

当前我国新触媒的研究和应用^①

方啸虎, 洪涌, 马万金, 胡立森

(安徽宏晶新材料股份有限公司, 安徽和县 238231)

摘要: 回顾了几十年来国内触媒的发展过程, 论述了触媒质量跟合成金刚石的关系。详细地介绍了触媒的各组成元素的作用和选取方法, 以及决定触媒质量的种种因素。从生产设备到冶炼方法, 从浇铸成形到冲片质检, 介绍了触媒的生产过程和经验。通过大量的对比实验, 确定了第七十八套新触媒为优秀方案, 并通过详细的实验数据进行论证。

关键词: 金刚石; 触媒; 合成; 使用效果; 冶炼

中图分类号: TQ164 文献标识码: A 文章编号: 1004-7468(2003)04-0001-07

THE UP-TO-DATE STUDY AND APPLICATION OF NEW CATALYST IN CHINA

FANG Xiao-hu, HONG Yong, MA Wan-jin, HU Li-sen
(Anhui Hongjing New Material Co., Ltd, Hexian, Anhui, 238231)

Abstract: The authors review the catalyst development of China in recent decades, discuss the relationships of the quality of catalyst and synthetic diamond, and introduce the functions of various elements in catalyst, their selecting methods and various factors determining the quality of catalyst in details. In the paper, the authors also introduce the processes and experiences of catalyst production from the manufacturing machine to the metallurgic methods and cast form to stamping foil. Through a series of comparative tests, the new catalyst No. 78 has been selected as an excellent solution and been proved with the detailed testing data.

Keywords: diamond; catalyst; synthesis; effect; smelting

0 引言

在研制人工合成金刚石过程中, 首先是美国霍尔用一种陨石的材料做“触媒”。这种陨石加入后, 使合成金刚石的压力由原来 13GPa 下降至 5~6GPa, 温度由 3000 左右下降至 1300~1400, 从而大幅度地降低了合成温度和压力, 遂使工业生产金刚石的产业化成为可能。那么这种陨石中是什么成份起了如此大的作用呢? 经研究发现该种陨石中含有大量的硫化铁, 而单硫是根本无法做触媒的, 而单独的 Fe 是完全可能用作触媒的, 这就是我们早期使用 Fe 基触媒的原因。

为了进一步降低合成金刚石的压力, 在国外早期经常用的是 Fe 基触媒, 如 Ni-Fe 合金, 而我国早期则是用 Ni-Cr-Fe 合金。中国早期的 Ni-Cr-Fe 触媒对发展我国金刚石工业起到了非常重要的作用, 但后来发现它对研制高级金刚石带来了诸多的困难, 在金刚石的颜色上是黄绿色(好的应是黄一金黄色的), 结晶形态也不甚理想, 很难长出结晶完整的立方体—八面体形态, 因为晶体形态不好, 严重地影响到金刚石单晶的单颗粒平均抗压强度, 那时的单颗平均抗压强度通常仅为 20~40N。

为了进一步提高金刚石的强度, 改善金刚石的颜色, 经过几十个方案的对比, 首先选出了 Ni-Mn 做触

① 收稿日期: 2003-07-18

作者简介: 方啸虎(1939—), 男, 教授, 长期从事超硬材料合成理论和工艺的研究, 发表专著、论文多篇。

媒。在分析了美国的金刚石后,发现其中仅有 Co 的杂质含量,也就是纯 Co 做触媒。此后,在 Ni-Mn 基础上加入了 Co。其实 B 族元素的 Ni、Co、Fe 都可以是单质(但熔点较高)或合金做金刚石的触媒,它们分别是 Ni 基、Co 基、Fe 基。现列举主要的触媒的熔点和晶格常数如下:(见表 1)

表 1 几种典型触媒元素和合金的熔点温度及晶格常数

元素或合金	熔点()	晶格常数(nm)	再结晶温度
β -Ni	1455	0.3523	
β -Co	1493	0.3523	
γ -Mn	1245	0.285	
Cu	1083	0.3615	
金刚石	2517	0.3568	
Ni ₇₅ Mn ₂₅	1200	0.358	650
Ni ₇₀ Mn ₂₅ Co ₅	1205 ~ 1280	0.3598	620 ~ 640

由上表可见 Ni₇₀Mn₂₅Co₅ 具有相当优越的性能,尤其是在 1974 ~ 1975 年,在桂林矿产地质研究院合成 Φ 15mm 腔体中做的数据充分说明该种触媒具有质量好、强度高、透明度高等一系列的优点。后来在 1978 年试投放市场,又于 1984 年在长沙进行了部级鉴定。几十年来我国一直沿用该种触媒至今。我国自上世纪九十年代中期开始,已是世界上金刚石第一生产大国,尤其是近几年,金刚石产量已占全球总产量的 65% ~ 70% 左右,即已达 20 亿克拉以上,即使这样,由于不断地替代普通磨料和扩大其使用范围,产业仍然在高速发展。另一方面,一种要力争成为世界金刚石强国的呼声也随之越来越高。几十年“一贯制”的触媒已不能满足当前金刚石生产的需要,研发新的触媒已迫在眉睫。

1 新型触媒的有关参数

新型触媒必须符合以下六项内容中的多项,即:

- (1) 能降低合成压力和降低合成温度,或两者之一有所下降,这样对顶锤和设备有好处;
- (2) 能明显地提高金刚石强度,以提高金刚石质量;
- (3) 能明显提高金刚石产量,以提高经济效益;
- (4) 能调整金刚石颜色,增加透明度,减少金刚石中包裹体等杂质;
- (5) 能稀释金刚石成核,以保证金刚石均匀分

布;

- (6) 能明显降低触媒成本。

自然,以上六个方面也绝不是孤立的,有的是相互制约或相互支持的。

已研究的成果表明,作为触媒,在技术上必须能满足以下条件:

- (1) 对碳的溶解度和扩散系数要大,浸润性要好,同时不形成稳定的碳化物;
- (2) 其晶格常数接近金刚石,晶格能也应尽量接近,以确保其触媒作用;
- (3) 与碳的共晶温度低,比电阻值较大;
- (4) 活性好,易催化碳原子 sp^2 sp^3 形成杂化轨道;
- (5) 合金系组元元素具有负电性;
- (6) 不具轧制结构,晶界清楚,晶粒度大小均匀,且尺寸与石墨匹配。

这些方面是选择元素的指导原则,但要完全满足上述条件的元素组合几乎没有。

具体指标设计如下:

- (1) Φ 25mm 腔体。
 - a) 单产:不低于 13.5ct,在国内属于先进水平;
 - b) 高强比(JR_3): 25% ~ 30%,力争达到 35% ~ 40%;
 - c) 锤耗: 5kg/万克拉,力争 2 ~ 3.5kg/万克拉。
- (2) Φ 28mm 腔体。
 - a) 单产:不低于 18ct,好时应实现 19 ~ 23ct,属国内领先水平;
 - b) 高强比(JR_3): 25% ~ 30%,力争达到 35% ~ 40%;
 - c) 锤耗: 4kg/万克拉,力争 1.5 ~ 2.5kg/万克拉。

2 添加剂的选择及试验

2.1 添加元素组份

在长期的实践过程中,加之对天然金刚石伴生矿物的研究,已逐步弄清楚超硬材料与触媒的成份和比例有着非常密切的关系。如超硬材料另一单晶体——立方氮化硼, B 族金属作为触媒,则必定不行!而金刚石的触媒必定是由 B 族元素为“基”,如 Ni 基、Co 基、Fe 基等等。那么是否这些“基”形成的母液已经足够,而其它元素则无关紧要呢?实验证明答案是否定的。在罗蒙洛索夫元素周期表可看出母液元素(Ni、

Mn、Co) 的周围金属、非金属同样起着相当重要的作用, 如 Ti、Al、Cu、Cr 和稀土元素及 Si、B、N 等等, 而且这些元素的加入, 可以改变金刚石生产状态和环境, 也可以明显地改变金刚石特性和提高金刚石的质量。

已经有经验证明的是:

(1) Cu、Fe、Nb、Mn 可改变金刚石成核和生长条件;

(2) B 在从量少 多时, 金刚石颜色相应由天蓝黝黑, 并有使金刚石晶体排渣性能增强的作用;

(3) B、Al、P、Ba 可获得半导体金刚石;

(4) Si、Mg、V、W 可有利于金刚石长大;

(5) N、Si 可改善金刚石的各种特性和成核速度;

(6) Fe、Co、Ni、Ti、Cu、Cr、La、Ce、B、N₂ 等可以改变金刚石不同的颜色。最近的研究证明 B、N₂ 对改变金刚石的颜色作用相当明显。

近年的研究还表明: 非金属类不少化合物亦可做触媒, 如:

(1) 碳酸盐 CaCO₃、Na₂CO₃、Li₂CO₃、MgCO₃ 等;

(2) 磷酸盐 Na₂PO₃ 等;

(3) 硫酸盐 CaSO₄ · 0.5H₂O 等;

(4) 硼酸盐 NaB₄O₇ 等;

(5) 氢氧化物 Ca(OH)₂ 等;

(6) 氢化物 LiH₂、CaH₂ 等;

(7) 碳化物 SiC、B₄C 等;

(8) 氮化物 hBN、cBN 等;

(9) 硼氮化合物 Mg₂BN₂、LiBN₂、Ca₃B₇N₄ 等。

以上有些盐类与金刚石合成有着较强的触媒作用, 甚至合成出来的金刚石无色、透明, 可与天然金刚石相媲美。正是由于这些信息的启迪, 所以始终在触媒工作上不断下功夫, 尤其是近 1-2 年, 不少触媒生产企业加大了科研经费的投入。据初步统计, 近两年来本单位做了几百套的调整工艺、调整成份的试验, 结果获得了较为满意的新产品。

我们在调整微量元素成份的过程中, 特别强调的是所合成金刚石的粗颗粒、高强度。在制定方案时, 以 40/60 三个粒度号 110~150N 为基本依据。

试验采用过渡金属类和非金属类两大组, 两组的工作重点目前侧重于非金属类, 但有些可降低合成温度和压力的金属也作了一定试验。

2.2 试验主要使用设备

(1) 真空感应熔炼炉

a) 规格型号: SL 91-354; 制造厂家: 上海电炉厂; 功率: 100KW。

b) 规格型号: 2C-0.05T; 生产厂家: 辽宁省锦州变压器电炉厂; 功率: 100KW。

(2) Φ320mm 缸径铰链式液压机等金刚石试验专用设备。

2.3 触媒生产工艺流程图(见图 1)

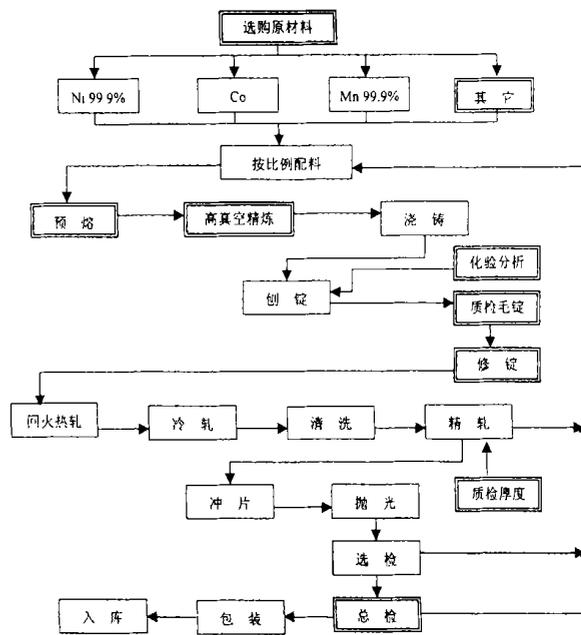


图 1 触媒生产工艺流程图

3 方案选择

近两年来, 在金属添加剂和非金属添加剂方面做了不少工作, 都取得了一定的进展。本报告重点讨论非金属添加剂的若干问题。

3.1 添加剂组份的选择

主要有九大类盐或化合物, 本次综合考虑了氮化物、碳化物、硼酸盐和硼氮化合物, 主要是考查硼、氮、碳、硅、磷等元素加入后是否能改善金刚石的性质。笔者曾在专著^[2]中专门论述过今后新的超硬材料必将在碳周边的元素中选择, 同时在该书中也详细描述过 B、C、N 三元素的类金刚石新超硬材料。我国著名物理学家苟清泉先生也在文献[6]中提出‘硼皮氮心’的主要观点和理论分析。笔者认为这是一个应长期重点研究的问题。这些元素的晶胞参数跟金刚石比较接近。见表 2:

表 2 一些元素金刚石晶体结构与物理性能

元素或合金	密排晶面	密排面上的原子间距(nm)	外层电子	晶体结构	晶胞常数 (nm)	常压下熔点 ()
Ni(β)	(111)	0.2486	d_{8s^2}	面心立方	0.352	1455
Co(β)	(111)	0.2507	d_{7s^2}	面心立方	0.534	1493
Mn(r)	(111)	0.273	d_{5s^2}	面心立方	0.385	1245
Ni ₇₀ Mn ₂₅ Co ₅	(111)	0.252	d_{3s^2}	面心立方	0.359	1210
B	(110)		s^2p^1	面心立方		2300
N ₂	由于 N ₂ 要到很低的温度下才能生成固体, 故缺少有关资料。					
Si	(111)	0.235	s^2p^2	面心立方	0.543	1410
Cu	(110)	0.256	$d^{10}s^2$	面心立方	0.361	1083
金刚石	(111)	0.2517	d_{8s^2}	面心立方	0.356	3823

综合上表可以看出工作重点在于:

尽量符合结构对应原则。如我们所选取的密排晶面、密排面的原子间距、晶格类型、晶胞常数都尽可能相近。其目的是为了新增进去的元素能够充填金刚石晶格空穴, 以增加金刚石的强度和改变其结晶习性, 改善金刚石的颜色。

3.2 尽量采用低熔点的合金

从以往的工作看, 不一定熔点低的触媒对应合成压力也低, 见表 3。

表 3 某些触媒材料的熔点与合成压力关系表

序号	触媒材料 (配制成份)	熔点 ()	最低合成表压, (MPa)
1	Ni	1452	118.6
2	NiMn ₂₅	~ 1200	113.7
3	NiCo _{12.5}	1360	113.7
4	NiCo ₂₅	~ 1360	117.6
5	NiSi ₁₅	~ 1360	112.7
6	NiFe ₃₀	1450	107.8
7	Ni ₇₀ Mn ₂₅ Co ₅	1210	107.8
8	NiMn ₂₀ Cu ₁₀	~ 1190	107.8
9	NiMn ₁₅ Cu ₁₀	1252	107.8
10	NiMn ₃₀ Cu ₃₅	~ 900	119.6
11	NiMn ₂₅ Si ₃	~ 1210	107.8
12	FeNi ₅ Mn _{12.5}	~ 1460	112.7
13	FeNi ₂₀ CO _{3.5}	~ 1470	107.8
14	FeNi ₄₀ Co ₂	~ 1450	104.9
15	FeNi ₄₀ Cu ₅ Al ₂	~ 1450	101.4
16	FeNi ₄₀ Cu ₅ Si ₂	~ 1450	101.4
17	NiMn ₃₀ Fe ₃₀	1240	107.8

注: 1 所谓最低合成表压是指温度一致, 生长出第一颗金刚石的表压。

2 试验设备为六面顶压机。

但熔点低的合金, 其渗碳作用开始也早, 碳进入合金中的时间早, 可有利于金刚石碳源获得较为丰富的原始物质。以往国内在静态高温高压合成金刚石的过程有固相转化等学说加以解释。但是, 之后的几十年工作越来越清楚地看出金刚石生长有个碳渗透到合金中, 然后通过它进行了 $sp^2 \rightarrow sp^3$ 的过程。所以笔者还是主张采用合金共熔点偏低的合金。

3.3 能增加渗碳熔碳的作用

在研究高级金刚石过程中发现, 碳过多过少都不利于形成优质金刚石, 但是更多的情况表明, 碳源不足, 容易在金刚石中形成气态包裹体, 所以在考虑上述原则时, 我们充分选用比较容易渗碳、熔碳的元素。

其它因素在此不再赘述。

4 高真空熔炼与轧制工作的新工艺

对一种新的触媒, 除了对组份及组份配比要有足够的重视外, 对高真空熔炼与轧制工作也非常重要, 首先应注意:

(1) 真空熔炼的高真空度。这是区别于其它熔炼的核心部分, 这是决定合金锭有无杂质、杂质含量、夹杂、气泡等的关键。

(2) 真空熔炼的时间。这是决定组份的均一性, 对合金的性能将产生非常重要作用的因素。

(3) 注意浇铸缩孔。这是保证回炉料少和避免内部夹层的关键。

(4) 注意多次回火、清洗。这是避免表面硬化和造成晶粒拉伸的关键技术。

针对以上几点, 主要采取了以下措施, 取得了良好的效果。

4.1 关于真空冶炼

1) 真空冶炼的目的:

a) 化学成份和杂质含量在规定的范围内,且均匀分布;

b) 无夹杂、裂纹和缩孔疏松等冶金缺陷;

c) 无折皱和大的凹凸表面缺陷;

d) 合理的形态。

金刚石触媒是一种要求相当严格的合金,在熔炼过程中将是多元素的反应,特别是本次新产品的试验,加入了微量的非金属元素,以降低合金溶解温度,

增加成核的均布能力,增加延展性。为确保它在熔炼温度下多种元素能够真正熔合,必须真空冶炼。

(2) 真空度提高的试验:

真空度的要求是真空冶炼的另一种严格要求的指标,为了保证该产品的顺利投产,本次对真空度作了新的调整。具体来说,就是提高一个数量级,这种提高,以前未引起我们足够的重视。从现在来看,提高真空度对冶炼出合格的新触媒起到了非常关键的作用,从几次抽样结果看,提高了真空度的合成效果稳定,试验结果见表4。

表4 提高真空度合成效果对比试验表
(以 $\Phi 25\text{mm}$ 腔体为例)

状态	组装层数	触媒生产厂家	碳片生产厂家	油缸表压 (MPa)	合成功率 (格值)	合成时间 (分)	单产 (ct)	高强比 (%)	控制难易
未提高真空冶炼	14层	自产	新郑产,自加工切片	105	78	13.5	11.5	23-25	一般
提高真空冶炼	14层	自产	新郑产,自加工切片	102	77	13.5	12.8	28-32	稳定较易

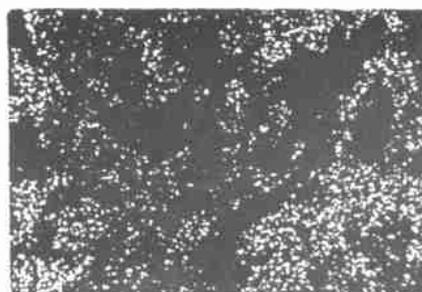
上表充分说明,提高真空度冶炼的触媒合金,在合成压力、合成温度都有所下降,而单产和高强比反而有所提高。合成工在操作中认为比较稳定,更易控制,正常时一个班可不作什么工艺参数调整,这也是单产和高强度比有所提高的保证。

4.2 惰性气体的保护调整

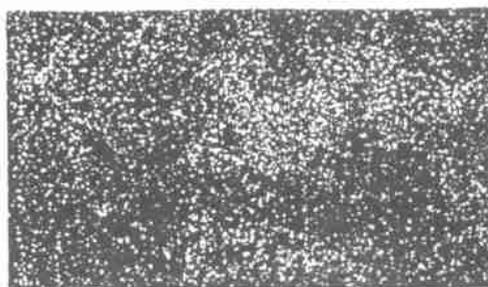
由于真空度的提高,在冶炼过程中,可看到熔炼合金液态时,总处在不断沸腾的状态,这种情况与平时的熔炼情况已发生了明显变化。为了提防少量添加物在此过程中逸散而去,所以在精炼时加入氩气或氮气等惰性气体作真空熔炼的保护,它既可起到防止氧化的保护作用,同时对熔炼时过度沸腾起到了较好的抑制作用,在熔炼时观察到不加或少加惰性气体保护时,沸腾就剧烈,在精炼到一定的时候,将惰性气体加入,既可解决过度沸腾,又可适当延长熔炼时间,保证了组份的均一。

4.3 关于熔炼时间

为了进一步保证组份的均一性,在本次工艺改进中,适当地延长精炼时间。对保证组份均匀起到了相当关键的作用。这可从Ni(主元素)的电子探针分布图中看到这种变化,见照片1。



(a) 延长前不均匀



(b) 延长后均匀

照片1 $\times 240\text{Ni K}\alpha$ 射线面分布图

(a) 延长前不均匀 (b) 延长后均匀

4.4 关于浇铸

浇铸是提高成品率的关键技术之一,以往的浇铸忽略了排气方式和位置,所以在锯开的断面上可明显看到气孔、砂眼等属于冶炼技术不合格的状态。这种

不良状态的存在,在轧制过程中,一个小小的气孔,有时则可拉成一长条的夹层。在冲好片后,进行检查时,时常发出的不是金属的清脆声,而是一种沙哑声。这些冲好的合金片也只能是废品,只可返炉重新冶炼,耗时、耗电、耗力。在相当长一段时间,触媒合金片的一级品率总在 40% ~ 42% 左右徘徊,有时只有 38% ~ 40%。这里我们重点考虑了 1) 排气方式; 2) 注意合金锭的缩孔问题; 3) 注意到去皮时暴露出来砂眼、小孔的表面处理。

采用耐火泥做成定型浇铸口,定位浇铸,充分解决了合金锭的排气问题,使合金锭的内部气孔极大地减少。采取该项措施后,缩孔帽口也同时减少 60% ~ 70%,这样使触媒合金的一级品成材率提高了 8 ~ 10 个百分点,大大降低了成本(包括人力、物力、电力等),提高了经济效益。

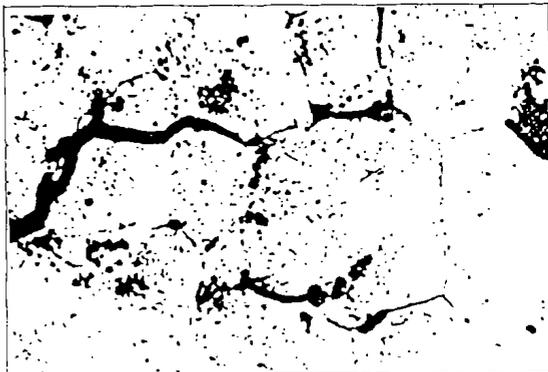
4.5 多次回火和清洗

铸锭经刨去表皮后,总厚度还有 6 ~ 7cm,而现在的成品只有 0.4mm,有的要求 0.3 ~ 0.35mm,两者相差各 16 ~ 20 倍,以往只进行两次回火,两次酸洗。这样只有热轧后多次冷轧造成晶粒拉长,有小量浇铸缺陷时,还造成晶间裂纹,大大影响合金的使用效果,见照片 2。

由于回火加热到 800 以上,合金表面又容易氧化,这时又要加以酸洗,使工作量加大,特别是每年要用去几十万元的酸,费了钱,还容易带来环境污染,后来改用了清洗的方法和表面处理技术,降低了成本,防止了污染,产生了较好的经济效益和社会效益。

在此还要强调的是多次回火的问题。回火次数太多,固然不好,但太少则产生合金表面晶粒明显拉长的现象,见照片 3,这时合成是很不理想的。理想晶粒的晶界要清楚,晶粒大小一致,尺寸尽可能与石墨相匹配。

与此同时,还应注意使合金表面产生的硬化现象。这在合成时使合成压力明显上升,见表 5。



照片 2 裂纹沿晶间断开明显的量相图



照片 3 晶粒定向拉长后之轧带金相组织

表 5 连续冷轧状态合金的合成试验

工作状态	晶粒状态	合金表面状态	合成腔体 (mm)	金刚石合成 表压(MPa)	合成效果		评价
					单产(ct)	高强比(%)	
两次回火 多次冷轧	有明显拉 长现象	硬化明显 有微型裂纹	Φ25	107 ~ 108	10.5	23 ~ 25	不好
多次回火 多次冷轧	拉长现象 明显改善	无硬化现象	Φ25	103	13.2	28	较好

5 合成工艺的综合试验及结果

近 1-2 年,公司聘请了国内著名专家,科研资金投入力度加大,试验方案增多,试验目的和目标更加

明确,触媒合金的试验量数以吨计,本次新触媒开发成功为公司赢得了更大的市场。下面把最后选定的第七十八套方案触媒批量生产的经验总结一下,其结果见表 6、表 7。

表 6 第七十八套 5# 新触媒 Φ2.5mm 腔体批量综合性对比试验汇总表

项目	试验日期	试验块数	触媒	碳片	合成工艺			试验结果							锤耗 (kg/万 克拉)	备注
					表压 (MPa)	合成功率 (格值)	合成时间 (分)	单产 (ct)	高强比 (%)	晶形	颜色	透明度	方晶	灰白料		
旧触媒 对比样	01-8-15	850	自产原来 生产料	自加工 切割片	106	68	13.5	11.8	25.8	一般	一般	一般	基本无	有	3.5	
新 1	01-8-15	867	新七十八 套生产料	自加工 切割片	102	65	13.5	13.6	32.5	可以	可以	可以	有	少量	2.9	
新 2	01-9-10	905	新七十八 套生产料	自加工 切割片	101	65	13.5	13.4	35.2	可以	可以	较好	有	少量	3.2	
新 3	01-10-5	1011	新七十八 套生产料	自加工 切割片	101	64.5	13.5	14.2	30.4	可以	还可以	可以	较少	有	3.5	
新 4	01-11-7	447	新七十八 套生产料	自加工 切割片	102	65	13.5	13.7	38.2	较好	较好	较好	较多	极少	3.4	
新 5	01-12-5	1428	新七十八 套生产料	自加工 切割片	100	64	13.5	13.5	33.8	较好	较好	较好	较多	极少	3.5	
新 6	02-1-25	2540	新七十八 套生产料	自加工 切割片	101	64.5	13.5	14.1	32.1	可以	可以	可以	较多	极少	3.1	月抽样
新 7	02-2-25	2498	新七十八 套生产料	自加工 切割片	102	65	13.5	13.8	31.8	较好	较好	较好	较多	极少	3.4	月抽样
新 8	02-3-25	2589	新七十八 套生产料	自加工 切割片	100	64	13.5	13.6	37.2	较好	较好	较好	较多	极少	3.3	月抽样

表 7 第七十八套 5# 新触媒 Φ2.8mm 腔体批量综合性对比试验汇总表

项目	试验日期	试验块数	触媒	碳片	合成工艺			试验结果							锤耗 (kg/万 克拉)	备注
					表压 (MPa)	合成功率 (格值)	合成时间 (分)	单产 (ct)	高强比 (%)	晶形	颜色	透明度	方晶	灰白料		
旧触媒 对比样	01-8-16	872	自产原来 生产料	自加工 切割片	117	76	14	15.4	25.3	一般	一般	一般	有少量	有	3.9	
新 1	01-8-16	890	新七十八 套生产料	自加工 切割片	114	74	14	16.1	38.2	可以	黄	较好	有	有少量	2.4	
新 2	01-9-10	905	新七十八 套生产料	自加工 切割片	112	74	14	16.3	30	可以	黄	可以	有	有	2.7	
新 3	01-10-7	877	新七十八 套生产料	自加工 切割片	114	73	14	16.2	31	较好	深黄	可以	较多	有	2.5	
新 4	01-11-10	889	新七十八 套生产料	自加工 切割片	113	74	14	16.5	36	可以	黄	可以	可以	有少量	2.4	
新 5	01-12-11	901	新七十八 套生产料	自加工 切割片	115	75	14	16.7	33	较好	深黄	较好	较多	有较多	2.3	
新 6	02-1-25	2346	新七十八 套生产料	自加工 切割片	112	72	14	16.2	30	一般	深黄	可以	偏少	有	1.8	月抽样 17-18 机
新 7	02-1-25	2407	新七十八 套生产料	自加工 切割片	113	72	14	16.4	32	可以	黄	可以	可以	有	2.1	月抽样 13-14 机
新 8	02-2-25	2386	新七十八 套生产料	自加工 切割片	112	73	14	16.7	37	可以	深黄	可以	较多	有	2.1	月抽样
新 9	02-3-25	2411	新七十八 套生产料	自加工 切割片	114	72	14	16.5	35	可以	深黄	较好	较多	有较多	2.4	月抽样

(下转第 28 页)

用金刚石分布密度过高的磨盘,单粒金刚石所受压力小,磨削慢,工作面排粉、屑能力差,也会阻碍磨削刃的磨削作用,故磨削效率也降低。同时,由于金刚石所承受压力小,冲击力小,不易被磨损,故磨盘使用寿命延长。所以金刚石分布密度适当的磨盘,既能保证金刚石质点有起磨削作用的适当压力,又保证工作面有较好的排粉、屑能力和不出现漏磨削情况,因此磨削效率高。

(3) 使用金刚石品级高的磨盘时,由于金刚石本身抗压、抗冲击能力强,耐热、耐磨性能好,不易被磨损,磨盘的使用寿命长。若使用金刚石品级低的磨盘,金刚石本身抗压、抗冲击力弱,耐磨、耐热性能差,易

被磨损,故磨盘使用寿命短。

4 结论

(1) 合理的选择金刚石型号,有利于提高产品的综合效率。合理的金刚石分布密度是提高微粉磨盘磨削效率和使用寿命的重要技术条件。

(2) 加料密度相同、金刚石品级不同的磨盘,在相同的时间内,其磨削量随金刚石品级的提高增加,即磨削效率提高。

(3) 型或相当于型的金刚石其分布密度占面积的45%~55%磨盘磨削效率最高。

(上接第7页)

从表中可以看出:

(1) 新触媒经过较长时间的试验。抽小样,抽月台机样的批量生产,看来工艺稳定,调整工艺范围宽。在 $\Phi 25\text{mm}$ 和 $\Phi 28\text{mm}$ 腔体中,已全面完成了预定的试验目标。

(2) 新触媒的合成压力和温度都有明显的下降。一般来说压力要下降4~6MPa,温度要下降3~4格(相当于160A左右)。这在 $\Phi 25\text{mm}$ 腔体已非常明显。

(3) 新触媒单产有明显提高。从批量的月台机抽样结果可知提高了17%左右。

(4) 新触媒高强比有明显提高。从所有试验来看,可提高6~10个百分点,这是非常有效的技术进步。

(5) 金刚石颜色、晶形、透明度、方晶等方面有明显的改善。

6 结论

(1) 本次试验的新触媒,在合成金刚石时,能提高单产17%左右,高强比6~10个百分点,总的效果比较明显,在国内属先进水平。

(2) 新触媒尽管主要组份仍然是Ni、Mn、Co,但添加了非金属和其它金属。非金属主要在碳元素的周边选择离子较易于进入晶格的元素,起到了增强金刚石的作用。金属加入低熔点元素,而且外层电子未充满,容易活化合金,起到了较好的协同作用,尽管这些

组份的添加是少量到微量的,但结果明显。

(3) 对合成工艺中降低温度,降低压力已经起到明显的作用。同时,对降低顶锤消耗也起到了较好的作用,深受用户欢迎。

(4) 新触媒在试验中无论单产、高强比及其它金刚石考核指标都得到明显改善,已经达到研制的目的。

(5) 新触媒明显地提高了企业效益及社会效益,符合当前的科研创新方向。

(6) 本课题提出的研制新型触媒方案必须至少符合六项内容之一(六项基本准则)和技术上必须满足六项条件(技术条件六准则)。思路清晰,内容全面,符合理论联系实际的规律性总结。

参考文献:

- [1] 方啸虎编著.合成金刚石的研究与应用[M].北京地质出版社,1996:75-83,342-358.
- [2] 方啸虎主编.超硬材料科学与技术(上卷)[M].北京:中国建材工业出版社,1998:3-32,108-129,272-296.
- [3] 张建安等.NiMnCo触媒合金热轧开裂分析[C].超硬材料发展35周年研讨会论文集,工业金刚石信息网,1998:210-213.
- [4] 卢照田等. $\text{Ni}_{70}\text{Mn}_{25}\text{Co}_5$ 触媒片的表面缺陷观测[C].工业金刚石信息网第六届超硬材料研讨会论文集,工业金刚石信息网,1999:15-20.
- [5] 王平等.JX-1触媒的研制[J].工业金刚石,2002,(1):5-7.
- [6] 苟清泉.高温高压下石墨变金刚石的结构转化机理[J].吉林大学学报(自然科学版),1994(2).
- [7] Borenkerk HP, et 91 Nature 1959(184), 1094.