

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁷

C01B 21/064

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02116459.2

[43] 公开日 2002 年 9 月 25 日

[11] 公开号 CN 1370737A

[22] 申请日 2002.4.5 [21] 申请号 02116459.2
[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130022 吉林省长春市人民大街 159 号
[72] 发明人 马贤峰 阎学伟 赵伟 崔硕景

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图页数 0 页

[54] 发明名称 立方氮化硼的合成方法

[57] 摘要

本发明属于立方氮化硼的方法。选择 LiNH_2 和 LiH 的混合物作触媒,粗制六方氮化硼为原料,预压成型后经高温高压合成,合成温度为 $1350 \sim 1800^\circ\text{C}$,合成压力为 $4.0 \sim 5.5\text{GPa}$,合成时间为 $3 \sim 8$ 分钟,用熔融碳酸钠提纯得到 cBN,70 ~ 80 目破碎强度在 35 牛顿以上。而且合成区宽、合成时间短、收率高。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

知识产权出版社出版

权 利 要 求 书

1. 一种立方氮化硼的合成方法,其特征在于选择 LiNH_2 和 LiH 的混合物作触媒,选择纯度96%~99.8%、氧化硼含量0.01%~0.48%、石墨化指数1~6的粗制六方氮化硼作为合成原料, LiNH_2 和 LiH 按重量比6~12:1混合后,再与hBN原料按重量比1:7~12混合均匀,预压成型后经高温高压合成,合成温度为1350~1800℃,合成压力为4.0~5.5 GPa,合成时间为3~8分钟,用熔融碳酸钠提纯得到cBN70~80目,破碎强度在35牛顿以上。

说明书

立方氮化硼的合成方法

技术领域：本发明属于立方氮化硼的方法。

背景技术：立方氮化硼（以下称 cBN）是硬度仅次于与金刚石的超硬材料。由于 cBN 具有比金刚石高的耐热冲击和抗氧化能力以及不与铁族元素发生反应的化学惰性，可制成磨料、砂轮、油石等用于高硬度铁系金属的加工。cBN 刀具具有高硬度、不粘刀、加工精度高、使用寿命长等优点，更适合材料的高速与精密加工，以满足现代工业技术发展的需求。作为超硬磨料、磨具、刀具材料，cBN 已在许多领域获得应用。

自从 1957 年 Wentorf 首次合成 cBN 以来，cBN 单晶粉末的合成研究一直受到重视。高温高压触媒法是合成 cBN 的主要方法，并用于产品的生产，在合成中触媒起到关键的作用。碱金属、碱土金属及其氮化物可作触媒，但是用这些触媒材料合成的 cBN 微粉多、晶粒发育不完全、晶形差、连晶和包裹体多、破碎强度低。三元氮硼化物 Li_3BN_3 、 $\text{Ca}_3\text{B}_2\text{N}_4$ 、 Mg_3BN_3 、 $\text{Sr}_3\text{B}_2\text{N}_4$ 、 $\text{Ba}_3\text{B}_2\text{N}_4$ 等作触媒可以得到高强度、杂质和包裹体少的透明 cBN，但合成区窄、重复性差、产物粒度细，不适合工业化生产。日本专利昭 56—140013，昭 56—140014 公开的题为“立方氮化硼的合成方法”中用 $\text{Ca}_3\text{B}_2\text{N}_4$ 与 Li_3N 、 Mg_3N_2 ，或 Li_3BN_3 混合的触媒材料，得到了高强度、低杂质含量、等积形的

产物。但是，实际上该触媒对原料六方氮化硼（以下称 hBN）的纯度和结晶度要求高：当 hBN 纯度大于 99.8%，氧化硼含量小于 0.1%，石墨化指数小于 2 时，可以得到高强度、透明的单晶产物；当 hBN 纯度小于 98%、氧化硼含量高于 0.15%、石墨化指数大于 3 时只能得到粒度小于 300 目的微粉级 cBN，且转化率很低。

发明内容：本发明的目的是提供一种 cBN 的合成方法，通过选择 LiNH_2 和 LiH 的混合物作触媒，粗制 hBN 为原料，在较低的合成压力和温度下合成高强度、透明、等积形的 cBN，而且合成区宽、合成时间短、收率高。在混合触媒中， LiNH_2 对 cBN 成核的贡献较大，单独用 LiNH_2 只能得到细颗粒的产物。 LiH 的加入有效地控制了成核量，并促进 cBN 单晶的生长和发育。同时， LiH 还对消除原料中氧化硼杂质对 cBN 合成的影响，减少产物中包裹体和缺陷有重要作用。

本发明选择 LiNH_2 和 LiH 的混合物作触媒，选择纯度 96% ~ 99.8%、氧化硼含量 0.01% ~ 0.48%、石墨化指数 1~6 的粗制六方氮化硼作为合成原料， LiNH_2 和 LiH 按重量比 6~12: 1 混合后，再与 hBN 原料按重量比 1: 7~12 混合均匀，预压成型后经高温高压合成，合成温度为 1350~1800℃，合成压力为 4.0~5.5 GPa，合成时间为 3~8 分钟，用熔融碳酸钠提纯得到 cBN，70~80 目的破碎强度在 35 牛顿以上。

具体实施方式如下：

实施例 1：将 LiNH_2 与 LiH 按 12: 1 重量比混合后，再与纯度 96%，氧化硼含量 0.48%，石墨化指数为 6 的 hBN 按重量比 1: 12 混匀后压制成圆柱体装入管状石墨发热体中，经高压组装后，在 $6\times$

800 吨六面顶压机上高温高压合成。合成压力 4.0Gpa, 温度 1350℃, 合成时间 5 分钟。然后停止加热, 卸压, 取出样品。用熔融碳酸钠提纯得到琥珀色、透明、等积形的 cBN 单晶粉末, cBN 的转化率为 15%, 粒度分布 100~400 目。

实施例 2: 将 LiNH_2 与 LiH 按 6: 1 重量比混合后, 再与纯度 98%, 氧化硼含量 0.2%, 石墨化指数为 4 的 hBN 按 1: 9 重量比混合, 按实施例 1 相同的方法高温高压合成。合成压力 4.5Gpa, 温度 1700℃, 合成时间 5 分钟。用熔融碳酸钠提纯得到琥珀色、透明、等积形 cBN 单晶粉末, cBN 的转化率为 30%, 粒度分布 60~350 目, 其中 140 目以粗占 30%, 70/80 目样品的破碎强度为 35 牛顿。

实施例 3: 将 LiNH_2 与 LiH 按 9: 1 重量比混合后, 再与实施例 2 中所用的 hBN 按重量比 1: 7 混合, 按实施例 1 相同的方法高温高压合成。合成压力 4.7Gpa, 温度 1700℃, 合成时间 5 分钟。提纯得到琥珀色等积形 cBN 单晶粉末, cBN 的转化率为 35%, 粒度分布 60~350 目, 其中 140 目以粗占 45%, 70/80 目样品的破碎强度为 35 牛顿。

实施例 4: 将 LiNH_2 与 LiH 按 10: 1 重量比混合后, 再与实施例 2 中所用的 hBN 按重量比 1: 8 混合, 按实施例 1 相同的方法高温高压合成。合成压力 5.0Gpa, 温度 1700℃, 合成时间 8 分钟。提纯得到琥珀 cBN 单晶粉末, cBN 的转化率为 40%, 粒度分布 60~350 目, 其中 140 目以粗占 50%, 70/80 目样品的破碎强度为 37 牛顿。

实施例 5: 将 LiNH_2 与 LiH 按 10: 1 重量比混合后, 再与纯度

99.8%，氧化硼含量 0.01%，石墨化指数为 1 的 hBN 按重量比 1：8 混合，按实施例 1 相同的方法高温高压合成。合成压力 5.5Gpa，温度 1800℃，合成时间 3 分钟。提纯得到 cBN 单晶粉末，cBN 的转化率为 32%，粒度分布 60~400 目，其中 140 目以粗占 40%，70/80 目样品的破碎强度为 35 牛顿。