

CH/M



333929

memoria descriptiva

CLASE DE
REGISTRO

Una PATENTE DE INTRODUCCION, por diez años en España

NOMBRE Y
NACIONA-
LIDAD DEL
SOLICITANTE

GENERAL ELECTRIC COMPANY

- sociedad EE. UU. -

RESIDENCIA
Y DOMICILIO

New York, N. Y. 10016 (EE. UU.)

159, Madison Avenue

OBJETO

" METODO PARA LA SINTESIS DE DIAMANTES ".



1

La presente patente se relaciona con la producción de cristales de diamante superiores, mediante síntesis.

5

10

Los diamantes que se producen, por ejemplo, por un método y aparatos ya sugeridos en la técnica, crecen por lo general o se forman en una configuración arracimada que requiere métodos subsiguientes de separación para proveer cristales individuales. Esta formación arracimada inhibe en la mayoría de los casos las características de crecimiento de cristales individuales mientras que, al mismo tiempo, los diamantes que crecen de esta manera tienden a manifestar muchas irregularidades de superficie, como así también inclusiones substanciales de materias extrañas.

15

20

Se ha comprobado ahora que controlando el régimen de crecimiento de los cristales de diamante y proveyendo espaciosidad ambiental para el crecimiento de los cristales individuales, se llega a obtener un diamante considerablemente mejorado. De acuerdo con la presente invención, se logra esto disponiendo el material, a partir del cual crece o se forma el diamante, juntamente con el catalizador en forma de superficies múltiples o forma laminada y alternativamente superpuestas, de manera de proveer un mayor área superficial y un volumen controlado para el crecimiento o formación del diamante bajo condiciones más convenientes.

25

En el dibujo que se acompaña:

La fig. 1 es una forma preferida del recipiente de reacción de la presente patente, incluyendo la muestra en el mismo, y dispuesto en un aparato prensador esquemático.

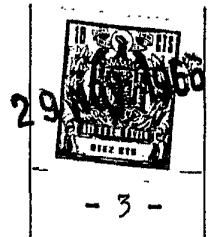


29 1966

1 camente ilustrado; y

La fig. 2 es una forma modificada del recipiente de reacción y sus contenidos.

Haciendo referencia ahora a la fig. 1, se ilustra en ella una forma preferida de un recipiente de reacción 10 cuyos contenidos están dispuestos de acuerdo con los principios de la presente invención. El dibujo de la fig. 1 puede considerarse como una forma preferida a escala aproximada. Sin embargo, las dimensiones y proporciones específicas son flexibles hasta el punto de adaptarse a diversas cámaras de aparatos apropiados de alta presión, tales como prensas y lo similar. El recipiente de reacción 10 comprende un cilindro 11 de pirofilita, catlinita u otro material eléctricamente no conductor semejante a la piedra o cerámico, de características similares el cual sufrirá, por ejemplo, una compresión controlada o confinada hasta una magnitud de 100.000 atmósferas o más, sin astillamiento indebido o pérdidas de las características eléctricamente no conductoras, y que sin embargo conserva la capacidad de transmitir las altas presiones en una manera en general hidrostática. La sección central hueca 12 del cilindro 11 está cerrada en cada extremo por un elemento discoidal o de forma de tapa 13 de un material eléctricamente conductor. El material de muestra, indicado en general en 14, tiene la forma de un disco relativamente delgado 15 de un catalizador apropiado y discos similares 16 de carbono que no es diamante a partir del cual pueden crecer los diamantes. Estos discos 15 y 16 están dispuestos alternadamente en relación apilada dentro del cilindro 11, y discos similares a tapas 13 colocados en cada extremo del



1 cilindro 10 para terminar el recipiente de reacción que contiene al espécimen. Para un conjunto más o menos permanente, los
discos terminales podrán unirse convenientemente con cemento, por ejemplo mediante un cemento con agua para vidrio o se los
5 puede fijar por medios mecánicos al cilindro 11, de modo de conservar la relación ilustrada. Aunque la forma preferida de la presente invención describe al material de diamante y al catalizador con formas discoidales, se comprenderá que la disposición puede adoptar también formas distintas de la discoidal,
10 por ejemplo hojas, cintas o una disposición de láminas en general.

Se provee un conjunto de capuchón terminal 17 para el recipiente de reacción 10, que comprende un anillo eléctricamente conductor 18 y un tapón o disco 19 del mismo material que el cilindro 11. Sin embargo, también es posible utilizar capuchones terminales distintos o modificados.

Bajo el término "catalizador", debe entenderse aquí un material catalítico de diamante, que incluye una gama de metales que actúan como catalizador para el proceso de crecimiento del diamante, en una manera muy parecida al modo
20 en que se utiliza en sentido amplio el término "catalizador" en el campo de las reacciones químicas.

El material a partir del cual se hace crecer el diamante, es en esencia una forma del carbono que no es diamante, es decir en general un material carbonáceo o en general un material que contiene carbono. Se comprenderá que
25 el crecimiento de un diamante a partir de un material de carbono que no es diamante, no depende por entero del grado, cali-



29

1 dad y cantidad del carbono que está presente en el material,
sino más bien de la particularidad de que el material contenga
carbono bajo condiciones por las cuales se les puede someter a
las presiones y temperaturas involucradas, y sobre el cual se
puede actuar con un catalizador según se ha definido más arriba.

5 La disposición a discos múltiples, que
constituyen una forma preferida de la presente invención, pro-
vee no solo un área superficial considerablemente mayor que los
especímenes de recipiente de reacción anteriormente utilizados
o dispuestos, sino que provee también condiciones más favora-
10 bles de crecimiento de diamantes que son aplicables a diversos
tipos de recipientes de reacción. Además, es importante proveer
áreas superficiales apropiadas y suficientes, y disponer las
áreas y los volúmenes de modo de proveer condiciones óptimas de
15 to de diamantes se produce en la interfase entre el material de
diamantes y el catalizador y que el crecimiento tiene lugar des-
de la superficie del catalizador hacia el interior de la super-
ficie del material de diamantes. Por consiguiente, el espesor
del disco del material de diamante deberá ser suficiente en la
20 medida de que dicho espesor, después de la compresión, permane-
ce suficientemente grande para que el crecimiento del diamante,
dentro del material de diamante pueda tener lugar desde uno u
otro lado del catalizador y sin interferencia uno por causa del
otro. Los discos de catalizador no están particularmente res-
25 tringidos, en su espesor, pudiéndoselos elegir de un espesor
tal que permite conservar su identidad bajo las condiciones o-
perativas. En la presente invención se obtiene excelentes resul-

1 tados con un espesor de aproximadamente 0,508 mm para los discos de catalizador y 2,54 mm para los discos del espécimen.

5 El espesor del espécimen constituye un factor determinante en las dimensiones del cristal, puesto que, según ya se dijo más arriba, se deberá establecer condiciones preferidas de crecimiento para permitir el crecimiento de diamante a partir de cada interfase catalizador-espécimen hacia el espécimen sin interferencia por crecimiento del cristal en sentidos opuestos. El diámetro de los discos y la longitud o altura de la pila puede variarse para adaptarse a otras configuraciones del recipiente de reacción. Se obtiene buenos resultados cuando se utiliza aproximadamente 14 discos de catalizador y 15 discos de espécimen, siendo el primero y el último discos, o los discos superior e inferior, un disco de catalizador juntamente con los que se utiliza con discos de tapa 13.

15 La figura 2 es una modificación de la presente patente, que es adaptable el calentamiento eléctrico mediante una variación del tipo a resistencia, y que se puede utilizar eficazmente en la presente invención, según se ilustra en la figura 1. En la fig. 2, el cilindro 11, la tapa 13 y el capuchón terminal 17, son similares a la correspondiente estructura de la fig. 1. Se hace los discos 15 y 16 con menor diámetro para que se los pueda rodear con un cilindro eléctricamente conductor 20, por ejemplo de grafito. De esta manera, la corriente que circula a través del cilindro 19 calentará en forma indirecta y parcial al material de muestra para un mejor control de la temperatura.

Aunque las configuraciones del recipiente



29

1 te de reacción y la pluralidad de materiales alternados de ca-
talizador y de diamante permite lograr condiciones más favora-
bles como ser, por ejemplo, distribución de temperatura, régi-
men de crecimiento y estabilidad de la geometría de la muestra
5 para el crecimiento de diamante, y aunque da por resultado la
obtención de diamantes de mejor calidad y dimensiones, se con-
templará el recipiente de reacción de la presente invención como
medio para proveer resultados similares también para otras reac-
ciones de otros materiales en los cuales se desea una mayor á-
rea superficial o para la separación en general de diversos ma-
10 teriales bajo condiciones de alta presión y alta temperatura.

Las presiones específicas indicadas en esta descripción están relacionadas en forma correspondiente a los cambios en la resistencia eléctrica de ciertos elementos tal como por ejemplo ha sido determinado por P. W. Bridgman,
15 "Proceedings of American Academy of Arts and Sciences". Tomo 81, Página 165, etc. (Marzo, 1952).

N O T A
=====

20 La presente patente de introducción, comprende las siguientes reivindicaciones:

1.- Método para la síntesis de diamantes en una cámara de reacción en un aparato de alta presión y alta temperatura, incluyendo las operaciones de someter una combina-
25 ción de una forma de carbono que no es diamante y un material catalítico de diamante a presiones suficientemente altas y temperaturas suficientemente altas para obtener una transición des-

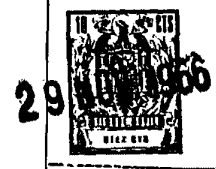


1 de la forma de carbono que no es diamante al diamante, caracterizado por comprender las operaciones de colocar una pluralidad de láminas de carbono que no es diamante en dicha cámara de reacción, colocar una pluralidad de láminas de material catalítico para diamante en dicha cámara de reacción, disponiendo dicho catalizador y dichas láminas de carbono en relación lamina-
5 r alternada, sometiendo dicha combinación de carbono que no es diamante y material catalítico para diamante a una presión combinada y temperatura combinada en la cámara de reacción, suficiente para causar el crecimiento de diamante desde dicho
10 carbono que no es diamante, y recuperar los diamantes formados.

2.- Método según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho material catalítico para diamante incluye un metal tomado de la clase consistente en los metales del grupo VIII de la tabla periódica de elementos, cromo, manganeso y
15 tantalio.

3.- Método según la reivindicación 2, caracterizado porque dicho metal catalítico para diamante es una aleación incluyendo un metal, formado de un grupo consistente en los metales del grupo VIII de la tabla periódica de los elementos, cromo, manganeso y tantalio.
20

4.- Método según las reivindicaciones precedentes para la síntesis de diamantes en una cámara de reacción en un aparato de alta presión y alta temperatura, caracterizado por incluir la operación de someter una combinación de carbono en forma que no es diamante, un material catalítico de metal para diamante a presiones y temperatura suficientemente altas para obtener el crecimiento del diamante desde una forma de
25



1 carbono que no es diamante, y porque el procedimiento compren-
de colocar una pluralidad de discos de alcaación de metal cata-
lítico para diamante y una pluralidad de discos de carbono que
no es diamante en dicho recipiente, disponiendo dichos discos
5 catalíticos y dichos discos de carbono alternando en relación
apilada, aplicando una presión en el alcance aproximado de
50.000 - 90.000 atmósferas, aumentando la temperatura al alcan-
ce aproximado de 1.300 - 1.800 °C manteniendo dicha presión y
dicha temperatura desde aproximadamente algunos segundos hasta
10 90 minutos, reduciendo la presión y la temperatura y recuperan-
do los diamantes formados en dicho recipiente.

5.- Método según la reivindicación 4, caracteri-
zado porque dicho metal catalítico para diamante es una alea-
ción que incluye un metal tomado del grupo consistente en los
metales del grupo VIII de la tabla periódica de los elementos,
15 cromo, manganeso y tantalio, y porque dicho carbono que no es
diamante, es grafito de pureza espectroscópica.

6.- Método según las reivindicaciones preceden-
tes para la síntesis de diamantes en un aparato de alta presión
y alta temperatura, que incluye el sometimiento de una combina-
20 ción de una forma que no es diamante, de carbono y un material
catalítico para diamante, a presiones suficientemente altas y
temperaturas altas para causar el crecimiento del diamante des-
de dicha forma de carbono que no es diamante, caracterizado por
el procedimiento que comprende el empleo de un recipiente de
25 reacción que tiene una abertura en el mismo, insertando un men-
guito eléctricamente conductor, dentro de dicha abertura del
recipiente de reacción, en relación contigua con dicho recien-



1 te, colocando una pluralidad de láminas de material catalítico
de metal para diamante y una pluralidad de láminas de carbono
que no es diamante, en dicho manguito, donde dichas láminas son
concéntricas con dicho manguito, en relación contigua con el
mismo, disponiendo dichas láminas de material catalítico para
5 diamante y dichas láminas de carbono en relación apilada alter-
nante, calentando dicha combinación por el paso de corriente
eléctrica a través de dicho manguito, sometiendo dicha combina-
ción a presiones y temperaturas suficientes para causar el cre-
cimiento del diamante desde dichas láminas de carbono que no
10 es diamante, y recuperando los diamantes formados.

7.- Método para la síntesis de diamantes.

Según se describe y reivindica en la presente
memoria descriptiva, se ilustra con los planos adjuntos y cons-
ta de nueve hojas foliadas y escritas a máquina por una sola
15 de sus caras.

Madrid, a 29 de Noviembre de 1966.

CARLOS ROEB

20

25

Fig. 1.

29

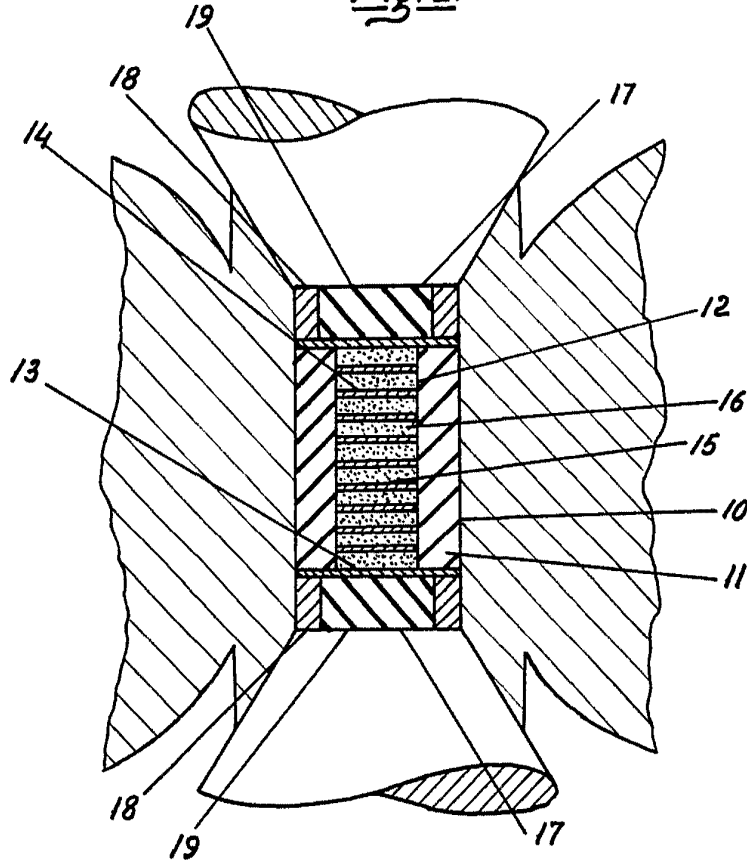
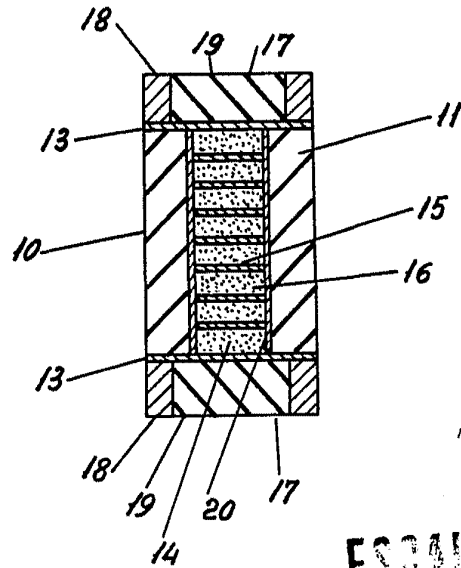


Fig. 2.



ESCALA VARIABLE

CARLOS ROER