机械合金化法合成金属间化合物 N i A I 粉末

刘耀东, 张学秋

(长春工业大学 材料科学与工程学院,吉林 长春 130012)

摘 要: 由于 N iA I 基金属间化合物的一些优异性能, 长期以来作为高温结构的候选材料而得到了广泛的关注。本文中用机械合金化法合成了 N iA I 金属间化合物粉末, 详细介绍了球磨工艺, 对 N iA I 金属间化合物粉末的形貌和物相进行表征。结果表明, 金属 N i 和 A I 的粉末在球磨机内仅球磨 5h 就可以使大部分金属粉末转化为 N iA I 金属间化合物, 随着球磨时间的延长, 金属间化合物有细化的趋势。

关键词: N iA I 金属间化合物;机械合金化;表征中图分类号: TF123.7*1 文献标识码: A 文章编号: 1008-5548 2006) 01-0015-02

N iA I Intermetallics PowderCompounded by Method of Mechanical Albying

LIU Yao-dong, ZHANG Xue-qiu

(School of Material Science and Engineering, Changchun University of Technology, Changchun 130012, China)

Abstract Because of many excellent properties of NiAl-based intermetallics compound, it is being considered as a material for high temperature applications. NiAl intermetallics powder was compounded by the method of mechanical alloying and its ball milling process was discussed. The image and phase of powder were charactered. The results show that the powder of Ni and Al change greater part intermetallics within 5 hours during the mechanical alloying process, and the intermetallics have abviously tended to small along with the prolong of time of mechanical alloying.

Key words: NiAl intermetallics; mechanical alloying; characterization

机械合金化是 NiAI 粉末制备过程中的重要一步。利用机械合金化方法制备 NiAI 合金,通常采用的是原子数比为 1 1 的纯 Ni 粉和纯 AI 粉末通过球磨获得。 曾经有人在 NiAI 机械合金化方面做过一些工作^[1,2]。作者在此基础上对 Ni 粉和 AI 粉混合粉末分别采用不同的球磨工艺,研究了球磨工艺对粉末质量的影响。

1 试验方法

本实验采用设备、操作及工艺都比较简单的机械合金化的方法制备 NiAI 金属间化合物粉末, 然后

收稿日期: 2004-02-15。

第一作者简介: 刘耀东 1969-) ,男, 讲师, 博士研究生。

利用 SPS 设备将粉末烧结成块体材料。

在实验当中, 我们使用的是 GCr15 的球磨罐和磨球, 磨球直径为 10 mm。用机械合金化法对 Ni 粉、AI 粉进行球磨, 然后将得粉末进行烧结, 使之成为块状烧结体

本实验用的原料粉末为镍粉和铝粉。 其粒度、 纯度列于表 1。球磨工艺^[3,4,5]参数确定见表 2。

表 1 原料粉末的粒度、纯度

Tab.1	S ize and	purity of rav	v powder

元素	粒 度/目	纯度%	密度 /g·cm ⁻³
Νi	100~200	99.5	8.5
ΑI	100~200	99	2.7

表 2 球磨工艺参数

Tab.2 Parameter of ball milling

试样编号	转速 /r·m in-1	球磨时间 /m in
а	550	5
b	550	10
С	550	15
d	650	5
е	650	10
f	650	15
g	720	5
h	720	10
i	720	15

- (1)按 NiAl 的成分要求用电子天平分别称量出 Ni 粉和 Al 粉。
- (2) 将镍粉放在 100 的恒温干燥炉中干燥 30 min, 铝粉因其极易氧化不做干燥处理。
- (3) 在向球磨罐中放入粉和球前, 要先将球放入罐中磨几分钟, 用以磨掉罐内壁及球上的铁锈及杂质, 再用酒精洗净并烘干, 然后, 按球粉比 10/1 的比例,将磨球和粉末装入球磨罐中。
- (4) 将装有粉末和球的球磨罐放入充满 Ar 气手套箱中,待罐中空气排净后封罐,并确保密封,防止在球磨过程中发生粉末氧化^[6]。
- (5) 将球磨罐装机进行球磨,注意每球磨 3 h 要 停机 30 min, 以免罐内温度过高^[7]。
 - (6) 球磨完成后, 要在充满 Ar 气手套箱中开

2006 年 第 1 期 中国粉体技术 15

罐, 立即放入特制的塑料袋内, 并用封口机封好。

2 试验结果与分析

2.1 球磨后粉末的颗粒形态和晶粒尺寸

由粉末球磨后的 SEM 照片 图 1) 可见,随着球磨时间的延长,粉末颗粒经反复的挤压和碰撞而逐渐呈近似球形[®], 颗粒尺寸随着球磨时间的延长而减小[®], 在球磨机转速为 650 r/min, 球磨 15 h 的晶粒比较细小, 粒度也比较均匀。其原因可能是: 在转速相对较小时, 磨球来不及加速, 冲击力较小, 球磨效果较差; 在转速相对较大时, 磨球之间碰撞比较严重, 大量的能量都消耗在磨球的相互碰撞上。

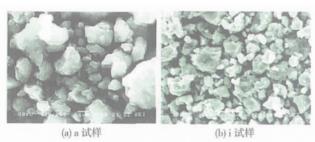
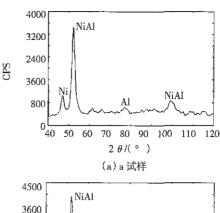


图 1 经不同时间球磨后 NiAl 金属间化合物粉末的 SEM 照片 Fig.1 SEM images of powder through different time

2.2 XRD 分析

通过对两种粉末球磨不同时间的 XRD 谱图(图 2) 分析, 可以看出, 经过球磨 5 h 后, Ni 和 Al 衍射峰基本消失, 取而代之的是 Ni Al 的衍射峰图 2(a))。说明在球磨过程中 Ni 和 Al 发生了反应, 即 Ni 粉和 Al 粉转化成 Ni Al 金属间化合物。通过对 XRD 谱线分析, 可以发现随着球磨时间的增加 Ni Al 的衍射峰有宽化的趋势图 (b))。说明随着球磨时间的增加, 球磨合成的 Ni Al 粉末在机械碰撞作用下发生晶粒细化和产生应变内应力增加。另外还可以发现,随着球磨时间的增加, 衍射谱线上的无法确定的弱峰数量增加, 由此看出,随着球磨时间的增加, 杂质也增加, 合金粉的污染增加。这也正体现了球磨机的一个缺点:随着球磨时间的增加, 粉末所受的污染也越发严重。

本实验中 NiAI 金属间化合物在很短时间内大量生成,并伴随着大量的反应热的释放。对其合成过程可做如下推测: 球磨机在长时间的运转过程中,将回转机械能传递给磨球,同时粉末在磨球介质的反复冲撞下承受冲击剪切摩擦和压缩多种力的作用,经历反复挤压冷焊和断裂等粉碎过程,形



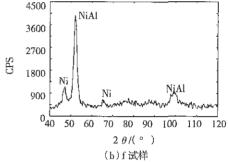


图 2 不同时间球磨后 NiAl 金属间化合物粉末的 XRD 谱图 Fig.2 XRD patterns of powder through different time 成彼此互溶的细小颗粒,最后在机械能和热能的作用下进一步反应生成金属间化和物。

3 结论

- (1) Ni 和 Al 的混合粉末在球磨机内仅球磨 5 h 即可以合成含量较高的 Ni Al 金属间化合物:
- (2) 随着球磨时间的增加, NiAI 金属间化合物有进一步细化的趋势。

参考文献(References):

- Benjamin J S. Dispersion strengthen super alloys by mechanical alloying[J]. Meta Trans, 1970,8(1):2934-2940.
- [2] Koch C C, Cavin O B, Mechamey C G. Preparation of amorphous NiNb by mechanical alloying[J]. Applied Physics Letters, 1983,43: 1017-1019.
- [3] Xu J, Klassen U H. Formation of supersaturated solutions in the immiscible Ni- Ag system by mechanical alloying[J]. Journal of Applied Physics, 1996,79(8):3935-3939.
- [4] Uenishi R, Kobayashi R, Naso S, et al. Mechanical alloying in the Fe- Cu system[J]. Zeitschrift fur Metallkunde, 1992, 83: 132-135.
- [5] Shingu P H, Lshihara K N. Non-equilibrium materials by mechanical alloying[J]. Materials Transactions, JIM, 1995,36(2):96-101.
- [6] Koch C C.Intermetallic matrix composites prepared by mechanical alloying a review[J].Materials Science and Engineering A, 1998,244:39-48.
- [7] Maurice D R, Courtney T H. The physics of mechanical alloying: first report [J]. Metallurgical Transactions A, 1990,21:289-303.
- [8] Schffer G B. On the kinetics of mechanical alloying[J]. Metallurgical Transactions A,1992,23:1285-1298.
- [9] Lu L, Lai M O. Formation of new materials in the solid state by mechanical alloying[J]. Materials and Design, 1995, 16(1):33-39.

16 中国粉体技术 2006 年 第 1 期