

激光-感应复合加热制备纳米 Al 粉的工艺研究*

胡军辉 吴 润 夏 辉 王爱华 谢长生
(华中科技大学材料科学与工程学院, 武汉, 430074)

摘要: 采用激光-感应复合加热蒸发法, 在不同的激光功率下制备了纳米 Al 粉。对激光功率与粉末产率和粉末粒度之间的关系进行了讨论。

关键词: 激光 高频感应 纳米粉末 激光功率 气压

The study of synthesizing Al nanoparticles with a method combining laser and high frequency induction heating

Hu Junhui, Wu Run, Xia Hui, Wang Aihua, Xie Changsheng
(Department of Materials Science & Engineering, HUST, Wuhan, 430074)

Abstract: Using the method of laser-induction vaporization, we got Al nanoparticles with F. C. C structure under different laser power. The relationships between laser power and the output or size of nanoparticles are discussed.

Key words: laser high frequency induction nanoparticle laser power gas pressure

引 言

纳米 Al 粉作为一种优秀的助燃剂和助烧剂受到了广泛的注意。然而, 目前用一般的加热方法难以使纳米 Al 粉达到较高的产率。此外, 纳米 Al 粉的各种性能与粉末的粒度分布关系密切, 控制粉末粒度成为改善粉末性能的关键。因此, 研究激光-感应复合加热蒸发法这样一种较为新颖的方法的工艺参数与粉末产率及粒度之间的关系有着明显的实际意义。激光-感应复合加热蒸发法的原理在于: 用高频感应将金属加热熔化并达到较高温度, 从而使金属对激光的吸收率大为提高, 有利于充分发挥激光的作用; 再引入激光则可以使金属迅速蒸发, 并产生很大的温度与压力梯度, 不仅粉末产率较高, 而且易于控制粉末粒度。

* 华中科技大学人才基金资助。

- 5 Flock S T, Wilson B C, Patterson M S. *Medical Physics*, 1987; 14(5): 835~ 841
- 6 Marchesini R, Bertoni A, Andreola S *et al.* *Appl Opt*, 1989; 28(12): 2328~ 2324
- 7 徐 清, 成柏华, 朱雅芬 *et al.* *激光生物学*, 1996; 5: 817
- 8 刘筑闻. *激光生物学*, 1996; 5: 849
- 9 孟继武, 任新光. *中国激光医学杂志*, 1998; 7(3): 178~ 179

作者简介: 魏华江, 男, 1961 年 5 月出生。副教授。现从事医药物理学教学及激光生物医学的研究。

1 实 验

实验原料为 99.99wt% 的工业纯 Al 块。原料盛放于 $f40\text{mm} \times 40\text{mm}$ 的石墨坩埚中。蒸发室抽真空到 10Pa 以下,用高纯氩气清洗两次后保持 Ar 压力为 5000Pa。启动高频感应电源对原料加热,输入功率 3.5kW。5min 后原料开始熔化,引入激光使熔体温度迅速上升并汽化。蒸发一段时间后停机冷却,充入 0.5atm 的 Ar 及少量空气钝化 10h。

文中所用激光器为 HGL-81 型横流连续波 CO₂ 激光器,可提供 2kW 以下的激光输出。实验中,激光功率变化范围在 800W~1800W 之间,焦距为 250mm。保护气嘴悬高为 50mm。作为对比,在相同条件下,用单纯感应加热也制取了纳米 Al 粉。

各种工艺下的粉末均为疏松状黑色粉末。收集后用称量法评估粉末产率。粉末在 FX-2000 ①型透视电子显微镜上观察形貌并照相。粉末在电镜观察前溶于丙酮中进行了超声分散,用覆有碳膜的铜网捞取溶液制成样品。用计算机统计分析的方式测定了粉末粒度。

2 结果与讨论

2.1 结果

实验中,在气嘴与金属液面以及感应圈之间有桔形的紫色高频等离子弧产生。引入激光

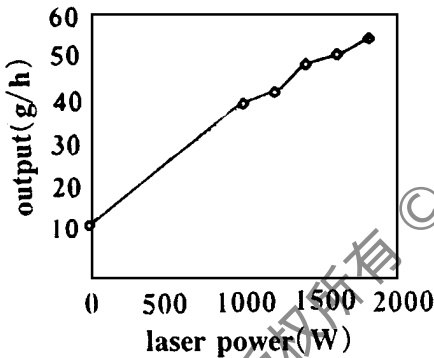


Fig. 1 The relationship between output of Al nanoparticles and laser power

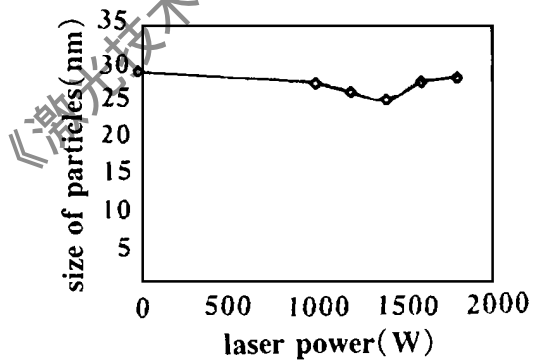


Fig. 2 The relationship between size of Al nanoparticles and laser power

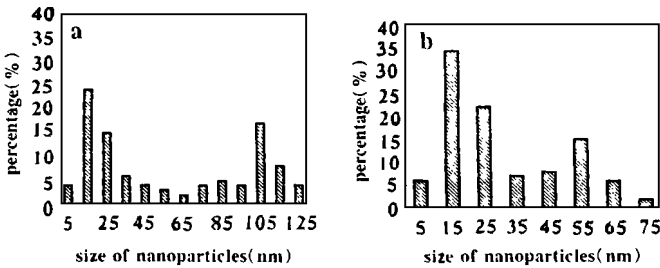


Fig. 3 Size distribution of nanoparticles under different technological conditions a—0W, 5000Pa b—1400W, 5000Pa

功率为 1800W 时,粉末产率为 54g/h。图 2 是粉末平均粒度随激光功率的变化曲线。可以看出,加入激光后,粉末粒度稍有减小,但随激光功率升高,粉末粒度变化不明显。图 3a,图 3b 分别是单纯感应加热获得的粉末与激光功率为 1400W 时获得的粉末的粒径分布图。单纯感

后,在高频等离子弧中央出现了一条较长的白色光致等离子弧。黑色金属烟气以很高的速度向外喷发,并沉积在冷却壁上。

图 1 是纳米 Al 粉的产率随激光功率的变化曲线。可见,加入激光后,粉末产率有一个跳跃式的提高,并且随激光功率升高,粉末产率急剧提高。当激光

应加热获得的粉末的粒径分布较为发散,并且分别在 15nm 和 105nm 附近有一个粒径集中分布区。激光感应复合加热制备的粉末的粒径分布相对集中些,但是在 15nm 和 55nm 附近也分别存在两个粒径的集中分布区。

图 4a, 图 4b 分别是单纯感应加热获得的粉末与激光功率为 1400W 时获得的粉末的透射电镜照片。可以发现,粉末的形貌基本上为球形,且确实存在两类不同尺度的粉末,一类较为细小,一类较为粗大,二者趋于各自聚集在一起。

2.2 讨论

蒸发法制备纳米粉末的产率主要取决于金属的蒸发速度。在外部冷却条件相同的条件下,金属的蒸发速度最终由其被加热到的温度来决定。因温度越高,金属蒸气压也越高,蒸发速度也就越大。尤其当温度提高到金属的沸点以上后,金属的蒸发方式由表面蒸发转变为体积蒸发,蒸发速度急剧提高。因此,在纳米粉末的制备中将材料加热到沸点以上对于提高粉末产率十分有利。纳米粉末的粒度及粒度分布则由蒸发源周围的空间温度梯度与压力梯度决定,空间温度梯度与压力梯度越大,粉末粒度越细小,蒸发源各部位的空间温度梯度与压力梯度分布越均匀粉末粒度的均一性也越好^[1]。因为 Al 的沸点较高,单纯用高频感应很难将其加热到沸点以上(即使能加热到高温也会出现粒度难于控制的问题),故纯感应条件下粉末产率较低。激光是能量密度非常高的局部加热热源,它可将金属加热到数千度的高温,并能造成很大的温度梯度与压力梯度,因此,引入激光后,使得粉末产率急剧提高、粉末粒度相对减小。激光功率越大,金属表面所能达到的温度越高,粉末产率提高的幅度也越大。关于粉末粒度分布的均一性问题,我们可这样考虑。对于单纯感应加热的情况,由于坩埚中心与边缘的温差较大,造成坩埚上方的温度梯度与压力梯度分布不均匀,因此,不同位置的颗粒在长大过程中温度与压力的变化情况不一样,最终粉末粒度差别较大,甚至出现在相差很大的两个尺度分散分布的情况。而对于激光-感应复合加热的情况,由于大部分蒸气几乎从同一局部喷出,温度与压力的变化情况差别不大,故粉末粒度分布较为集中,可减轻粉末分散分布的程度。激光功率越高,从光斑位置喷出的蒸气所占比例越高,故粒度也更趋于集中。

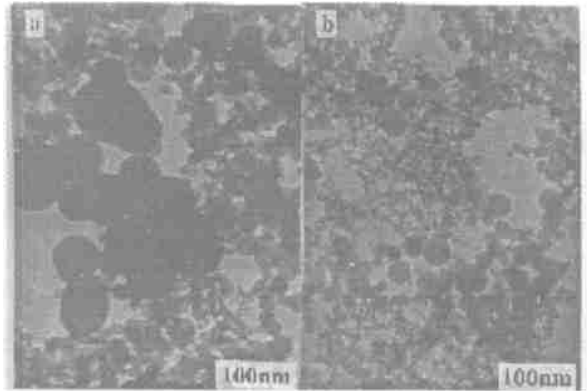


Fig. 4 TEM images of Al nanoparticles under different technological conditions

a—0W, 5000Pa b—1400W, 5000Pa

3 结 论

(1) 用笔者所述方法制取了纳米 Al 粉, 该 Al 粉粒度相对较细小且分布更集中。(2) 引入激光可大大提高粉末产率, 激光功率越高效果越明显。

参 考 文 献

- 1 费里德兰德 S K. 烟、尘和霾. 北京: 科学出版社, 1983: 278~ 281

作者简介: 胡军辉, 男, 1973 年出生。在读博士生。研究课题方向为激光制备新材料。