

OFFICE NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE.

BREVET D'INVENTION.

XII. — Instruments de précision, électricité.

N° 531.091

7. — APPLICATIONS GÉNÉRALES DE L'ÉLECTRICITÉ.

Procédé et appareils pour la fabrication du diamant au four électrique.

M. EUGÈNE GUYNOT DE BOISMENU résidant en France (Ile-et-Vilaine).

Demandé le 17 février 1921, à 15<sup>h</sup> 43<sup>m</sup>, à Paris.

Délivré le 15 octobre 1921. — Publié le 6 janvier 1922.

On sait que les carbures métalliques provenant de la combinaison du carbone avec les métaux alcalins et alcalino-terreux peuvent être décomposés par l'électrolyse à très hautes températures, de manière à donner d'une part le métal et d'autre part le carbone qui peut être recueilli au voisinage de l'anode sous forme de cristaux de diamant, à condition d'opérer dans un appareil convenablement établi et dans des conditions de traitement judicieusement choisies.

Or, lorsqu'on électrolyse dans un four électrique un carbure métallique amené à l'état d'un bain de fusion liquide et à l'abri des actions oxydantes, on éprouve pour contenir ce bain certaines difficultés dues à ce que les matières les plus réfractaires fondent au contact du bain en fusion, et qu'il en résulte un mélange complexe qui se répand dans la masse du garnissage, ce qui empêche d'effectuer la séparation électrolytique que l'on veut produire.

La présente invention a pour objet un procédé et des appareils permettant de recueillir du diamant, fabriqué d'après le même principe, plus facilement et avec un rendement plus élevé qu'il n'a été possible de le faire jusqu'ici.

A cet effet, on a recours à un four muni d'un creuset de forme appropriée établi en char-

bon graphité ou en charbon aggloméré, et présentant les particularités suivantes pouvant exister séparément ou en combinaison :

1° Le creuset et les électrodes, à l'exception de leur extrémité débouchant à l'intérieur du creuset, sont noyés dans un mélange bien tassé de charbon et de chaux en poudre remplissant l'enveloppe du four électrique.

2° La partie inférieure du creuset est entourée par une enceinte annulaire en matière réfractaire destinée à recevoir l'excédent du bain de fusion, et reliée au dit creuset par des ajutages ou ouvertures convenables.

3° Les électrodes sont isolées et protégées, à leur entrée dans le creuset, par des tuyaux ou tubes très réfractaires, par exemple en magnésié.

La description qui va suivre en regard du dessin annexé, donné à titre d'exemple, fera bien comprendre la nature et les avantages de l'invention.

La fig. 1 montre en coupe un four électrique pour la fabrication du diamant, établi conformément à un premier mode de réalisation de l'invention.

Les fig. 2 et 3 montrent des fours établis respectivement conformément à un deuxième et à un troisième modes de réalisation de l'invention.

Pour éviter les inconvénients rappelés ci-

dessus, un premier procédé consiste à faire l'électrolyse du carbure de calcium dans un creuset établi lui-même en carbure de calcium et entouré d'un garnissage constitué de préférence par un mélange comprenant 80 % de poudre de chaux et 20 % de charbon en poudre. Au cours des expériences effectuées, le demandeur a constaté qu'il s'était formé autour de ce creuset, pendant l'opération, une coque dure et imperméable à l'air, constituée par de la chaux ayant subi un commencement de fusion et ayant cristallisé. C'est à l'intérieur de cette coque protectrice que se sont effectués les phénomènes et les réactions ayant donné lieu à la formation du diamant de synthèse.

Pour régulariser les actions électrolytiques et pour contenir le bain de fusion, il est avantageux de prendre un creuset en charbon graphité, ou même simplement en charbon aggloméré, en ayant recours simultanément aux dispositions qui vont être indiquées ci-après.

Si l'on prend, par exemple, le four ordinaire à deux charbons horizontaux *a*, représenté fig. 1, on établit le creuset *b* en forme de cuiller, en charbon graphité ou en charbon aggloméré de très bonne qualité; ce creuset, qui reçoit avantageusement une épaisseur de 2 à 3 centimètres, est destiné à recevoir le bain de carbure métallique en fusion. Les bords de ce creuset sont percés de deux trous de diamètre convenable pour laisser passer les deux électrodes *a*, lesquelles sont isolées et protégées, en passant dans le creuset, par des tubes *d* très réfractaires, et avantageusement établis en magnésie.

Autour de la partie inférieure du creuset est formée une enceinte par exemple annulaire *e* destinée à recevoir l'excédent du bain de fusion, et dans laquelle se terminent les réactions que l'on veut effectuer. Cette enceinte est constituée de préférence par des plaques réfractaires et brasquées munies de quelques événements, et elle est en relation avec la partie inférieure du creuset par des ajutages ou orifices *f*, par exemple au nombre de deux, et recevant un diamètre de 2 à 3 cm.

L'ensemble du creuset, de l'enceinte et des électrodes, est noyé dans une masse *g* constituée par un mélange bien tassé de charbon et de chaux en poudre remplissant tout l'intérieur du four électrique.

Une autre disposition, représentée fig. 2,

consiste à donner aux électrodes *a* une certaine inclinaison, pouvant aller de 30° à 60°. La forme du creuset n'est que très légèrement modifiée ainsi qu'on le voit fig. 2, et les autres dispositions ainsi que la marche de l'opération demeurent les mêmes.

On peut enfin, comme le montre la fig. 3, disposer les électrodes verticalement. Dans ce cas, l'électrode inférieure négative *h* aboutit dans un creuset *b*, en charbon graphité comme précédemment, et en forme de calice, et qui lui est réuni par un filetage *k*. Les autres dispositions (enceinte, ajutages et masse pulvérulente) sont les mêmes que celles décrites ci-dessus.

Au cours des expériences qu'il a effectuées, le demandeur a constaté qu'il est avantageux de partir avec une tension de 30 à 35 volts, afin de déterminer franchement le jaillissement de l'arc; puis, dès que le bain de fusion est bien formé, il ne se produit plus d'arc, le four continue à fonctionner en résistance et il faut diminuer le voltage, et l'amener par exemple aux environs de 25 volts. L'intensité peut être déterminée en choisissant par exemple une densité de courant de 3,5 ampères par cc. pour éviter un échauffement excessif des électrodes et de certains organes du four. En particulier, le demandeur a établi et obtenu des résultats avec un four muni de charbons cylindriques ayant 11 à 12 cm. de diamètre et 1,20 m. à 1,25 m. de longueur, avec une tension de 20 à 25 volts, une intensité de 500 à 600 ampères, et une puissance de 12 kws.

Il est bien entendu que les dispositions et les renseignements numériques qui ont été indiqués ci-dessus à titre d'exemples ne sont nullement limitatifs et qu'on peut y apporter des modifications sans sortir du cadre de l'invention.

#### RÉSUMÉ.

Cette invention porte sur un procédé et des appareils pour la fabrication du diamant au four électrique, présentant les particularités suivantes pouvant exister séparément ou en combinaison :

1° Le creuset (établi de préférence en charbon graphité ou en charbon aggloméré) et les électrodes, à l'exception de leur extrémité débouchant à l'intérieur du creuset, sont noyées dans un mélange bien tassé de charbon et de

chaux en poudre remplissant l'enveloppe du four électrique.

2° La partie inférieure du creuset est entourée par une enceinte annulaire en matière réfractaire destinée à recevoir l'excédent du bain de fusion, et reliée au dit creuset par des 5 ajutages ou ouvertures convenables.

3° Les électrodes sont isolées et protégées,

à leur entrée dans le creuset, par des tuyaux ou tubes très réfractaires, par exemple en magnésie.

E. GUYNOT DE BOISMENU.

Par procuration :  
ARMENGAUD jeune.

fig. 1.

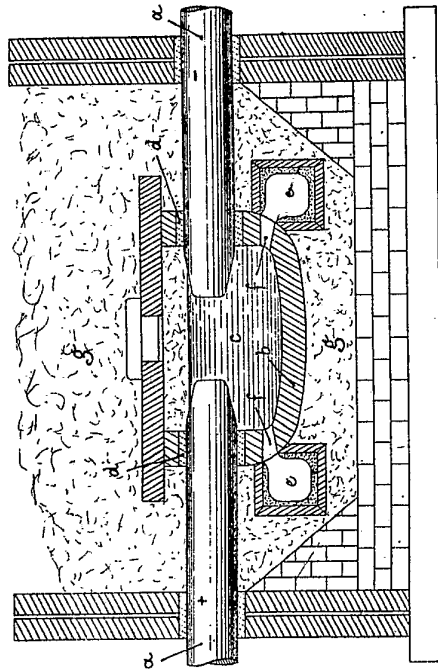


fig. 2.

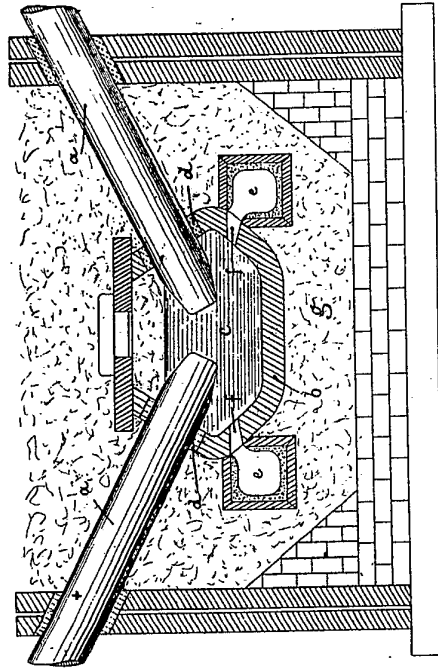


fig. 3.

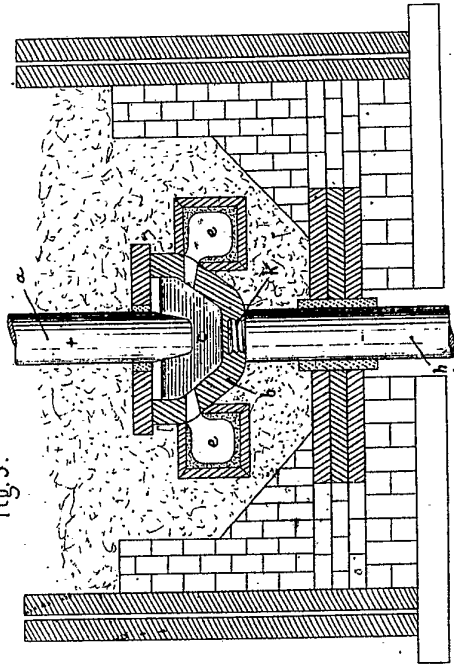


fig. 1.

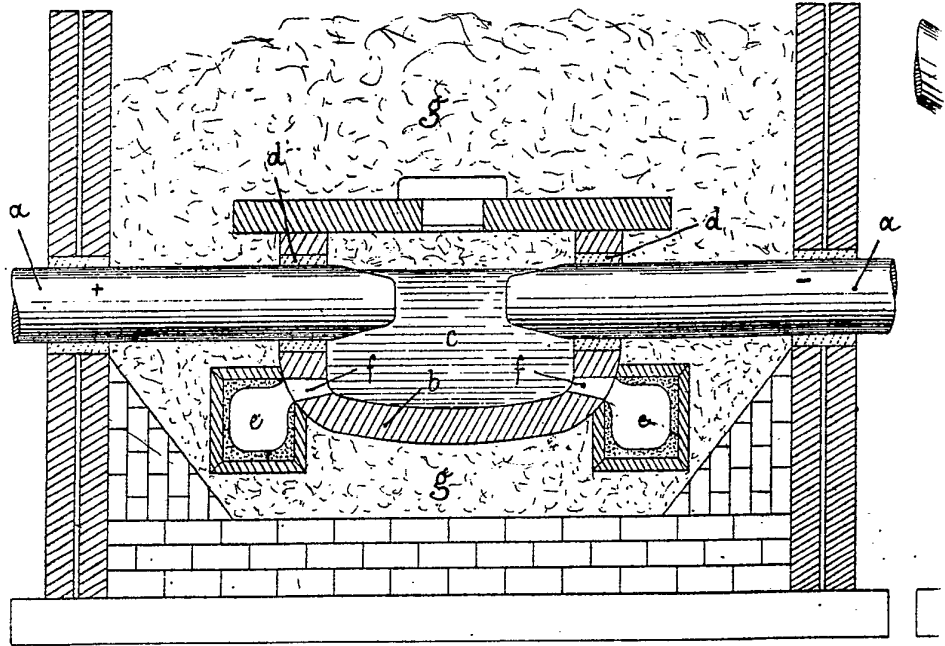


fig. 3.

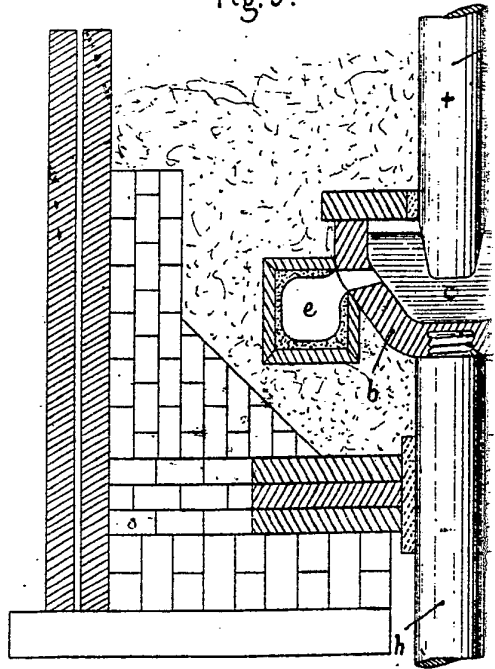


fig. 2.

