# 煤田小口径钻进技术讲座

#### 小口径钻进技术学习班

### 前 言

小口径钻进是提高钻探效率、革新钻探装备技术的关键措施之一。在无产阶级文化大革命的推动下,我国煤田钻探职工发扬"独立自主"、"自力更生"的革命精神,大搞群众运动,陆续在各地试验应用77毫米口径钻进,同时研制人造金刚石钻头,取得了良好效果。近年来,由于试制出可以破碎硬度较高的岩石的针状合金钻头和人造金刚石钻头,采用了延长管材寿命的热处理技术,制定出合适的管材配套标准,设计制造了小口径专用打捞工具,试验成功适合许多地区煤田钻探要求的多种化学泥浆与堵漏方法,试制出小口径测井仪器,推广了少量煤样烟煤胶质层指数测定方法等等,从而使煤田小口径钻探在较大范围内试验推广,钻探效率提高显著。去年全国试验推广小口径钻进的有十八个省、市、自治区,共计121台钻机,平均钻月效率比一般大口径提高百分之三十左右。河北一队普及小口径钻探后,钻月效率由1973年的466米迅速提高到1975年的794米。目前煤田地质勘探系统已有四个队(河北一队、黑龙江204队、辽宁155队、江苏四队)基本采用了小口径钻探。

生产实践证明,煤田小口径钻探除了能较大幅度提高效率外,还具有如下优点:

- 1.由于减少了破碎岩石面积,为采用金刚石钻进创造了条件,还有利于甩掉落后的钢粒钻进,提高硬岩钻进效率和回次进尺,保证钻孔质量和安全作业。对于深孔硬岩钻进更具有重要意义。
- 2.能减少动力、材料消耗,降低钻探成本。据统计,仅钢材一项就可节约四分之一至三分之一。
- 3.能充分发挥现有设备潜力。采用现有千米钻机钻进78毫米 钻孔可 钻进 1200米 以上, 1500米钻机已经钻至1600米深度, 仍可继续钻进。

4.减轻钻探工人的劳动强度,有利于革新钻探装备技术,实现钻探设备轻便化,升降钻 具自动化。

为普及这一先进钻探技术,根据煤田地质勘探发展的需要,我们在各队试验总结经验的基础上编写了"煤田小口径钻进技术讲座"。本讲座分五讲:一、钻探用金刚石及其性能;二、金刚石钻头及扩孔器制造工艺;三、金刚石钻进工艺;四、硬质合金钻进;五、小口径钻进用设备及管材、工具。

必须指出的是,煤田小口径钻进是一项新技术,虽然通过广大煤田钻探职工的努力,取得了上述成就,有一套比较成熟的经验,但还不够完善。目前主要从事下列试验研究工作,有些已开始获得成效: 1.研制适合煤田钻探特点(例如岩石研磨性强、孔深、岩层软硬互层、复杂地层多见等特点)的人造金刚石与硬质合金钻头, 2.努力解决一些复杂地层的钻进工艺与方法问题, 3.改造旧设备、试制新型全液压设备,使之适合高速小口径钻进, 4.研制绳索取芯工具与方法等。因此我们还力图在本讲座中讨论这些正在研究的问题,反映已经取得的成就,供大家进一步研究试验,通过大家不懈的努力,攀登煤田钻探新的高峰。

# 第一讲 金刚石

### 一、金刚石的性质

金刚石由碳元素组成,是碳在高温高压下的结晶体。其晶体中常含有少量的(0.001-4.8%)其它元素,如硅、镁、铝、钙以及钛和铁等。这些元素在金刚石燃烧后作为同晶杂质残留在灰分中。石墨是金刚石晶体中常见的矿物包裹体,其它还有橄榄石、镁铝榴石、顽火辉石、钛铁矿、赤铁矿、磁铁矿等矿物。

金刚石属于等轴晶系的矿物,在单位晶胞中,碳原子位于四面体的角顶及中心(图1)。碳原子具有高度的对称性。每一个碳原子周围均有四个碳原子排列在四面体的角锥顶端,而四面体的每一角顶均为相邻的四个四面体所共有。碳原子与碳原子间以共价键相连接,配位数为4,键间夹角109°28′。每个碳原子与相邻的四个碳原子距离相等,间距为1.54Å。

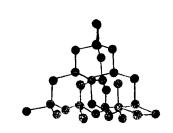


图 1、金刚石晶体构造

#### (一)金刚石的晶体形态

天然金刚石的晶体形态很多,常见的晶体是八面体和菱形十二面体,其次是立方体。最常见的是按双晶石律形成的双晶,也有插生双晶,除了平面晶体外,还有浑圆状晶体,如凸八面体、凸十二面体、凸立方体以及这些单晶构成的聚晶或双晶。

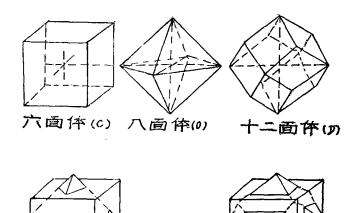
金刚石的晶体重量大的可达几千克拉\*,小的仅为千分之几克拉,最常见的晶体重量为 0.2~0.4克拉,大于1克拉的金刚石晶体比较少见。1905年在南非发现的100×65×50毫米的金刚石,是目前已知世界上最大的金刚石,为一个大六面体的晶体碎块。

金刚石的晶体结构决定了它的物理化学性质。

#### (二)金刚石的力学性质

1.硬度和耐磨性:由于金刚石特殊的晶体结构,使其具有极高的硬度和耐磨性,是目前

<sup>\*</sup>金刚石的重量常用克拉计标,1克拉等于0.2克,5000克拉等于1公斤。



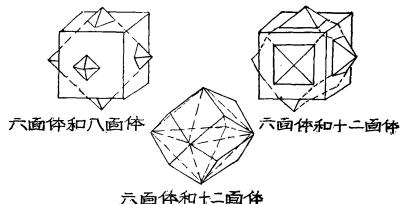


图 2、金刚石的几种基本晶体形态

所知自然界中最硬的物质。在汉语中金刚两字是表示坚强的意思,希腊语则有"不可克制"之意,金刚石的莫氏硬度为10,显微硬度为10060。

金刚石的绝对硬度为刚玉的150倍,为石英的1000倍。

金刚石的摩擦系数很低,在空气中与金属的摩擦系数低于0.1,所以具有极高的抗磨损性能,它是刚玉的90倍。

2.解理、断口和脆性:金刚石具有平行八面体的中等解理或完全解理,平行十二面体的不完全解理。断口为贝壳状或参差状。

金刚石虽然硬度很高,但具脆性,在不大的冲击力作用下会使晶体沿解理面裂开。含有 包裹体和已经破碎的金刚石碎块,耐冲击力更小。金刚石的任何破损,都会大大降低金刚石的使用价值。因此,必须十分注意防止对金刚石晶体的冲击,以保持晶体完整。

3.比重: 质纯、结晶完好的金刚石比重为3.52,由于金刚石晶体中杂质、包裹体裂隙的 影响,可介于3.47~3.56之间。含石墨包裹体多者比重小。颜色不同对比重也有影响。

#### (三)金刚石的光学性质

1.颜色: 纯净的金刚石无色透明,比较少见。最常见的是黄色、浅黄色、绿色、 浅绿106

- 色、棕色、浅棕色。其次是橙色、黑色等。红色、蓝色、玫瑰色、紫色的金刚石比较少见。
- 2.光泽: 金刚石的光泽按其强弱分为强金刚光泽、金刚光泽和弱金刚光泽三种,也有少量金刚石呈油脂光泽或金属光泽。
- 3.透明度:透明度是衡量金刚石质量的重要指标之一,纯净的金刚石透明如水,随所含微迹元素不同,金刚石的透明度分为透明、半透明和不透明三种。
- 4.发光性,在射线照射下大部分金刚石晶体能发出天蓝色的超紫外线光,也有发黄色光或不发光的。经过曝晒的金刚石在暗室里可以发出淡青色的磷光。
- 5.异常干涉色:金刚石为等轴晶系矿物,在正交偏光下的干涉色应为黑色。但实际上很多金刚石的干涉色呈灰色、黄色、粉红色、褐色,少数则具有紫红色条纹。更特殊的是金刚石的干涉色几乎不随厚度的变化而变化,旋转载物台时,其明暗程度也不发生变化。因而观测金刚石异常干涉色时,可以拿金刚石的晶体直接置于偏光镜下观测,不须加工 成 矿 物 薄片。异常干涉色为紫红色的金刚石硬而脆,易于损坏,内应力大,不能用于重要位置。它的多寡与产地有关,一般为 5 %~30%。这种现象与金刚石晶体的缺陷或渗入的微 迹 元 素 有 关。
- 6. 萤光: 金刚石在阴极射线、紫外线、X射线的照射下,常发出蓝、黄、绿等鲜艳的萤光。据介绍,紫外线照射时不发光的金刚石比发光的金刚石耐磨性强,但在动载作用下,不发光的金刚石强度最小。

#### (四)金刚石的电磁热性质

- 1.电性:金刚石是电的不良导体。 $15^{\circ}$ C时的介电常数为 $16\sim16.5$ ,导电度为 $0.211\times10^{-14}\sim0.309\times10^{-13}$ 欧姆<sup>-1</sup>厘米<sup>-1</sup>。随温度的增高,金刚石的导电度有所增加。有些金刚石具有热电性和光电性,是半导体的优良材料,所有金刚石都具有摩电性。
- 2.磁性:金刚石是非磁性矿物。但某些金刚石晶体由于含有磁性包裹体,如磁铁矿、钛铁矿等,而具有磁性。合成金刚石时,用镍、铬、铁作触媒,由于带入镍、铁离子有时则有很强的电磁性。通常无磁性的金刚石颜色较浅,强度较高。
- 3.导热性,金刚石晶体的导热性不等,一般为0.33卡/厘米·秒·度。 II a型金刚石导热性能特别良好,在7°C左右时达到最高值,并随着温度的升高急剧下降,室温时,为铜的5倍,200°C时,为铜的3倍。
  - 4.比热, 金刚石的比热随着温度的变化而变化(表1)。

比热(卡/克度)	0.0635	0.0955	0.1128	0,2218	0.3206	0.4408	0.4489	0.4589
温 度 (°C)	-505	-106	107	140	247	606.7	806.5	985

5.热膨胀性: 金刚石在低温时, 热膨胀系数极小。随温度的升高, 膨胀系数 迅 速 增 加 (表 2 )。

不同温度时金刚石的热膨胀性

表 2

温 度 °C	-38.8	0	30 ′	50
线膨胀系数	20	5.6×10 <sup>-7</sup>	9.97×10 <sup>-7</sup>	12.86×10 <sup>-7</sup>

6.耐热性:金刚石在空气中加热到300°C时开始氧化,燃点为850~1000°C,燃烧后形成二氧化碳C+O₂=CO₂↑。在纯氧密封容器中,720~800°C时即燃烧。在空气中,温度达500°C时,几个微米的金刚石即开始损失,随着温度增高损失量越来越大,晶体颜色也发生变化。900°C时,大颗粒金刚石表面开始疏松,950°C时开始碎裂,1000~1100°C即燃烧,产生蓝色火焰。在绝氧的情况下加热,金刚石晶体在800°C以下保持光亮的色调,2000~3000°C温度下,转化为石墨。

#### (五)金刚石的表面性质

金刚石是碳的结晶体,为非极性矿物,其表面特别是新鲜的表面,具有很高的亲油疏水性,湿润接触角为80~120°。

自然界中的金刚石表面往往被污染,有的被覆盖上一层很薄的硅酸盐薄膜或金刚石与其 他矿物的结合物。有的表面吸附了氧或其他离子,这些都降低了金刚石的亲油疏水性能。微 迹元素的侵入及金刚石晶体中存在的包裹体对金刚石表面的亲油疏水性能也有影响。

#### (六)金刚石的化学性质

金刚石耐酸耐碱,具有很好的化学稳定性。高温下金刚石不与浓的氢氟酸、盐酸、硝酸发生反应,只有在碳酸钠、硝酸钠、硝酸钾的熔融体中,或与重铬酸钾和硫酸的混合物一起煮沸时,金刚石的表面才稍氧化。

#### (七)金刚石、磨料、工具材料的主要物理力学性质

见表3

		·	<del></del>	,	<del></del>		<del>,</del>		,
性 质	金刚石	碳化	碳 化 硅	氧化铝	碳化钛	碳化	硬质	合 金	高 速 淬火钢
	4	硼		1 铝	钛	钨	YT15	YG <sub>8</sub>	P <sub>1</sub> 8
化学成分	С	B <sub>4</sub> C	SiC	A12O3	TiC	wc		_	_
密度 (ρ)	3.48~ 3.56	2.48~ 2.52	3.12~ 3.20	2.00~ 2.10	4.93	15.60	11.00~ 11.70	14.40~ 14.48	8.5~8.7
显 微 硬 度 H (公斤/毫米²)	10060	3700~ 4300	3000~ 3300	2000~ 2400	3200	1730	2800~ 3000	1550~ 1690	1300~ 1400
弹 性 系 数 E (公斤/亳米2)	90000	29600	36500		32200	72000	52000	54000	22000
抗 压 强 <b>度</b> (公斤/毫米 <sup>2</sup> )	200	180	150	76	385	300	390	400~500	360
0°C时的导热系数λ (卡/厘米·秒·度)	0.350	0.025	0.037	0.047	0.058	0.070	0.065	0.140	0.056
比 热 C (卡/克·度)	0.12	_	0.14	0.18	_	_	0.05	0.04	0.09
温度线膨胀系数α (10 <sup>-6</sup> ×1/°C)	0.9~ 1.45	4.5	6.5	7.5	7.42	5.2~7.3	6	5	71
抗 弯 强 度 (公斤/毫米 <sup>2</sup> )	21~49	21~28	5 <b>~</b> 15	8 ~ 9	6 <b>0~</b> 66	<b>52~5</b> 6	115	160	370

### 二、金刚石的分类

金刚石是一种具有广泛工业用途的矿产资源,分天然和人造的两类。

可根据以下条件来判断天然金刚石晶体的工业质量和确定金刚石的工业级别:

- 1. 晶体的形状和完整程度;
- 2. 晶体颗粒的大小,
- 3. 晶体颗粒的透明度;
- 4. 晶体颗粒的颜色和色调;
- 5. 晶体颗粒中包裹体的情况(种类,颜色,数量和部位)
- 6. 晶体颗粒中的裂隙情况(多少,大小,部位);
- 7.其他性质。

天然金刚石按其工业用途可分为六类(表4)。

地质钻探用金刚石按照产地可分为:

1. "包尔兹"(Bortz): 颜色变化很大,从透明到不透明、灰色到黑色的都有。凡结构异于"黑色金刚石"和"巴拉斯"又不适宜于宝石级金刚石的则属于此类。多呈不规则

或放射状结构,具有高的硬度,多克取边缘,价格较低,目前绝大部分钻头都采用此类金刚石。

- 2. "刚果"(Congo):亦称"刚果包尔兹",颜色有白灰、黄、绿等,细晶结构,硬度略低于"包尔兹",系一种较低品级之金刚石,大多呈碎粒状,可作孕镶钻头,精选"刚果",亦可作表镶钻头,用于软的至中硬的岩层钻进。
- 3. "黑色金刚石"(Carbonado): 产于巴西。颜色有黑色、钢灰、灰绿、灰 褐、暗红等,树脂光泽,天然形状为圆粒状呈细晶多孔结构,无解理面。硬度、强度、韧性和耐磨性超过所有天然金刚石。比重3.2~3.4。由于稀少昂贵,目前很少用于钻探,而 为 "包尔兹"所取代。
- 4. "巴拉斯"(Ballas):产于巴西及非洲,颜色由透明到暗褐色,多呈柱状结晶或接近于圆球形,其外壳呈细晶结构,比中心部分具有更大的硬度和强度。比重3.52。此类金刚石具有很高的工业用途,已很少用于钻探。
- 5. "雅库特"(Якут): 产于苏联亚库特,也称"包尔兹",结晶很近似"刚果"金刚石。

上述各类在钻探方面的应用的金刚石的性质等见表 4。

表4

金刚石种类	颜	色	每克拉金刚石 允许载荷(公斤)	在钻部	5头_	上的位	Φ46毫米钻头钻 级 岩 石 大 约 (克拉/米	消耗量
黑色金刚石			] [ ]					
具有天然珐琅质外壳	暗色、褐色、	,灰绿色	60~100	底	唇	部	0.005~C.0	)5
焦炭状的	灰色、绿、	黑色、无光泽	5 <b>0~</b> 80				0.04~0.7	5
多棱角的	断面星暗灰		50~80	底	唇	部	0.05~0.1	15
"巴拉斯"	无色或 黄	· Na	40~80	侧	唇	部	0.05~0.2	23
"包尔兹"	黄色、褐色、	浑或暗色,	25~60	底、	侧唇	部	0.06~0.5	55
"刚果"	浑 与 暗	色	25~50	孕镶针	占头底	唇部	0.08~0.8	0

## 三、钻探用金刚石的品级和粒度

#### (一)钻探用金刚石品级

可以从晶形、裂隙程度、表面光滑程度、粒度、产地、含杂质情况及椭圆化处理等方面进行划分。

椭圆化处理是用 1 一 4 个大气压的压缩空气在密封罐中吹动金刚石,使其互 相 冲 击 磨 蚀。也有像钢珠似的滚磨。圆化处理是在水、油液中并加有碎金刚石或其他磨料湿式磨蚀。在圆化或椭圆化处理过程中,消耗金刚石 2 ~20%。

美国矿业局钻探用金刚石品级

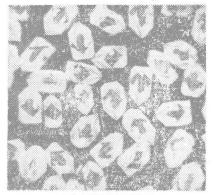
表 5

金刚石品级符号	金刚石的特征及用途	粒度为10~25粒/克拉 时每克拉价格。 (美元)
"等外"	"包尔兹"碎粒或碎片,连晶,细小完整颗粒及其它,适用于制造孕镶式钻头。	
«C"	高质量"刚果"金刚石,还包括低级"包尔兹",淡黄至暗灰色,晶粒形状较完整,钻进软至中硬岩层时多采用细粒"C"级金刚石。	
"A"	优质棱角状"包尔兹",八面体完整晶体达90~95%,可以有碎块或不规则晶粒,每个晶粒应不少于四个良好刃尖,由光亮透明到暗淡无光泽,可以略有斑点及包裹体。适于中硬岩层钻进,一般条件下均用之。	5.5~7.0
"AA"	经挑选的西非南非"包尔兹",晶粒规则完整,较浑圆,八面体含量达80~85%,十二面体含量达15~20%,每个晶粒至少有4~6个良好刃尖,颜色不一,无裂纹及包裹体。适用于钻进坚硬的或很硬的岩层,最经济。	8.9~9.0
"AAA"	高级"包尔兹",浑圆,光亮,较纯,无斑 点及 包 裹体,无裂纹,颜色不一。 十二面体含量达 35~90%,八面体含量达65~10%。用于钻进特坚硬的 岩 层 效 果最佳。	11.0~11.2

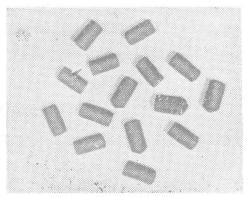
由于天然金刚石的产量较少,满足不了世界上日益增长的需要,各国都大力开展人造金刚石的研究。本世纪五十年代中期,一些国家研制成功,并以工业规模投产。六十年代初,我国试制成功了人造金刚石,并于1969年制造人造金刚石钻头。

用于钻探的人造金刚石应当具有晶形完整、耐磨、抗压、强度高的特点。当前在钻探中

#### 使用的人造金刚石为磨料级金刚石、聚晶金刚石和人造金刚石孕镶块)见图3)



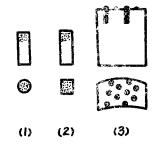
( 1 ) 磨料级金刚石



(1)聚晶金刚石

采用静压法和爆炸法人工合成的金刚石,大部分为磨料级,目前已可生产直径3-5毫米左右的单晶,强度达到30,000公斤/厘米<sup>2</sup>以上。使用金刚石微粉和粘结剂(金属或硬磨料),可以进一步合成具有一定形状的金刚石聚晶烧结体,其形状和大小可根据要求制造。

煤田钻探中,选用磨料级金刚石或聚晶制作钻 头和扩孔器时,要符合以下要求(表6)。



(11) 人造金刚石學線块

图 3、金刚石钻头常用的几种人造金刚石

表 6

磨 料 级 金 刚 石	聚 晶 烧 结 体
1. 粒度46~100(即直径0.4~0.125毫米), 2. 完整晶体率: 20-30 %; 3. 色泽: 黄色、黄绿色, 4. 强度: >15000公斤/厘米 <sup>2</sup>	1. 磨削比*: 大于 15000; 2. 热稳定性: >1000°C; 3. 烧结体表面光滑。

<sup>\*</sup>聚晶烧结体损耗量为1克时,绿色碳化硅( $TL_1$ )80#中硬( $ZY_1$ )砂轮的相对损耗量。

根据需要制成的人造金刚石孕镶块,目前正在试用于油田或地质钻探刮刀式钻头翼片补强。

磨料级和聚晶人造金刚石的分级(见表7)。

	鷹 造	JR <sub>1</sub> 型	46#~120#	80#,强度不小于7吨/厘米3	10元/克拉 8 元/克拉
磨料级	金	JR、型	W 40∼W 7	_	10元/克拉 12元/克拉
入	级 刚 -	JR3 型 (钻头用)	46#~80# 100#~120#	80#, 强度不小于12吨/厘米3	20元/克拉 15元/克拉
		Ф1.5; Ф2×4	金刚石含量:	Φ1.8×4 0.175克拉	4元/粒
聚	金*	Φ2.5× 5	"	Φ2.5×5 0.375克拉	7 元/粒
晶 人	刚	Ф3.5; Ф4×5	"	Φ3.5×5 0.750克拉	17元/粒
造	石	Ф3.7; Ф4.5×6			20元/粒
		Ф 6 × 6	金刚石含量:	Φ 6 × 6 2.55克拉	32元/粒

<sup>\*</sup>聚晶有加粘结剂和不加粘结剂的两种。

#### (二)钻探用金刚石粒度

可根据钻进岩层的硬度, 研磨性和完整性以及钻头的类型、直径, 合理选择金刚石的粒度, 同时要考虑金刚石的消耗, 回收和单位成本及钻进效率。

表镶钻头采用的粒度范围是10~100粒/克拉,最常用的是25~50粒/克拉,孕镶钻头采用粒度为100~400粒/克拉。

扩孔器用金刚石粒度大于钻头,表镶钻头常用的粒度范围是15~30粒/克拉,孕镶扩孔器可采用孕镶钻头的粒度。

人造金刚石孕镶钻头采用的粒度为60\*、80\*和100\*。小于150\*的金刚石微粉多用来制作 金刚石聚晶烧结体。

### 四、金刚石的合成

人造金刚石一般是在高温高压条件下,通过触媒的作用,由石墨转化而成。自从了解到金刚石与石墨是碳的同素异构体之后,人们就试图用人工方法制造金刚石。1940年左右,经过十几年的研究,1953年和1954年由瑞典、美国试制成功,本世纪50年代末、60年代初,建立、发展了人造金刚石工业。1960年,人造金刚石的世界产量约为200万克拉,1969年为4000万克拉。十年中增长了20倍,每年平均增长率为40%。同一时期天然金刚石由2730万克拉增加为4400万克拉,每年平均增长率为5%。

我国在伟大领袖毛主席"独立自主、自力更生"的方针指引下,自1961年起,仅用了两年半的时间,就试制成功了人造金刚石。在研制高强度、大颗粒金刚石及聚晶金刚石方面也

开展了大量工作。采用国产人造金刚石制作的油田、地质钻头取得了良好的效果,为我国的 社会主义建设作出了贡献。

#### (一)石墨转变为金刚石的机理

- 1.金刚石的晶体结构: 天然和人造金刚石一般都是立方晶系金刚石, 也存在有六方晶系金刚石。在结晶格子中,每个碳原子与相邻的四个碳原子以共价键联接,形成金刚石结构。 共价键是饱和键,具有很强的方向性,因而使得金刚石具有很大的硬度。(图4)金刚石的 共价键键长1.54 Å。
- 2. 石墨的晶体结构: 石墨是由许多无限层状分子平行堆积起来的,而层状分子是由碳原子构成的,具有正六方形的 网 状结构(图5)。石墨每层中的C一C键是共价键叠加金属键,键长1.42Å。比金刚石的C一C键(共价键)更短,每层中的 碳原子比金刚石结合得还强。因而石墨具有高的熔点,常常被作为发热体材料。



图 4、立方 亚刚石的晶体结构

但是,石墨的层与层之间的结合力不强,可以滑移,层与层的距离为3.35A,这是石墨可以作为铅笔芯书写和作为滑润剂的原因。

#### 3. 石墨向金刚石的转化:

人造金刚石的合成机理有不同学说,如溶剂说、催化说及固 相转化说等。

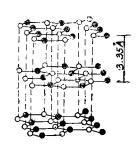


图 5、石墨晶体结构

石墨之所以能在一定条件下转变为金刚石,根本的原因在于石墨内部的矛盾性。在高压下,各石墨层沿垂直于石墨层的方向相互接近,即层间距3.35Å被压缩。在高温下,碳原子的振动加剧,由于层间碳原子错开半个格子,当层间相邻原子的振动方向相反时,就使得层与层间相应的原子有规律地上下靠近,并相互吸引而缩短距离。六边形的石墨晶体格产生有规律的扭曲,在扭曲的六边形格子上只剩下共价键联键,形成金属键的自由电子,转移到垂直方向上去形成共价键,联接上下靠近的一对原子。每个碳原子都以共价键与相邻的四个碳原子联接形成金刚石。(图6)

石墨层间距的缩短和原子的垂直位移以及金刚石的形成,主要依靠内部原子间的相互作用力,加压加温可以使石墨层间距缩小到一定程度,促进了各层间相对应的原子相互吸引,形成垂直的共价键。原子之间的相互作用力是变化的内因,温度压力则是促成转化的外界系

件。

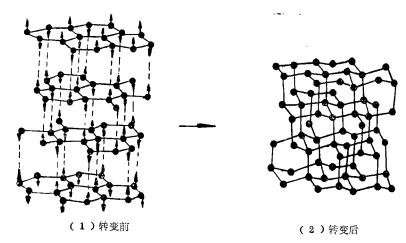


图 6 石墨转变为金刚石前后的晶体结构

石墨直接转化为金刚石所需的压力和温度约为12万5千大气压,2700℃。

在高温低压时,也可以向反的方向转化,当温度达到2700°C时,金刚石垂直方 向 的 共价键断裂,即金刚石结构还原为石墨结构,这就是金刚石的石墨化。在一定条件下,石墨结构与金刚石结构是可以互相转化的。

在熔融的金属触媒帮助下,可以降低合成金刚石的压力和温度(5-10万大气压、1000~2000°C),促使石墨向金刚石转化。

4. 碳相图:根据试验和计算、外推,得到了碳的经验相图。图 7 中横座标是温度,用绝对温度表示:纵座标为压力,千巴是压力单位之一,1 千巴等于987大气压。图中:

I 区: 石墨稳定区,金刚石形成以后,也可以在这个区域所表示的压力温度条件下存在,但不如石墨稳定。

I区: 金刚石稳定区、石墨亚稳定区;

■区: 是触媒反应区。石墨在这个区域所表示的压力温度下,经过触媒作用,可转变成金刚石:

Ⅳ区: 石墨稳定区;

V 区、金刚石稳定区;

Ⅵ区:碳的固 II 相,比金刚石更致密<sup>15-20</sup>%是金属性质,其熔融温度随压力增加 而 增大,如图 7 所示。△表示石墨转化为金刚石反应开始的压力和温度,圆圈表示在给定压力值下达到的最高温度,▽表示金刚石迅速实现石墨化的条件,方块表示石墨开始熔融。直立三

角形群十分明显地确定了起始线或带,这时石墨很快转化为金刚石。

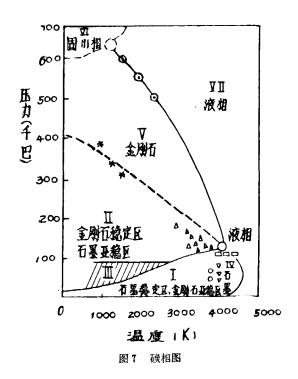


图 例: ○一无反应, △一在千分之几秒内 石墨转变为金刚石, ▽一在千分之几秒内金刚石 转变为石墨, •一在万万分之几秒内石墨转变为 金刚石, ⑥一在百万分之几秒内金刚石转变为液 相或碳的第 **1**相。

I - 石墨稳定区和金刚石亚稳区;

Ⅱ一金刚石稳定区和石墨亚稳区,

■一触媒反应区;

▼一石墨稳定区;

Ⅴ-金刚石稳定区;

₩一碳的第11相区:

口一瞬间熔解;

₩-碳的液相;

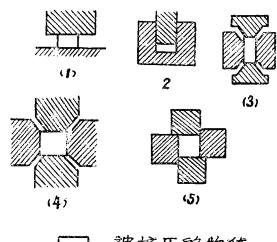
#### (二)金刚石的合成方法

合成金刚石的方法主要有:

#### 1.静压法:

(1)静压触媒法:石墨在触媒的作用下,必须在能创造5~10万大气压的压力和1,000~2,000°C的高温的装置中,才能转化为金刚石。静压触媒法就是利用液压机加压产生高压,以交流或直流电通过石墨试样加热产生高温,并用金属或合金作为触媒的方法。

按照加压方式不同分为两面顶、四面顶、六面顶、单相加荷六面顶等。图 8 为挤压物体的几种方式,其中(3)有两个可动的顶锤和一个圆筒形的抗压室,(4)和



# 

图 8 挤压物体的几种方式

(5)则是用六个顶锤(前后两顶锤未画出),从上下、左右、前后同时挤压物体,我国的金刚石生产中,一般使用六面顶装置(图9)和年轮式两面顶装置,四面顶装置用的较少。

环带式两面顶高压合成设备分200吨级及500~1000吨级两种。DS—023型六面顶高压合成设备,压机由六组超高压工作缸组成,每个工作缸能生产600吨压力,总压力 3600 吨(另有21,000及30,000吨两种)。单压源六面顶高压设备(WY—1000型1000 吨级油压机)。6×3000吨圆筒型超高压设备,设计能力为单头3000吨,总压力可达18000吨。杠杆式四面顶高压装置,分200、400、1000吨三种吨位。

在压机合成金刚石前,要将碳素、触媒材料片等按照规定工艺在叶蜡石柱的圆孔内进行装配。装配方式见图10。

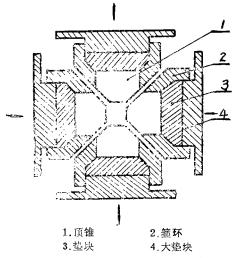
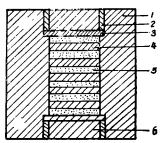


图 9 三相加荷的六面顶装置结构(前后相未表示)



- 1. 叶蜡石立方块: 28×28毫米
- 2.钢圈: φ12×1 无缝钢管 h=6毫米
- 3.导电片: Ni<sub>7</sub>-C<sub>r15</sub>-Fe, φ12×1毫米 (或其他材料)
- 4.触媒片: φ10~11×1毫米
- 5. 石墨层: 610~11×1.5~2.0毫米
- 6.叶蜡石垫片: ф10×6毫米

图10 合成试块装配图

静压触媒法即是传统的高温高压合成法,迄今已有十六、七年的历史,正继续发展和完善中。国内外除致力于高压设备的研究外,还进行加热方式及碳素和金属触媒的研究。

- (2)静压直接转变法:不用触媒,使石墨直接变成金刚石所需要的压力和温度要更高一些。1962年国外有人在改进了的两面顶高压装置中,在1254巴(约12万5千大气压)、2700°C的瞬时高温高压下,使石墨转变成了金刚石,得到的是微粒粉末的集合体,颜色从无色透明经灰色到黑色都有。
- (3)用晶种的触媒法:这种方法与水热法生长水晶的情况有些相似,即以金刚石粉为碳源,溶解于熔融触媒金属铁镍等中,借助反应室中适当温度梯度,使溶解在触媒金属中的碳输送到高压反应室中温度较低处的金刚石晶种上,以晶层的形式沉积于晶种上而长大。美

国通用电气公司不久前报道他们已用这种方法,在大约六万大气压及1500°C的温度下,用几天的时间生长出1克拉左右(粒度接近6毫米)的宝石级优质人造金刚石,与天然金刚石很接近。

这种方法存在的问题是生长速度慢,一个3毫米直径的晶体约需55小时,5毫米直径的晶体则需167小时,制得的金刚石成本很高,目前无工业生产价值。

#### 2. 动力法:

利用爆炸、强放电及高速运动的物体的冲撞等方法产生激波(或称冲击波、骇波),激 波在介质中以很高的速度传播,在激波阵面后边带有很高的压强和较高的温度,使得受到激 波作用的物质获得瞬间的高温高压。

(1)爆炸法:利用硝氨甘油和黑索金等炸药引爆后产生强的冲击波作用于石墨,产生高温高压,在几微秒的瞬间内可得到几十万大气压,使石墨直接转变成金刚石。近年来,在国内外这种方法一直在研究发展中,并已投入生产。

爆炸法使用的材料有石墨板、石墨与金属粉的混合物、球墨铸铁、普通生铁等。我国生产人造金刚石的装置按形状分有"圆筒打"、"四面打"、"单飞片"及"紧贴式"等,如图11所示。

这种方法得到的金刚石是比较小的微粒粉末,平均粒度不到10微米,最大粒度约40微米,杂质含量高达20%,适宜于制作研磨膏,也可作为聚晶金刚石的原料。

爆炸法的最大优点是投资少,单次产量高,目前已知单次产量可达500克拉 左 右,在最佳情况下相当于每公斤炸药能生产60克拉金刚石。爆炸法简便、经济。开矿、其他大型爆破甚至地下核试验所产生的强激波,都可以用于合成人造金刚石及其他人造矿物。

(2)液中放电法:液中放电法是根据电水锤作用的原理而发展起来的。这个方法是将含有触媒金属的石墨电极及空心圆筒石墨(或金属)作为两电极,浸在低蒸发热的液体电解质(例如 C C14)中,空心电极与石墨电极同轴。当电极与一万微法的电容,在二千伏下放电的蓄电池相联时,便产生火花放电。这时,在两电极之间的液体中便产生了冲击波,在冲击波的作用下,电极间的液体变成能使石墨转变成金刚石的高温高压区,在放电过程中,从石墨电极溶解下来的石墨微粒或预先渗入液体的石墨微粒,就在这种高温高压下转变为金刚石。

用这种方法制成的金刚石, 粒度可达0.5毫米, 但从当前情况看, 产量还不高。它与其他合成金刚石的方法比较, 其特点是: 一是设备费用和维持费用较低, 能降低产品成本, 二

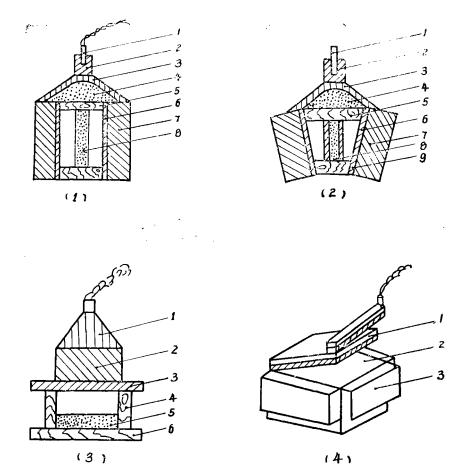


图11 爆炸法生产人造金刚石装置

- (1), "圆筒打"装置:
  - 1. 雷管 2. 导爆头 3. 碗形炸药 4. 填充物 5. 圆形木板 6. 金属管 7. 主药包 8. 石墨柱
- (2). "四面打"装置:

1~4,6,7,同(1) 5.木板支架 8.石墨块 9.紫铜板

- (3)"单飞片"装置:
  - 1.平面激波发生器(鼠夹式或透镜式) 2.主炸药包 3.金属板 4.木支架 5.石墨 6.托板
- (4) "紧贴式"装置:
  - 1.平面激波发生器 2.主炸药包 3.石墨块

#### 是能够连续运转, 便于自动化连续生产。

生成金刚石的方法,属于动力法的还有直接转变成六方金刚石的方法。

- 3.在亚稳定区域内生长金刚石的方法:
- (1)气相法;(2)液相外延生长法;(3)气液固相外延生长法;(4)常压高温合成法。

静压法与动力法各有特点,现在做个简单的比较:

1,动力法产生的压强比静态的高,前者一般可达几百万甚至上千万大气压,而静压法由

于受到高压容器和其它机械装置的材质及一些条件的限制,一般只能达到几十万大气压,较高的可达四、五十万大气压,不久前,有的国家宣称可获得二百万大气压的静态高压。

- 2.动态高压存在的时间远比静态的短得多,一般只有几微秒(一微秒是百万分之一秒), 而静态高压则可以人工控制,目前可达几十到上百个小时。
- 3.动态高压是压力和温度同时存在并同时作用到物质上,而静态高压的压力和温度是独 立的,由两个系统分别控制的。
- 4.动态高压法一般不需要昂贵的硬质合金及复杂的机械装置,对于生产人造 金 刚 石 来 说,动态法要比静态法方便和经济,但粒度很细。
  - 5. 动态高压法测量压强较精确,超过十万大气压时,误差小于3%。
  - 以上各种方法中,已被工业上采用的主要是静压触媒法,其次是爆炸法。

#### (三)大颗粒人造金刚石的合成

合成金刚石投入工业生产已有十多年的历史,但离完全代替天然金刚石还有相当距离。 天然金刚石最大的重达3106克拉,而工业生产的人造金刚石粒度一般在 0.6 毫米以内,重在 0.1 克 拉以下。因此,国内外除了进行合成金刚石的工业生产外,还十分注意大颗粒人造金 刚石的研制。大颗粒金刚石分单晶和聚晶两种。

1.单晶大颗粒金刚石的研究:在大颗粒合成金刚石单晶的研制方面,美国已用晶种法在高温高压下用几天时间长出1克拉左右(粒度接近6毫米)的优质金刚石。日本在1969年也自称获得了宝石级质量的单晶体,是在20万大气压和4000°C温度条件下使金刚石经过熔融状态然后冷凝成块状单晶。其他如南非在1962年也报导过在实验室条件下制成2毫米的钻头级金刚石晶体等。

我国近年来在大颗粒合成金刚石单晶的研制方面,已取得了很大进展。能制成3毫米左右的金刚石。

以上这些工作还处于研究阶段,由于生长速度慢,成本高,工业生产尚成问题。

2.聚晶大颗粒金刚石的研究:研究聚晶比单晶开始得晚,但进展比单晶快。所谓聚晶就是由许多十分细小的金刚石微粒(直径大约在1微米至100微米之间)聚合而成的较大颗粒的多晶金刚石。结构紧密、强度高的金刚石聚晶,除了不透明这一缺点以外,其它方面的性能完全可以和单晶金刚石相比。据报道,目前国内外正在用金刚石聚晶制成各种金刚石工具,如钻头,修整笔及其他切削、磨削工具,大有用聚晶代替单晶的趋势。

自然界也存在着这种多晶金刚石。一种叫"卡邦纳多",一种叫"巴拉斯"。这类金刚 120 石都是墨色,形状接近于球形,没有单晶金刚石所固有的特征晶面。据说在某些特殊性能方面,比单晶金刚石还好。但自然界中这种金刚石十分稀少。因此,人们就十分注意合成这种金刚石。

金刚石聚晶的制备主要有两种方法:

(1)直接聚合法(一次聚合法):将一定比例的石墨和触媒合金片(或丝,或粉)放在高压腔内,在比一般磨料级金刚石所需压力(约5.5万大气压)为高的压力下(可高达10万大气压),通电加热,约经7秒至2分钟即可使石墨全部转化为粒度极细的金刚石多晶聚合物。在中温区,使用比较高的压力,则转化速度很快,很细的石墨晶粒都可以转化成细金刚石,从而相互联结成聚晶。直接聚合法就是利用这个原理来制备聚晶金刚石的。因此,合成聚晶时,使用的压力愈高愈好,最好能创造9一10万大气压这样高的压力条件。

中国科学院物理研究所在7.7万大气压1800°C左右合成多晶金刚石,合成样品装配如图 12所示,获得的多晶金刚石磨削比可达  $10^3 \sim 10^4$ 数量级。

(2)二次聚合法:这种方法是用金刚石微粉聚合而成聚晶。先将金刚石微粉进行化学或物理清洗,以除去妨碍金刚石微粒互相结合的有害杂质和吸附层,加入少量硼、钴之类的微粉粘结剂(也可不加),然后装入石墨或难熔金属作成的套管中。在6.5万大气压左右的压力和1600°C左右的高温下即可获得聚晶。提高压力则效果更好。

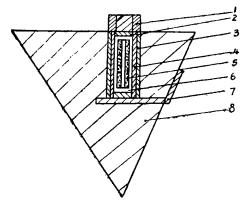


图12. 多晶金刚石合成样品装配图

1.导电环

2. 绝缘片 3. 加热管

4.绝缘管

5.钼 6.触媒和石墨

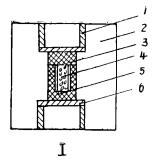
7. 导电片 8. 叶蜡石

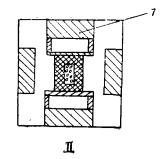
在金刚石粉中不加任何粘结剂,以金刚石"自动粘结"的方法制造聚晶金刚石,将全部保留金刚石原有特性。但是要想压缩得更为致密,就需要很高的温度和压力,达到生产设备所允许的最大限度,成本就相当高。

为了提高合成压力,使用了一级增压钢块和二级增压钢块,使高压腔压力由 6 万大气压 提高到 8 万大气压,且顶锤不易损坏,为研制高质量聚品创造了很好的条件。

聚晶金刚石合成件装备如图13所示

采用爆炸法也可使金刚石微粉烧结成较大颗粒的聚晶金刚石。其装置与合成样品如图14





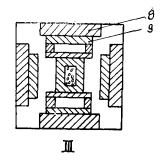
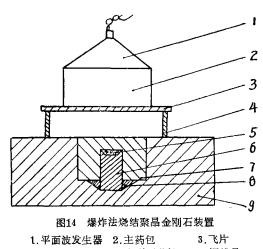


图13. 二次聚合法聚晶合成件组装 I.无增压块, II.一级增压, II.两级增压。

- 1.钢圈20#Φ12×6×1毫米
- 2.叶蜡石块28×28×28毫米
- 3.碳盖Φ6×4毫米光谱碳棒
- 4.镍管Φ2.5×6×0.15毫米
- 5. 金刚石单晶混合料120#~150#以细为佳
- 6. 导电片Φ12×1毫米镀锌铁片
- 7. 一级增压块Φ12×5毫米
- 8.二级增压块Φ16×8毫米
- 9. 一级增压块Φ12×2.5毫米 增压块800°C淬火, Rc=45~50

所示。爆炸法烧结的聚晶在抗压强度和磨削比等方面虽可满足要求,但由于抗冲击强度较差,晶形很不规则,因此烧结聚晶的制品加工比较困难,使用中容易碎裂。由于烧结温度较高。常发生石墨化现象,烧结聚晶的工艺有待进一步改进。

目前国内使用的主要为加粘结剂 在高温高压下二次聚合生成的聚晶。 郑州磨料、磨具、磨削研究所和湖南 煤田二队1972年起,在石炭纪中硬灰 岩夹少量坚硬燧石结核的地层中使用 聚晶金刚石钻头钻进,钻头平均寿命 10.68米,最高47.93米,平均时效 1.68米,较钢粒时效提高65%。使用 无压法制造的聚晶金刚石扩孔器,也 获得良好效果。



4.支架 7.钢模 5.金刚石微粉8.电焊焊接处

6.钢模具 9.铅块

# 五、人造金刚石的物理检验与测试

人造金刚石的质量对钻头的制造与使用有着直接影响。这是由于使用钻头主要是利用金刚石硬度高的特点,钻头制作时要经过高温焙烧,钻进过程中与岩石磨擦产生高热,因此,对金刚石的强度、硬度、耐磨性以及在高温下的化学稳定性受到特别的重视。

人造金刚石的物理检验与测试方法包括单颗粒抗压强度测定、磨料级人造金刚石的显微 镜观测、杂质元素的发射光谱分析、X射线分析、热稳定性测定和磨削比测定等。

这里主要介绍比较直观、简单的方法。

#### (一)单颗粒抗压强度的测定及计算方法

实践证明单颗粒抗压强度的大小可以作为衡量金刚石质量的重要标准, 抗压强度与时效和钻头寿命成函数关系。表8中的数字说明了这一问题。

不同抗压强度的人造金刚石的使用情况

表 8

<u> </u>	人造金	ὲ 刚 石	钻	头	岩	层	每个钻	总	时
编号	粒度	平均单颗 粒抗压强 度(公斤)	口 径 (毫米)	胎 硬 度 (RC)	名 称	级别	头金刚 石含量 (克拉)	进 尺 (米)	效 (米/小时)
1	80#	3.22	Ф56×8	40	and the state of	10	10	4.59	0.85
2	80#	2.00	Φ56×8	40	霏 细 岩	10	10.5	1.217	0.60
3	80#	3.07	Φ47×8	40	石灰岩及	6 9—10	15	13.41	1.40
4	80#	2.00	Ф47×8	40	部分矽化 灰 岩	6 9—10	<b>1</b> 5	4.36	0.71
5	100#	2.50	Ф56×8	40	Th/V +c 44	8—10	20	22.01	0.55
6	100#	1.25	Φ56×8	40	砂化灰岩	8—10	20	10.02	0.62

单颗粒抗压强度计如图15所示,将一颗磨料级金刚石放在上下两端皆为硬质合金的压头之间,通过砝码x在力点上施以垂直压力,增加砝码直至颗粒碎裂为止。破裂的单颗粒 抗 压强度为P(公斤/厘米²)。

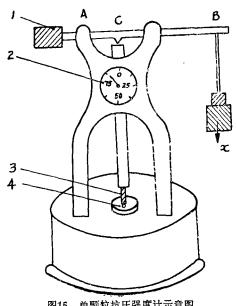
$$P = K \frac{X}{S}$$

式中, X一碎裂时的负荷(公斤);

S一碎裂时金刚石承受压应力的接触面积(厘米²);

测定承受压力的接触面积S的简便方法是用仪器所附的百分表量其 线 度 L, S $\cong$ L<sup>2</sup>。实际上, 金刚石的晶形可能不很规整,与压头接触上的面积如图16所示,可能是很小的(即实际上S<<L<sup>2</sup>)。取 S $\cong$ L<sup>2</sup> 便会使P的计算值比真值小得多。目前有关单位采取下述方法来解决这一问题: 假如我们只对颗粒尺寸相似的、同一标号的样品来比较抗压强度,这样就可

#### P = KX



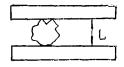


图16. 金刚石颗粒在压头间的实际情况

图15 单颗粒抗压强度计示意图

1.平衡锤 2.百分表 3.压头 4.金刚石 A、B、C分别为支点、重点、力点

根据上式,对各批颗粒尺寸相似的样品作多次测量,能够得到该标号下各批样品的、相对的、可比较的统计结果。显然,即使是这样,还是留下一个值得注意的问题:对于一个多面体的晶粒,测抗压强度所选择的受压面不同,最后所测得的P值是不一样的。一般说,选择(111)面比选择(100)面作受压面,所测得的P值大,选平整光滑面比选凹凸不平的面,所测得的P值大。

测试时应注意的问题及计算方法如下:

- 1.整形:在磨料级人造金刚石中,有大量的多晶聚合体存在。如果不消除这些多晶聚合体,测出的抗压强度数值就不能代表真实的抗压强度。消除多晶聚合体这一工作称为整形,即要把测试的样品放在尼龙研钵内进行手工研磨,直至用立体显微镜检查无多晶聚合体为止。尼龙钵具有良好弹性和耐磨性,能使多晶聚合体破碎成单晶,而不会对单晶体有任何损害。
- 2. 筛分:整形后的样品,用筛选按粒度分级。粒度标称号与线尺寸的关系见表 9。测试和比较强度时,要求在同一粒度标称号范围内进行,一般选用80\*测试。表 9 中所用的尺寸单

位为微米(即10~3毫米)。

3.抗压强度的测试与计算:取同一标称号的20颗金刚石,逐粒进行抗压强度测量,将每粒金刚石破碎时所需的垂直压力叠加,求算术平均值,超过平均值一倍以上的数值,计算时均于含弃。

粒 度	,标	称	号	与	线	尺	寸	的	对	照	表	
-----	----	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	--

表9

标	线 尺 寸(微米)	标 称 号 ———————————————————————————————————	线 尺 寸(微米)	
36	500~400	W 40	40~28	
46	400~315	W 28	28~20	
60	315~250	W 20	20~14	
70	250~200	W14	14~10	
80	200~160	W10	10~7	
100	160~125	W 7	7 <b>~</b> 5	
120	125~100	W 5	5 ∼3.5	
150	100~80	W3.5	3.5~2.5	
180	80~63	W 2.5	2.5~1.5	
240	63~50	W1.5	1.5~1.0	
280	50~40	W 1	1.0~0.5	
320	ि W 40	W0.5	<0.5	

上述测试方法有待改进,所测得的结果随晶形、晶体放置的位置以及所用压头的材料而变化。这是一种破坏性试验,应该寻求强度与其他物理性质的关系,间接测试强度,而不破坏试样。

#### (二)磨料级人造金刚石的显微镜观测

显微镜鉴定产品质量也是生产部门广泛应用的方法。用普通的双目体视显微镜可以观察金刚石的晶体形态、颗粒大小、色泽、透明度、发光现象等。用偏光显微镜可对人造金刚石中所含的非金刚石物相(如柯赛石、兰晶石、叶腊石、碳化硅、刚玉等)作出鉴定。

1.体视显微镜鉴定法: 在体视显微镜下,可以观测金刚石晶体粒度的大小和晶体的光泽。目前磨料级金刚石有深绿、墨黑、淡黄、黄绿、灰黄等色。有的透明度很好,有的差一些,有的不透明。人造金刚石中有的是单晶,也有聚晶和连晶,单晶中晶面、晶棱生长丰满完整,晶面无严重熔融现象的称为完整单晶,反之称为不完整单晶。人造金刚石中常见的完整晶体为八面体和六面体,菱形十二面体比较少见。常出现的聚形有立方一八面体、八面一立方体、或立方一十二面体。还有些单晶没有固定形状,如剑状、扁条状或树枝状等,称无定形单晶。

实践证明,已确定单颗粒抗压强度的大小,是衡量产品质量的重要标准。如果通过实验总结出抗压强度与色泽、透明度、形态之间的关系,就可以通过显微镜的观测而对产品质量有所了解。

表10是有关单位的实验结果,表中说明了同一粒度下,光泽极强、透明而且颜色较深的人造金刚石的单颗粒平均抗压强度比其他人造金刚石单颗粒平均抗压强度一般大2~8倍左右。对于同样粒度的金刚石,晶体生长愈完整,抗压强度也愈高,十二面体、八面体的比无定形的好(表11)。

色泽、透明度与平均单颗粒抗压强度的关系

表10

颜 色	粒 度	统计数	光泽	透明度	晶体特征	平均抗压强度(公斤)
深绿	80#	极少	极强	好	有宝石光泽,表面光滑,晶体完整	10~5
黑墨	80#	较少	极强	好	有宝石光泽,表面光滑,呈立方单晶体	5 ~ 3
淡黄	80#	最多	强	极好	有光泽, 完整单晶,则表面光滑	2,50~1.25
黄绿	80#	多	强	极好	<b>同</b> 上	2.50~4
黑色	80#	较多	弱	无	原煤状,表面有弱光泽	0.75~1.25
灰黄色	80#	较少	无	无	煤渣状,表面粗糙,多晶聚合	<0.75

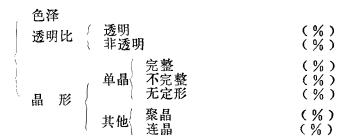
#### 晶体形态与单颗粒抗压强度的关系

表11

晶体形态	粒 度	天然金刚石,单颗粒抗压强 度(公斤)			人造金刚石单颗粒抗压强度 (公斤)				
11 //		最高	最 低	平均	最高	最 低	平 均		
等轴状十二	46#	46	36	41	23	5	12.57		
面体类单晶	60#	47	20	37	26	6	17		
八面体单晶	46#	45	32	39.20	16.50	2.5	10		
	60#	41.5	25	35,40	49	5	16.50		
无定形单晶	46#	48	6	17.50	12	3	6.70		
	60#	36	4.5	14.10	9	1	4		
骸 晶	46#						<1.50		
	60#						<1.00		

金刚石的热稳定性与晶体形态、色泽及杂质含量有密切的关系。晶体完整、黄绿色、杂质含量少的样品,其表面碳化温度高,即热稳定性好。十二面体、八面体的比立方体的碳化温度高,天然的比人造的碳化温度高。

初步确定在体视显微镜下观察下列项目:



在制作钻头时,只有单晶颗粒度相当大才有使用价值,各种颗粒度的百分比可以采用过 筛及显微镜观察相结合的方法来进行。上列项目选用80#—100#常用粒度号来观察。

人造金刚石产品单晶粒度大的比例大,说明质量好。在同样大小的样品中,单晶所占比例大,聚晶、连晶比例小的质量好。单晶中完整单晶愈多质量愈好,晶形呈完整十二面体、完整八面体的更好。透明颗粒的比例愈大愈好。颜色深、光泽强、透明度好的晶体抗压强度高,但就热稳定而论却是黄绿色的较好。

天然金刚石在紫外线的照射下可分为四类;不发光的、发黄绿色光的、发淡蓝色、发各种颜色带状光的。对于天然金刚石而言,第一类是具有最高的研磨效率;第二、三类比第一类低得多;而第四类占中间地位。人造金刚石与发光现象的关系还有待研究,从而找出规律。但是许多人造金刚石在紫外线的照射下并不发光,这可能是触媒中的铁、钴、镍等元素使发光效率大大下降(发光的猝灭)的缘故。

2.用偏光显微镜方法:用偏光显微镜检定金刚石相与非金刚石相的比例,这也是产品质量的重要标志。非金刚石相愈低愈好。此外可以进一步测定非金刚石相包含些什么物质,各占多大比例。常见的非金刚石杂质相有石墨、叶腊石、柯赛石、碳化硅、刚玉。

用偏光显微镜鉴定的项目如下:

鉴定杂质还可采用油浸法,即将晶粒浸没在折射率已知的液体或熔融体中,用一定的方式比较晶体与浸没介质的折射率,不断改变后者的折射率,直至晶体与浸没介质的折射率全等为止。由于金刚石的折射率很大(2,42),要测定金刚石的折射率,往往要采用硫和硒的

熔融体做浸没介质。

#### (三)人造金刚石热稳定性的测定

人造金刚石钻头在制作时,要经过高温焙烧。为了防止金刚石氧化引起质量变化,通常在氢、氮混合气体、一氧化碳或真空环境下进行。试验结果表明,即使在保护环境下,高温焙烧亦对金刚石抗压强度有较大影响。

试验方法:在保护环境中,将试样在不同温度下焙烧,保温半小时后冷却至室温,取出试样,测定单颗粒抗压强度。温度范围定在700~1300°C,焙烧温度与强度的关系如图17所示。900°C开始,强度突然剧烈下降。配合显微镜观察,发现从900°C开始,随着焙烧温度增

高,颗粒颜色有变化,并且出现熔蚀空洞。当焙烧至1000°C时,有少量游离碳出现。经物相分析表明,升温至1300°C时,金刚石中的触媒杂质以金属碳化物、合金等物相存在。900°~1000°C是强度下降的突变区,1100~1300°C则无明显变化。

在制造人造金刚石工具时, 焙烧温度建议采用 900°C以下, 以免引起焙烧过程中抗压强度的 严重降低。

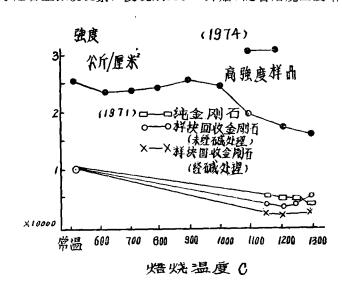


图17 在氢、氮混合气体中,焙烧温度与强度的关系(据郑州磨料所资料)

制成磨具后的人造金刚石在使用过程中,由于摩擦生热,还会在空气中甚至受到1000°C 左右瞬时高温的威胁。一般可以用高温显微镜观察空气中金刚石的热稳定性。人造金刚石在 空气中加热到一定温度时,首先出现金刚石透明度的消失,最后碳被氧化生成CO₂逸出, 包裹体的杂质相成骨架残存下来,这种残渣主要是一些金属氧化物。如果将透明度消失的温 度定义为表面碳化温度,则不同产品的碳化温度在500~800°C之间变化。晶体完整、黄绿 色、杂质少的人造金刚石,其表面碳化温度高;十二面体、八面体较立方体的表面碳化温度 高。抗压强度高的样品,其表面碳化温度亦高。因此,用抗压强度作为衡量质量的一个重要 标准,从热稳定性角度来看也是合适的。

为了不使金刚石在磨削或钻探过程中碳化,要求使用时特别注意冷却问题。目前人造金

刚石的碳化温度普遍低于天然金刚石,说明人造金刚石面临着全面提高质量的问题。

#### (四)聚晶金刚石磨削比测定

测定磨削比是确定聚晶金刚石质量的重要指标。测定方法是采用绿色碳化硅(TL)80\*中硬(ZY<sub>1</sub>)砂轮作为鉴定聚晶体耐磨性的标准,聚晶金刚石与砂轮的磨削比即反映了金刚石的质量。煤田钻探要求聚晶磨削比在1:15000以上。

聚晶金刚石的热稳定性是以在不同温度下焙烧金刚石后的磨削比变化表示的,参见图18,图中表现了温度高时磨削比增加的现象,原因尚待分析。

磨料级人造金刚石的X射线分析及杂质元素的发射光谱分析也是常用的方法,这里不作 赘述。

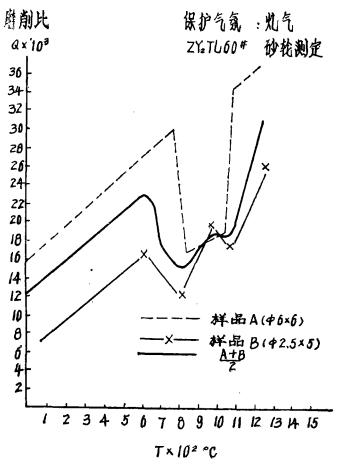


图18 JR20SN-2 烧结聚晶体在不同温度下磨削 比Q1的变化(据郑州磨料所)