

3. 材料表面性能的改善与激光快速熔凝引起的枝晶和亚晶的细化有关。

参 考 文 献

- 1 C. C. Irons, *Welding J.*, (12), 29(1978)
- 2 В. Е. Архипов, Т. А. Смолонская, *МуТОМ*, (11),

6(1985)

- 3 Б. М. Астапкевич *et al.*, *МуТОМ*, (4), 13(1985)
- 4 В. А. Бураков *et al.*, *МнТОМ*, (11), 2(1986)
- 5 В. Н. Kear *et al.*, C. M. Banas, *Phys. Today*, 29(11), 44(1976)
- 6 В. Н. Kear *et al.*, *Metals Technology*, 6, 4(1979)
- 7 А. А. Левченко *et al.*, *ФизХОМ*, (5), 147(1986)

用激光化学方法制备镍系精细粉末材料

王守文

(四川大学)

陈孝康

(四川教育学院)

Preparing fine powder by method of laser chemistry—preparation of nickel series powder

Wang Showwen

(Sichuan University, Chengdu)

Chen Xiaokang

(Sichuan Educational College, Chengdu)

摘要: 选用醋酸镍为原料, 在 CO₂ 脉冲激光作用下发生化学反应, 得到了 NiO、Ni 和 Ni₂O₃ 的精细粉末, 粉末粒直径约为 0.5 μm。

关键词: 镍, X 射线, 激光化学

一、引 言

在进行固相物质激光化学反应的研究中, 我们发现产物的 X-射线衍射图峰宽普遍较宽。例如由草酸双氧铀在 CO₂ 激光作用下生成的二氧化铀, 由甲酸双氧铀在 CO₂ 激光作用下生成的八氧化三铀, 其 X-射线衍射图中峰宽都比其母体峰宽大得多。说明生成物的粒度都比较小。由此, 我们联想到能否用激光化学的方法来制备粒度极小, 比表面很大的催化剂及其它精细粉末材料。于是, 我们选用了醋酸镍为原料, 让其在 CO₂ 脉冲激光作用下发生反应, 获得了令人满意的结果, 得到了 NiO、Ni 和 Ni₂O₃ 的精细粉末产物。发现产物的粒度确实很小。由扫描电镜测得其直径约为 0.5 μm, 呈很薄的鳞片状, 与 S. T. Lin 与 A. M. Room^[1] 用 CO₂ 激光照射 SF₆ 所得到的固态无定形硫十分相似。

二、实 验

实验中用的主要设备有: 输出功率 1 J/脉冲; 脉冲持续时间 200 ns; 脉冲重复频率 40 次/分; 光斑直

径 1 cm 的 TEA CO₂ 激光器。焦距为 17 cm 的聚光镜和自制的反应池。另外还应用了日立 S-450 型分辨率极限为 6 nm 的扫描电镜, 岛津 IR-408 红外分光光度计, D/max-rA 的 X 射线衍射仪和 Finnigan mAT-4510 型质谱联用分析仪等。

原料为分析纯的四水醋酸镍 [Ni(CH₃COO)₂·4H₂O]。

实验时先将原料在红外灯下烘烤两小时, 脱水研细。然后以三层滤纸为模圈, 将研细的醋酸镍在 600 kg/cm² 的压力下, 压成直径为 1.2 cm 的样片。并置于反应池内。最后将反应系统用真空泵抽至 10⁻² mmHg。再用激光进行照射。

三、结果与讨论

反应池内光照之处, 有灰色粉尘涌起, 几个脉冲之后即可见到池壁有灰黑色细粉沉积。几乎每次脉冲都可看到桔黄色的荧光, 偶尔有明亮的白光点。半小时后, 试样基本上脱离样品架, 产物飞溅出, 并沉积在池壁上。

将反应器壁上取下的灰黑色固体产物用扫描电

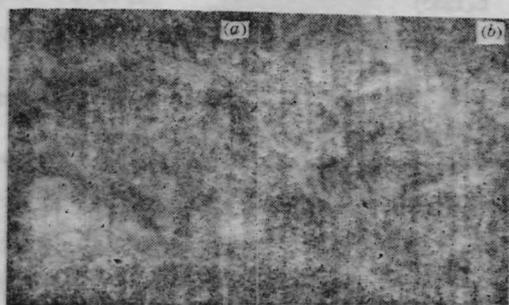


图 1

(a) 产物的扫描电镜图片
(b) 原料的扫描电镜图片

镜拍出的照片见图 1(a)。醋酸镍原料的电镜照片见图 1(b)。

由图可知产物的粒度很小(约 $0.5 \mu\text{m}$), 呈片状结构, 而原料的粒度较大呈板块状结构。

该固体产物的红外光谱如图 2。

为了确定固体产物的组成, 我们测试了由分析纯的 Ni_2O_3 和 $\text{Ni}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 热解所得的 NiO 的

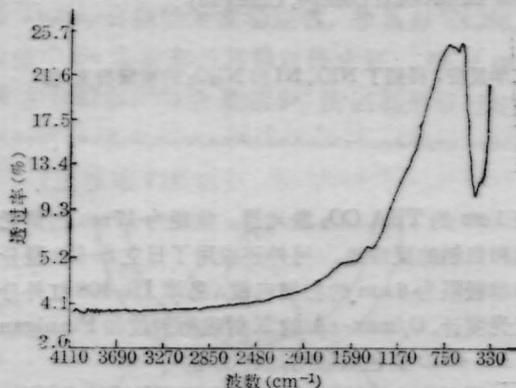


图 2 固体产物的红外光谱

红外光谱, 与固体产物的红外光谱比较, 可知固体产物的组成主要为 NiO 。同时也不排除有 Ni_2O_3 的存在; 对之作 X 射线分析, 证实了该产物同时存在 NiO 、 Ni 和 Ni_2O_3 ; 我们将产物溶于 6 N 的盐酸, 产物大部份溶解却只放出极少量气体。该气体可使湿润的碘化钾淀粉试纸呈微蓝紫色, 因此可以认为溶解物大部分是 NiO , 而只含微量的 Ni_2O_3 。未溶解的残渣仍具有磁性, 可溶于硝酸。结合 X-射线分析可确定这部分产物是金属镍。

对反应池中经激光照射生成的气体产物进行了红外和色质联用分析, 得知气体产物的组成为: CO_2 , CO , C_2H_6 , H_2O 。

醋酸镍在高功率密度激光作用下之所以能得到精细粉末, 一是由于脉冲激光加热速度都很快 ($10^6 \sim 10^{11} \text{K/s}$)^[2], 温度突然升得很高, 导致晶格和某些化学键的破坏和打断, 从而引起醋酸镍分解; 二是由于冷却速度快 ($10^3 \sim 10^6 \text{K/s}$)^[2], 致使固相产物的晶核来不及长大, 因此可获得很小的粒度(约 $0.5 \mu\text{m}$), 当然激光在固体上产生的激波亦对固相物质有粉碎和气化的作用。

在通常的热分解情况下, 四水醋酸镍失去水和醋酸根之后, 其晶格并没有破坏^[3]。所以, 激光作用下的分解与普通的热解是很不相同的。预料利用这种物质用来作催化剂, 一定会有更高的活性。

参 考 文 献

- 1 S. T. Lin *et al.*, *Chem. Phys. Lett.*, **58**(3), 414 (1978)
- 2 E. Grunwold *et al.*, *Megawatt infrared laser chemistry* (John Wiley & sons, New York (1978)
- 3 J. Leicester *et al.*, *J. Appl. Chem.*, **12**, 357 (1962)

(收稿日期: 1988年3月10日)

更改邮政信箱的通知

接邮电局通知, 上海光机所西楼原用的 8211 邮政信箱将从 1990 年 1 月 1 日起更改为 800-211 信箱, 望广大作者和读者从明年元旦起改用上海市 800-211 邮政信箱与本部联系。

编辑部