

· 研究简报 ·

## 蒸发法制备铝超细微粉

林光明 张进修 陈 晖

(物理学系)

**摘 要** 在惰性气体中采用蒸发方法制备铝超细微粉, 研究不同类型气体与不同压力下超细微粉的直径和结构特点。在氩气气氛下, 压力由10托至 $6.4 \times 10^{-2}$ 托变化时, 微粉的直径分别为1200Å和290Å。在37托的氦气气氛下, 获得直径为100Å的超微粒子, 色泽乌黑, 具有类似非晶的衍射花样。

**关键词** 蒸发法, 铝超细微粉, 粉末直径

超细微粉材料越来越受到人们的重视<sup>[1]</sup>。鉴于超细微粉尺度介于原子尺寸和 $\mu\text{m}$ 级材料之间, 其各种物理性质尚待研究。本文采用气体中蒸发方法制取金属铝超细微粉, 并对其性质作了研究。

### 1 实验

在惰性气体中加热蒸发金属铝, 获得铝超细微粉。实验装置使用机械泵和油扩散泵组成的真空系统, 背景真空达到 $3 \times 10^{-5}$ 托。实验中通入高纯氩气, 气压可在 $10^{-2}$ 至几十托范围内调节。加热源为绕成螺圈状的钨丝, 高纯度的铝丝悬挂于其上。钨丝通电电流14A。用置于真空室壁附近的玻璃板收集沉积的粉末。

为作比较, 实验中通入另一种惰性气体氦气, 以研究不同气体对微粉形成的影响。

使用HITACHI HU-12A透射电子显微镜观察粉末形貌, 粉末元素成份分析利用EDAX9100能谱分析仪, 在D/MAX-III A型X射线衍射仪上进行结构测试。

### 2 结 果

在氩气气氛中制得粉末呈灰黑色。气压越低, 制得的粉末颜色越深。图1是不同气压下制备的铝超细微粉的透射电子显微镜照片。从照片上测量的粉粒直径列于表1。

表1 不同气压下微粒直径

Tab.1 Diameters of particles fabricated in different inert gas pressure

氩气气压(托)	10	0.2	$.4 \times 10^{-2}$
粉粒平均直径(Å)	1200	380	290

氩气气压越低, 粉粒直径越小。粒径大致成对数正态分布<sup>[2]</sup>。

在37托的氦气气氛中制得的铝超细微粉, 色泽乌黑。透射电子显微镜测试结果

本文1990年12月24日收到

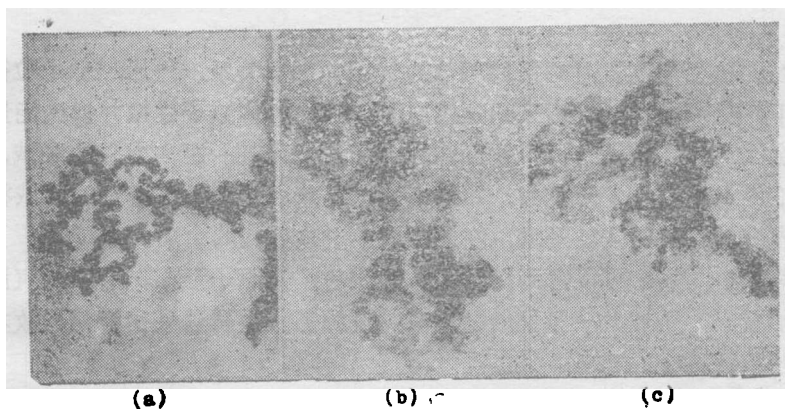


图 1 氩气气氛中制备的铝超细微粉透射电镜照片

Fig.1 TEM micrograph of Al ultrafine particles prepared in Ar gas  
 (a) 氩气气压10托,  $\times 15000$ ; (b) 氩气气压0.2托,  $\times 80000$ ; (c) 氩气气压 $6.4 \times 10^{-2}$ 托,  $\times 100000$

(图 2) 给出平均粒径为  $100 \text{ \AA}$ 。在相同量级压力的氩气气氛中蒸发制得的粉末粒度要比在氩气气氛中得到的粉末小一个量级。

从透射电镜照片上看, 铝超微粒外形呈球状, 微粒连成链状。能谱分析结果表明, 微粉杂质含量在 5% 以下。

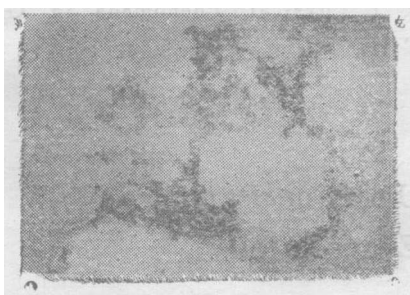


图 2 在37托氩气气氛中制备的铝超细微粉透射电镜照片  $\times 140000$

Fig.2 TEM micrograph of Al ultrafine particles prepared in He inert gas

粉末的X射线衍射结果见图 3。在氩气气氛中制备的粒径较大 (大于  $200 \text{ \AA}$ ) 的铝粉, 衍射谱与  $\mu\text{m}$  级材料的衍射谱一致。(a) 显示其 4 个强衍射峰。但在 37 托氩气气氛中制备的平均粒径  $100 \text{ \AA}$  的微粉, 衍射谱则呈不同的情形如图 3 (b)。铝的晶结峰消失, 而在低角范围 ( $2\theta = 30 \sim 45^\circ$ ) 出现一个类似非晶态物质衍射峰包。



图 3 X 射线衍射分析

Fig.3 X-ray diffraction patterns for particles  
 (a) 平均粒径  $380 \text{ \AA}$ , 衍射谱与  $\mu\text{m}$  级材料一致,  
 (b) 平均粒径  $100 \text{ \AA}$ , 衍射峰消失, 出现非晶衍射的峰包

### 3 讨论

超细微粉的粒径与蒸发时的情性气体的气压有密切关系。气压越低, 粒径越小。原因可解释如下: 从蒸发源蒸发出来的金属原子与情性气体原子碰撞并损失能量。或者, 从宏观上讲, 金属蒸气在情性气体中被冷却。在离蒸发源某一距离之外的区域, 金属蒸气被冷至饱和临界温度以下发生凝聚。如果情性气压减小, 则发生凝聚的区域将远离蒸发源, 该距离内金属蒸气密度就降低, 在此区域中成核生长的金属微粒就小。

在氦气气氛中蒸发, 可以得到粒径更小的微粉。氦原子量小, 金属蒸气原子与氦原子碰撞损失能量小, 上述发生凝聚的区域离蒸发源远, 金属蒸气密度低, 故在氦气中蒸发得到的微粉粒径更小。

最后我们看到, 粒径大于 $200 \text{ \AA}$ 的微粉, X射线衍射谱与 $\mu\text{m}$ 级材料的衍射谱一致, 指示微粒内部原子排列保持长程有序。而对粒径 $100 \text{ \AA}$ 的超细微粉, 衍射结果表明其结晶结构被破坏, 颗粒内部原子呈不规则排列, 粉末材料呈非晶性。这结果与新近 S. H. Liou 关于 Fe/Ag 复合膜中的实验结果相似<sup>[2]</sup>。

### 参 考 文 献

- 1 Granqvist C G, Buhrman R A. Ultrafine Metal Particles. *J Appl Phys*, 1976, 47: 2200
- 2 Liou S H, Zhang Y X, Deangelis R J. Physical Phenomena in Granular Materials. In Cody G D, Geballe T H, Sheng Ping eds. *MRS Symposium Proceeding 1990*, 195: 451

## Preparation of Al Ultrafine Particles by Means of Evaporation

Lin Guangmin\* Zhang Jinxiu Chen Hui

**Abstract** Ultrafine particles of Al were prepared by means of evaporation in inert gas. The sizes and structure characteristics of particles produced in different types of inert gases and at different pressures were studied. The diameter of the Al ultrafine particles changes from  $1200 \text{ \AA}$  to  $290 \text{ \AA}$  when the argon gas pressure changes from  $10 \text{ Torr}$  to  $6.4 \times 10^{-2} \text{ Torr}$ . In helium gas of  $37 \text{ Torr}$ , particles with diameter of  $100 \text{ \AA}$  were obtained. X-ray diffraction presents the pattern analogous to amorphous state.

**Keywords** evaporation, Al ultrafine particles, diameter

\* Department of Physics