

## 激光-感应复合加热蒸发-冷凝法制备超微锌粉\*

胡军辉 吴 润 黄 为 王爱华 谢长生

(华中理工大学材料科学与工程研究院,武汉,430074)

**摘要:** 提出了一种制备超微粉的新方法,并制作了原型装置。该方法利用激光-高频感应复合热源加热金属,以蒸发-冷凝的方式获取超微粉。用该方法制取了超微锌粉,产率为 12g/min,粉末平均粒径为 33.20nm。

**关键词:** 激光 感应 复合加热 超微粉

### Ultrafine Zn powders produced by laser-induction complex heating evaporation condensation method

*Hu Junhui, Wu Run, Huang Wei, Wang Aihua, Xie Changsheng*

(Department of Materials Science & Engineering, HUST, Wuhan, 430074)

**Abstract:** The metal ultrafine powders have superior catalytic, magnetic and electrical properties. The conventional method to manufacturer the metal powder is evaporation condensation method, and the several heating sources, such as resistance, high frequency induction, plasma, electron beam or laser, are used. But these heating sources are used respectively as a single heating source in these system, so have some disadvantages or limitations. Now, we have fined a complex heating source, the laser-high frequency induction heating source to manufacture ultrafine Zn powder, by utilizing evaporation condensation method. In our experimental setup, the output rate is 12g/min, and the average diameter of Zn powder is 33.20nm.

**Key words:** laser induction complex heating ultrafine powder

## 引 言

金属超微粉以其极为优越的催化性能、磁性能、电性能等而引人注目<sup>[1]</sup>。蒸发-冷凝法<sup>[2]</sup>是制备高质量的金属超微粉的最为重要的方法之一。目前,用于蒸发-冷凝法制备金属超微粉的热源有以下几种:电阻、高频感应、等离子弧、电子束、激光等,它们基本上都是以单一热源的形式出现。然而,由于这些热源都有着各自的缺陷,因此,用蒸发-冷凝法制备金属超微粉,目前面临着能耗高、产率低的问题,这使得金属超微粉的生产成本极为昂贵,无法得到广泛的工业应用。我们尝试采用复合热源的方式来制备金属超微粉,以达到扬长避短获得最佳加热效能的目的。在实验中,作者选用了激光-高频感应复合热源,成功地获得了粒度分布理想的超微锌粉。

## 1 实 验

\* 华中理工大学人才基金资助。

## 1.1 原理与装置

蒸发-冷凝法制备金属超微粉主要是利用高温热源将金属加热熔化并使之汽化,之后,金属蒸气在巨大的温度梯度下迅速冷凝成粒度在 100nm 以下的超微粉。大多数金属即使被加热到熔点以上,其蒸气压也相当低<sup>[3]</sup>。因此,要使金属大量汽化,将其加热至沸腾是至关重要的。然而,多数金属的沸点都非常高,如 Fe, Ni, Al 在常压下的沸点分别为 3045 K, 2415 K 及 2621 K, 在  $1.33 \times 10^3$  Pa 的真空下的沸点也高达 2318 K, 1875 K 及 1972 K。对于感应加热这样的整体加热方式,由于耦合、散热及坩埚的热稳定性等原因,要将金属加热至如此高的温度十分困难,如感应加热制备 Fe 与 Al 的超微粉时的加热温度仅为 1800 K 与 1600 K<sup>[4]</sup>,因此,其产率不高的结果可想而知。激光加热制备超微粉具有清洁、能量集中、温度梯度大等优点,但由于基体导热及固态金属对激光的吸收率很低等原因,单纯用激光加热制取金属超微粉的产率很低。并且,将激光这样昂贵的热源的大部分能量都用来加热基体金属是极不合算的。将高频感应与激光复合起来的加热方式对于克服各自的困难是十分有利的。先用高频感应加热金属至熔化,在基体温度较高以及对激光的吸收率大为提高的基础上引入高功率激光,使金属熔体局部迅速过热到沸点以上,并剧烈汽化,以达到在较小的功率消耗下大幅度提高金属超微粉的产率的目的。

为实现上述设想,我们设计制作了如图 1 所示的试验装置。整个装置由激光器、高频感应电源、蒸发室、捕集器、真空系统、气路系统等组成。实验用 2kW 连续 CO<sub>2</sub> 激光与 7.5kW 高频感应电源作为加热源。激光束经聚焦后进入蒸发室,其功率与光斑直径可调。高频感应为自耦合,其输入功率由伏特计与电流计显示。生成的超微粉由捕集器动态捕集。保护气体的压力通过调节进气和抽气处的针阀来维持动态平衡。

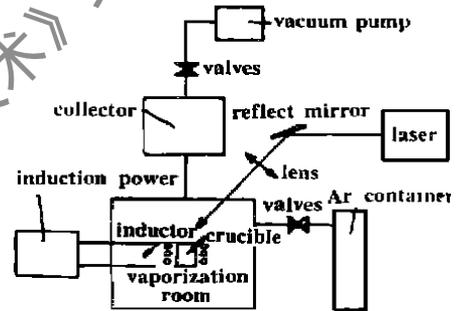


Fig. 1 Illustration of experimental setup

## 1.2 方法

蒸发室抽真空至 10Pa 以下,充入氩气清洗两次。调节针阀使蒸发室的 Ar 压力稳定在 1kPa。启动高频感应电源加热 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 耐热坩埚内的纯锌块,输入功率为 3.5kW。锌块熔化后引入激光,激光功率 600W,光斑直径 6mm。

对于所获粉末,用 D/MAX-B 粉晶衍射仪分析其成分,用 JSM-35C 型透射电子显微镜分析其形貌,用计算机统计的方法分析其粒度。

## 2 结果与讨论

### 2.1 现象讨论

实验中,先用高频感应加热置于坩埚内的锌块,3min 后锌块熔化。此时,在锌液与反射罩之间有紫色电弧产生。引入激光后,紫色电弧依然存在,同时,在激光束所处位置产生一根白色弧柱。1min 后,从坩埚中心有大量烟气产生,并迅速升起,见图 2a。一段时间后,紫色电弧与白色弧柱消失,金属烟气的产生更加剧烈,见图 2b。从弧光产生的时间、位置和形态来看,紫色电弧是高频感应电流引起的高频等离子弧,而白色弧柱则是光致等离子弧。高频等离子弧因其较为分散而对金属的加热影响很小。光致等离子弧弧柱细长,能量集中且温度很高,故

其在加热上的影响是明显的。由于光致等离子弧对于激光有阻隔作用,其在本文工艺中所起的作用是否有利尚待进一步讨论。当蒸发室内金属蒸气的浓度达到一定程度时,高频等离子弧与光致等离子弧都自动消失,金属维持稳定蒸发状态。经测算,金属锌的蒸发速率为 12g/min,激光的引入对其快速蒸发起了决定性的作用。

### 2.2 产物分析

本实验所获产物为沉积在捕集器及蒸发室内壁上的黑色疏松状粉末。产物在取出前于 10Pa 真空条件下进行了 12h 的钝化处理。粉末的透射电镜相片见图 3,样品在用电镜观察前溶于丙酮中进行了超声波分散,并用碳膜支撑。从电镜相片中

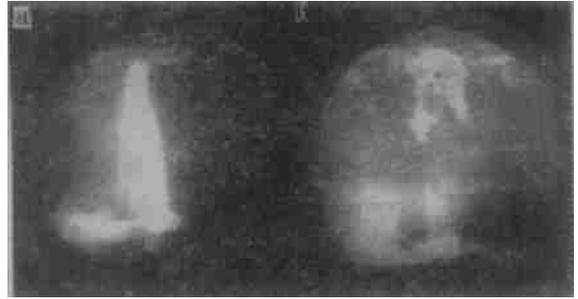


Fig. 2 Photos of phenomena during producing ultrafine Zn powder

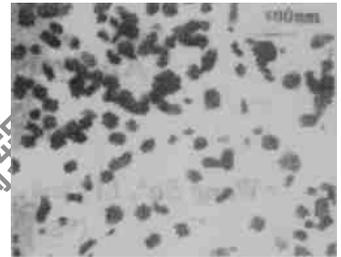


Fig. 3 TEM photos of ultrafine Zn powder

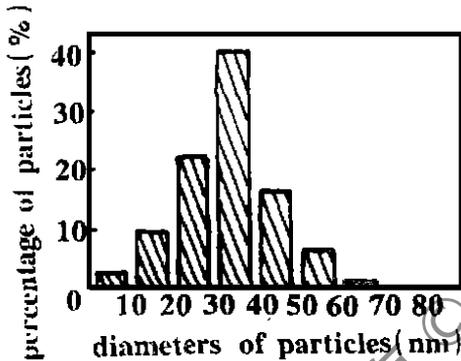


Fig. 4 Distribution of diameters of ultrafine Zn powder

可以看出,所获粉末均呈现典型的结晶形态,如六边形、四边形、三角形等。两种粉末的粒度分布如图 4 所示,粉末粒度基本上都在 80nm 以下,分布范围较窄,平均粒径

为 33.20nm。粉末的 X 射线衍射分析结果见图 5。从图中可以看出,黑色粉末基本上是纯 Zn 粉。

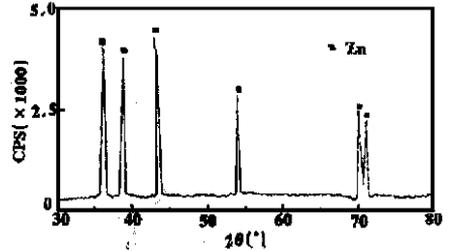


Fig. 5 XRD curve of ultrafine Zn powder

### 3 结 论

(1) 设计制作的激光-感应复合加热蒸发-冷凝法试验装置能够用于制备金属超微粉。(2) 激光-感应复合加热方式有利于加快金属的蒸发,提高产率。(3) 用激光-感应复合加热蒸发-冷凝法制取的超微锌粉具有良好的粒度分布。

### 参 考 文 献

- 1 杜仕国. 功能材料,1998;28(3):237~241
- 2 一ノ瀬升,尾崎义治,贺集诚一郎. 超微颗粒导论. 武汉:武汉工业大学出版社,1991:85~104
- 3 戴永年,赵忠. 真空冶金. 北京:冶金工业出版社,1988:101~108
- 4 严红革. 金属基超微粉末的研究. 中南工业大学博士学位论文. 1997:36~38

作者简介:胡军辉,男,1973年2月出生。博士生。现从事激光制备纳米材料方面的研究。