

用激光制取纳米级氧化物和氮化物粉末^①

徐惠彬^②

(德国 柏林工业大学)

谭树松^③

(中南工业大学)

摘 要

用大功率激光束辐照固体材料表面,同时吹入氧气,制取了 Al_2O_3 、 MoO_3 、 TiO_2 及 SiO_2 的纳米级粉末;吹入氮气,制取了 TiN 的纳米级粉末。相结构分析则表明:所制取的上述氧化物及氮化物粉末除 SiO_2 为非晶态外,其余均为晶体材料。

关键词: 纳米 (nm) 晶, 氧化物, 氮化物。

现代高科技的发展,推动着晶态、非晶态和亚稳态等具有全新性能的金属结构材料的开发。而用超细粉末(直径小于 $0.1\text{ }\mu\text{m}$)烧结成的材料,正是这种新材料的一个重要组成部分。

因为当粉末小到一定的程度后,烧结材料的结构和性能便可能突变,而成为具有优异性能的新型材料。因此制备超细粉末,已成为粉末冶金界在当前的一个新的研究课题^[1]。特别是用大功率激光束制备金属材料及非金属材料超细粉末,已越来越引起人们关注。事实上在惰性气体保护下,已用激光束制成 nm 级纯金属粉末^[2]和金属与陶瓷材料的亚稳相粉末^[3]。本文则对用激光制取某些材料的氧化物和氮化物纳米级粉末的可能性及所获材料的相结构进行初步探讨。

1 试验材料及试验方法

用纯金属 Al 、 Mo 和合金 $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$ 以及纯 Si 制备粉末。所用激光设备及附属装置与文献^[3]相同。通入的气体分别为氧和氮。相分

析是在 SIEMENS D500 X -射线衍射仪上进行的,颗粒形状及粒度用 HITACHI-6 500 扫描电镜和 SIMENS 透射电镜确定,粒度分布则用 X -射线衍射仪测定。

2 结果与讨论

用激光束辐照材料表面所制取的氧化物和氮化物超细粉末主要呈球状或椭球状,所得金属氧化物及 SiO_2 粉末均呈白色;经电镜照片及 X -射线测定平均粒度一般小于 100 nm 。其中氧化铝粉最大,为 104 nm ;氧化钼粉最小,只有 5 nm 。具体数字见表1,它表明激光制取的粉末粒度和原始材料的熔点有直接关系,即材料的熔点越高所制成的粉末越小。然而,根据我们的试验结果分析,熔点不是唯一的因素,其它因素如导热系数、热吸收率和蒸发点等也起作用。例如,导热系数高,则用于熔化及蒸发固体材料本身的有效热能就减少。不过像这类涉及到用激光制备粉末的效率的问题,还有待于进一步研究。

X -射线衍射仪相分析结果表明(见表1),

①于1991年6月19日收到

②博士研究生,原在阜新矿业学院学习; ③副教授

在 0.10 MPa 氧气氛下，用激光束熔化、蒸发纯铝表面所获得的粉末，约 40% 为尖晶石结构的 $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$ 粉末，其余为 Al 粉末，见图 1。从纯 M_0 中获得 100% 的 $\eta\text{-M}_0\text{O}_3$ ，其晶体结构尚不详^[4]。见图 2。辐照 Ti6Al4V 合金所收集的粉末，其相分析如图 3 所示，粉末主要由 $\alpha\text{-TiO}_2$ 及 $\beta\text{-TiO}_2$ 组成，且晶体结构同为正方形结构，但晶格常数不同： $\alpha\text{-TiO}_2$ 为 $a=0.459\,3\pm0.000\,2\text{ nm}$ ， $C=0.295\,9\pm0.000\,2\text{ nm}$ ； $\beta\text{-TiO}_2$ 为 $a=0.378\,5\pm0.000\,3\text{ nm}$ ， $C=0.951\,4\pm0.000\,3\text{ nm}$ 。以上各金属氧化物均为晶体。而用纯 Si 晶体辐照所获得的氧化物粉末，主要是由非晶态 SiO_2 组成，只有很少的一部分为 Si 晶体，见图 4。上述结果表明，本实验所用材料对氧的亲合力均较强，除 Si 外均能形成相应的纳米级晶态的氧化物。

用激光束照射上述材料表面，同时吹入 0.1 MPa N_2 气时，其相分析结果发现：只有

表 1 激光辐射材料表面所得粉末的成分及粒度

材 料	气 氛	粉 末 组 成	平均粒度, nm
纯 Al	O_2	$\eta\text{-Al}_2\text{O}_3\text{+Al}$	104
	N_2	Al	
纯 M_0	O_2	$\eta\text{-M}_0\text{O}_3$	5
	N_2	M_0	
Ti6Al4V	O_2	$\alpha\text{-TiO}_2\text{+}\beta\text{-TiO}_2$	52
	N_2	Ti+TiN	50
纯 Si	O_2	非晶态 $\text{SiO}_2\text{+Si}$	56
	N_2	Si	

Ti6Al4V 所制成的粉末中含有约 70% 的 TiN 粉末，见图 5。

综上所述，在不同气氛下用激光束辐照材料，可以获得纳米级氧化物或氮化物粉末，如

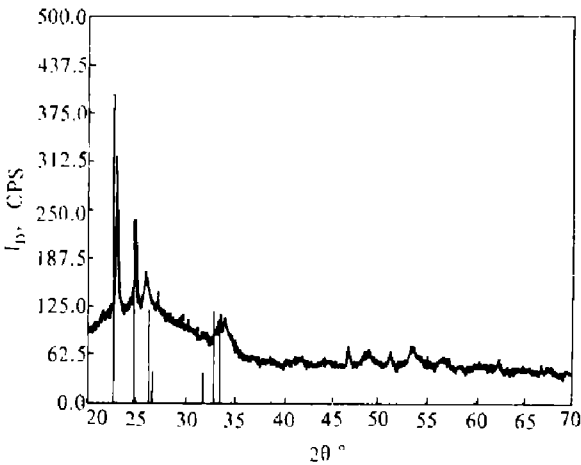


图 2 激光制备 M_0O_3 粉的 X-射线衍射图

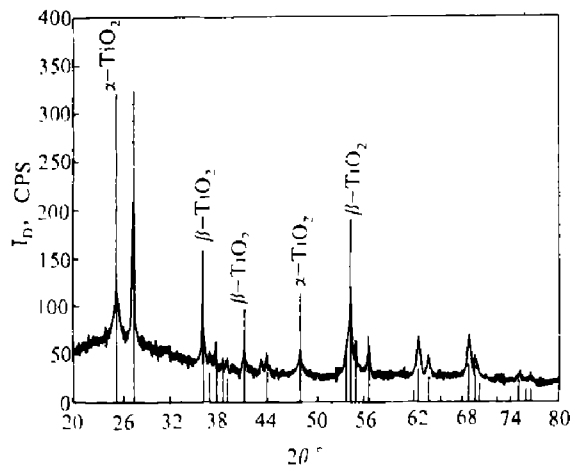


图 3 激光制备 TiO_2 粉的 X-射线衍射图

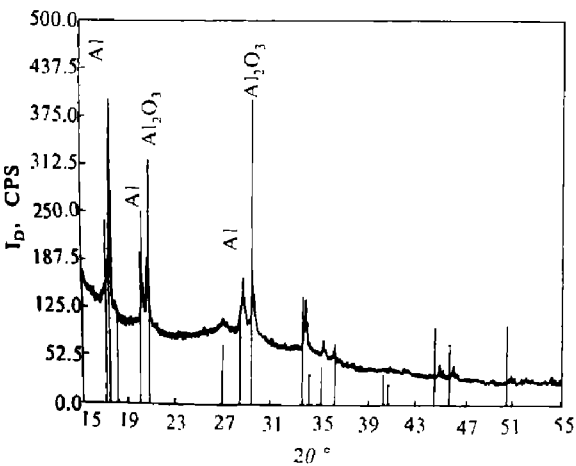


图 1 激光制备 Al_2O_3 粉的 X-射线衍射图

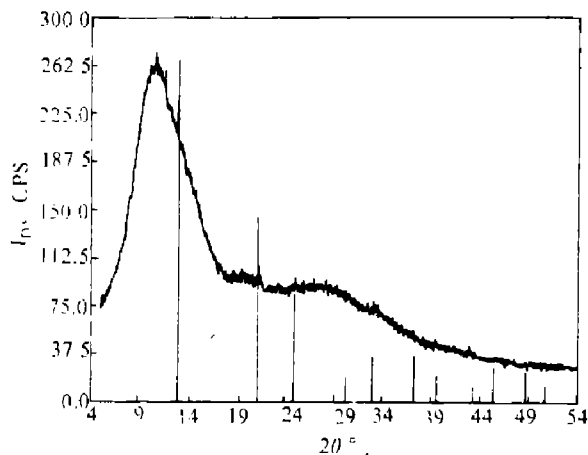


图 4 激光制备 SiO_2 粉的 X-射线衍射图

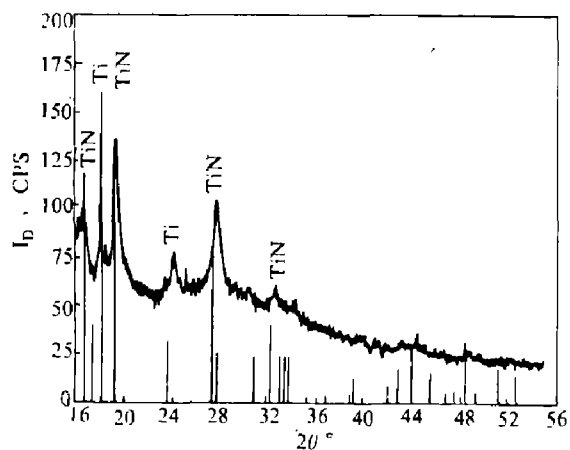


图5 激光制备TiN粉的X-射线衍射图

果加大反应气氛的压力, 还会取得更好的效

果。此外, 如将激光束扩大应用于制备新型材料本身, 其前景可能更加广阔, 例如, Morse曾在用激光束蒸发的材料中发现微束 (Microcluster)^[5]。我们推测, 这种方法有可能开辟材料科学的新领域。

参考文献

- 1 Granqvist C G, Buhrman R A. J. Appl. Phys., 1976, 47: 2200
- 2 Matsunawa A, Katayama S. Transaction of JWRI, 1985, 14: 197
- 3 徐惠彬, 谭树松. 金属学报, 1990, 26 (2): B146
- 4 Kihlberg, Magneli. Acta Chem. Scand., 1973, 9: 47
- 5 Morse M D. Chem. Rev., 1986, 86: 1049.