

掺杂量对超高压烧结多晶体 金刚石耐热性的影响*

沈主同 王莉君 孙帼显 聂建军
王文君 杨奕娟 张 军 成向荣

(中国科学院物理研究所)

过去的实验表明^[1], 掺杂物的类型对超高压烧结多晶体金刚石的耐热性有显著的影响, 但同种类型掺杂物含量的影响规律还不清楚, 因此我们进行了钛、硅掺杂量对超高压烧结多晶体金刚石耐热性影响的研究。

一、实验技术与方法

实验用的设备、压力、温度和样品装配等与文献[1]中一样。

本实验中钛、硅掺杂量分别以金刚石原料为100时的重量计算, 钛的重量为0, 5, 9, 15和硅的重量为0, 3, 9, 15以及它们的组合。

二、实验结果和样品分析

实验结果列入表1中。

从表1中数据可见: (1) 除了个别情况外(例如钛₀硅₁₅), 都可以找到较佳的烧结工艺, 使样品具有较高的磨耗比, 但成团率有所不同。一般说来, 在表中对角线即钛₀硅₀, 钛₃硅₃, 钛₉硅₉和钛₁₅硅₁₅掺杂量以下(硅含量较高的)的配比不易进行烧结, 以至钛₁₅硅₁₅掺杂样品难以烧结成功。反之, 在此对角线上或以上(含钛量较高的)的配比较为容易进行烧结, 成团率较高, 磨耗比也较高; (2) 这种多晶体金刚石的耐热性不仅与掺杂类型有关, 而且与掺杂量有关。当硅含量低于9, 钛含量低于5时, 单体实验结果说明其耐热性不高, 而钛₃硅₃、钛₉硅₉、钛₁₅硅₁₅、钛₀硅₁₅、钛₁₅硅₀等

均能承受一定高温的处理, 其中以钛₃硅₃和钛₁₅硅₁₅为最高, 例如在1200—1300℃高温处理后其磨耗比保持其原数量级; (3) 钛₀硅₀的样品在800℃处理后经锉碎的断面颜色发黑, 与处理前的样品断口呈银灰色有明显的不同。

此外, 我们对几个净化的掺钛、硅样品进行了抗压强度的测试, 结果表明未经高温处理的样品比经高温处理的样品具有较高的抗压强度。我们还对几个未净化的掺钛、硅样品进行了耐热性试验, 初步结果说明磨耗比不及净化的样品高。但烧结实验时, 未净化的样品烧结温度比净化的低, 易于烧结成团。

我们曾选择掺钛、硅的烧结体金刚石15个, 按磨耗比分成两组, I组的磨耗比为30000—40000, II组的磨耗比为~5000, 以供扫描电子显微镜和转靶X光衍射分析之用。

样品经扫描电子显微镜观察, 结果见图1。从图1可见: (1) 这种金刚石中晶粒一般为50—100微米, 也有少量更细的晶粒, 与金刚石原料的粒度接近, 晶粒抛光面上往往有裂痕, 这与金刚石原料先经高压破碎后在高压高温下烧结过程中颗粒结合等有关。晶界宽度一般大约几微米, 晶粒间隙从十几微米到约三十微米, 最大可达50微米。在高温1200℃处理前后的晶界宽度和晶粒间隙没有明显变化; (2) 样品中的掺杂物钛、硅等主要分布在晶粒间界, 晶粒轮

* 1978年7月12日收到。

表 1 样品的成团数及其磨耗比和耐热性

硅	0			5			9			15		
	实验数	成团数	成团样品的磨耗比和耐热性	实验数	成团数	成团样品的磨耗比和耐热性	实验数	成团数	成团样品的磨耗比和耐热性	实验数	成团数	成团样品的磨耗比和耐热性
0	25	9	97000 64000 36000 34000 34000 33000 31000 28000 18000	7	6	56000 63000 50000 49000 35000 34000 800℃处理后 轻碎 900℃处理后 轻碎 900℃处理后 轻碎 1100℃处理后 轻碎 1100℃处理后 轻碎	14	10	72000 68000 32000 29000 29000 24000 10000 9000 3000 700	13	12	70000 66000 57000 34000 32000 22000 22000 12000 10000 10000 7000 6500 800℃处理后 轻碎 1100℃处理后 轻碎 900℃处理后 轻碎 1100℃处理后 轻碎
3	12	6	43000 35000 26000 24000 19000 11000	9	9	35000, 1100℃处理后 未轻碎 30000 28000, 1100℃处理后 轻碎 25000 23000 13000 7400 5000	8	5	35000 22000 20000 17000 1100	12	9	82000 37000 33000 32000 28000 22000 20000 20000 5000 1100℃处理后 轻碎
9	10	6	80000 58000 36000 33000 33000	11	10	28000, 1100℃处理后 6000 25000 21000 20000, 1100℃处理后 14000 19000 13000 8100 7000 7000 2000	见文献 [1]		40000, 1100℃处理后 26000 35000, 1100℃处理后 45000 25000 44000, 1200℃处理后 15000 28000 13000 38000, 1300℃处理后 37000 30000, 1300℃处理后 33000 11000 9000 8000 8000 6000 1900	12	11	50000, 1100℃处理后 15000 47000 42000 31000 11000 9000 9000 8000 8000 6000 1900 1100℃处理后 15000 1100℃处理后 13000 1100℃处理后 12000 1100℃处理后 17000 1100℃处理后 3600
15	34	0	成团的样品均被轻碎, 未能测出磨耗比数值	11	3	95000 27000, 1100℃处理后 9000 2700, 1100℃处理后 14000	12	6	31000, 1200℃处理后 15000 24000, 1200℃处理后 22000 23000 20000, 1100℃处理后 16000 17000 11000	9	7	87000 78000 16000 36000 45000, 1200℃处理后 37000 24000, 1200℃处理后 12000 52000 1100℃处理后 12000 1100℃处理后 12000

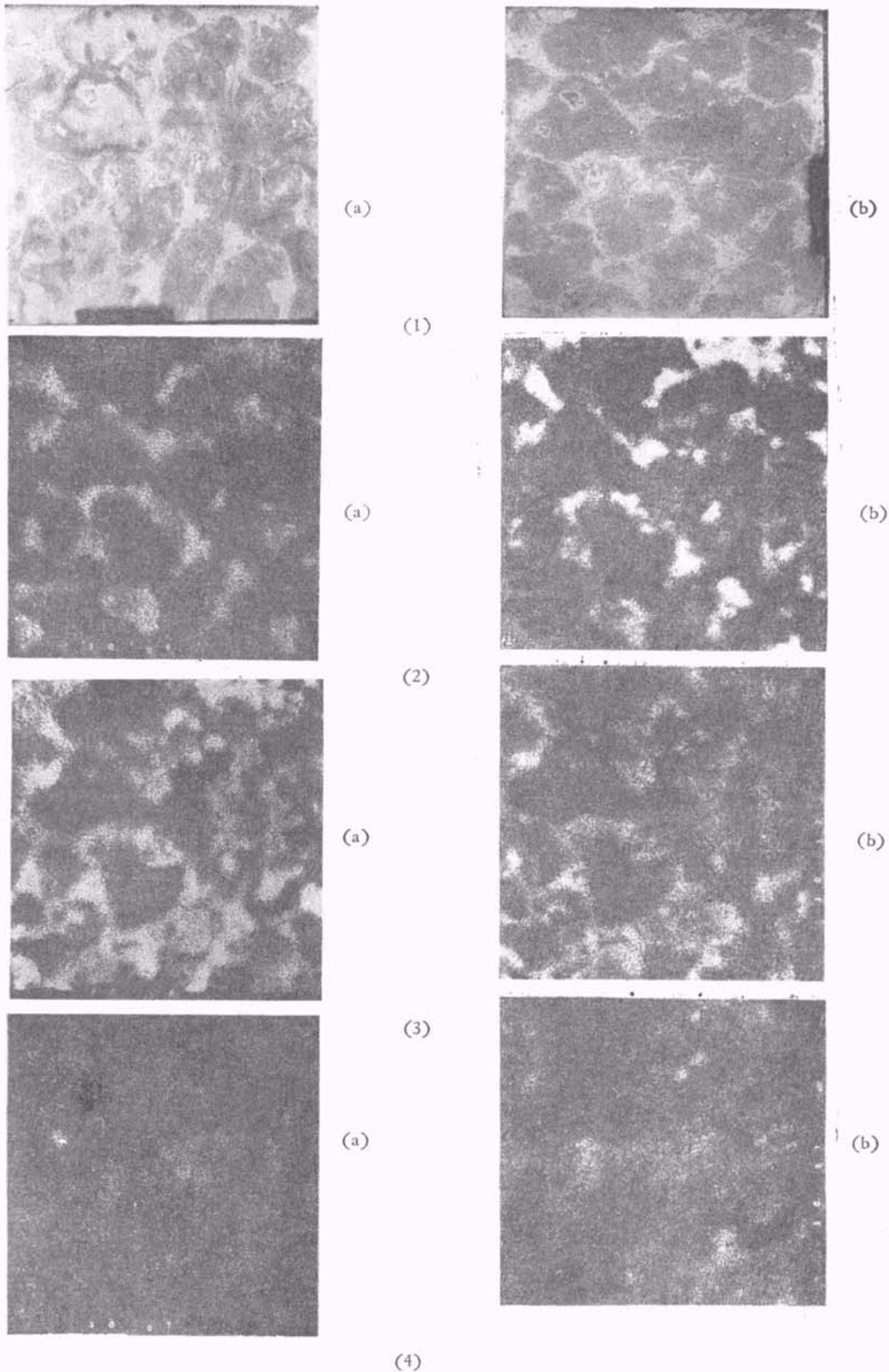


图1 样品截面的显微观察×150

(a) 高温处理前; (b) 高温处理后;

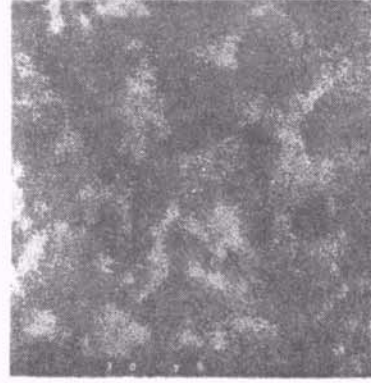
(1) 二次电子象; (2) 钛元素的分布; (3) 硅元素的分布; (4) 镍元素的分布

廓明显,钛、硅分布的部位比岩相观察的部位显然宽些.金属镍的成分分析表明,镍分布在晶粒内部和周界.周界上的镍显然是金刚石原料中含有的熔(溶)剂-触媒即熔媒^[2]金属镍等在高压高温过程中脱溶、扩散和富集在晶界的结果

(如图 2 所示);(3) 部分样品经 1200~1300℃ 高温处理后,在抛光面和外皮上曾出现金属珠状物.抛光面上的珠状物见图 3. 经成分分析,有的是钛元素,有的是镍元素.

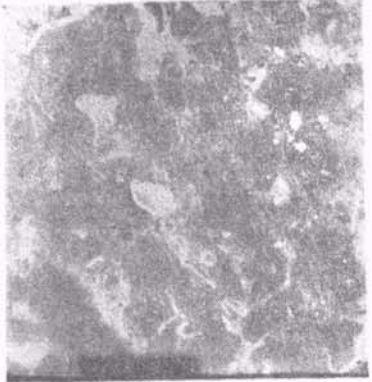


(a)

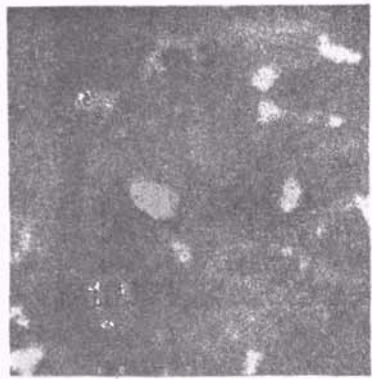


(b)

图 2 样品截面上镍元素的分布×150
(a) 二次电子象; (b) 镍元素的分布



(1)



(2)

图 3 高温处理后样品截面上的珠状物及其成分分析 ×150
(1) 二次电子象; (2) 左为钛元素的分布,右为镍元素的分布

样品经X光衍射分析,典型结果和文献[1]中的衍射谱线一样,衍射谱线表明:除金刚石外,还有碳化钛、碳化硅和二硅化钛等物相。两组样品中二硅化钛的衍射强度有较明显差异,II组的较强,I组的较弱,在1200℃高温处理后的样品未见异常,没有出现石墨化迹象。

三、讨 论

(1) 不同配比的掺杂量对于这种金刚石的成品率(成团率和磨耗比较高的比例)有所影响。影响成品率的因素很多,从实验结果来看,掺钛量较高的样品其成品率也较高,而掺硅量较高的样品则相反,以至难以成团。这说明成品率与掺杂物的种类、数量及其与金刚石形成物相的性能有关。

(2) 掺钛、硅的样品,磨耗比的差别有时达一个数量级。从上述分析可见,这与二硅化钛的含量有关,估计这种状况是由于烧结温度控制等引起的。由于二硅化钛的硬度、熔点较碳化钛和碳化硅为低,加上它们对金刚石颗粒间的结合能力也有所不同,就必然在这种金刚石磨耗比等性能方面有所反映。值得提出,二硅

化钛的存在或二硅化钛和碳化钛、碳化硅共同存在于金刚石颗粒之间,比单一的碳化钛或碳化硅的样品具有高得多的耐热性。这从表上可以得到证实。因此,二硅化钛对耐磨性不利,但对耐热性似乎是有利的。

(3) 掺杂量对这种金刚石的耐热性有明显的影响。从实验结果来看,钛、硅和钛₁₅硅₅的样品具有较高的耐热性(和起始磨耗比),而钛₆硅₆的样品和用镍管扩散掺镍的样品耐热性一样低。考虑到所用磨料级人造金刚石中含有金属镍等,在高压高温烧结过程中有向晶界扩散和富集的趋势,从而引起晶界在常压高温处理后发生弱化作用,这就是钛₆硅₆样品耐热性和掺镍样品一样低的原因。因此,只有当所用掺钛、硅的含量达到某种程度才能阻碍这种弱化作用并起强化作用。至于是否还起阻碍或抑制样品中氧气等物质的有害作用,从几个样品的初步试验结果来看,是应予以考虑的,这些可以进一步研究。

参 考 文 献

- [1] 沈主同,王莉君等,物理学报, 27-3(1978), 344.
- [2] 沈主同,科学通报, 10(1974), 457;物理, 6-4(1977), 243.

晃动法用于磁泡的动态测量*

韩宝善 柯永丰 肖利民¹⁾ 曹端德¹⁾

(中国科学院物理研究所)

一、前 言

1974年Brown^[1]提出磁泡动态测量的新方法——“晃动法”(Rocking technique)。它是在传输法^[2]的基础上发展起来的。它和传输法不同的是:(1)在驱动回路中通以正负驱动脉冲,使磁泡在梯度偏场作用下来回晃动而产生

两个稳定的磁泡象。(2)代替补偿回路的是一个方框位阱回路,其中通以“位阱直流”,形成软位阱,使磁泡圈在其中并和框外的磁泡或条状畴隔离。(3)考虑到磁泡在传输运动中的速度分散和角度分散,为保证磁泡每次晃动都有一定的起始点,防止磁泡被逐步推到梯度场非线性

* 1979年1月25日收到。

1) 中国科学技术大学技术物理系1978年毕业生。