

DOI:10.13228/j.boyuan.issn1005-8192.202000044

电爆法制备钽微米粉

于万洋¹, 朱 亮^{1,2}

(1. 兰州理工大学材料科学与工程学院, 甘肃 兰州 730050; 2. 兰州理工大学省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 甘肃 兰州 730050)

摘 要: 研发了一种制备金属粉的丝电爆装置, 通过改变初始电压和丝径对钽丝进行电爆试验, 并表征了所制备的钽微米粉。结果表明: 初始电压增大, 钽丝单位体积上能量沉积密度提高, 微米粉平均粒径减小、粒径分布变窄。初始电压增加到一定程度时, 微米粉粒径分布变宽, 平均粒径趋于稳定值, 制备的钽微米粉平均粒径为 15 μm 。

关键词: 电爆炸金属丝; 微米粉; 粒径分布; 能量密度

文献标志码: A **文章编号:** 1005-8192(2020)05-0001-05

Tantalum micron powder by electrical explosion

YU Wanyang¹, ZHU Liang^{1,2}

(1. College of Materials Science and Engineering, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, Gansu, China; 2. State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, Gansu, China)

Abstract: A wire electrical explosion device for preparing metal powder production was designed. By changing the initial voltage and wire diameter, the electrical explosion experiment of the tantalum micron powders carried out. The prepared tantalum micron powders was characterized. The results showed that density of energy deposition per unit volume of the metal wire could be improved by increasing initial voltage, the average particle size of tantalum micron powders could be reduced, the particle size distribution became narrow. When the voltage increased to a certain degree, the particle size distribution became wide. The average particle size of the powder was in a relative stable value. The average particle sizes of the prepared tantalum micron powders were 15 μm .

Key words: electrical explosive wire; micron powder; particle size distribution; energy density

电爆法制备金属粉是在一定介质中, 高密度脉冲电流导入金属丝, 金属丝瞬间熔化、气化并发生爆炸, 产生的高温高速粒子伴随冲击波与介质碰撞后冷凝形成金属粉^[1-3]。电爆炸技术的工程应用主要是制备纳米粉。伍友成等^[4]制备纳米 Al_2O_3 粉末的平均粒度为 64.9 nm, 并研究了气压、丝径、电容器储能系数对纳米粉的影响。Sahoo S 等^[5]制备纳米粉粒径范围为 10~140 nm, 粒径分布服从对数正态分布, 研究了能量沉积速度对爆炸膨胀速度和颗粒粒径的影响。Romanova V M 等^[6]根据激光阴影

图片和电流电压波形把金属丝分成铜、钨、镍 3 组, 结合金属热物理性质构建爆炸发展模型。利用消融材料约束制备铝、镍和钨的平均粒径分别为 31、33、42 nm^[7-8]。电爆法制备的金属粉中有一部分微米粉, 改变工艺参数可以控制纳米粉与微米粉的比例, 对于微米粉的研究仍处于起步阶段。电爆法制备的钽微米粉活性高、球形度好可以用于 3D 打印技术^[9-10], 制造出来“多孔钽”关节植入人体无排斥反应。然而电极雾化法和等离子球化法制备钽粉效率低、含氧量高、工艺复杂。

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51765038)

作者简介: 于万洋(1990—), 男, 硕士生; E-mail: 1191661979@qq.com; 收稿日期: 2020-05-07

通讯作者: 朱 亮(1964—), 男, 博士, 教授; E-mail: zhul@lut.cn

本文基于气体放电原理,研发了丝轮缠绕式连续电爆制备金属粉装置,适用于丝径大于 0.3 mm 的粗金属丝。通过在不同初始电压下对钽丝进行电爆制备钽粉试验,观察钽微米粉表面形貌,统计钽微米粉粒径分布,讨论粒径与能量沉积的关系。

1 试验装置及方法

丝轮缠绕式连续电爆制备金属粉装置如图 1 所示。其中,送丝装置主要由丝轮和其上均匀分布的

6 个夹丝机构构成。电机通过往复机构带动丝轮转动,金属丝在夹丝机构的夹持作用下连续送到电极之间发生爆炸。之后,压杆抬起,同时金属丝经过丝轮送压杆下方,压杆自动回落将金属丝夹紧,夹紧后,金属丝再次被送至电极之间发生爆炸。上述过程重复进行,从而实现电爆炸金属丝装置的连续工作。丝轮转动过程中,往复机构带动丝轮同时左右往复运动,使金属丝与在夹丝机构上的爆炸位置不断变化。电爆过程中产生的高温电弧和爆炸冲击波

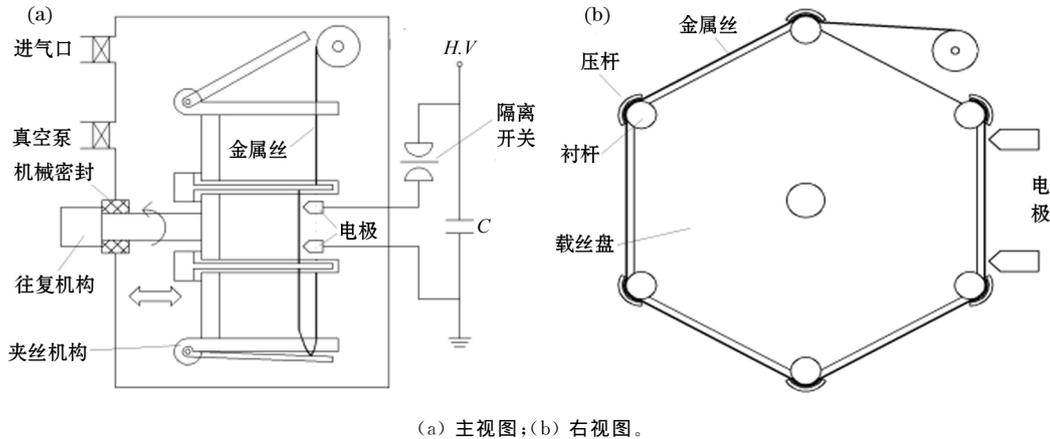


图 1 电爆炸法制备金属粉装置

Fig 1 Device of manufacturing metal powder by wire electrical explosion

分散在衬杆上,减缓烧蚀提高使用寿命。

试验在氩气介质中进行,先用真空泵将腔室抽真空至小于 10 Pa,再冲入氩气至 0.1 MPa。然后启动高压发生器(H.V)向脉冲电容器 C(8.88 μF)充电产生高压电场,将金属丝送入高压电场进行电爆制备金属粉。

在不同初始电压对丝径 0.3 和 0.4 mm 钽丝进行电爆试验。钽丝一次爆炸丝长 60 mm,电极间距 65 mm,金属丝与电极尖端的放电间隙为 4 mm。电爆结束后收集金属粉,通过扫描电镜观察微米粉形貌,并利用电镜图片统计微米粉粒径分布。试验时使用高压探头和罗氏线圈分别采集电爆过程中电压和电流信号,用示波器记录电压电流信号,计算钽丝能量沉积密度。

2 试验结果及讨论

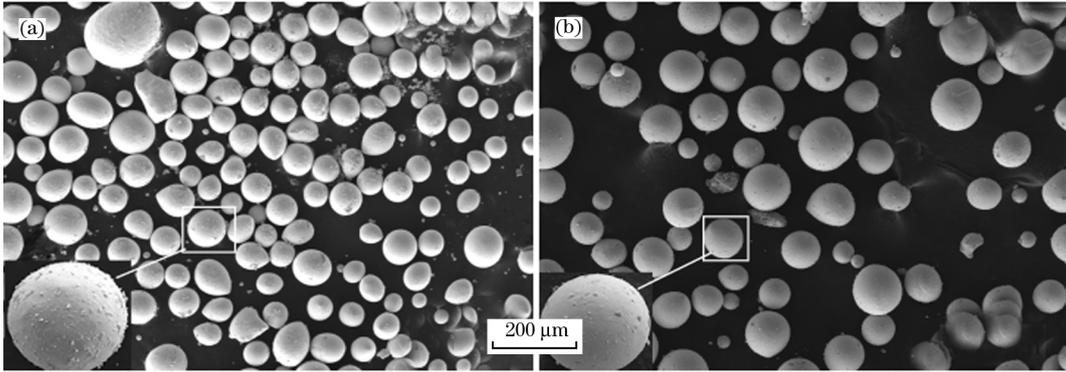
2.1 金属粉显微分析

初始电压为 2 kV 时,电爆丝径为 0.3 和 0.4 mm 的钽丝所收集到的微米粉 SEM 形貌如图 2 所示。钽微米粉球形度和分散性较好,个别呈液滴

状,这是由于微米颗粒冷凝过程中相互碰撞造成。颗粒之间存在黏附现象,这与金属粉形成过程有关。电爆过程是非平衡过程,电爆产物中气相粒子和液相粒子相同时存在,在冲击波和电磁力的作用下一起向介质中扩散^[11-13]。初始阶段,气相粒子运动速度比液相粒子快,外层区域主要是气相粒子,内层区域主要是液相粒子。气相粒子质量小,运动速度迅速减小,一段时间后,液相粒子到达气相粒子所在区域。此时,液相颗粒带正电,气相颗粒带负电^[14]。液相粒子飞行过程中会俘获气相粒子,它们共同冷却分别形成微米粉和纳米粉。冷却过程中微米颗粒与纳米颗粒、纳米颗粒与纳米颗粒、微米颗粒与微米颗粒相互撞击。冷凝结束后,粒径较小的微米粉黏附在粒径较大的微米粉上,纳米粉团聚呈絮状。

2.2 金属粉粒径分析

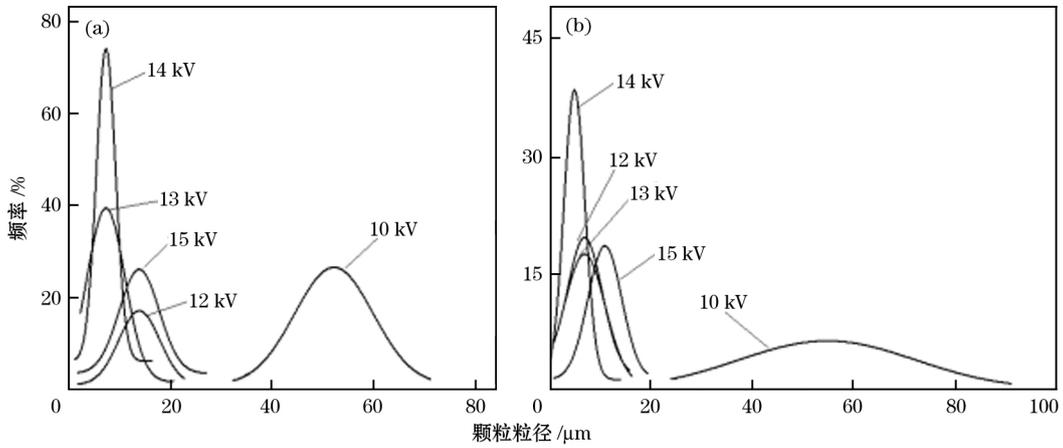
利用钽微米粉的扫描电镜图片和 Nano Measure 软件统计粒径分布,得到丝径为 0.3 和 0.4 mm 钽丝在不同初始电压下微米粉粒径分布图,如图 3 所示。初始电压为 12~15 kV 的微米粉粒径分布服从对数正态分布,粒径范围为 8~20 μm。初始电压为



(a) 丝径 0.3 mm; (b) 丝径 0.4 mm。

图 2 钽微米粉扫描电镜图片

Fig 2 SEM images of tantalum micron powders



(a) 丝径 0.3 mm; (b) 丝径 0.4 mm。

图 3 不同初始电压下钽粉粒径分布

Fig 3 Particle size distribution of tantalum micron powder under different charging voltages

10 kV 时,微米粉粒径服从正态分布,粒径范围为 30~85 μm。初始电压增大,金属丝上能量沉积增大,粒径分布范围变窄,粒径分布集中处粒径变小。初始电压过大,粒径分布范围变宽,粒径分布集中处粒径变大。

试验所得钽微米粉平均粒径与初始电压关系如图 4 所示。丝径相同,初始电压增加,微米粉平均粒径逐渐减小,当初始充电电压增加到一定程度时,微米粉平均粒径趋于一个相对稳定的值。制备的钽微米粉平均粒径接近 15 μm。初始电压相同,丝径越小微米粉平均粒径越小。由气体放电导入电流机制可知,初始电压较大时,金属丝端部湮没在等离子体中,有一部分电流不经过丝端部,直接通过金属表面的等离子体导入。等离子体对电流的旁路作用,会阻碍金属丝端部能量沉积。金属丝两端产生粒径较

大的微米粉,使平均粒径趋于一个稳定值,粒径分布变宽^[13]。

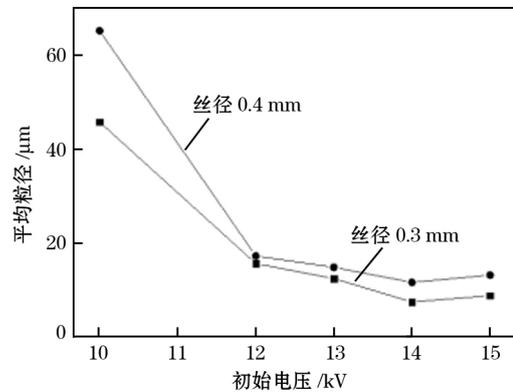


图 4 初始电压与平均粒径的关系

Fig 4 Relationship between initial voltage and average particle size

2.3 电爆过程中的能量分析

丝径为 0.4 mm 初始电压为 15 kV 的钽丝电爆过程中电流电压波形如图 5 所示。 t_0 与 t_{br} 之间是金属丝欧姆加热阶段,电压先减小再增大。 t_{br} 是开始爆炸失稳点,其后是等离子体震荡阶段,储能电容内部剩余能量击穿金属气溶胶形成等离子体。其他工艺参数的电流电压与图 5 波形形状、趋势相同。电爆钽丝的电流电压波形属于固态加热型,金属丝不完全熔化,电爆过程中伴随固态加热,电流波形减幅震荡。金属丝在振荡电流的前半周期内汽化并且发生击穿,能量沉积集中在峰值电压(t_{br})之前。

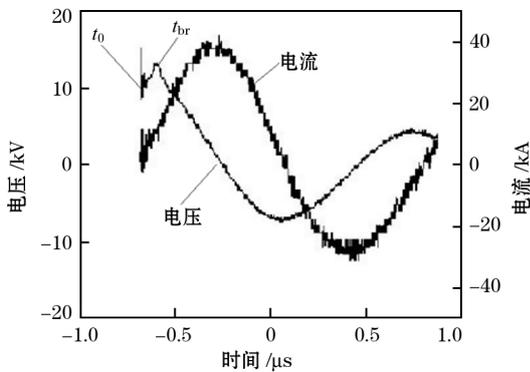


图 5 钽丝电爆过程中电流电压波形
Fig. 5 Discharge current and voltage waveform electrical explosion of Ta

欧姆加热阶段金属丝表面和丝核电流分布不均匀。丝表面加热速度快,形成金属蒸汽,并且解吸附气体和杂质,在 t_{br} 之后快速膨胀形成低密度等离子体“冕状结构”,丝核未被完全加热成金属蒸汽,仍是固液相和液相混合形成高密度等离子体“核状结构”^[6]。钽丝线膨胀系数($6.5 \times 10^{-6} 1/^\circ\text{C}$)较小,加热过程中膨胀速度小,金属蒸汽贴合在丝核表面。丝核表面布满电弧放电,金属蒸汽击穿,形成低密度等离子体,其电阻比丝核小,丝核停止能量沉积,丝核不能继续由液态变为气态。

钽丝上的能量沉积利用公式(1)估算:

$$E = \int_{t_0}^{t_{br}} U(t)I(t)dt \quad (1)$$

其中, $U(t)$ 是金属丝两端的电压, $I(t)$ 是流过金属丝的电流, t_0 是金属丝能量沉积开始的时刻, t_{br} 是金属丝开始爆炸的时刻。

公式(1)计算的金属丝爆炸之前沉积的能量 E 和金属丝的体积 V ,利用公式(2)计算钽丝单位体积上能量沉积密度 e 。

$$e = \frac{E}{V} \quad (2)$$

钽丝单位体积上能量沉积密度与初始电压的关系如图 6 所示。钽丝能量沉积密度均小于升华热 $889.81 \text{ kJ} \cdot \text{mm}^{-3}$,均大于熔化热 $2.93 \text{ kJ} \cdot \text{mm}^{-3}$ 。钽丝在欧姆加热过程中只是部分熔化,钽丝没有完全气化就由于磁流体不稳定性(MHD)的出现而发生失稳爆炸。失稳爆炸时液态金属和金属蒸汽共存,电爆产物可以在不同能量状态下同时存在。

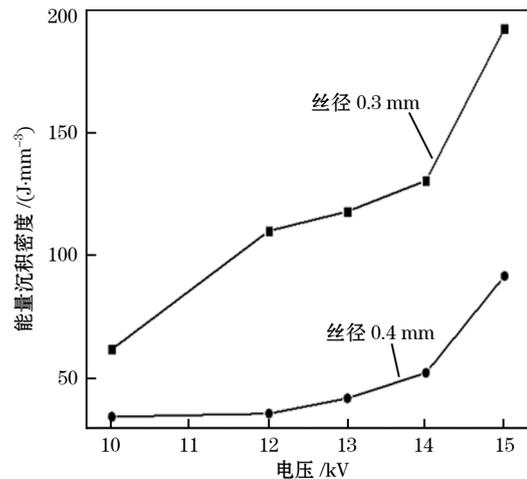


图 6 钽丝能量沉积密度
Fig. 6 Energy deposition density of Ta wire

电爆过程中丝径 0.3 mm 比 0.4 mm 的钽丝爆炸点提前,电流上升速度和能量沉积速度明显增加,单位体积金属丝能量沉积密度较大,微米粉平均粒径较小。初始电压增大,钽丝单位体积上能量沉积密度增大,微米粉平均粒径减小、粒径分布集中。初始电压过大时,等离子体对电流的旁路作用明显,等离子体震荡阶段的能量沉积较大,液相粒子和气相粒子冷凝速度变慢,出现粒径较大的微米粉。尽管钽丝单位体积上能量沉积密度很大,初始电压对平均粒径的影响减弱,平均粒径趋于平稳,微米粉粒径分布变宽。

3 结论

1) 研发了基于往复机构的丝轮缠绕式连续电爆制备金属粉装置,丝轮将金属丝连续送入高压电场中,通过气体放电导入电流,可实现保护气氛中连续制备金属粉。

2) 利用该装置制备钽微米粉,观察发现微米粉球形度和分散性较好,个别呈液滴状。粒径较小的

微米粉黏附在粒径较大的微米粉上。

3) 增加初始电压可增大金属丝单位体积上能量沉积密度,微米粉平均粒径减小,粒径分布范围变窄。初始电压过大,能量沉积密度相应增大,微米粉粒径分布范围变宽,粒径分布集中处粒径变大。初始电压为 12~15kV 时,钽微米粉粒径范围为 8~20 μm 。初始电压为 10kV 时,钽微米粉粒径范围为 30~85 μm 。随着初始电压增大微米粉平均粒径趋于一个稳定值,电压对平均粒径的影响减弱,钽微米粉平均粒径为 15 μm 。

参考文献:

- [1] 朱亮,张周伍.电爆技术用于超细粉制备和表面喷涂的研究进展[J].材料导报,2005(12):79.
- [2] 毕学松,朱亮.丝电爆制备纳米粉中的电极烧损和大颗粒形成[J].有色金属(冶炼部分),2012(8):48.
- [3] 彭楚才,王金相,童宗保.电爆炸法制备纳米粉体材料的研究进展[J].材料科学与工程学报,2013,31(4):608.
- [4] 伍友成,邓建军,郝世荣.电爆炸丝法制备纳米 Al_2O_3 粉末[J].强激光与粒子束,2005,17(11):1753.
- [5] Sahoo S, Saxena A K, Kaushik T C, et al. Effect of energy deposition rate on plasma expansion characteristics and nanoparticle generation by electrical explosion of conductors[J]. High Energy Density Physics, 2015(17): 270.
- [6] Romanova V M, Ivanenkov G V, Mingaleev A R, et al. Electric explosion of fine wires: Three groups of materials[J]. Plasma Physics Reports, 2015, 41(8): 617.
- [7] 王晗,朱亮,陈剑虹.消融材料约束金属丝电爆法制备纳米粉[J].热加工工艺,2016,45(16):1.
- [8] 宋林轩,朱亮,王旭东.丝电爆制备金属纳米颗粒的研究[J].金属功能材料,2019,26(1):27.
- [9] 李广兵.一种 3D 打印粉制备设备及其使用方法.中国:CN106493379A[P].2016-12-12.
- [10] 钟景明,李志年,王战宏,等.惯性器件用钨材研究及其应用进展[J].粉末冶金工业,2018,28(1):1.
- [11] 张爱华,周爱武,杨富龙.金属丝电爆过程中初始充电电压对沉积能量的影响[J].自动化与仪器仪表,2013(3):186.
- [12] 朱亮,朱锦,毕学松.电爆过程中能量密度与爆炸产物变化的关系[J].中国表面工程,23(4):65.
- [13] 毕学松,朱亮,杨富龙.丝电爆过程的电流导入机理[J].物理学报,2012,61(7):78105.
- [14] Yuri F, Ivanov, Mirswan N, et al. Productions of ultra-fine powders and their use in high energetic compositions[J]. Propellants Explosives Pyrotechnics, 2003, 28(6): 319.