

FeAl 金属间化合物多孔材料压缩力学性能

苏淑兰¹, 饶秋华², 贺跃辉²

(1. 中南林业科技大学, 湖南 长沙 410004)

(2. 中南大学, 湖南 长沙 410075)

摘 要: 针对本课题组采用元素混合粉偏扩散-反应合成-粉末烧结方法制备的 Fe-40at%Al 金属间化合物多孔材料, 采用单轴压缩实验研究其压缩应力-应变曲线特征以及孔隙率对其力学性能的影响规律, 并通过扫描电镜实验揭示其微观断裂机理。结果表明: FeAl 多孔材料的压缩应力-应变曲线可分为弹性、屈服、强化和破坏 4 个阶段, 其中较大孔隙率的 FeAl 多孔材料表现出明显的非线性弹性特征; 随着孔隙率的增大, 其压缩屈服极限变化不大, 而弹性模量和抗压强度显著降低; 其断口特征宏观上表现为脆性断裂, 微观上为微观沿晶断裂。比较 FeAl 多孔材料的理论值 E^* 和实测值 E 可知, 非均匀 Plateau 多孔结构细观力学模型不适合高密度多孔材料, 但可以较好地预测中密度多孔材料的弹性模量。

关键词: FeAl 金属间化合物; 多孔材料; 压缩力学性能; 孔隙率; 断裂机理

中图法分类号: TF125.6

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)08-2453-05

FeAl 金属间化合物因具有优异的高温抗氧化性^[1-5]、抗硫化性^[6,7]、耐腐蚀性^[8,9]、耐磨性和易加工性^[10]等特点, 已广泛应用于医药、冶金、航空航天、建筑结构等工程实际。本课题组利用 Fe、Al 元素粉末在反应烧结时很容易发生 Kirkendall 效应而生成大量孔隙这一特征^[11,12], 首次提出了元素混合粉偏扩散-反应合成-粉末烧结方法, 成功地制备出 FeAl 金属间化合物多孔材料^[13], 兼有陶瓷和金属多孔材料的性能优势, 成为一类新型的无机多孔材料; 并且采用粉末湿法喷涂技术, 制备出了具有阶梯孔梯度的 FeAl 多孔材料均质过滤膜^[14], 已广泛应用于极端环境下(如高温、强腐蚀或强硫化)的过滤、分离、净化和提取^[15-19]。作为一种新型的功能和结构材料, FeAl 金属间化合物多孔材料力学性能研究尚处于起步阶段。已有研究中, 对于 FeAl 多孔材料的力学性能也进行了一定的实验测试和分析, 如抗拉和抗弯强度的测定^[13,20,21], 但相关文献还是非常少, 而其压缩力学性能的研究方面更是空白。

针对本课题组制备出的具有不同孔隙率的 FeAl 多孔材料, 采用单轴压缩实验研究其应力-应变曲线特征以及孔隙率对其力学性能的影响规律, 并通过扫描电镜实验揭示其微观断裂机理, 进一步比较 FeAl 多孔材料的理论值 E^* 和实测值 E , 希望为 FeAl 多孔材料的推广应用提供重要依据。

1 实 验

为制备 FeAl 多孔材料, 首先选取粒度为 3~10 μm 的 Fe 粉和 Al 粉, 将 Fe 粉和 Al 粉按原子分数比 6:4 配成粉末样品后, 置于 V 型混料机中进行均匀混合, 其中混料机转速为 40~60 r/min、混料时间控制在 8 h; 再通过 60 t 油压机, 对该混合粉末施加 250 MPa 压力模压成圆片状压坯试样, 尺寸为 $\Phi 32\text{ mm} \times 3\text{ mm}$; 最后利用 Kirkendall 效应和元素粉末反应相变造孔机制, 将压坯试样置于钨发热体真空烧结炉内进行分段反应烧结, 真空度为 $2 \times 10^{-3}\text{ Pa}$, 最终烧结温度 1100 $^{\circ}\text{C}$ 且保温 4 h, 制备出 Fe-40at%Al 金属间化合物多孔材料(即 Al 的原子分数为 40%)。图 1 为 JSM-6360LV 型扫描电镜(SEM)测得的 FeAl 多孔材料孔隙形貌图。

因模压成形、高温真空烧结而制备出的 FeAl 多孔材料原始样品尺寸很小, 实验采用正方形柱体试样(GB/T7314-2005), 尺寸为 3 mm $\times$ 3 mm $\times$ 6 mm, 通过线切割加工且打磨抛光而成。选用 3 组孔隙率不同的 FeAl 多孔材料, 根据阿基米德原理测得其孔隙率 θ 分别为 10.97%、44.2%、49.3%。每一组取 4 个试样进行单向压缩实验。

采用 MTS Insight 生物力学试验机对 FeAl 多孔材料进行单向压缩实验, 以避免常规的万能试验机无法准确

收稿日期: 2017-08-15

基金项目: 国家自然科学基金(11502307); 湖南省自然青年科学基金(2016JJ3187); 中南林业科技大学引进高层次人才科研启动基金

作者简介: 苏淑兰, 女, 1978 年生, 博士, 副教授, 中南林业科技大学, 湖南 长沙 410004, 电话: 0731-85623328, E-mail: sushl@126.com

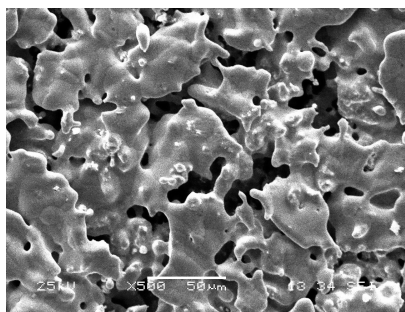


图 1 FeAl 多孔材料的孔隙形貌

Fig.1 SEM micrograph of the FeAl porous material

测定较小试件的应变值。设定小孔隙率试件 ($\theta=10.97\%$) 的最大荷载为 30 kN 大孔隙率试件 ($\theta=44.2\%$, 49.3%) 的最大荷载为 1 kN, 将 FeAl 多孔材料试件对中轴线放置在试验机上 (严格保证试件仅受轴向压力作用)。以 0.4 mm/min 的加载速率对试件施加压力直至破坏, 试验机实时记录载荷与变形, 以此绘制出压缩应力-应变曲线, 并采用 JSM-6360LV 型扫描电镜进行试件断口分析。

2 弹性模量理论公式

基于金属间化合物多孔材料的微观结构特征, 笔者建立了非均匀 Plateau 多孔结构细观力学模型^[22], 通过能量法推导出了多孔材料有效弹性常数的理论计算公式, 并给出了有效弹性常数与其宏观相对密度的显式表达式, 能较为准确地预测中密度多孔材料的有效弹性模量。式 (1) 为均匀规则 Plateau 多孔结构的有效弹性模量理论计算公式:

$$\frac{E_1^*}{E_s} = \frac{E_2^*}{E_s} = \frac{6\rho^3}{9\rho^2 + 6k(1+\nu)\rho^2 + 4} \quad (1)$$

式中, E_1^* 和 E_2^* 为 Plateau 多孔结构在 X_1 - X_2 面内的共面有效弹性模量, E_s 和 ν 为其相应致密材料的弹性模量和泊松比, ρ 为多孔结构的相对密度, k 为多孔结构孔棱横截面的横向剪切系数。

3 结果与分析

3.1 应力-应变曲线

图 2 为 3 组孔隙率下 FeAl 多孔材料的压缩 σ - ε 曲线图 (实验结果表明 4 个试样的 σ - ε 曲线基本相同, 故每组孔隙率选取 1 个试样的实验结果列出)。可见, 3 条曲线的变化规律大致相同, 均由弹性、屈服、强化、破坏等 4 个阶段组成, 具体分析如下:

(1) 弹性阶段。由局部放大图可知, FeAl 多孔材料压缩弹性特征与其孔隙率 θ 紧密相关。小孔隙率 FeAl 多孔材料 ($\theta=10.97\%$) 的变形主要取决于 FeAl 致密材

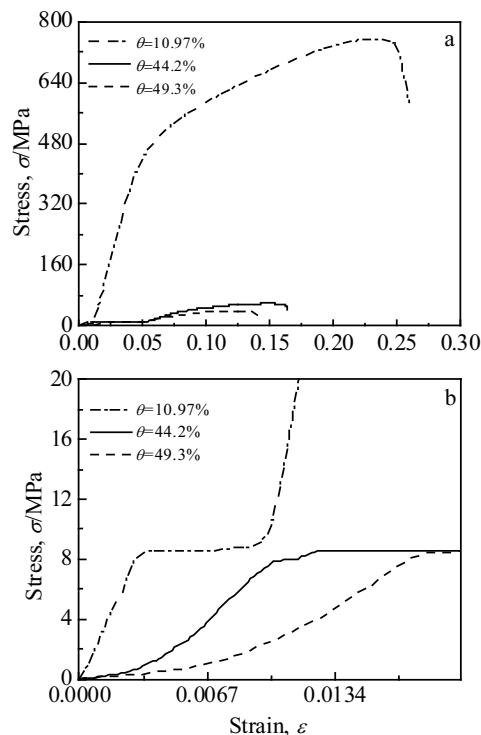


图 2 不同孔隙率下 FeAl 多孔材料压缩应力-应变曲线

Fig.2 Compressive stress-strain curves of the FeAl porous material with different porosities: (a) full curves and (b) elastic section

料的变形, 表现出明显的线弹性特征; 而较大孔隙率 FeAl 多孔材料 ($\theta=44.2\%$ 、 49.3%) 的变形主要取决于非均匀、非均匀孔隙结构的变形, 表现出明显的非线性弹性特征。

(2) 屈服阶段。当压力增加到一定程度时, FeAl 多孔材料的孔壁材料发生位错滑移、孔隙不断坍塌变形, 出现一个应力变化很小、而应变不断增加的平台段, 该平台应力即为屈服极限 σ_s 。由于孔隙率 θ 会影响孔壁材料位错引起的孔隙不断坍塌变形过程, 故随着孔隙率 θ 的增大, 屈服阶段产生的塑性应变更更多, 屈服平台更长。

(3) 强化阶段。当 FeAl 多孔材料的孔隙结构完全坍塌至孔壁发生接触后, 材料密实化而重新恢复承载能力即强化, 出现应力-应变曲线上阶段, 最大值即强度极限 σ_b 随着孔隙率 θ 的增大而明显减小。

(4) 破坏阶段。FeAl 多孔材料压缩至强度极限 σ_b 后, 发生突然断裂。

3.2 断裂机理

不同孔隙率下 Fe-40at%Al 多孔材料的压缩试件具有相同的宏观破坏特征, 以 $\theta=44.2\%$ 试件为例 (图 3)。该材料压缩时, 发生了沿与轴线大约成 45° ~ 55° 的斜截面破坏, 断裂面较为平整, 表现为宏观脆性断裂。

采用 JSM-6360LV 型扫描电镜 (SEM) 观察不同孔隙率下 Fe-40at%Al 多孔材料的微观断口形貌, 如图 4 所示。

可见, 其断口均具有相同的显微特征, 即出现大量的冰糖状形貌, 为典型的沿晶断裂, 其断裂机理与 Fe-40at%Al 致密材料内部晶体的结构特征、滑移特征和晶界特征以及环境氢脆等因素密切相关^[1]。

B2 型 FeAl 金属间化合物的超点阵位错 ($\langle 111 \rangle$) 由于在晶体中整体滑移困难而分解为 2 个 $\frac{a_0}{2} \langle 111 \rangle$ 部分位错 (中间有反相畴界 APB) 进行交滑移, 然而, 其分解的难易取决于超点阵位错之间的间距; 且其间有 APB 的 2 个 $\frac{a_0}{2} \langle 111 \rangle$ 部分位错的滑移行为由反相畴界能的大小 (即 APB 的宽度) 决定, 而室温下 2 个部分位错的反相畴界 APB 的宽度随 Al 含量的增加而减少, 对铝含量较高的 Fe-40at%Al, 位错间的间距与反相畴界能的大小直接影响其的延性。FeAl 脆性的另一个不可忽略的原因是本征晶界弱化, 随着铝含量的增加 FeAl 晶界呈现本征脆性, 其塑性急剧降低, 相应的断裂模式由穿晶变为沿晶, 故较高铝含量的 Fe-40at%Al 在空气中的晶界强度远低于晶体解理强度, 易发生沿晶断裂。此外, 空气中存在水汽引起的环境氢脆也是 FeAl 室温脆性的重要原因之一。由于空气中含有水汽产生环境脆性导致发生解理, 当水汽吸附在 FeAl 表面, Al 原子与水汽反应释放出氢原子时, FeAl 中的位错移动以及微裂纹的扩展速率都较真空条件下急剧提高。故 Fe-40at%Al 多孔材料的断裂机理为宏观脆性断裂和微观沿晶断裂。

3.3 力学性能参数

为了进一步开展 FeAl 多孔材料压缩力学性能研究, 表 1 列出了实测的 3 组不同孔隙率下 FeAl 多孔材料压缩力学性能参数。这里考虑到忠于图 2 中原始数据的原则, 故表 1 中列出的也是该试样的力学性能参数; 为了保证数据的可靠性, 对线弹性特征较明显的 FeAl 多孔材料 ($\theta=10.97\%$), 其弹性模量通过对线弹性段进行线性拟合得到, 而对具有非线性弹性特征的 FeAl 多孔材料 ($\theta=44.2\%$ 、 $\theta=49.3\%$), 其弹性模量是取其非线性段的割线斜率得到的。

由表 1 可知, FeAl 多孔材料的弹性模量 E 和强度极限 σ_b 均随孔隙率 θ 的增大而减小, 而屈服极限 σ_s 变化很小, 可见 FeAl 多孔材料 σ_s 主要取决于 FeAl 致密材料屈服极限。该结论不同于常见泡沫金属 (如泡沫铝) 的压

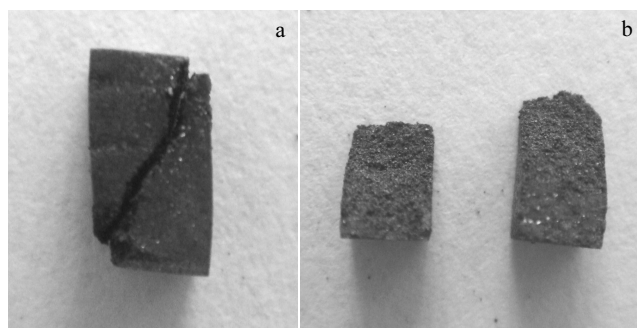


图 3 FeAl 多孔材料压缩断裂试件

Fig.3 Specimens of compression fracture of the FeAl porous materials ($\theta=44.2\%$)

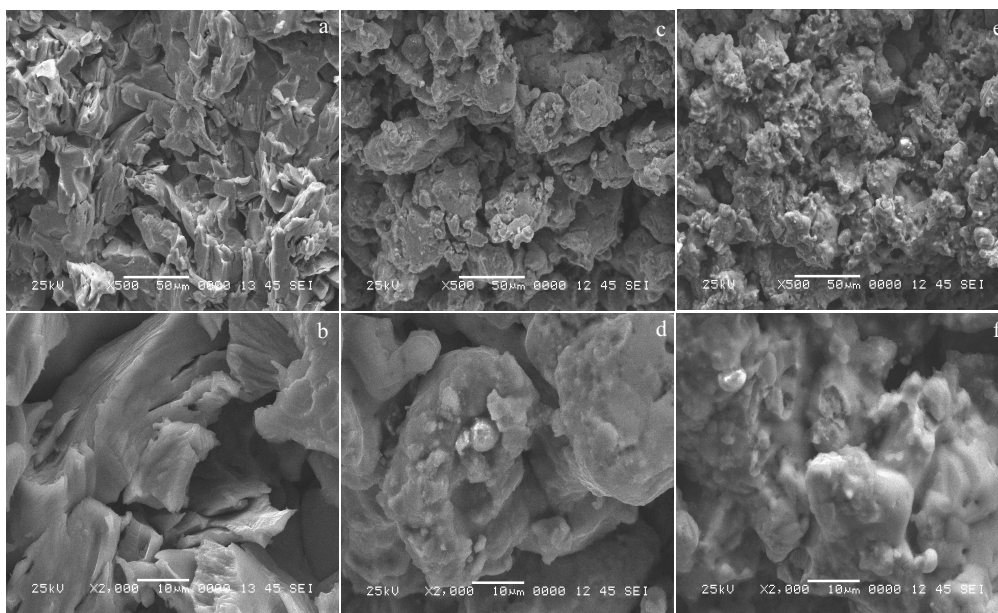


图 4 不同孔隙率下 FeAl 多孔材料压缩断口的微观形貌

Fig.4 Micro-morphologies of compression fracture in the FeAl porous materials with different porosities: (a, b) $\theta=10.97\%$, (c, d) $\theta=44.2\%$, and (e, f) $\theta=49.3\%$

表 1 不同孔隙率下 FeAl 多孔材料压缩力学性能参数
Table 1 Compression mechanical properties of the FeAl porous materials with different porosities

Porosity, $\theta/\%$	10.97	44.2	49.3
Measured elastic modulus, E/MPa	2700	296.4	226.6
Theoretical elastic modulus, E^*/MPa	775.9	300.4	251.1
Yield strength, σ_s/MPa	8.56	8.52	8.51
Compressive strength, σ_b/MPa	755.6	58.7	39.3

缩屈服极限与孔隙率密切相关且有很长的致密化平台段,其根本原因可能是致密材料性能和孔隙率范围不同,本课题组制备的 FeAl 多孔为弹脆性材料且处于低、中孔隙率范围而导致其屈服极限主要取决于致密材料,而泡沫金属为弹塑性材料且具有高的孔隙率而导致其屈服极限以孔隙率占主导地位。

表 1 同时列出了式 (1) 计算得到的 FeAl 多孔材料有效弹性模量理论值 (其中 $E_s=2800 \text{ MPa}$ 和 $\nu=0.3$ 分别为 FeAl 致密材料压缩弹性模量实测值和泊松比;取孔棱横截面为方形,其横向剪切系数 $k=1.2$)。可知,较大孔隙率 FeAl 多孔材料 ($\theta=44.2\%$ 、 $\theta=49.3\%$) 的理论值 E^* 和实测值 E 比较吻合,理论值 E^* 比实测值 E 稍高,是因为理论模型没有考虑实际孔隙的形状不规则和缺陷等影响;而较小孔隙率 FeAl 多孔材料 ($\theta=10.97\%$) 的理论值 E^* 和实测值 E 相差甚远,说明非均匀 Plateau 多孔结构细观力学模型可以较好地预测中密度多孔材料的弹性模量,但不适合高密度多孔材料。

4 结 论

1) FeAl 多孔材料为典型的脆性材料,其压缩应力-应变曲线大致可分为弹性、屈服、强化和破坏 4 个阶段。但在弹性阶段,较大孔隙率的 FeAl 多孔材料因非均匀、非均匀的孔隙结构变形占主导地位而表现出明显的非线性弹性特征。

2) FeAl 多孔材料压缩时的弹性模量 E 和强度极限 σ_b 均随孔隙率 θ 的增大而减小,而屈服极限 σ_s 变化很小,其压缩屈服极限 σ_s 主要取决于 FeAl 致密材料的压缩屈服极限,因本课题组制备的 FeAl 多孔为弹脆性材料且处于低、中孔隙率范围。

3) Fe-40at%Al 多孔材料压缩断裂面较为平整,表现为宏观脆性断裂。断口微观形貌呈现出大量的冰糖状结构,为沿晶断裂,其断裂机理与 Fe-40at%Al 致密材料内部晶体的结构特征、滑移特征和晶界特征以及环境氢脆等因素密切相关。

4) 较大孔隙率 FeAl 多孔材料 ($\theta=44.2\%$ 、 $\theta=49.3\%$) 的理论值 E^* 和实测值 E 比较吻合;而小孔隙率 ($\theta=10.97\%$) 的理论值 E^* 和实测值 E 相差甚远,表明非均匀 Plateau 多孔结构细观力学模型可以较好地预测

中密度多孔材料的弹性模量,但不适合高密度多孔材料。

参考文献 References

- [1] Zhang Yonggang(张永刚), Han Yafang(韩雅芳), Chen Guoliang(陈国良) *et al. Structural Intermetallics*(金属间化合物结构材料)[M]. Beijing: National Defence Industry Press, 2001: 604
- [2] Lin Dongliang(林栋梁). *Journal of Shanghai Jiaotong University* (上海交通大学学报)[J], 1998, 32(2): 95
- [3] Wang Jian(王 建), Tang Huiping(汤慧萍), Xing Jiandong(邢建东) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(S2): 550
- [4] Xu C H, Gao W, He Y D. *Scripta Mater*[J], 2000, 42(10): 975
- [5] Muñoz-Morris M A, Oca C G, Morris D G. *Acta Materialia*[J], 2003, 51(17): 5187
- [6] Lang F Q, Yu Z M, Gedevanishvili S *et al. Intermetallics*[J], 2004, 12(5): 469
- [7] Tan Ping(谈 萍), Chen Jinmei(陈金妹), Tang Huiping(汤慧萍) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(S2): 817
- [8] Amaya M, Espinosa-Medina M A, Porcayo-Calderon J *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2003, 349(1-2): 12
- [9] Devis S C, Sikka V K, Liu C T. *Progress in Material Science*[J], 1997, 42(1-4): 177
- [10] Amils X, Nogués J, Suriñach S *et al. Intermetallics*[J], 2000, 8(7): 805
- [11] Paul A, Van Dal M J H, Kodentsov A A. *Acta Materialia*[J], 2004, 52(3): 623
- [12] Bouayad A, Gerometta C, Belkebir A. *Materials Science and Engineering A*[J], 2003, 363(1-2): 53
- [13] Gao Haiyan(高海燕). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Changsha: Central South University, 2009
- [14] He Yuehui(贺跃辉), Jiang Yao(江 垚), Gao Haiyan(高海燕) *et al. Chinese Patent*(中国专利), CN 200710035404.4[P], 2008
- [15] Shen P Z, Song M, Gao H Y *et al. Journal of Materials Science*[J], 2009, 44: 4413
- [16] Shen Peizhi(沈培智), Gao Ling(高 麟), Gao Haiyan(高海燕) *et al. Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy*(粉末冶金材料科学与工程)[J], 2010, 15(1): 38
- [17] Gao Haiyan(高海燕), He Yuehui(贺跃辉), Shen Peizhi(沈培智) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2009, 19(1): 90
- [18] Zhou Zhizhua(周志华), Gao Haiyan(高海燕), He Yuehui(贺跃辉). *Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy*(粉末冶金材料科学与工程)[J], 2013, 18(1): 144
- [19] Gao H Y, He Y H, Zou J *et al. Transactions of Nonferrous Metals*

- Society of China*[J], 2012, 22(9): 2179
- [20] Wang Jiefeng(王杰丰), Gao Haiyan(高海燕), Jiang Yao(江 垚)
et al. Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy
(粉末冶金材料科学与工程)[J], 2014, 19(4): 654
- [21] Zhu Shengli(朱胜利), Zhang Huibin(张惠斌), Jiang Yao(江 垚)
et al. Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy
(粉末冶金材料科学与工程)[J], 2016, 21(3): 427
- [22] Su Shulan, Rao Qiuhua, He Yuehui. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2013, 23(4): 1090

Compression Mechanical Properties of FeAl Intermetallic Compound Porous Material

Su Shulan¹, Rao Qiuhua², He Yuehui²

(1. Central South University of Forestry & Technology, Changsha 410004, China)

(2. Central South University, Changsha 410075, China)

Abstract: Fe-40at%Al intermetallic compound porous material prepared by an element mixture partial diffusion-reactive synthesis-sintering method was researched by a uniaxial compression test in order to analyze its characteristics of stress-strain curve and mechanical properties affected by porosity and reveal its microscopic fracture mechanism in compression by scanning electron microscope test. Results show that the compressive stress-strain curves of the FeAl porous material can be divided into four stages: elasticity, yielding, strengthening and failure, where the larger the porosity (i.e., the lower the relative density), the more obvious the nonlinear elasticity. With the increase of the porosity, the compressive yield strength changes little, while the elastic modulus and compressive strength significantly decrease. The characteristic of the fracture surface is of brittle fracture in macroscopy and of intergranular fracture in microscopy. Comparing the theoretical values and experimental values of the elastic modulus of FeAl porous material, it is found that the micromechanical model of heterogeneous Plateau porous structure is more accurate for predicting the effective elastic modulus of the medium-density porous materials but not for the high-density ones.

Key words: FeAl intermetallic compound; porous material; compression mechanical properties; porosity; fracture mechanism

Corresponding author: Rao Qiuhua, Ph. D., Professor, Central South University, Changsha 410075, P. R. China, Tel: 0086-731-88877193, E-mail: raoqh@mail.csu.edu.cn