



Lietuvos
Respublikos
valstybinis
patentų biuras

(11) **LT 7092 B**

(51) Int. Cl. (2024.01):
C01B 32/26
C23C 16/27
C23C 16/513
C30B 25/10
C30B 25/20
C30B 30/02
C30B 30/04

(12) **PATENTO APRAŠYMAS**

(21) Paraiškos numeris:	2024 512	(73) Patento savininkas:	Alitet, Zigmovich CHEPONAS, ul. Goncharova 4-34, 238750 Kaliningradskaya obl., Sovetsk, RU
(22) Paraiškos padavimo data:	2024-02-19	(72) Išradėjas:	Alitet, Zigmovich CHEPONAS, RU Georgii, Aleksandrovich VOLKOV, RU
(41) Paraiškos paskelbimo data:	2024-08-26	(74) Patentinis patikėtinis/atstovas:	Vytautas GUOBYŠ, 10, Ateities g. 3-9, LT-08306 Vilnius, LT
(45) Patento paskelbimo data:	2024-09-25		
(30) Prioritetas:	WO2023RU50064, 2023-03-27, RU		

(54) Pavadinimas:
Deimantų auginimo būdas

(57) Referatas:

Išradimas susijęs su deimantų sinteze iš dujinės terpės, kuri gali būti naudojama chemijos, staklių, kasybos, optoelektronikos, juvelyrikos ir kitose pramonės šakose. Deimantų auginimo būdas, naudojant anglies nusodinimą iš plazmos dujų fazės ant sėklinio kristalo, apima šias operacijas: sintezės reaktoriaus šildymą, vakuumo, kurio slėgis yra 10^{-6} – 10^{-9} mm Hg, sukūrimą sintezės reaktoriaus viduje, dujų mišinio, turinčio anglies ir vandenilio arba jų junginių, tiekimą į sintezės reaktorių, kur tiekimą atlieka plazmotronu, suformuojant siaurai sufokusuotą dujų fakelą. Nauja yra tai, kad prieš tiekiant dujų mišinį, sintezės reaktoriuje naudojant aukštos įtampos nuolatinės srovės šaltinį sukuria vertikaliai orientuotą elektrinį lauką ir jam statmeną magnetinį lauką, naudojant nuolatinius magnetus, sėklinį kristalą deda į elektrinį lauką ir prijungia prie aukštos įtampos nuolatinės srovės šaltinio teigiamo gnybto, dujų mišinį tiekia statmenai magnetiniam ir elektriniam laukams jų susikirtimo taške, kur, kad suformuoti dujų mišinį, anglies dioksidą praleidžia per 25 proc. amoniako tirpalą alkoholyje.

LT 7092 B

Šis išradimas yra susijęs su deimantų sinteze iš dujinės terpės, kuri gali būti naudojama chemijos, staklių, kasybos, optoelektronikos, juvelyrikos ir kitose pramonės šakose.

Dirbtinių deimantų gamybos būdai yra plačiai žinomi technikos lygiu.

Pavyzdžiui, cheminio nusodinimo iš garų (CVD) būdas leidžia gauti iki

10 karatų deimantų pavienius kristalus, nenaudojant didelio slėgio. Esant žemam slėgiui (apie 0,1 atm), monokristalo padėklas dedamas į specialią reaktoriaus kolbą, kurioje yra vandenilis su nedideliu metano kiekiu (apie 1–5 %).

Specialus 6 kV mikrobangų generatorius (yra įvairių) įkaitina turinį iki

1000 laipsnių Celsijaus, suformuodamas didelio tankio vandenilio ir anglies plazmą. Dėl to sėklinio deimanto paviršiuje susidaro nauji nusėdusios anglies sluoksniai. Šiuo CVD būdu galima pagaminti tiek visiškai bespalvius, tiek rudo atspalvio deimantus. Jų dydžius lemia padėklo parametrai.

Didelės sėkmės tobulindama būdą ir gamindama įrenginius deimantams auginti pasiekė prancūzų kompanija PLASSYS. Ji sukūrė ir patobulino CVD mikrobanginį plazmos reaktorių - MW-PACVD. Tai leido palengvinti deimanto plėvelės ir brangakmenių sintezę mažiausiomis sąnaudomis bei gaminti deimantus greičiau ir neprarandant kokybės.

Naudojant didelio tankio plazmą, reaktorių leidžia gaminti didelio grynumo deimantų plėveles esant dideliu jų augimo greičiui. Dėl optimizuotos mikrobangų ir plazmos konstrukcijos SSDR150 reaktorių yra tvirtas ir patikimas įrenginys, idealiai pritaikytas mokslinių tyrimų laboratorijų poreikiams. Jį lengva valyti ir keisti kamerų konfigūraciją, todėl SSDR150 labiausiai tinka legiruoti deimantų plėveles.

Deimantai, sukurti naudojant CVD technologiją, praktiškai neturi pašalinių priemaišų, tokių kaip azotas ar boras, o tai suteikia jiems pranašumų net prieš natūralius deimantus, skirtus tiek pramoniniam, tiek juvelyriniam naudojimui. Iš tokių deimantų gaminami gražūs papuošalai, kurie praktiškai nenusileidžia juvelyriniams dirbiniais su natūraliais deimantais, nors jie yra pastebimai pigesni.

Taip pat žinomas deimantų auginimo būdas, nusodinant anglį iš dujinės fazės ant įkaitinto padėklo, kuris gali būti laikomas artimiausiu analogu (žr. RU 2006538). Pagal šį būdą, disocijuotų dujų mišinį, turintį anglies ir vandenilio, gauna esant 100–

300 mm Hg slėgiui ir po to mišinį tiekia į vakuuminę kamerą, kurioje slėgis yra 10^{-6} – 10^{-9} mm Hg, suformuojant siaurai sufokusuotą dujų fakelą fiksuoto padėklo, iš anksto atkaitinto vakuume, paviršiaus kryptimi, naudojant šį padėklą kaip šildytuvą.

Artimiausio analogo trūkumas yra mažas deimantų nusodinimo ant padėklo technologinio proceso efektyvumas ir jo sudėtingumas.

Techninė problema, kurią turi išspręsti siūlomas išradimas, yra sukurti efektyvų deimantų auginimo būdą.

Šiuo atveju siekiamas techninis rezultatas – optimizuoti deimantų sintezės procesą, grindžiamą jonų magnetiniu atskyrimu ir elektrostatiniu nusodinimu, veikiant kryžminiams magnetiniam ir elektriniam laukams.

Techninis rezultatas pasiekiamas tuo, kad siūlomas deimantų auginimo būdas, naudojant anglies nusodinimą iš dujų plazmos fazės ant sėklinio kristalo, apima sintezės reaktoriaus šildymo, vakuumo, kurio slėgis yra 10^{-6} – 10^{-9} mm Hg, sukūrimo sintezės reaktoriuje, dujų mišinio, turinčio anglies ir vandenilio arba jų junginių, tiekimo į sintezės reaktorių operacijas, kur tiekimą atlieka plazmotronu, suformuojant siaurai sufokusuotą plazmos fakelą. Pagal siūlomą išradimą nauja yra tai, kad prieš tiekiant plazmą į sintezės reaktorių, naudojant aukštos įtampos nuolatinės srovės šaltinį formuoja vertikalčiai nukreiptą elektrinį lauką ir statmeną jam magnetinį lauką, naudojant nuolatinčius magnetus, sėklinį kristalą deda į elektrinį lauką ir prijungia prie aukštos įtampos nuolatinės srovės šaltinio įtampos teigiamo gnybto, plazmą tiekia statmenai magnetiniam ir elektriniam laukams jų susikirtimo taške, kur, kad suformuoti plazmą iš dujų mišinio, anglies dioksidą praleidžia per 25 % amoniako tirpalą alkoholyje, po to mišinį tiekia į plazmotroną.

Deimantų auginimo efektyvumo didinimas pasiekiamas, pirma, sukuriant pastovų magnetinį lauką, kuris sulėtina jonų srautą ir neleidžia jonams praskristi pro taikinį – sėklinį kristalą, taip pasiekiant pageidaujamą jonų koncentraciją, ir, antra, sukuriant elektrinį (statinį) aukštos įtampos lauką, kuris tiksliai tiekia anglies jonus (C^+) į kristalų augimo tašką, kadangi jis yra netoli maksimalaus lauko stiprumo taško.

Papildomos operacijos plazmotronui ir aukštos įtampos šaltiniui išjungti, kai sintezės reaktoriuje pasiekiamas atmosferos slėgis, ir iš sintezės reaktoriaus išsiurbti nureagavusį karštų dujų mišinį ir jį praleisti per vandenį leidžia minimizuoti (kompensuoti) išlaidas, užtikrinančias vertingų trąšų – karbamido gamybą.

Toliau šis išradimas aprašomas išsamiau.

Siūlomas deimantų gamybos iš dujų plazmos fazės būdas grindžiamas jonų magnetiniu atskyrimu ir elektrostatišku nusodinimu ant sėklos kristalo, naudojant kryžminių magnetinio ir elektrinio laukų savybes.

Siūlomas būdas gali būti įgyvendintas įrenginyje, surinktame iš šiuo metu pramonėje naudojamų dalių ir aparatų komplekso.

Pavyzdžiui, toks įrenginys gali apimti sintezės reaktorių, kuris yra cilindras, pagamintas iš nemagnetinio nerūdijančio korozijai atsparaus plieno (pavyzdžiui, iš plieno rūšių 08X18H10T, 08X18H10, 12X18H10T, 10X17H13M2T arba jų užsienio analogų iš 300-osios serijos AISI 304/321/316). Optimalus cilindro tūris gali būti 6 litrai. Cilindras dedamas vertikaliai. Apatinėje dalyje, netoli cilindro dugno, privirinama išleidimo jungtis, prie kurios prijungtas mentinis vakuuminis siurblys ir itin žemo slėgio molekulinis siurblys (kaip paskutinė didelio vakuumo siurblio pakopa). Apatinio cilindro pagrindo centre pritvirtinta piramidė iš šamotinės keramikos (optimalus aukštis 7 cm), kurios viduje įtaisytas elektrinis kaitinimo elementas su keraminiu laidų sandarikliu ir grafito strypu išilgai piramidės vertikalios ašies.

Ant grafito strypo pritvirtintas sėklinis kristalas, pavyzdžiui, kubo pavidalo techninis deimantas, kurio kraštinė yra 1 mm.

Prie grafito strypo tvirtinamas teigiamas aukštos įtampos nuolatinės srovės šaltinio gnybtas.

Kaip aukštos įtampos nuolatinės srovės šaltinis (optimaliai 4KV), pavyzdžiui, gali būti naudojamas transformatorius, maitinamas iš pramoninio 220V/1A maitinimo tinklo, prijungto prie pilnos bangos lygintuvo.

Cilindro viršutinėje dalyje ant keramikinio izoliatoriaus sumontuotas 30 mm skersmens volframo diskas, prie kurio prijungtas aukštos įtampos nuolatinės srovės šaltinio neigiamas polius.

Išoriniame šoniniame cilindro paviršiuje, priešais vienas kitą (ant ašies, statmenos ašiai, nubrėžtai per cilindro pagrindų centrus), vienodu atstumu nuo cilindro pagrindų dedami neodimio magnetai, kurių sukibimo jėga ne mažesnė kaip 80 kg, sukuriantys pastovų magnetinį lauką skersai aukštos įtampos nuolatinės srovės šaltinio elektriniam laukui. Tokiu būdu naudojami kryžminiai magnetinis ir elektrinis

laukai.

Vidurinėje cilindro dalyje, statmenai magnetinio ir elektrinio laukų susikirtimo ašinėms linijoms, sumontuotas plazmotrono purkštukas su antgalio skersmeniu, kuris sukuria siauriausią fakelą, pavyzdžiui, pramoninio plazmotrono, kurio purkštuko antgalio skersmuo 0,8 mm, plazmos fakelo plotis yra 1,2 mm, o plazmos fakelo ilgis - 8 mm.

Viršutinėje cilindro dalyje yra įtaisytas dujų slėgio jutiklis, avarinis slėgio mažinimo vožtuvas ir termometras, kurio matavimo riba yra ne mažesnė kaip 800 °C. Visa cilindro išorė padengta izoliacijos sluoksniu. Kaip izoliacija gali būti naudojama asbesto vata, bazalto vata arba bet kokia panaši medžiaga.

Maitinimo įvadai užsandarinti keramika ir aukštos temperatūros karščiui atspariu sandarikliu.

Būdas įgyvendinamas taip.

Įrenginio veikimas prasideda nuo maitinimo įtampos tiekimo į piramidinį šildytuvą su įmontuotu sėkliniu kristalu. Įkaitinus įrenginio sintezės reaktorių iki 600 °C, nuimamas maitinimas ir įjungiami vakuuminiai siurbiai – pirmiausia plokštelinis, o paskui aukšto vakuumo molekulinis siurblys. Pasiekus reikiamą vakuumo reikšmę

10^{-6} – 10^{-9} mm Hg, maitinimo įtampa tiekama į aukštos įtampos nuolatinės srovės šaltinį ir įjungiamas plazmotronas. Plazmą formuojančios dujos yra anglies dioksidas, tiekiamas per reduktorių iš cilindro, kuris praleidžiamas per 25 % amoniako tirpalą alkoholyje, tai yra CO₂ ir NH₃ mišinį. Jonų mišinys iš plazmotrono lėtinamas nuolatinių magnetų magnetiniu lauku, o dėl Lorencio jėgos sulaikomas, formuodamas plazmos debesį, iš dalies išskirdamas šilumą, prasideda jonų atskyrimas nuolatinės srovės elektriniu lauku, o ant sėklinio kristalo vyksta anglies jonų redukcija pagal formulę:

$C^{+4} + 4(e) = C^0$ ir kristalų sluoksnių augimas. Dėl jonų srauto išstūmimo į vakuuminę kamerą vyksta staigus slėgio kritimas, o dėl adiabatinio išsiplėtimo krenta temperatūra ir slėgis – susidaro „rasos taško“ sąlygos.

Dėl jonų srauto stabdymo magnetiniu lauku (Lorentzo jėga) jonai neskrieja pro taikinį – sėklinį kristalą ir taip pasiekama reikalinga jonų koncentracija.

Aukštos įtampos statinis laukas tiksliai tiekia C⁺ jonus iki kristalų augimo taško, kadangi tai yra maksimalaus lauko stiprumo taškas.

Kai kameroje pasiekiamas atmosferos slėgis, plazmotronas ir aukštos įtampos šaltinis yra išjungiami, o vakuuminis siurblys varo nesureagavusį karštų dujų mišinį per vandenį. Tuo pačiu metu, pagal Wöhlerio reakciją, susidaro vertingos trąšos - karbamidas.

Išpumpavus reaktorių iki žemo slėgio, ciklą galima pakartoti keletą kartų, kad būtų pasiekti reikiami kristalo matmenys.

Taigi buvo pasiūlytas efektyvus deimantų auginimo būdas, paremtas plazmos srauto jonų atskyrimo kryžminiuose magnetiniame ir aukštos įtampos elektriniame laukuose principu bei statiniu anglies jonų nusodinimu ant kristalo, kas sudaro optimalias sąlygas kristalų sintezei.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Deimantų auginimo būdas, naudojant anglies nusodinimą iš dujų plazmos fazės ant sėklinio kristalo, apimantis sintezės reaktoriaus šildymo, vakuumo, kurio slėgis yra 10^{-6} – 10^{-9} mm Hg sukūrimo sintezės reaktoriuje, dujų mišinio, turinčio anglies ir vandenilio arba jų junginių, tiekimo į sintezės reaktorių operacijas, kur tiekimą atlieka plazmos pavidalu, generuojamos plazmotronu, suformuojant siaurai sufokusuotą plazmos fakelą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad, prieš tiekiant plazmą į sintezės reaktorių, formuoja vertikaliai nukreiptą elektrinį lauką, naudojant aukštos įtampos nuolatinės srovės šaltinį, ir jam statmeną magnetinį lauką, naudojant nuolatinis magnetus, kristalą deda į elektrinį lauką ir prijungia prie aukštos įtampos nuolatinės srovės šaltinio teigiamo gnybto, plazmą tiekia statmenai magnetiniam ir elektriniam laukams jų susikirtimo taške, kur, kad suformuoti plazmą iš dujų mišinio, dujų mišinį gauna praleidžiant anglies dioksidą per 25 % amoniako tirpalą alkoholyje.

2. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad, pasiekus sintezės reaktoriuje atmosferos slėgį, išjungia plazmotroną ir aukštos įtampos šaltinį, nesureagavusį karštų dujų mišinį išpumpuoja iš sintezės reaktoriaus ir jį varo per vandenį.