

粉料粒度对 316L 不锈钢多孔材料孔隙结构和透气性能的影响*

代丽娜¹⁾** 杨万利¹⁾*** 张永辉¹⁾ 肖志超¹⁾ 金志浩²⁾

1) (西安航天复合材料研究所超码科技有限公司, 西安 710025)

2) (西安交通大学金属材料强度国家重点实验室, 西安 710049)

摘要: 采用粉末冶金法制备 316L 不锈钢多孔透气材料, 研究了不同不锈钢粉料粒度 ($D_{50} = 2.5 \mu\text{m}, 39.2 \mu\text{m}, 64.3 \mu\text{m}$) 对多孔材料气孔率、孔径尺寸和透气性的影响。结果表明: 随着粉料粒度的增加, 多孔材料的气孔率和最大孔径增大, 透气性降低, 其中 $D_{50} = 2.5 \mu\text{m}$ 不锈钢粉料所制备的多孔材料透气性最高, 达到 $4.79 \text{ m}^3/(\text{h} \cdot \text{kPa} \cdot \text{m}^2)$ 。分析认为随着粉料粒度的增加颗粒在混料、成型和烧成工艺中的外形变化是导致多孔材料透气性反而随着粒度增加呈下降趋势的主要原因。

关键词: 粉料粒度; 316L 不锈钢多孔材料; 透气性

Effect of powdersizes on pore structure and permeability of 316 L stainless steel porous materials

Dai Lina¹⁾, YangWanli¹⁾, Zhang Yonghui¹⁾, Xiao Zhichao¹⁾, Jin Zhihao²⁾

¹⁾ (Xi'an Chaoma Technology Co. Ltd., Aerospace Composite Materials Research Institute, Xi'an 710025, China)

²⁾ (State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

Abstract: 316L stainless steel porous breathable materials were prepared by the powder metallurgy technology, and the effects of the different stainless steel powder sizes ($D_{50} = 2.5 \mu\text{m}, 39.2 \mu\text{m}, 64.3 \mu\text{m}$) on the porosity, maximum pore size and permeability of porous materials were investigated. The results show that the porosity and maximum pore size of the porous materials increase and the permeability decrease with increasing particle sizes. The maximum value of permeability of the material prepared by $D_{50} = 2.5 \mu\text{m}$ stainless steel powder is $4.79 \text{ m}^3/(\text{h} \cdot \text{kPa} \cdot \text{m}^2)$. The analysis reveals that the necking formed by the aperture changing is the main factor of the permeability decreasing.

Key words: particle size; 316L stainless steel porous materials; permeability

工业生产中燃煤排放的大量微米级细小颗粒物是目前雾霾等恶劣天气形成的主要原因, 对人体健康和环境质量影响很大。采用多孔透气材料对其过滤, 是一种低成本、高效率、低能耗, 适用于高温条件下进行气固分离的技术, 在烟尘净化领域得到广泛关注^[1-4]。

316L 不锈钢具有耐腐蚀、抗氧化及优异焊接性

能, 且可承受高温烟气侵蚀。采用粉末冶金技术制备的 316L 不锈钢多孔过滤材料具有孔隙结构可控、过滤精度高、透过性能好、可再生简便等优点^[5-8]。目前关于 316L 不锈钢多孔材料的研究主要集中在如何优化工艺或控制原料参数来制备孔隙结构高度可控、过滤精度得到提高的多孔材料。然而, 粉料粒度的变化引起多孔材料孔隙结构的改变进而对透气

* 陕西省科学技术研究发展计划资助项目 (2014KJXX-11)

** 代丽娜 (1987 -), 女, 硕士。E-mail: dailina0123@163.com

*** 通信作者: 杨万利 (1982 -), 男, 工程师、博士。E-mail: ywl19821113@hotmail.com

收稿日期: 2015-03-23

性的影响目前很少见研究报道^[9-11]。

本文采用粉末冶金法制备 316L 不锈钢多孔透气材料,结合显微形貌分析与多孔材料相关性能检测,研究粉料粒度对多孔材料孔隙结构和透气性的影响。

1 试验

实验采用 316L 不锈钢粉(长沙天久金属材料有限公司, D_{50} 分别为 2.5 μm 、39.2 μm 、64.3 μm)为主要原料。采用不同粒度不锈钢粉料模压成形制备尺寸为 $\Phi 30 \times 10 \text{ mm}$ 圆柱试样坯体,成形压力 200 MPa,采用 1.5% PVB 作粘结剂。60 $^{\circ}\text{C}$ 保温 12 h 烘干后排胶,随后在 GWL-1 400 高温节能管式炉 H_2 气氛中 1 200 $^{\circ}\text{C}$ 保温 1 h,升温速率为 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,制备出多孔试样。

采用阿基米德排水法测量多孔试样气孔率;采用多孔性能检测仪(西北有色金属研究院,FBP-3I 型)测试试样最大孔径尺寸和透气性。

透气性测试原理是根据达西定律——层流状态下压差和流量关系式变换得到:

$$K = \frac{Q}{A\Delta p} \quad (1)$$

式中 Q 为流体的体积流速; A 为垂直流体流动方向试样的有效面积; Δp 为流体通过试样两端的压差。当介质为气体时, K 表示相对透气系数。

最大孔径尺寸采用气泡法测定,气泡法测试原理主要基于测量经通孔型多孔材料所逸出气体的所需压力与流量。多孔试样的毛细管等效最大孔径计

算公式:

$$d = \frac{4r}{\Delta p} \quad (2)$$

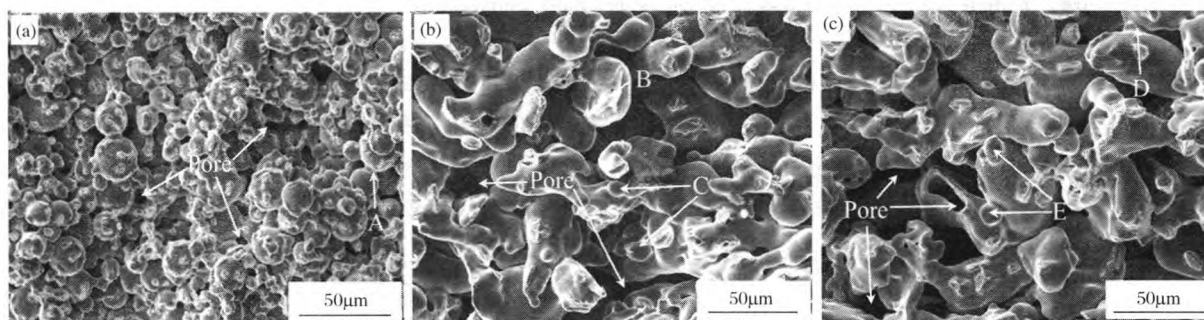
式中 d 为气泡试验孔径毛细管的等效直径; r 为试验液体的表面张力; Δp 为静态下试样两端的气压差。

采用扫描电子显微镜(捷克 TESCAN, WEGA II XMU 型)对多孔材料微观形貌进行观察。

2 结果与讨论

2.1 粉料粒度对不锈钢多孔材料孔隙结构的影响

图 1 为 316L 不锈钢多孔材料微观形貌,其中(a)、(b)和(c)依次为粒度从小到大粉料所制备的试样,记为 M_1 、 M_2 、 M_3 。从图 1 可以看出,316L 不锈钢多孔材料以粘性烧结为主(A、B、D 处)。图(a)中颗粒尺寸小,形貌接近球形;气孔多为圆孔(见箭头所指孔),孔径尺寸分布窄。图(b)和(c)中随着粉料粒度的增加,颗粒尺寸变大、形貌不规则,出现颗粒粘附现象(C、E 处);气孔形状各异,孔隙尺寸分布较宽。分析表明,多孔材料孔形貌主要与粉料粒度和烧结工艺有关。1 200 $^{\circ}\text{C}$ 烧结温度低于 316L 不锈钢的液相烧结温度(1 380 ~ 1 450 $^{\circ}\text{C}$),属于粘性烧结,通过扩散传质,表面张力借助浓度梯度推动质点迁移。粉料粒度越小,易于质点迁移,有利于颗粒球形化,反之粉料粒度越大球形化程度越难^[12,13]。因此多孔材料 M_1 试样颗粒形貌趋近于球形,形成的孔形貌大致相同; M_2 、 M_3 试样颗粒球化程度不明显,形成大小孔及细长孔形貌。



(a) M_1 试样;(b) M_2 试样;(c) M_3 试样

图 1 316L 不锈钢试样微观形貌

Fig. 1 The morphology of 316L stainless steel samples

表 1 为不同粉料制备的 316L 不锈钢多孔材料气孔率。由表 1 可以看出,随着粉料粒度的增加,多

孔试样的气孔率增大,从 22.7% 增大到 30.9%。在相同混料工艺、成形压力和烧成工艺条件下,多孔材

料气孔尺寸与粉料粒度之比为常数,即粉料粒度越大材料中气孔尺寸越大,从而气孔率越大^[14,15]。这也与图1中试样显微孔隙形貌相对应。

表1 粉末冶金法制备316L不锈钢多孔试样气孔率
Table 1 Porosity of 316L stainless steel porous materials by the powder metallurgy technology

相关性能	316L 不锈钢多孔试样		
	M_1	M_2	M_3
气孔率 / %	22.7	27.8	30.9

图2为316L不锈钢多孔试样最大孔径随粉料粒度增加的变化图。由图2可见,随着粉料粒度的增加,多孔试样最大气孔尺寸呈增加趋势。

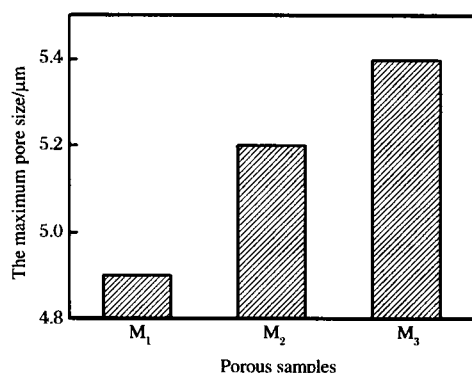


图2 多孔试样最大孔径

Fig. 2 The maximum pore size of porous materials

粉末冶金法制备不锈钢多孔透气材料,最大孔径尺寸与粉料颗粒形貌及平均粒度密切相关,公式(3)为Шелер等^[16]建立的烧结金属试样最大孔径与粉料颗粒尺寸关系:

$$\frac{d_{\max}}{d_{vs}} = -0.112F_s + 0.5555 \quad (3)$$

其中:

$$F_s = 4\pi A_s / P_i^2 \quad (4)$$

式中 d_{vs} 为粉料平均粒度; d_{\max} 为多孔材料最大孔径; F_s 为粉料形状因子; A_s 为粉料颗粒投影面积; P_i 为粉料颗粒投影面周长。当粉料形状因子 F_s 一定时,试样的最大孔径尺寸随粉料平均粒度的增加呈增大趋势。

2.2 粉料粒度对透气性能的影响

图3为不锈钢多孔材料透气性随着粒度增加变化关系图。从图3可以看出,透气性随粉料粒度的增加呈下降趋势,其中 M_1 试样的透气性最高,达到

$4.79 \text{ m}^3/(\text{h} \cdot \text{kPa} \cdot \text{m}^2)$ 。

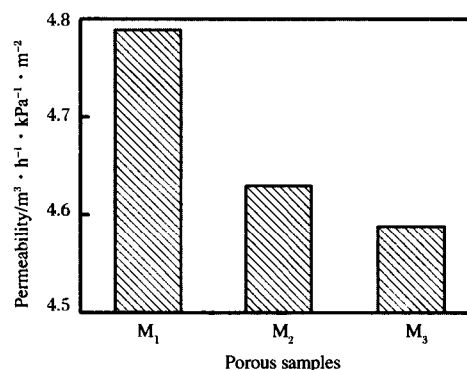


图3 不锈钢多孔试样透气性

Fig. 3 The permeability of stainless steel porous materials

多孔材料透气性和粉料平均粒度及试样气孔率存在以下关系^[16,17]:

$$\frac{K}{d_{vs}^2} = C\varepsilon^3/[25(1-\varepsilon)^2] \quad (5)$$

式中 C 为常数; K 为透气系数; ε 为气孔率。

由公式(5)可见,多孔材料的透气性由粉料平均粒度和气孔率决定。随着粉料平均粒度和气孔率的增加,多孔试样的透气性呈上升趋势。这显然与表1和图3中随着粉料平均粒度的增加透气性降低相违背。产生这种变化的主要原因应该归结于随着粉料粒度的增加,颗粒外形也随之变化。一般来说,对于脆性颗粒来说,在混料工艺、成形工艺中颗粒外形很难以发生较大变化;而对于塑性颗粒来说,在混料、成形和烧成工艺中则容易发生变形,尤其是颗粒尺寸越大,外形改变程度也越大。在混料工艺中,在剪切力作用下颗粒逐渐向条状变化;在成形工艺中颗粒在单行轴压作用下又向片状变形;片状颗粒在烧结工艺中沿着与成形压力垂直方向容易发生较大面接触,从而堵塞部分气孔,造成透气性的急剧下降。由图1可以看出,细颗粒粉料在成型和烧结工艺中很难发生较大形状变化,气孔尺寸分布比较均匀。因此,颗粒形状在混料、成型和烧结工艺中的变化是导致透气性随着粒度增加反而呈下降趋势的主要原因。

3 结论

1)随着粉料粒度的增加,多孔试样颗粒微观形貌发生变化,导致气孔形貌由圆孔变为大小孔和细

长孔,试样孔径的变化产生颈缩现象影响透气性能。

2) 相同制备工艺条件下,316L 不锈钢多孔材料气孔率随粉料粒度的增加而增加, M_3 试样气孔率最大为 30.9%;透气性则随着粉料粒度增加呈下降趋势, M_1 试样透气性达到最大值,为 $4.79 \text{ m}^3/(\text{h} \cdot \text{kPa} \cdot \text{m}^2)$,分析认为颗粒形状在混料、成形和烧成工艺中的变化是导致多孔材料透气性反而随着粒度增加呈下降趋势的主要原因。

参考文献

- [1] 向晓东. 烟尘纤维过滤理论、技术及应用. 北京: 冶金工业出版社, 2007: 133 - 151
- [2] Bakan H I. A novel water leaching and sintering process for manufacturing highly porous stainless steel. Scripta Materialia, 2006, 55(2): 203 - 206
- [3] Dudek A, Włodarczyk R. Effect of sintering atmosphere on properties of porous stainless steel for biomedical applications. Materials science & engineering C 33, 2013, 33(1): 434 - 439
- [4] 张健, 汤惠萍, 奚正平, 等. 高温气体净化用金属多孔材料的发展现状. 稀有金属材料与工程, 2006, 35(2): 438 - 441
- [5] 南海娟, 吴引江, 王琳, 等. 几种金属多孔材料在高温硫化氢气氛围中的腐蚀性能研究. 粉末冶金工业, 2010, 20(6): 28 - 31
- [6] 汤惠萍, 谈萍. 烧结金属多孔材料研究进展. 稀有金属材料与工程, 2006, 35(2): 428 - 431
- [7] 王浩, 杨军军, 刘冠颖, 等. Fe_3Al 及不锈钢多孔材料在含 H_2S 气氛中的腐蚀试验研究. 粉末冶金工业, 2014, 24(6): 23 - 27
- [8] 余培良, 尹凤霞, 吴振芳. 粉末形状与松装密度对不锈钢烧结多孔材料制备工艺及其性能的影响. 粉末冶金技术, 2012, 30(3): 177 - 181
- [9] Mateusz Skalon, Jan Kazior. Influence of the Amount of Master Alloy on the Properties of Austenitic Stainless Steel AISI 316L Powder Sintered in Hydrogen. Acta Polytechnica, 2012, 52(4): 108 - 112
- [10] 朱静, 刘剑, 杨屹. 粉末冶金多孔不锈钢粉浆制备问题的研究. 热加工工艺, 2010, 39(11): 44 - 48
- [11] 迟煜娟, 汤惠萍. 增塑挤压法制备不锈钢多孔过滤管. 粉末冶金技术, 2011, 29(1): 34 - 37
- [12] 徐延龙, 郭志猛, 罗骥, 等. 烧结工艺对 316L 不锈钢组织与性能的影响. 粉末冶金技术, 2014: 378 - 395
- [13] Xie F X, He X B, Cao S L, et al. Structural and mechanical characteristics of porous 316L stainless steel fabricated by indirect selective laser sintering. Journal of Materials Processing Technology, 2013, 213(6): 838 - 843
- [14] 叶先勇, 刘京雷, 徐宏, 等. 粉末粒径和压制压力对 316L 不锈钢多孔材料结构特性的影响. 粉末冶金材料科学与工程, 2013, 6, 18(3): 409 - 414
- [15] Heikkinen M S A, Harley N H. Experimental investigation of sintered porous metal filters. Journal of Aerosol Science, 2000, 31(6): 721 - 738
- [16] 奚正平, 汤惠萍. 烧结金属多孔材料. 北京: 冶金工业出版社, 2009: 169 - 171
- [17] 林小芹, 贺跃辉. 不锈钢多孔材料过滤性能影响参数的实验研究. 粉末冶金材料科学与工程, 2005, 10(2): 127 - 132

* 橡树岭 (Oak Ridge) 国家实验室安装了高速 Quintus 热等静压机

Quintus 还宣布它将提供一台热等静压机 (HIP) 给美国在田纳西州橡树岭的 Oak Ridge 国家实验室 (ORNL) 能量制造示范设施部。ORNL 新的热等静压机将用于研究在宇航, 核能, 燃气轮机与其它先进诸行业的需求, 作为提高美国制造业竞争力的官方使命的一部分。

安放在橡树岭国家实验室 (ORNL) 的 QIH - 9M UPQ 模型将保留在美国现存的最快和最多用途的热等静压机的区别, 操作是在压力为 2070 巴 (30000 磅/平方英寸 *),

为 2000°C (3992°F) 进行安装日期定位 2016 年 6 月。压机上注有 Quintus 专利权均匀

快速淬火技术商标 URQ, 借此技术可在最佳温度控制下提高生产率。URQ 的在过压下材料的先进热处理, 不仅有助于改善现存合金系统的性能, 而且也支持了具有优异性能新型合金系统的开发。

* 相当于 10 牛顿/平方厘米 译者注

译自: Metal AM 《金属增材制造》Vol. 1 No. 4 WINTER 2015 p6

敬请读者链接: www.metal-am.com/magazine. 亦可从该网站免费下载您所需任何文献。

萧玉麟 ylx93@aliyun.com; xiaoyulin123@.com