



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102600767 A

(43) 申请公布日 2012.07.25

(21) 申请号 201210087886.9

(22) 申请日 2012.03.30

(71) 申请人 常熟市怡华金刚石有限公司

地址 215554 江苏省苏州市常熟市冶塘镇

申请人 常州大学

(72) 发明人 李坤 杨青松 李政 沈建民

俞建名

(74) 专利代理机构 南京知识律师事务所 32207

代理人 韩朝晖

(51) Int. Cl.

B01J 3/06 (2006.01)

权利要求书 2 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

一种大腔体合成金刚石用高温绝缘陶瓷管及其制备方法

(57) 摘要

一种大腔体合成金刚石用高温绝缘陶瓷管及其制备方法。所述的绝缘陶瓷管由陶瓷干粉经压制成型、烧结制得,干粉配料包括纯度 $\geq 99\%$ 的 α -氧化铝或氧化镁,烧结助剂滑石和/或高岭石,脱模剂硬脂酸镁,以及粘结剂聚乙烯醇,其中 α -氧化铝或氧化镁:烧结助剂:粘结剂:硬脂酸镁=75~90:10~25:1~2:1~2。其制备方法是按照配比通过湿法球磨工艺制得浆料,浆料喷雾造粒制得陶瓷干粉;再将陶瓷干粉压制成型,烧结,制得高温绝缘陶瓷管。本发明的高温绝缘陶瓷管替代白云石,用于腔体直径 $\geq 40\text{mm}$ 的六面顶压机合成金刚石生产中,能避免合成金刚石过程中的气体释放,降低爆锤风险,有效降低碳化钨顶锤的损耗率。

1. 一种大腔体合成金刚石用高温绝缘陶瓷管,其特征在于,所述的高温绝缘陶瓷管由陶瓷干粉经压制成型、烧结制得,干粉配料包括纯度 $\geq 99\%$ 的 α -氧化铝或氧化镁,烧结助剂滑石和/或高岭石,脱模剂硬脂酸镁,以及粘结剂聚乙烯醇,其中质量比 α -氧化铝或氧化镁:烧结助剂:粘结剂:硬脂酸镁=75~90:10~25:1~2:1~2。

2. 根据权利要求1所述的高温绝缘陶瓷管,其特征在于,所述的烧结助剂中,过渡金属离子以 Fe_2O_3 质量计 $<0.3\%$;碱金属离子以钠和钾氧化物质量计 $<1\%$ 。

3. 根据权利要求1所述的高温绝缘陶瓷管,其特征在于,所述的高温绝缘陶瓷管采用以下方法制备:按照质量配料 α -氧化铝或氧化镁:烧结助剂:粘结剂:硬脂酸镁=75~90:10~25:1~2:1~2,用纯度 $\geq 99\%$ 的 α -氧化铝或氧化镁为原料,加入滑石或高岭石中的一种或两种为烧结助剂,硬脂酸镁为脱模剂,聚乙烯醇为粘结剂,通过湿法球磨工艺制得粒径 ≤ 2 微米的浆料,浆料喷雾造粒制得颗粒直径为0.3~0.8mm的陶瓷干粉;再将陶瓷干粉200~400MPa下压制成型,850~1200℃烧结后制得。

4. 一种大腔体合成金刚石用高温绝缘陶瓷管的制备方法,其特征在于,按照质量配料 α -氧化铝或氧化镁:烧结助剂:粘结剂:硬脂酸镁=75~90:10~25:1~2:1~2,以纯度 $\geq 99\%$ 的 α -氧化铝或氧化镁为原料,加入滑石或高岭石中的一种或两种为烧结助剂,硬脂酸镁为脱模剂,聚乙烯醇为粘结剂,通过湿法球磨工艺制得浆料,浆料喷雾造粒制得陶瓷干粉;再将陶瓷干粉压制成型,烧结,制得所述的高温绝缘陶瓷管。

5. 根据权利要求4所述的高温绝缘陶瓷管的制备方法,其特征在于,所述的烧结助剂中的过渡金属离子以 Fe_2O_3 质量计 $<0.3\%$;碱金属离子以钠和钾氧化物质量计 $<1\%$ 。

6. 根据权利要求4所述的高温绝缘陶瓷管的制备方法,其特征在于,所述的方法中,湿法球磨工艺中采用刚玉球为研磨介质,所述的浆料粒径 ≤ 2 微米。

7. 根据权利要求4所述的高温绝缘陶瓷管的制备方法,其特征在于,所述的方法中,造粒温度不高于140℃,造粒后陶瓷干粉颗粒直径为0.3~0.8mm。

8. 根据权利要求4所述的高温绝缘陶瓷管的制备方法,其特征在于,所述的方法中,陶瓷干粉在压强为200~400MPa下压制成型。

9. 根据权利要求4所述的高温绝缘陶瓷管的制备方法,其特征在于,所述的方法中,烧结是将压制成型的管坯置于刚玉匣钵内,再用刚玉粉填充,在850~1200℃下烧结。

10. 根据权利要求4所述的高温绝缘陶瓷管的制备方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

1) 用 α -氧化铝或氧化镁为原料,滑石和/或高岭石为烧结助剂,硬脂酸镁为脱模剂;将纯度 $\geq 99\%$ 的 α -氧化铝或氧化镁、烧结助剂滑石和/或高岭石和硬脂酸镁按照75~90:10~25:1~2装入球磨罐;按照质量比(α -氧化铝或氧化镁+烧结助剂):刚玉球:水=100:400:200~250加入刚玉球和水,球磨8~24小时,制得粒径小于2微米的浆料;

2) 所得浆料中按(α -氧化铝或氧化镁+烧结助剂):聚乙烯醇质量比为100:1~2加入粘结剂聚乙烯醇水溶液,用喷雾造粒工艺将其制成干粉,造粒温度不高于140℃;造粒后干粉颗粒直径为0.3~0.8mm;

3) 称取所需的粉体,将其灌装于模具中,在压强为200~400MPa下压制所需的管状坯件;

4) 将管状坯件垂直摆放于刚玉匣钵内,再用刚玉粉填充管坯的内部及周围空间,直到

将管埋没;将匣钵以 3.5℃ /min 升温到 550℃保温 1 小时脱胶;再以 5℃ /min 升温到至 850 ~ 1200℃,烧结 1 小时,制得所述的高温绝缘陶瓷管。

一种大腔体合成金刚石用高温绝缘陶瓷管及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于六面顶压机高压高温合成金刚石技术领域,具体涉及一种为了提高金刚石合成工艺稳定性、减少碳化钨顶锤损耗而设计的高温绝缘陶瓷管及其制备工艺。

背景技术

[0002] 进入本世纪以来,我国人造金刚石产业装备至少已经历了三次更新换代。六面顶压机油缸直径已发展到最大 750mm,以及还处于实验阶段的 850mm。油缸缸径的增大,使得活塞推力更大,在满足石墨一金刚石转变所必须的压力条件下,可以使用比以前更大尺寸的碳化钨顶锤,扩大合成腔体的体积,提高了单产,降低了能耗和成本。但是,由于合成腔体的增大,圆柱形合成腔体与立方体粉压块形状差异引起的压力场均匀性、温度均匀性以及高温时产生的气体排泄问题成为了“顶锤杀手”。由于爆锤问题,多家企业购置的缸径 750mm 六面顶压机几乎无法正常开机生产。

[0003] 目前绝大多数六面顶压机合成金刚石都采用间接加热方式。合成腔体的加热是以低电压大电流通过碳化钨顶锤与腔体发热元件形成串联形式电路。以石墨质管材或电热合金为加热元件间接加热石墨合成棒。石墨合成棒被包裹于铁质金属管壳(钢杯)之中,以减少非均匀形变。加热元件与管壳之间加装绝缘管,避免电流通过石墨合成棒和铁质金属管壳漏导。合成金刚石所用的粉压块为以水玻璃粘结的叶腊石粉体,立方体粉压块中间为圆柱形合成腔,内衬 3-4mm 厚的白云石保温管。在合成过程中加热元件紧贴白云石保温管,温度约 1450 度;粉压块外部与顶锤接触,温度为 220-250 度。在加热元件与石墨合成棒外套钢杯的之间为厚度较薄的白云石绝缘管。对于缸径 650mm 压机,腔体直径 57mm,其合成时间约为 30 分钟。缸径 750mm 压机,腔体直径 63mm,目前实验合成时间约为 40 分钟。

[0004] 众所周知,白云石为钙镁的碳酸盐,在常压、高温下会分解为钙、镁的氧化物和二氧化碳气体。制作白云石绝缘管和保温管时,需要加入部分水玻璃作为粘结剂。由于白云石在常压、高温下的稳定性差,制造保温管和绝缘管的加热温度不高于 400 度,这使得水玻璃形成的二氧化硅凝胶未与白云石充分反应。合成金刚石是在高压(约 5 万大气压)和高温(1450 度)下进行,压力的来源是碳化钨顶锤的挤压和叶腊石形成的 12 条楔形密封边将固体限制在合成腔体内。虽然纯净的白云石在数万大气压的高压下难以分解,但由于硅凝胶的存在,两者在高温下反应就产生了水和二氧化碳。就小腔体而言,产生的气体量相对较少,加之叶腊石为片层状晶体结构(不同于金属),允许部分小分子气体沿层间扩散逸出。这就使得合成完成后,顶锤可以安全泄压。但对于大的合成腔体,由于石墨棒直径增加,加热时间需要延长。所用保温管和绝缘管的厚度和尺寸加大,加热时产生的气体量增大。因此提高了爆锤的风险。

[0005] 如何提高金刚石合成工艺稳定性,特别是大腔体金刚石合成中高温绝缘材料在高温高压条件下的稳定性,避免这些材料在合成金刚石过程中的气体释放,从而提高泄压过程的安全性,降低爆锤风险,是目前金刚石合成工艺和装备中亟待解决的问题。

发明内容

[0006] 本发明针对目前六面顶压机合成金刚石,特别是合成腔体直径 $\geq 40\text{mm}$ 的金刚石合成中所存在的上述问题,旨在提供一种大腔体合成金刚石用高温绝缘陶瓷管及其制备方法,能够避免所用材料在金刚石合成过程中的气体释放,提高泄压安全性,降低爆锤风险,达到提高金刚石合成工艺和装备的稳定性,减少顶锤损耗的效果。

[0007] 为实现上述发明目的,本发明采用如下技术方案:

一种大腔体合成金刚石用高温绝缘陶瓷管,其特征在于,所述的高温绝缘陶瓷管由陶瓷干粉经压制成型、烧结制得,干粉配料包括纯度 $\geq 99\%$ 的 α -氧化铝或氧化镁,烧结助剂滑石和/或高岭石,脱模剂硬脂酸镁,以及粘结剂聚乙烯醇,其中 α -氧化铝或氧化镁:烧结助剂:粘结剂:硬脂酸镁=75~90:10~25:1~2:1~2。

[0008] 所述的烧结助剂中,过渡金属离子以 Fe_2O_3 质量计 $<0.3\%$;碱金属离子以钠和钾氧化物质量计 $<1\%$ 。

[0009] 所述的高温绝缘陶瓷管采用以下方法制备:按照配料 α -氧化铝或氧化镁:烧结助剂:粘结剂:硬脂酸镁=75~90:10~25:1~2:1~2,用纯度 $\geq 99\%$ 的 α -氧化铝或氧化镁为原料,加入滑石或高岭石中的一种或两种为烧结助剂,硬脂酸镁为脱模剂,聚乙烯醇为粘结剂,通过湿法球磨工艺制得浆料,浆料喷雾造粒制得陶瓷干粉;再将陶瓷干粉压制成型,烧结,制得所述的高温绝缘陶瓷管。

[0010] 所述的烧结助剂中的过渡金属离子以 Fe_2O_3 质量计 $<0.3\%$;碱金属离子钠和钾以氧化物质量计 $<1\%$ 。

[0011] 所述的方法中,湿法球磨工艺中采用刚玉球为研磨介质,所述的浆料粒径 ≤ 2 微米。

[0012] 所述的粘结剂聚乙烯醇(PVA)分子量 ≥ 10000 ,优选10000~100000。

[0013] 所述的方法中,造粒温度不高于 140°C 。造粒后干粉颗粒直径为0.3~0.8mm。

[0014] 所述的方法中,陶瓷干粉在压强为200~400MPa下压制成型。

[0015] 所述的方法中,烧结是将压制成型的管坯置于刚玉匣钵内,再用刚玉粉填充,在 $850\sim 1200^\circ\text{C}$ 下烧结。烧结的优选条件为,以 $3.5^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温到 550°C 保温脱胶;再以 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温至 $850\sim 1200^\circ\text{C}$ 烧结。

[0016] 本发明的大腔体合成金刚石用高温绝缘陶瓷管,采用高温下稳定的高温绝缘材料(如刚玉、氧化镁等粉体)添加滑石(或高岭石)经压制成型、烧结制得的绝缘陶瓷材料,可制成保温管和绝缘管,避免了这些材料在合成金刚石过程中的气体释放。用于六面顶压机合成金刚石,特别是合成腔体直径 $\geq 40\text{mm}$ 的大腔体六面顶压机合成金刚石的工业化生产中,替代白云石可以提高泄压过程的安全性,降低爆锤风险,有效降低碳化钨顶锤的损耗率。

[0017] 本发明的具体特征和优点至少包括:

1) 本发明的高温绝缘陶瓷用 α -氧化铝或氧化镁为主要材料,滑石(或高岭石)为烧结助剂,聚乙烯醇为成型粘结剂,硬脂酸镁为脱模剂,由干粉经压制成型、烧结制得。采用高温下稳定的高温绝缘材料(如刚玉、氧化镁等粉体)制成陶瓷管,并对其进行高温退火,避免了材料在合成金刚石过程中的气体释放。原料中过渡金属离子和钠、钾类碱金属离子含量很低,该原料制备的绝缘管在高温下绝缘性能好。

[0018] 2) 制备过程中由粉体压制所需的管状坯件,将管状坯件置于刚玉匣钵内,再用

刚玉粉填充,在 850-1200℃下烧结。一方面埋粉限制了烧结过程中陶瓷管沿直径方向的收缩变形,保证了管的直径均匀性和管径尺寸;另一方面,高温烧结去除了挥发性的物质(如原料中的羟基,水分,有机粘结剂),避免了所制得的绝缘管或保温管在合成金刚石的高压高温条件下产生气体;第三,通过烧结工艺,绝缘管的密度较大,强度高,不易破碎,有利于组装工艺操作,降低运输过程的破损率。

[0019] 3)本发明的高温绝缘陶瓷管,添加滑石(或高岭石)的陶瓷材料在温度高于 1450℃时,由于生成了少量堇青石(或青尖晶石)而有适当的塑性,有利于金刚石合成的高温环境下的压力传递,从而提高了压力均匀性;从而可以改善石墨柱中金刚石颗粒的分布均匀性和粒径分布的集中度。

[0020]

具体实施方式

[0021] 本发明的大腔体合成金刚石用高温绝缘陶瓷管,用 α -氧化铝(纯度 >99%)或氧化镁(纯度 >99%)为原料,滑石 $[\text{Mg}_3(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2]$ 和高岭石 $[\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4]$ 中的一种或两种为烧结助剂(烧结助剂中的过渡金属离子以 Fe_2O_3 质量计 <0.3%;碱金属离子以钠、钾氧化物质量计 <1%),聚乙烯醇为粘结剂;通过湿法球磨工艺制得粒径 ≤ 2 微米的浆料,喷雾造粒制得颗粒直径为 0.3-0.8mm 干粉;再经过干压成型、烧结成为陶瓷管。材料配方为: α -氧化铝或氧化镁:烧结助剂:粘结剂:硬脂酸镁 = 75 ~ 90 : 10 ~ 25 : 1 ~ 2 : 1 ~ 2。

[0022] 所述的管件通常厚度为 1.0-1.5mm,高度 10-70mm,管的外缘直径 30-70mm。

[0023] 更具体和优化地,本发明的高温绝缘陶瓷管采用以下方法制备:

1)用 α -氧化铝(纯度 >99%)或氧化镁(纯度 >99%)为原料,滑石 $[\text{Mg}_3(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2]$ 和高岭石 $[\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4]$ 中的一种或两种为烧结助剂(助剂中的过渡金属离子以 Fe_2O_3 质量计 <0.3%;碱金属离子钠、钾以氧化物质量计 <1%),硬脂酸镁为脱模剂;将 α -氧化铝或氧化镁、烧结助剂和硬脂酸镁按照 75 ~ 90 : 10 ~ 25 : 1 ~ 2 装入球磨罐;按照质量比(α -氧化铝或氧化镁 + 烧结助剂):刚玉球:水 = 100 : 400 : 200 ~ 250 加入刚玉球(工业生产用直径 15-70mm 刚玉球,实验室用直径 5-20mm 刚玉球)和水,球磨 8 ~ 24 小时,制得粒径小于 2 微米的浆料。

[0024] 2) 所得浆料中按(α -氧化铝或氧化镁 + 烧结助剂):聚乙烯醇质量比为 100 : 1 ~ 2 加入粘结剂聚乙烯醇(PVA,分子量 ≥ 10000)水溶液,用喷雾造粒工艺将其制成干粉,造粒温度不高于 140℃;造粒后干粉颗粒直径为 0.3 ~ 0.8mm。

[0025] 3) 称取所需的粉体,将其灌装于模具中,在压强为 200 ~ 400MPa 下压制所需的管状坯件。

[0026] 4) 将管状坯件垂直摆放于刚玉匣钵内,再用刚玉粉填充管坯的内部及周围空间,直到将管埋没;将匣钵以 3.5℃/min 升温到 550℃保温 1 小时脱胶;再以 5℃/min 升温到至 850-1200℃,烧结 1 小时,制得所述的高温绝缘陶瓷管。

[0027] 实施例 1

在内衬尼龙的长度 2.5m、直径 1.5m 的钢质球磨罐内,将 α -氧化铝、滑石、水、硬脂酸镁按质量比:85/15/200/2 装入球磨罐。以原料(氧化铝 + 滑石)/刚玉球质量比 100/400 装入刚玉球;不同直径刚玉球的质量比为:直径 15-20mm 刚玉球:直径 20-40mm 刚玉球:直径

40-70mm 刚玉球 =3:2:1。以 20 转 /min 球磨 24 小时。分离出刚玉球后,将料浆于池中静置 1 小时,让夹藏于球磨罐内衬尼龙板间隙中的少量未被磨细的大颗粒沙石沉入池底;上层料浆用泥浆泵送入配料池,按(氧化铝+滑石)/聚乙烯醇质量比为 100:1.5 加入聚乙烯醇的水溶液,搅拌均匀后用不锈钢材质喷雾造粒塔进行造粒。造粒塔气流温度为 120℃。造粒后粉团颗粒直径为 0.3-0.7mm。

[0028] 按照陶瓷管的厚度、直径和高度数据,称取所需的粉体,将其灌装于硬质合金(YG18~YG20)模具中,在压强为 400MPa 下压制所需的管状坯件,管坯的长度通常比设计尺寸大 5~8%(烧结中的收缩余量)。将管坯垂直摆放于刚玉匣钵内,再用刚玉粉填充管的内部及周围空间,直到将管埋没。将匣钵置于马弗炉(或隧道窑)中,以 3.5℃/min 升温到 550℃,保温脱胶 1 小时,除去粘结剂;再以 5℃/min 升温到至 850~1200℃,保温 1 小时。自然冷却即可制得高温绝缘陶瓷管。

[0029] 对于直径 42mm 陶瓷管,其长度方向的收缩率与烧结温度的关系如表 1:

表 1 42mm 陶瓷管长度方向的收缩率与烧结温度的关系

温度	850	900	1000	1050	1100	1150	1200
收缩率 %	2.2	2.8	3.4	4.6	6.5	7.6	8
烧结失重 %	6	6	6	6.1	6.1	6.1	6.1
抗压强度 /MPa	321	345	414	530	941	1130	1400

用制得的高温绝缘陶瓷管替代白云石绝缘管,装配后在六面顶压机中合成金刚石,按触媒:石墨=25%:75% 配料制备石墨柱进行金刚石合成,合成条件为:1450℃,28min。

[0030] 结果如下表 2 所示。

[0031] 表 2 白云石材料绝缘管与氧化铝绝缘管(1000℃)合成金刚石效果比较

	30/35 目	35/40 目	40/45 目	45/50 目	50/60 目	60/70 目	其它	金刚石晶 面平整度	色泽	晶粒透 度
白云石	9.8%	11.1%	23.1%	22.8%	18.5%	8.7%	6.0%			
氧化铝	8.3%	9.9%	25.3%	29.2%	14.6%	7.7%	5.3%	优于前者	优于前者	优于前者

白云石绝缘管合成金刚石工艺实施六个月的平均顶锤损坏率 2 只/台,氧化铝绝缘管合成金刚石工艺实施六个月的平均顶锤损坏率<1 只/台。

[0032]

实施例 2

对于缸径 750mm 金刚石合成压机,腔体直径 60mm。按实施例 1 的方法制备直径 56mm 绝缘管,其长度方向的收缩率与烧结温度的关系如表 3。

[0033] 表 3 56mm 陶瓷管长度方向的收缩率与烧结温度的关系

温度	850	900	1000	1050	1100	1150	1200
收缩率 %	2.3	2.8	3.5	4.6	6.6	7.65	8
烧结失重 %	6	6	6	6.1	6.1	6.1	6.1
抗压强度 /MPa	321	345	414	530	941	1130	1400

用制得的高温绝缘陶瓷管替代白云石绝缘管,装配后在六面顶压机中合成金刚石,按触媒:石墨=25%:75% 配料制备石墨柱进行金刚石合成,合成条件为:1450℃,28min。

[0034] 结果如下表 4 所示。

[0035] 表 4 白云石材料绝缘管与氧化铝绝缘管(1000℃)的合成金刚石效果比较

	30/35 目	35/40 目	40/45 目	45/50 目	50/60 目	60/70 目	其它	金刚石晶面平整度	色泽	晶粒透度
氧化铝	8.3%	9.9%	25.3%	29.2%	14.6%	7.7%	5.3%	优于前者	优于前者	优于前者

对于缸径 750mm、腔体直径 60mm 金刚石合成六面顶压机,白云石绝缘管合成金刚石工艺实施 5 次,全部爆锤。而采用本发明的氧化铝绝缘管合成金刚石工艺稳定生产 1 个月,未出现爆锤现象。

[0036]

实施例 3

按照与实施例 1 基本相同的工艺制备粉体,其中配料为:氧化镁、滑石、水、硬脂酸镁质量比 85/15/250/2。装入球磨罐,以 10 转/min 球磨 16 小时。造粒后粉团颗粒直径为 0.3-0.8mm。

[0037] 管坯的成型、烧结条件与实施例 1 相同,制得高温绝缘陶瓷管。

[0038] 对于直径 38mm 陶瓷管,其长度方向的收缩率与烧结温度的关系如表 5:

表 5 38mm 陶瓷管长度方向的收缩率与烧结温度的关系

温度	850	900	1000	1050	1100	1150	1200
收缩率 %	2.2	2.8	3.4	4.6	6.5	7.6	8
烧结失重	11.3	11.3	11.3	11.3	11.7	12	12
抗压强度 /MPa	412	437	457	510	608	732	740

用制得的高温绝缘陶瓷管替代白云石绝缘管,装配后在六面顶压机中合成金刚石,按触媒:石墨=25%:75% 配料制备石墨柱进行金刚石合成,合成条件为:1450℃,28min。

[0039] 连续实施 6 个月,结果如下表 6。

[0040] 表 6 白云石材料绝缘管与氧化铝绝缘管的合成金刚石效果比较

	30/35 目	35/40 目	40/45 目	45/50 目	50/60 目	60/70 目	其它	金刚石晶面平整度	色泽	晶粒透度
白云石%	9.7	11.0	23.3	22.7	18.5	8.7	6.1			
氧化铝%	8.3	10.0	25.3	26.4	16.6	7.9	5.5	优于前者	优于前者	优于前者

白云石绝缘管合成金刚石工艺实施六个月的平均顶锤损坏率 1.5 只/台,氧化镁绝缘管合成金刚石工艺实施六个月的平均顶锤损坏率<0.8 只/台。

[0041]

实施例 4

按照与实施例 1 基本相同的方法制备高温绝缘陶瓷管,其中配料为:a-氧化铝、滑石、水、硬脂酸镁质量比 75/25/200/1,(氧化铝+滑石)/聚乙烯醇质量比为 100:2。

[0042] 对于直径 38mm 陶瓷管,其长度方向的收缩率与烧结温度的关系如表 7:

表 7 38mm 陶瓷管长度方向的收缩率与烧结温度的关系

温度	850	900	1000	1050	1100	1150	1200
收缩率 %	4.1	4.2	5.4	5.6	7.5	8.1	8.4
烧结失重	6.4	6.4	6.4	6.5	6.8	6.8	6.8
抗压强度 /MPa	352	375	488	551	944	1151	1412

用制得的高温绝缘陶瓷管替代白云石绝缘管,装配后在六面顶压机中合成金刚石,按

触媒：石墨 = 25% : 75% 配料制备石墨柱进行金刚石合成，合成条件为：1450℃，28min。连续实施 6 个月，效果与实施例 1 类似，但合成腔形变均匀性稍不如前者，且型变量大。

[0043]

实施例 5

按照与实施例 1 基本相同的方法制备高温绝缘陶瓷管，其中配料为：a-氧化铝、高岭石、水、硬脂酸镁质量比 90/10/200/1，(氧化铝 + 高岭石) / 聚乙烯醇质量比为 100 : 1。

[0044] 对于直径 38mm 陶瓷管，其长度方向的收缩率与烧结温度的关系如表 8：

表 8 38mm 陶瓷管长度方向的收缩率与烧结温度的关系

温度	850	900	1000	1050	1100	1150	1200
收缩率 %	<0.2	<0.2	0.4	0.6	0.6	1.8	2.3
烧结失重	5.1	5.1	5.1	5.1	5.2	5.2	5.2
抗压强度 /MPa	302	324	387	430	472	671	845

用制得的高温绝缘陶瓷管替代白云石绝缘管，装配后在六面顶压机中合成金刚石，按触媒：石墨 = 25% : 75% 配料制备石墨柱进行金刚石合成，合成条件为：1450℃，28min。连续实施 6 个月，效果与实施例 1 类似，合成过程中腔形变均匀性好，形状保持率高，但合成压力（油压）要提高 5-8%，说明传压能力稍有下降。