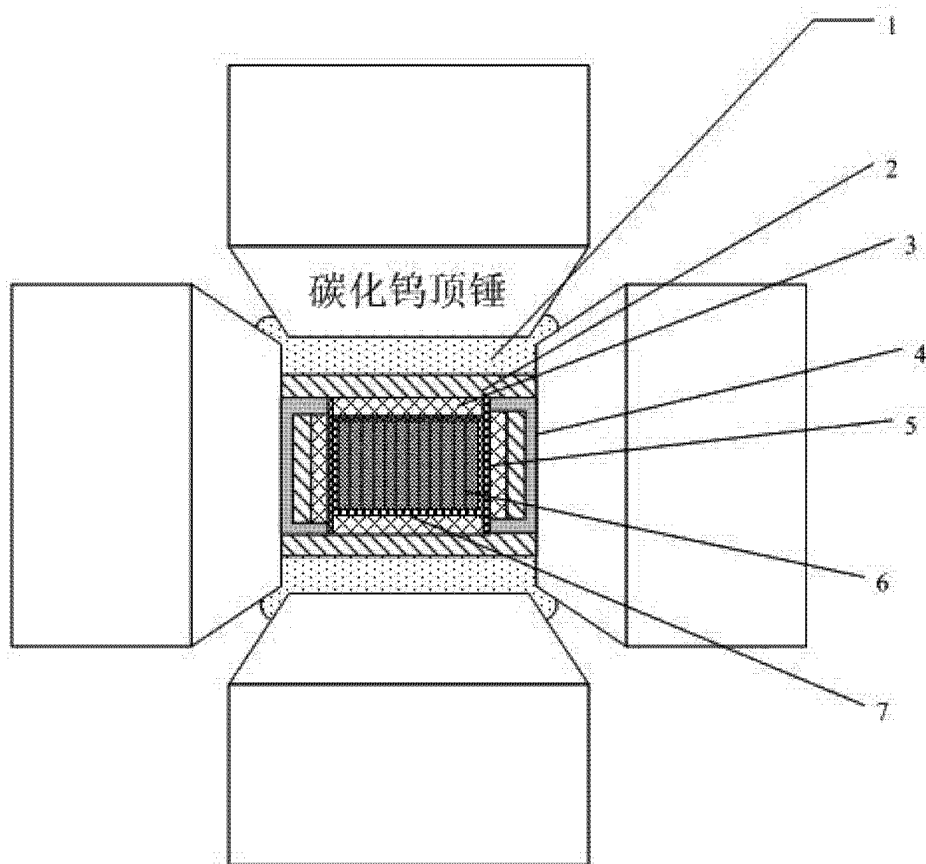


图 1