



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 107115825 B

(45) 授权公告日 2023.03.24

(21) 申请号 201710509724.2

(22) 申请日 2017.06.28

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 107115825 A

(43) 申请公布日 2017.09.01

(73) 专利权人 河南省力量钻石股份有限公司
地址 476200 河南省商丘市柘城县产业集聚区

(72) 发明人 邵增明 张存升

(74) 专利代理机构 郑州大通专利商标代理有限公司 41111

专利代理师 李秋红

(51) Int. Cl.

B01J 3/06 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 205269580 U, 2016.06.01

审查员 施琴

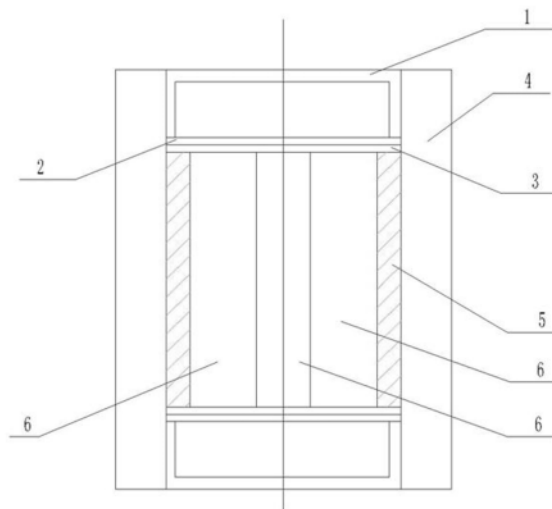
权利要求书2页 说明书8页 附图3页

(54) 发明名称

一种宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构及其制备方法和应用

(57) 摘要

本发明公开了一种宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构及其制备方法和应用。多腔体合成结构包含设有组装腔的传压块, 组装腔内设置有绝缘体, 绝缘体上下两端对称设置有导电堵头组件; 绝缘体设有多个圆柱形合成腔; 圆柱形合成腔内设置有大单晶生长组件。加热管装入圆柱形合成腔, 圆柱形合成腔内部由下向上依次设置有晶床、触媒片、碳源、传压片及绝缘管, 晶床、触媒片、碳源及传压片由下至上依次设置于圆柱形合成腔内, 绝缘管包设于碳源和触媒片外围并置于传压片及晶床之间, 加热管包设于传压片、绝缘管及晶床的外围; 组装合成块装入组装腔中, 两端对称设有导电堵头组件, 得到多腔体合成结构。采用本发明可实现1~5克拉级大单晶的稳定优质合成。



1. 一种宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构的制备方法,其特征在于,所述制备方法包括以下步骤:

a、绝缘体的制备:以200目以细高纯NaCl粉末和200目以细高纯氧化锆粉末为原料,将二者按照5~8:5~2的质量比例进行配料,配料后采用三维混料机混合4~6小时,将所得混合物采用四柱压机压制成绝缘柱,压制过程中压力为25~35Mpa;将所得绝缘柱在高温烘箱内250~400℃条件下高温处理8~12 小时,处理后备用;

b、将步骤a处理后备用的绝缘柱进行打孔,制成带孔绝缘体,总体孔外壁厚度为2~10mm、孔间距为2~6mm;所述制成的孔为圆柱形,即为绝缘体上开设的圆柱形合成腔;

c、加热管的制备:以高纯石墨碳棒为原料,将高纯石墨碳棒进行车制加工,制成壁厚为1.2~2.0mm的管状加热管;将所得管状加热管在1050~1200℃、真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤12~20小时,烘烤后冷却至室温备用;

d、加热片的制备:以高纯石墨碳棒为原料,将高纯石墨碳棒进行切割,得到加热片,控制加热片的厚度为1.0~3.0mm;将所得加热片在温度1050~1200℃、真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤12~20小时,烘烤后冷却至室温备用;

e、合成加热腔体的组合:将步骤c处理后的加热管装入步骤b制备的绝缘体圆柱形合成腔中、等距排列,加热管的高度与绝缘体高度平齐;加热腔体即圆柱形合成腔内部由下向上依次设置有晶床、触媒片、碳源、传压片及绝缘管,晶床、触媒片、碳源及传压片由下至上依次设置于圆柱形合成腔内,绝缘管包设于碳源和触媒片外围并置于传压片及晶床之间,加热管包设于传压片、绝缘管及晶床的外围;加热管高度与传压片、碳源、触媒片及晶床的高度之和相等,加热管高度与圆柱形合成腔高度一致;

f、合成块的组装:将步骤e组合所得的合成加热腔体装入传压块构成的组装腔中,在组合单元的两端对称依次设有加热片、金属片和导电堵头,得到合成块即多腔体合成结构。

2. 根据权利要求1所述的宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构的制备方法,其特征在于:步骤a中高纯NaCl粉末的纯度 $\geq 99\%$;高纯氧化锆粉末的纯度 $\geq 99\%$;步骤c、d中所述高纯石墨碳棒的灰分均小于0.2%;步骤e中所述碳源采用高纯石墨片,高纯石墨片的灰分小于30ppm。

3. 根据权利要求1所述的宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构的制备方法,其特征在于,所述绝缘管的制备方法为:以200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化锆和200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化镁为原料,二者按照5~2:5~8的质量比进行混合,混合时间为4~6小时,将所得混合物在30~40Mpa压力下压制成管状;将所得管状产物在1000~1200℃条件下烘烤12~20小时,烘烤后冷却至室温,得到绝缘管,所得绝缘管的壁厚为2.0~2.5mm;

所述触媒片的制备方法为:所述触媒片由Fe、Ni、Co及微量元素组成,其中Fe含量为60~68%、Ni含量为30~38%、Co含量为0~8%;微量元素Si 0.1~0.2%、Al 0.05~0.1%、Ti 0.5~1.5%、Mn 0.05~0.15%、Ce 0.1~0.3%,各种原料质量百分含量之和为100%;按照所述触媒组成比例称取各种合金成分,将各种合金成分利用中频炉在1400~1500℃条件下熔炼成合金液,熔炼时间为50~60min,将熔炼后得到的合金液浇铸成锭,将所得铸锭依次进行热锻、热轧和冷轧工序制成合金板,所得合金板的厚度为1.0~2.0mm;将得到的合金板材经冲床冲压成片,得到触媒片;所得触媒片的厚度为1.0~2.0mm;将得到的触媒片经酒精清洗后,在真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤8~12 小时,烘烤后冷却至室温,出炉后真空封装备

用；

所述传压片的制备方法为：以100目以细的白云石为原料，加入占白云石总质量7~10%的水玻璃作为粘结剂，加入后混合60~90min，然后进行破碎筛分，得到40目以细颗粒料，将白云石颗粒料自然晾干10~12小时，利用四柱压力机压制成片状即得到传压片，将所得片状物即传压片在300~360℃条件下 烘烤12~20小时，烘烤后冷却至室温，得到传压片；

所述晶床的制备方法为：以200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化锆为原料，利用四柱压机在30~40Mpa压力下将原料压制成片状，所得片状厚度为3~6mm；将所得片状在1100~1200℃条件下烘烤12~20小时，冷却至室温得到晶床片；将所得晶床片进行打孔，在孔内种入晶种，得到晶种片即晶床；其中晶种为粒度 0.5~1.5mm的金刚石，晶种种入孔后与晶床面平齐。

4. 根据权利要求1所述的宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构的制备方法，其特征在于：所述多腔体合成结构在制备宝石级大单晶金刚石中的应用。

一种宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构及其制备方法和应用

一、技术领域：

[0001] 本发明属于超硬材料合成技术领域，具体涉及一种宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构及其制备方法和应用。

二、背景技术：

[0002] 金刚石是一种用途广泛的极限功能材料，具有硬度高、耐磨性好、热传导性好、半导体以及透光性好等优异的物理性能。我国于1963年首次合成工业级金刚石，经过业界人士五十多年的共同努力，我国已成为世界上首屈一指的金刚石生产大国。但在宝石级金刚石合成研究方面，我们远远落后于欧美日等国外先进国家。

[0003] 随着科学技术的不断进步，宝石级金刚石已广泛地用于高硬度材料的超精密机械加工、半导体激光器和高功率激光武器等的散热片，航空航天领域的窗口材料、光学材料和宽禁带半导体材料等，在现代高科技领域和国防工业中扮演着越来越重要的角色。市场上对宝石级金刚石的需求也日益膨胀。

[0004] 随着科技的不断发展，温差法宝石级大单晶金刚石的合成技术已日益成熟，但常规的合成方法均以在传压块内部设置加热体，加热体内部设置绝缘体及合成介质的方法，由于加热由外部进行，在热量向内传递的过程中势必产生温差，且随着合成腔体的扩大这种温度差亦逐步增加。因此，这种加热方式存在的固有缺陷，使得中心温度和外围温度存在较大差异，由此就导致外围和内部温差不一致，从而导致大单晶难以均匀生长，粒度差异较大，极大地限制了大颗粒大单晶的合成及优质生长。

三、发明内容：

[0005] 本发明要解决的技术问题是：根据现有宝石级大单晶金刚石合成装置以及合成工艺存在的不足之处，本发明提供一种新的宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构及其制备方法和应用。本发明宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构是一种新型腔体合成结构，通过改变其加热及合成方式，确保合成腔体温度压力场的均匀性，为大单晶的长时间优质生长提供良好条件，从而实现宝石级大单晶的优质合成。

[0006] 为了解决上述问题，本发明采取的技术方案是：

[0007] 本发明提供一种宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构，包含设有组装腔的传压块，其中：组装腔内设置有绝缘体，绝缘体上下两端对称设置有导电堵头组件；绝缘体开设有多个圆柱形合成腔，圆柱形合成腔高度均与绝缘体高度一致；所述圆柱形合成腔内设置有大单晶生长组件。

[0008] 根据上述的宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构，所述大单晶生长组件包含晶床、触媒片、碳源、传压片、绝缘管及加热管，晶床、触媒片、碳源及传压片由下至上依次设置于圆柱形合成腔内，绝缘管包设于碳源和触媒片外围并置于传压片及晶床之间，加热管包设于传压片、绝缘管及晶床的外围；加热管高度与传压片、碳源、触媒片及晶床的高度之和

相等,加热管高度与圆柱形合成腔高度一致。

[0009] 根据上述的宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构,所述导电堵头组件包含依次设置的加热片、金属片和导电堵头;加热片与加热管连接。

[0010] 根据上述的宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构,所述加热片是由高纯石墨碳棒切割而成的片状结构。

[0011] 根据上述的宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构,所述加热管是由高纯石墨碳棒车制而成的管体结构,其管体管壁的厚度为1.2~2.0mm。

[0012] 根据上述的宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构,所述绝缘体是由氯化钠粉末和氧化锆粉末混合压制而成的圆柱体;所述圆柱形合成腔的外壁厚度为2~10mm;相邻圆柱形合成腔之间的间距为2~6mm。

[0013] 另外,提供一种宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构的制备方法,所述制备方法包括以下步骤:

[0014] a、绝缘体的制备:以200目以细高纯NaCl粉末和200目以细高纯氧化锆粉末为原料,将二者按照5~8:5~2的质量比例进行配料,配料后采用三维混料机混合4~6小时,将所得混合物采用四柱压机压制成绝缘柱,压制过程中压力为25~35Mpa;将所得绝缘柱在高温烘箱内250~400℃条件下高温处理8~12小时,处理后备用;

[0015] b、将步骤a处理后备用的绝缘柱进行打孔,制成带孔绝缘体,总体孔外壁厚度为2~10mm、孔间距为2~6mm;所述制成的孔为圆柱形,即为绝缘体上开设的圆柱形合成腔;

[0016] c、加热管的制备:以高纯石墨碳棒为原料,将高纯石墨碳棒进行车制加工,制成壁厚为1.2~2.0mm的管状加热管;将所得管状加热管在1050~1200℃、真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤12~20小时,烘烤后冷却至室温备用;

[0017] d、加热片的制备:以高纯石墨碳棒为原料,将高纯石墨碳棒进行切割,得到加热片,控制加热片的厚度为1.0~3.0mm;将所得加热片在温度1050~1200℃、真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤12~20小时,烘烤后冷却至室温备用;

[0018] e、合成加热腔体的组合:将步骤c处理后的加热管装入步骤b制备的绝缘体圆柱形合成腔中、等距排列,加热管的高度与绝缘体高度平齐;加热腔体即圆柱形合成腔内部由下向上依次设置有晶床、触媒片、碳源、传压片及绝缘管,晶床、触媒片、碳源及传压片由下至上依次设置于圆柱形合成腔内,绝缘管包设于碳源和触媒片外围并置于传压片及晶床之间,加热管包设于传压片、绝缘管及晶床的外围;加热管高度与传压片、碳源、触媒片及晶床的高度之和相等,加热管高度与圆柱形合成腔高度一致;

[0019] f、合成块的组装:将步骤e组合所得的合成加热腔体装入传压块构成的组装腔中,在组合单元的两端对称依次设有加热片、金属片和导电堵头,得到合成块即多腔体合成结构。

[0020] 根据上述的宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构的制备方法,步骤a中高纯NaCl粉末的纯度 $\geq 99\%$;高纯氧化锆粉末的纯度 $\geq 99\%$;步骤c、d中所述高纯石墨碳棒的灰分均小于0.2%;步骤e中所述碳源采用高纯石墨片,高纯石墨片的灰分小于30ppm。

[0021] 根据上述的宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构的制备方法,所述绝缘管的制备方法为:以200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化锆和200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化镁为原料,二者按照5~2:5~8的质量比进行混合,混合时间为4~6小时,将所得混合物在30~40Mpa压力

下压制成管状;将所得管状产物在1000~1200℃条件下烘烤12~20小时,烘烤后冷却至室温,得到绝缘管,所得绝缘管的壁厚为2.0~2.5mm;

[0022] 所述触媒片的制备方法为:所述触媒片由Fe、Ni、Co及微量元素组成,其中Fe含量为60~68%、Ni含量为30~38%、Co含量为0~8%;微量元素Si 0.1~0.2%、Al 0.05~0.1%、Ti 0.5~1.5%、Mn 0.05~0.15%、Ce 0.1~0.3%,各种原料质量百分含量之和为100%;按照所述触媒组成比例称取各种合金成分,将各种合金成分利用中频炉在1400~1500℃条件下熔炼成合金液,熔炼时间为50~60min,将熔炼后得到的合金液浇铸成锭,将所得铸锭依次进行热锻、热轧和冷轧工序制成合金板,所得合金板的厚度为1.0~2.0mm;将得到的合金板材经冲床冲压成片,得到触媒片;所得触媒片的厚度为1.0~2.0mm;将得到的触媒片经酒精清洗后,在真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤8~12小时,烘烤后冷却至室温,出炉后真空封装备用;

[0023] 所述传压片的制备方法为:以100目以细的白云石为原料,加入占白云石总质量7~10%的水玻璃作为粘结剂,加入后混合60~90min,然后进行破碎筛分,得到40目以细颗粒料,将白云石颗粒料自然晾干10~12小时,利用四柱压力机压制成片状即得到传压片,将所得片状物即传压片在300~360℃条件下烘烤12~20小时,烘烤后冷却至室温,得到传压片;

[0024] 所述晶床的制备方法为:以200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化锆为原料,利用四柱压机在30~40Mpa压力下将原料压制成片状,所得片状厚度为3~6mm;将所得片状在1100~1200℃条件下烘烤12~20小时,冷却至室温得到晶床片;将所得晶床片进行打孔,在孔内种入晶种,得到晶种片即晶床;其中晶种为粒度0.5~1.5mm的金刚石,晶种种入孔后与晶床面平齐。

[0025] 另外,提供一种上述多腔体合成结构在制备宝石级大单晶金刚石中的应用。

[0026] 本发明的积极有益效果:

[0027] 1、本发明多腔体合成结构简单,设计新颖、合理,通过采用多腔体加热结构,有效地解决了合成腔体温差不均衡、金刚石难以长大的难题,能够实现腔体内温度的长时间平衡,确保合成所需的温差保持稳定,从而使宝石级大单晶实现长时间和优质的生长;避免了原生长方式各大颗粒金刚石碳源分布不均,金刚石生长相互争夺碳源,生长速度不一的情况,能够实现腔体内各颗粒的碳源均匀有效供给,从而实现粒度的均匀一致和优质生长;采用绝缘体和合成腔体组合结构,大大提高了合成过程中压力传递的均匀性和受热的均匀性,从而为长时间合成提供了保障;同时,节省了电力和能量的消耗,降低了成本。

[0028] 2、本发明技术方案采用多腔体合成结构,从而能够有效解决由于单腔体加热导致的合成温度不均匀、宝石级大单晶合成温差难以平衡的难题。

[0029] 3、采用本发明多腔体合成结构和制备方法,可实现1~5克拉级大单晶的稳定优质合成,这对打破传统大单晶采矿分选的方法,实现绿色生产替代天然钻石具有重要意义。

[0030] 4、采用本发明多腔体合成结构制备宝石级大单晶金刚石过程中,合成稳定控制时间由传统方法的72小时,可延长至1000小时;为宝石级大单晶的合成提供有力保障;采用本发明合成腔体结构在运行中,电流、电阻运行平稳一致,电流波动可控制在0.5~1.0‰,电阻可稳定在5毫欧以下;采用本发明多腔体结构以及利用该合成结构制备大单晶金刚石的合成工艺中,单粒度重量由传统方法的0.5ct以下,提升至3~5ct;且优晶率可提升30%以

上。

四、附图说明：

- [0031] 图1本发明宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构的结构示意图；
- [0032] 图1中：1为导电堵头，2为金属片，3为加热片，4为传压块，5为绝缘体，6为圆柱形合成腔。
- [0033] 图2本发明宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构中大单晶生长组件的结构示意图；
- [0034] 图2中：5为绝缘体，7为传压片，8为碳源，9为触媒片，10为晶床，11为绝缘管，12为加热管；
- [0035] 图3本发明宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构中绝缘体的结构示意图；
- [0036] 图3中：5为绝缘体，6为圆柱形合成腔。
- [0037] 图4利用宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构制备的宝石级大单晶金刚石图片。

五、具体实施方式：

- [0038] 以下结合实施例进一步阐述本发明，但并不限制本发明的技术内容。
- [0039] 实施例1：
- [0040] 参见附图1~3所示，本发明宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构，包含设有组装腔的传压块4，组装腔内设置有绝缘体5，绝缘体5上下两端对称设置有导电堵头组件，导电堵头组件包含依次设置的加热片3、金属片2和导电堵头1，加热片3与加热管12连接；绝缘体5开设有多个圆柱形合成腔6，圆柱形合成腔6高度均与绝缘体5高度一致；圆柱形合成腔6内设置有大单晶生长组件；
- [0041] 所述大单晶生长组件包含晶床10、触媒片9、碳源8、传压片7、绝缘管11及加热管12，晶床10、触媒片9、碳源8及传压片7由下至上依次设置于圆柱形合成腔6内，绝缘管11包设于碳源8和触媒片9外围并置于传压片7及晶床10之间，加热管12包设于传压片7、绝缘管11及晶床10的外围；加热管12高度与传压片7、碳源8、触媒片9及晶床10的高度之和相等，加热管12高度与圆柱形合成腔高度6相一致。
- [0042] 实施例2：与实施例1基本相同，不同之处在于：
- [0043] 所述加热片3是由高纯石墨碳棒切割而成的片状结构；所述加热管12是由高纯石墨碳棒车制而成的管体结构，其管体管壁的厚度为1.2~2.0mm。
- [0044] 实施例3：与实施例1基本相同，不同之处在于：
- [0045] 所述加热片3是由高纯石墨碳棒切割而成的片状结构；所述加热管12是由高纯石墨碳棒车制而成的管体结构，其管体管壁的厚度为1.2~2.0mm；所述绝缘体是由氯化钠粉末和氧化锆粉末混合压制而成的圆柱体。
- [0046] 实施例4：与实施例1基本相同，不同之处在于：
- [0047] 所述圆柱形合成腔的外壁厚度为2~10mm；相邻圆柱形合成腔之间的间距为2~6mm。
- [0048] 实施例5：与实施例1基本相同，不同之处在于：
- [0049] 所述加热片3是由高纯石墨碳棒切割而成的片状结构；所述加热管12是由高纯石

墨碳棒车制而成的管体结构,其管体管壁的厚度为1.2~2.0mm;所述绝缘体是由氯化钠粉末和氧化锆粉末混合压制而成的圆柱体;所述圆柱形合成腔的外壁厚度为2~10mm;相邻圆柱形合成腔之间的间距为2~6mm。

[0050] 实施例6:

[0051] 本发明宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构的制备方法,该制备方法的详细步骤如下:

[0052] a、绝缘体的制备:以200目以细、纯度 $\geq 99\%$ 高纯NaCl粉末和200目以细、纯度 $\geq 99\%$ 高纯氧化锆粉末为原料,将二者按照7:4的质量比例进行配料,配料后采用三维混料机混合5小时,将所得混合物采用四柱压机压制成绝缘柱,压制过程中压力为30Mpa;将所得绝缘柱在高温烘箱内300℃条件下高温处理10小时,处理后备用;

[0053] b、将步骤a处理后备用的绝缘柱进行打孔,制成带孔绝缘体,总体孔外壁厚度为6mm、孔间距为5mm;所述绝缘体上制成的孔为圆柱形,即作为圆柱形合成腔;

[0054] c、加热管的制备:以高纯石墨碳棒(高纯石墨碳棒的灰分小于0.2%)为原料,将高纯石墨碳棒进行车制加工,制成壁厚为1.6mm的管状加热管;将所得管状加热管在1100℃、真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤16小时,烘烤后冷却至室温备用;

[0055] d、加热片的制备:以高纯石墨碳棒(高纯石墨碳棒的灰分小于0.2%)为原料,将高纯石墨碳棒进行切割,得到加热片,控制加热片的厚度为2.0mm;将所得加热片在温度1100℃、真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤16小时,烘烤后冷却至室温备用;

[0056] e、合成加热腔体的组合:将步骤c处理后的加热管装入步骤b制备的绝缘体圆柱形合成腔中、等距排列,加热管的高度与绝缘体高度平齐;加热腔体即圆柱形合成腔内部由下向上依次设置有晶床、触媒片、碳源(碳源采用高纯石墨片,高纯石墨片的灰分小于30ppm)、传压片及绝缘管,晶床、触媒片、碳源及传压片由下至上依次设置于圆柱形合成腔内,绝缘管包设于碳源和触媒片外围并置于传压片及晶床之间,加热管包设于传压片、绝缘管及晶床的外围;加热管高度与传压片、碳源、触媒片及晶床的高度之和相等,加热管高度与圆柱形合成腔高度一致;

[0057] 所述绝缘管的制备方法为:以200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化锆和200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化镁为原料,二者按照3:7的质量比进行混合,混合时间为5小时,将所得混合物在35Mpa压力下压制成管状;将所得管状产物在1100℃条件下烘烤16小时,烘烤后冷却至室温,得到绝缘管,所得绝缘管的壁厚为2.0mm;

[0058] 所述触媒片的制备方法为:所述触媒片由Fe、Ni、Co及微量元素组成,其中Fe含量为65%、Ni含量为30%、Co含量为3.5%;微量元素Si 0.2%、Al 0.1%、Ti 1.0%、Mn 0.1%、Ce 0.1%;按照所述触媒组成比例称取各种合金成分,将各种合金成分利用中频炉在1450℃条件下熔炼成合金液,熔炼时间为55min,将熔炼后得到的合金液浇铸成锭,将所得铸锭依次进行热锻、热轧和冷轧工序制成合金板,所得合金板的厚度为2.0mm;将得到的合金板材经冲床冲压成片,得到触媒片;所得触媒片的厚度为2.0mm;将得到的触媒片经酒精清洗后,在真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤10小时,烘烤后冷却至室温,出炉后真空封装备用;

[0059] 所述传压片的制备方法为:以100目以细的白云石为原料,加入占白云石总质量8%的水玻璃作为粘结剂,加入后混合80min,然后进行破碎筛分,得到40目以细颗粒料,将

白云石颗粒料自然晾干10小时,利用四柱压力机压制成片状即得到传压片,将所得片状物即传压片在320℃条件下烘烤16小时,烘烤后冷却至室温,得到传压片;

[0060] 所述晶床的制备方法为:以200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化锆为原料,利用四柱压机在35Mpa压力下将原料压制成片状,所得片状厚度为5mm;将所得片状在1150℃条件下烘烤16小时,冷却至室温得到晶床片;将所得晶床片进行打孔,在孔内种入晶种,得到晶种片即晶床;其中晶种为粒度0.5~1.5mm的金刚石,晶种种入孔后与晶床面平齐;

[0061] f、合成块的组装:将步骤e组合所得的合成加热腔体装入传压块中,在组合单元的两端对称依次设有加热片、金属片和导电堵头,得到合成块即多腔体合成结构。

[0062] 实施例7:

[0063] 本发明宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构的制备方法,该制备方法的详细步骤如下:

[0064] a、绝缘体的制备:以200目以细、纯度 $\geq 99\%$ 高纯NaCl粉末和200目以细、纯度 $\geq 99\%$ 高纯氧化锆粉末为原料,将二者按照2:1的质量比例进行配料,配料后采用三维混料机混合6小时,将所得混合物采用四柱压机压制成绝缘柱,压制过程中压力为35Mpa;将所得绝缘柱在高温烘箱内400℃条件下高温处理8小时,处理后备用;

[0065] b、将步骤a处理后备用的绝缘柱进行打孔,制成带孔绝缘体,总体孔外壁厚度为10mm、孔间距为4mm;所述绝缘体上制成的孔为圆柱形,即作为圆柱形合成腔;

[0066] c、加热管的制备:以高纯石墨碳棒(高纯石墨碳棒的灰分小于0.2%)为原料,将高纯石墨碳棒进行车制加工,制成壁厚为2.0mm的管状加热管;将所得管状加热管在1200℃、真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤12小时,烘烤后冷却至室温备用;

[0067] d、加热片的制备:以高纯石墨碳棒(高纯石墨碳棒的灰分小于0.2%)为原料,将高纯石墨碳棒进行切割,得到加热片,控制加热片的厚度为3.0mm;将所得加热片在温度1200℃、真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤12小时,烘烤后冷却至室温备用;

[0068] e、合成加热腔体的组合:将步骤c处理后的加热管装入步骤b制备的绝缘体圆柱形合成腔中、等距排列,加热管的高度与绝缘体高度平齐;加热腔体即圆柱形合成腔内部由下向上依次设置有晶床、触媒片、碳源(碳源采用高纯石墨片,高纯石墨片的灰分小于30ppm)、传压片及绝缘管,晶床、触媒片、碳源及传压片由下至上依次设置于圆柱形合成腔内,绝缘管包设于碳源和触媒片外围并置于传压片及晶床之间,加热管包设于传压片、绝缘管及晶床的外围;加热管高度与传压片、碳源、触媒片及晶床的高度之和相等,加热管高度与圆柱形合成腔高度一致;

[0069] 所述绝缘管的制备方法为:以200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化锆和200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化镁为原料,二者按照1:2的质量比进行混合,混合时间为6小时,将所得混合物在40Mpa压力下压制成管状;将所得管状产物在1200℃条件下烘烤12小时,烘烤后冷却至室温,得到绝缘管,所得绝缘管的壁厚为2.5mm;

[0070] 所述触媒片的制备方法为:所述触媒片由Fe、Ni、Co及微量元素组成,其中Fe含量为68%、Ni含量为30%、Co含量为1.0%;微量元素Si 0.1%、Al 0.1%、Ti 0.5%、Mn 0.1%、Ce 0.2%;按照所述触媒组成比例称取各种合金成分,将各种合金成分利用中频炉在1500℃条件下熔炼成合金液,熔炼时间为50min,将熔炼后得到的合金液浇铸成锭,将所得铸锭依次进行热锻、热轧和冷轧工序制成合金板,所得合金板的厚度为1.8mm;将得到的

合金板材经冲床冲压成片,得到触媒片;所得触媒片的厚度为1.8mm;将得到的触媒片,经酒精清洗后,在真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤8小时,烘烤后冷却至室温,出炉后真空封装备用;

[0071] 所述传压片的制备方法为:以100目以细的白云石为原料,加入占白云石总质量10%的水玻璃作为粘结剂,加入后混合60min,然后进行破碎筛分,得到40目以细颗粒料,将白云石颗粒料自然晾干12小时,利用四柱压力机压制成片状即得到传压片,将所得片状物即传压片在360℃条件下烘烤12小时,烘烤后冷却至室温,得到传压片;

[0072] 所述晶床的制备方法为:以200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化锆为原料,利用四柱压机在40Mpa压力下将原料压制成片状,所得片状厚度为3mm;将所得片状在1200℃条件下烘烤12小时,冷却至室温得到晶床片;将所得晶床片进行打孔,在孔内种入晶种,得到晶种片即晶床;其中晶种为粒度0.5~1.5mm的金刚石,晶种种入孔后与晶床面平齐;

[0073] f、合成块的组装:将步骤e组合所得的合成加热腔体装入传压块中,在组合单元的两端对称依次设有加热片、金属片和导电堵头,得到合成块即多腔体合成结构。

[0074] 实施例8:

[0075] 本发明宝石级大单晶金刚石多腔体合成结构的制备方法,该制备方法的详细步骤如下:

[0076] a、绝缘体的制备:以200目以细、纯度 $\geq 99\%$ 高纯NaCl粉末和200目以细、纯度 $\geq 99\%$ 高纯氧化锆粉末为原料,将二者按照1:1的质量比例进行配料,配料后采用三维混料机混合4小时,将所得混合物采用四柱压机压制成绝缘柱,压制过程中压力为25Mpa;将所得绝缘柱在高温烘箱内250℃条件下高温处理12小时,处理后备用;

[0077] b、将步骤a处理后备用的绝缘柱进行打孔,制成带孔绝缘体,总体孔外壁厚度为4mm、孔间距为6mm;所述绝缘体上制成的孔为圆柱形,即作为圆柱形合成腔;

[0078] c、加热管的制备:以高纯石墨碳棒(高纯石墨碳棒的灰分小于0.2%)为原料,将高纯石墨碳棒进行车制加工,制成壁厚为1.2mm的管状加热管;将所得管状加热管在1050℃、真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤20小时,烘烤后冷却至室温备用;

[0079] d、加热片的制备:以高纯石墨碳棒(高纯石墨碳棒的灰分小于0.2%)为原料,将高纯石墨碳棒进行切割,得到加热片,控制加热片的厚度为1.6mm;将所得加热片在温度1050℃、真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤20小时,烘烤后冷却至室温备用;

[0080] e、合成加热腔体的组合:将步骤c处理后的加热管装入步骤b制备的绝缘体圆柱形合成腔中、等距排列,加热管的高度与绝缘体高度平齐;加热腔体即圆柱形合成腔内部由下向上依次设置有晶床、触媒片、碳源(碳源采用高纯石墨片,高纯石墨片的灰分小于30ppm)、传压片及绝缘管,晶床、触媒片、碳源及传压片由下至上依次设置于圆柱形合成腔内,绝缘管包设于碳源和触媒片外围并置于传压片及晶床之间,加热管包设于传压片、绝缘管及晶床的外围;加热管高度与传压片、碳源、触媒片及晶床的高度之和相等,加热管高度与圆柱形合成腔高度一致;

[0081] 所述绝缘管的制备方法为:以200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化锆和200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化镁为原料,二者按照1:1的质量比进行混合,混合时间为4小时,将所得混合物在30Mpa压力下压制成管状;将所得管状产物在1000℃条件下烘烤20小时,烘烤后冷却至室温,得到绝缘管,所得绝缘管的壁厚为2.0mm;

[0082] 所述触媒片的制备方法为:所述触媒片由Fe、Ni、Co及微量元素组成,其中Fe含量为60%、Ni含量为35%、Co含量为2.8%;微量元素Si 0.2%、Al 0.1%、Ti 1.5%、Mn 0.1%、Ce 0.3%;按照所述触媒组成比例称取各种合金成分,将各种合金成分利用中频炉在1400℃条件下熔炼成合金液,熔炼时间为60min,将熔炼后得到的合金液浇铸成锭,将所得铸锭依次进行热锻、热轧和冷轧工序制成合金板,所得合金板的厚度为1.2mm;将得到的合金板材经冲床冲压成片,得到触媒片;所得触媒片的厚度为1.2mm;将得到的触媒片,经酒精清洗后,在真空 8×10^{-3} Pa条件下真空烘烤8小时,烘烤后冷却至室温,出炉后真空封装备用;

[0083] 所述传压片的制备方法为:以100目以细的白云石为原料,加入占白云石总质量7%的水玻璃作为粘结剂,加入后混合90min,然后进行破碎筛分,得到40目以细颗粒料,将白云石颗粒料自然晾干10小时,利用四柱压力机压制成片状即得到传压片,将所得片状物即传压片在300℃条件下烘烤20小时,烘烤后冷却至室温,得到传压片;

[0084] 所述晶床的制备方法为:以200目以细纯度 $\geq 99\%$ 的氧化锆为原料,利用四柱压机在30Mpa压力下将原料压制成片状,所得片状厚度为3mm;将所得片状在1100℃条件下烘烤16小时,冷却至室温得到晶床片;将所得晶床片进行打孔,在孔内种入晶种,得到晶种片即晶床;其中晶种为粒度0.5~1.5mm的金刚石,晶种种入孔后与晶床面平齐;

[0085] f、合成块的组装:将步骤e组合所得的合成加热腔体装入传压块中,在组合单元的两端对称依次设有加热片、金属片和导电堵头,得到合成块即多腔体合成结构。

[0086] 采用本发明多腔体合成结构在制备宝石级大单晶金刚石中的应用实例:

[0087] 将本发明制备的多腔体合成结构装入六面顶压机中,设定最高压力为95~100MPa,最高功率为6.0~7.0KW;压力控制过程为:初始压力300秒内由0Mpa升至最高压力,此时保持240小时;当压力升至最高压力的35%时开始加热。功率的控制过程:加热功率在200秒内升至最高功率的25%,保持500秒;继续在200秒内升至最高功率的65%,保持1200秒;经5000秒升至最高功率,保持240小时后停热,在停热800秒后,开始卸压,600秒内降至0Mpa,完成合成;制备得到3~5ct的宝石级大单晶金刚石(详见附图4)。

[0088] 本发明不局限于上述具体实施方式,本领域技术人员还可据此做出多种变化,但任何与本发明等同或者类似的变化都应涵盖在本发明保护的技术方案范围内。

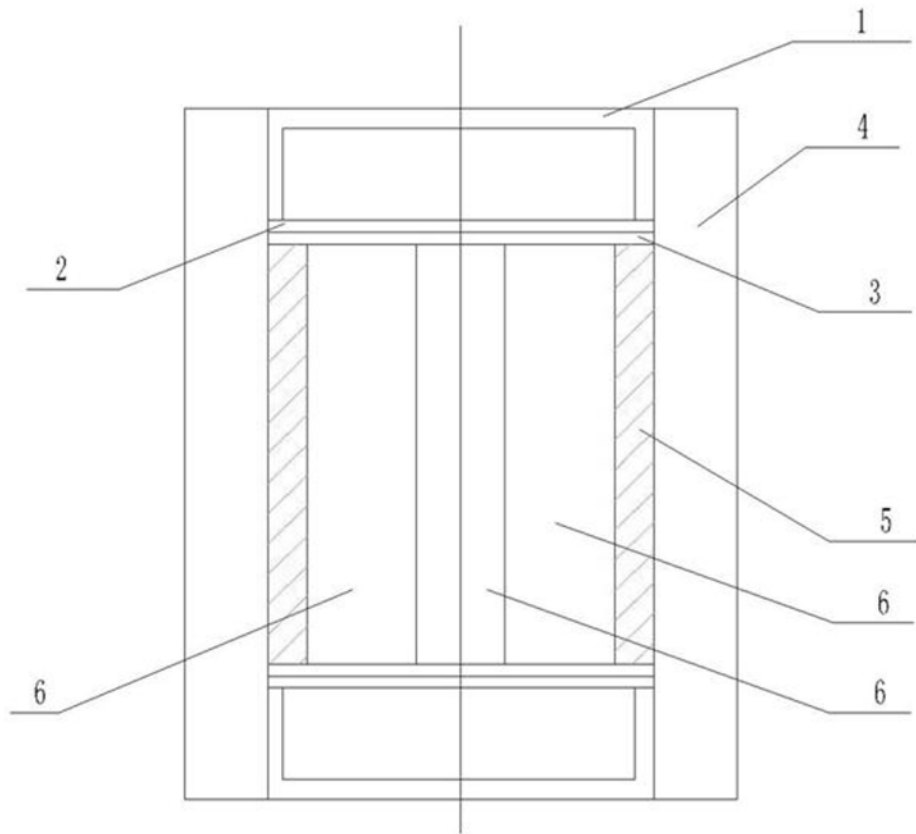


图1

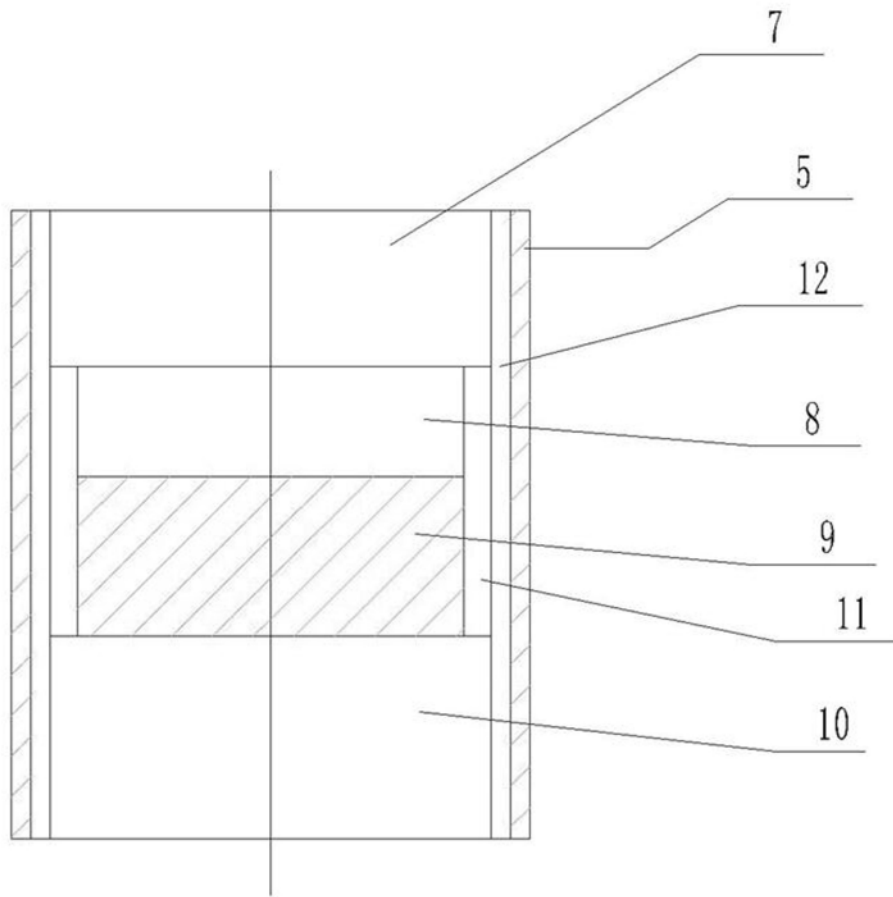


图2

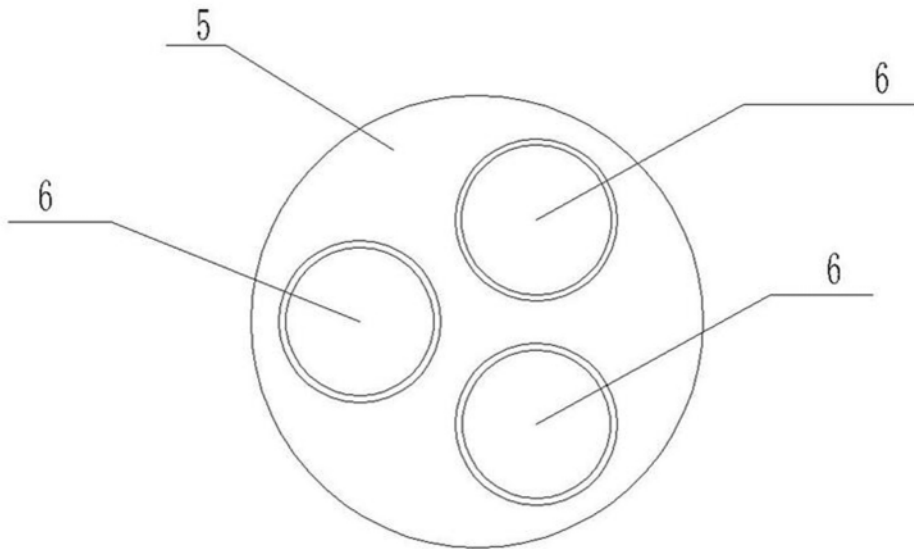


图3



图4