

# 烧结温度对不锈钢纤维烧结毡拉伸性能的影响

任海涛<sup>1</sup>, 齐帆<sup>2</sup>, 郭亮<sup>1\*</sup>, 呼伟<sup>1</sup>, 翟俊<sup>1</sup>

(1. 西安菲尔金属过滤材料股份有限公司, 陕西 西安 710016;

2. 西北大学化工学院, 陕西 西安 710069)

**摘要:**以 316 L、6  $\mu\text{m}$  不锈钢纤维为研究对象, 研究了烧结温度对不锈钢纤维烧结毡拉伸性能的影响。通过 SEM 对不同温度制备的不锈钢纤维烧结毡的微观结构进行表征。结果表明, 烧结温度低于 1 200 $^{\circ}\text{C}$  时, 纤维之间搭接点烧结不牢固, 导致纤维毡拉伸性能降低; 烧结温度高于 1 200 $^{\circ}\text{C}$  时, 纤维中晶粒容易长大, 纤维表面易出现竹节状结晶, 导致纤维毡拉伸性能降低; 烧结温度在 1 200 $^{\circ}\text{C}$  时, 制备出抗拉强度达 31 MPa 和延伸率约为 10% 的不锈钢纤维毡。因此, 保证形成高强度烧结结点同时避免形成粗大竹节状晶粒是制备高强度、高韧性不锈钢纤维烧结毡的关键。

**关键词:** 烧结温度; 不锈钢纤维烧结毡; 拉伸性能

**中图分类号:** TB31; TB34

**文献标志码:** A

**文章编号:** 0253-4320(2020)11-0186-04

**DOI:** 10.16606/j.cnki.issn.0253-4320.2020.11.039

## Effect of sintering temperature on tensile properties of stainless steel fiber sintered felt

REN Hai-tao<sup>1</sup>, QI Fan<sup>2</sup>, GUO Liang<sup>1\*</sup>, HU Wei<sup>1</sup>, ZHAI Jun<sup>1</sup>

(1. Xi'an Filter Metal Materials Co., Ltd., Xi'an 710016, China;

2. School of Chemical Engineering, Northwest University, Xi'an 710069, China)

**Abstract:** Taking 316 L-6  $\mu\text{m}$  stainless steel fiber as the research object, the effect of sintering temperature on the tensile properties of stainless steel fiber sintered felt is deeply studied. Microstructures of stainless steel fiber sintered felt prepared at different temperatures are characterized by SEM. The results show that as the sintering temperature is lower than 1 200 $^{\circ}\text{C}$ , the lap joints between the fibers are not sintered firmly, resulting in a decrease in the tensile properties of the fiber felt; as the sintering temperature is higher than 1 200 $^{\circ}\text{C}$ , the crystal grains in the fiber grow easily, and Bamboo-like crystals are prone to appear on the fiber surface, resulting in a decrease in the tensile properties of the fiber felt; as the sintering temperature maintains at 1, 200 $^{\circ}\text{C}$ , a stainless steel fiber felt with a tensile strength of 31 MPa and an elongation of about 10% is prepared. Therefore, to ensure the formation of high strength sintering nodes and avoid the formation of coarse bamboo like grains is the key to obtain high strength and high toughness stainless steel fiber sintered felt.

**Key words:** sintering temperature; stainless steel fiber sintered felt; tensile property

不锈钢纤维烧结毡是近年来国内外广泛关注的具有三维网状多孔结构的新型金属功能材料<sup>[1]</sup>, 其由直径为微米级的金属纤维经无纺铺制、多层叠配及高温真空烧结而成, 具有耐高温、抗氧化、耐腐蚀、渗透性能好、纳污量大、强度高优点, 在高温烟气除尘、吸声降噪、高效燃烧、汽车尾气净化、电磁屏蔽、微生物燃料电池、煤化工等领域具有巨大的应用前景<sup>[2-5]</sup>。

不锈钢纤维毡制备过程中, 烧结工艺对其性能的影响至关重要, 主要影响不锈钢纤维毡的透气性能、过滤性能、耐腐蚀性、力学性能等<sup>[6-7]</sup>。在先前

的报道中关于不锈钢纤维毡性能影响的研究主要集中在纤维的丝径、纤维的长度、纤维的表面状态、不锈钢纤维毡的单重、孔隙度、保温时间等方面<sup>[8-10]</sup>。而深入研究烧结温度对不锈钢纤维毡性能, 特别是拉伸性能的影响研究较少。笔者深入研究了烧结温度对不锈钢纤维烧结毡拉伸性能的影响, 从烧结后纤维毡中纤维的结晶状态、纤维搭接点的焊接程度、纤维的显微组织等方面, 研究了烧结温度对不锈钢纤维毡拉伸性能的影响规律。保证在形成高强度烧结结点的同时又能避免形成粗大的竹节状晶粒是制备高强度高韧性不锈钢纤维烧结毡的关键。

收稿日期: 2020-07-23; 修回日期: 2020-09-05

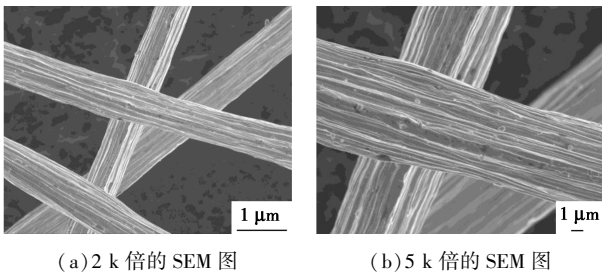
基金项目: 西安菲尔金属过滤材料股份有限公司项目 (FJK02-20)

作者简介: 任海涛 (1991-), 男, 硕士, 工程师, 从事金属多孔材料及碳纳米材料研究, renht15@lzu.edu.cn; 郭亮 (1983-), 男, 硕士, 工程师, 从事金属多孔材料研究, 通讯联系人, 1063558858@qq.com。

## 1 实验方法

### 1.1 不锈钢金属纤维毡的制备

集束拉拔法制备的 316 L 6  $\mu\text{m}$  不锈钢纤维的扫描电子显微镜(SEM)照片如图 1 所示。由图 1 中可以看出,纤维呈均匀的长条圆棒状,表面有条纹沟痕和析出物小颗粒。将此纤维送入纤维牵切机中得到分散蓬松的金属纤维牵切条。将纤维牵切条喂入美国 Rando(兰多)公司生产的气流铺毡机中,不锈钢纤维在气流作用下铺制得单重为 125  $\text{g}/\text{m}^2$  的纤网。将气流铺制的 316 L 6  $\mu\text{m}$  纤网叠配成单重为 2 000  $\text{g}/\text{m}^2$  的纤网毡坯,将毡坯在真空烧结炉中分别于 1 160、1 180、1 200、1 220、1 240、1 260 $^{\circ}\text{C}$  下保温 3 h,自然冷却到室温后从炉子中取出,然后在平整机上将不锈钢纤维烧结毡平整为厚度 1.00 mm。



(a) 2 k 倍的 SEM 图

(b) 5 k 倍的 SEM 图

图 1 集束拉拔法制备得到的 316 L 6  $\mu\text{m}$  不锈钢纤维不同放大倍数的 SEM 图

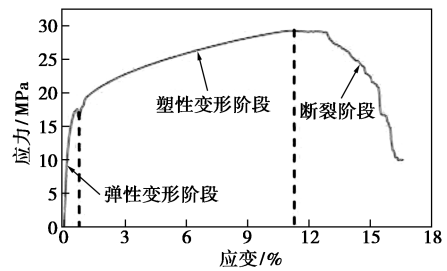
### 1.2 测试仪器

通过日立 SU8200 型高新冷场发射扫描电镜(SEM)测试不锈钢纤维和纤维毡的表面形貌,加速电压为 20 kV。采用 Instron 5967 万能材料试验机,并参照 GB/T 228.1—2010 标准对不锈钢纤维毡的拉伸性能进行测试,拉伸实验速度为  $10^{-3}$   $\text{mm}/\text{s}$ 。

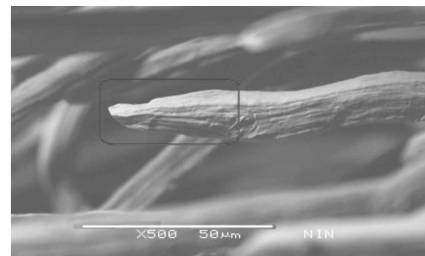
## 2 结果与讨论

不锈钢纤维烧结毡拉伸时的应力-应变曲线及拉断断口的 SEM 照片如图 2 所示。由图 2(a)可以看出,其拉伸断裂过程与泡沫金属材料类似,主要经历了 3 个过程:弹性变形阶段、塑性变形阶段、断裂阶段<sup>[11]</sup>。弹性变形阶段,仅有小的弹性变形发生,应力随着应变的增加呈线性增加,满足胡克定律;塑性变形阶段,随着应力的不断增大,不锈钢纤维烧结毡内部的不锈钢纤维将绕着结点沿拉伸方向发生一定程度上的塑性偏转;断裂阶段,应力增大到不锈钢纤维烧结毡的许用应力时,不锈钢纤维烧结毡先发生局部断裂,然后裂纹扩展,最后发生断裂<sup>[12-13]</sup>。不锈钢纤维烧结毡的拉伸性能有别于致密材料,主

要是因为其内部存在大量不规则形状的孔道,赋予了不锈钢纤维烧结毡独特的性能。由图 2(b)可以看出,断口附近发生明显的缩颈现象,缩颈起始于晶粒内部而非晶界处。说明不同温度制备的不锈钢纤维烧结毡在拉伸过程中发生大量的弹性塑性变形,具有较高的韧性,没有发生脆性断裂。



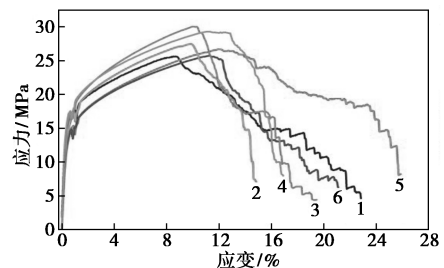
(a) 拉伸应力-应变曲线



(b) 拉断断口的 SEM 图

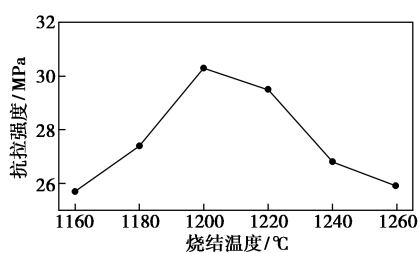
图 2 不锈钢纤维烧结毡的拉伸应力-应变曲线和拉断断口的 SEM 图

不锈钢纤维烧结毡在烧结前的纤维相互接触并随机排列,但纤维毡还不是一个有机的整体,而烧结后的纤维毡就具备了一定的强度和结构<sup>[14]</sup>。不同烧结温度制备的不锈钢纤维烧结毡室温拉伸性能如图 3 所示。由图 3 中可以看出,温度不同不锈钢纤维烧结毡表现出了不同的拉伸性能,当烧结温度从 1 160 $^{\circ}\text{C}$  增加到 1 260 $^{\circ}\text{C}$  时,不锈钢纤维烧结毡的抗拉强度从约 25 MPa 增加到 31 MPa,最后又降到约 26 MPa;不同温度下不锈钢纤维烧结毡表现出约 8% 到 13% 的延伸率。在烧结温度为 1 200 $^{\circ}\text{C}$  时,不



1—1 160 $^{\circ}\text{C}$ ; 2—1 180 $^{\circ}\text{C}$ ; 3—1 200 $^{\circ}\text{C}$ ; 4—1 220 $^{\circ}\text{C}$ ;  
5—1 240 $^{\circ}\text{C}$ ; 6—1 260 $^{\circ}\text{C}$

(a) 拉伸应力-应变曲线



(b) 抗拉强度与烧结温度的关系曲线

图 3 不同温度制备的不锈钢纤维烧结毡的拉伸性能

锈钢纤维烧结毡的断裂强度高达 31 MPa, 延伸率约为 10%。

不同烧结温度制备的不锈钢纤维烧结毡的 SEM 照片如图 4 所示。由图 4 中可以看出, 不锈钢纤维烧结毡中均出现了比较明显的纤维焊接点; 另外, 不同温度制备的不锈钢纤维烧结毡中出现了不同程度的竹节状结晶, 如 SEM 图中箭头所示的位置。烧结温度分别为 1 160、1 180、1 200°C 时, 温度越高不锈钢纤维烧结毡的抗拉强度越大, 这是由于烧结温度的增加使不锈钢纤维烧结毡中纤维之间焊接的比较牢固, 随着烧结温度的升高, 纤维搭接点的焊接程度越来越明显, 不锈钢纤维烧结毡中纤维骨

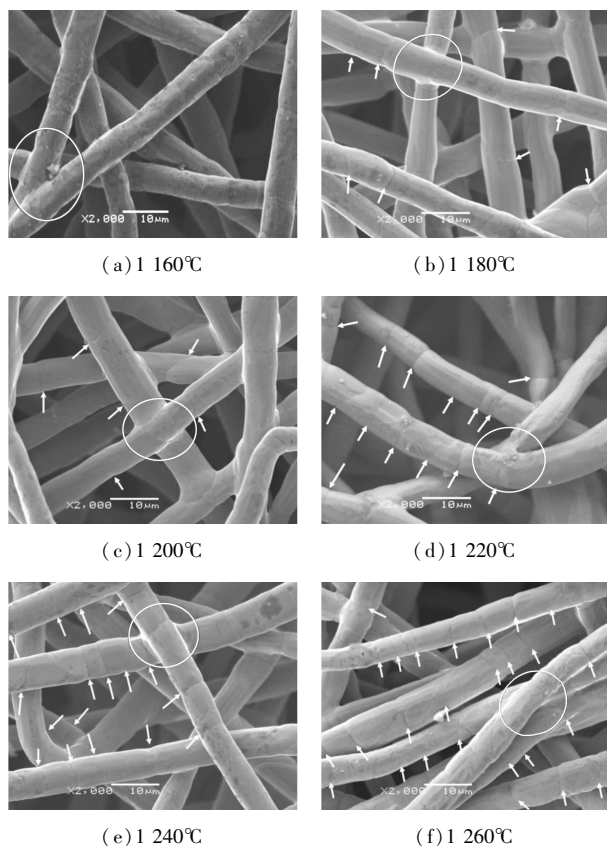


图 4 不同烧结温度烧结制备的不锈钢纤维烧结毡的 SEM 图

架并没有出现明显的竹节状结晶。当烧结温度分别为 1 220、1 240、1 260°C 时, 温度越高不锈钢纤维烧结毡的抗拉强度反而越低, 这是由于烧结温度的增加使不锈钢纤维烧结毡中纤维出现了明显的竹节状结晶, 整个纤维骨架的微观组织几乎全部呈竹节状晶粒。因此, 从 1 200°C 到 1 260°C 不锈钢纤维烧结毡抗拉强度整体呈现出降低的趋势。

综合图 3 和图 4 可以得出, 制备高强度和高韧性的不锈钢纤维烧结毡, 既要避免或减少出现竹节状的晶粒结构, 又要保证形成足够数量的高强度烧结结点, 不锈钢纤维烧结毡的最佳烧结温度应不超过 1 200°C。将 1 200°C 和 1 240°C 制备的不锈钢纤维烧结毡经过酸(水 60%+硝酸 30%+氢氟酸 10%)浸泡 30 min 后, 通过 SEM 观察比较其被酸浸泡后的形貌, 结果如图 5 所示。从图 (b) 中可以看出, 1 240°C 制备的不锈钢纤维烧结毡被酸浸泡后, 其纤维骨架上存在明显的小孔洞, 这是由于纤维骨架被酸腐蚀后产生, 其主要集中在纤维骨架竹节状结晶处<sup>[15-17]</sup>。相比 1 200°C 制备的不锈钢纤维烧结毡被酸浸泡后的 SEM 图可以看出, 其纤维骨架上没有存在明显的小孔洞, 这是由于 1 200°C 制备的不锈钢纤维烧结毡纤维骨架上没有明显的竹节状结晶。高温烧结后不锈钢纤维晶粒粗大且呈竹状分布, 致使其耐蚀性能、抗折叠性能等显著下降, 失效易发生在粗大竹节状晶粒的晶界处, 严重制约不锈钢纤维烧结毡服役性能的提高和现代工业生产的规模应用<sup>[18-20]</sup>。因此, 保证在形成高强度烧结结点的同时又能避免形成粗大的竹节状晶粒是制备高强度高韧性不锈钢纤维烧结毡的关键。

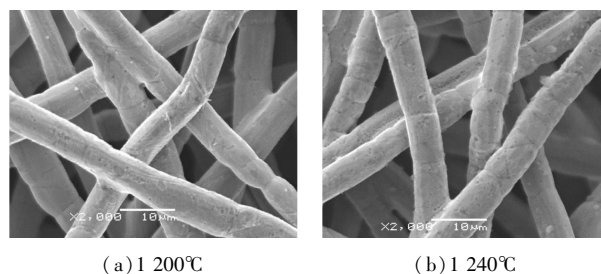


图 5 1 100°C 和 1 140°C 制备的不锈钢纤维烧结毡经过酸浸泡 30 min 后的 SEM 图

### 3 结论

研究了烧结温度对不锈钢纤维烧结毡拉伸性能的影响, 探索出了不锈钢纤维烧结毡在烧结过程中, 既要避免或减少出现竹节状晶粒结构, 又要保证形成足够数量的高强度烧结结点的最佳烧结温度不应

超过 1 200℃;制备出了强度高达 31 MPa、延伸率约为 10%的高强度高韧性不锈钢纤维烧结毡,其在高温烟气除尘、煤化工、化纤过滤等领域具有重要的应用前景。在未来如何保证形成高强度烧结节点的同时又能避免形成粗大的竹节状晶粒是制备高强度高韧性不锈钢纤维烧结毡过程中的难题,需要不断开发新技术、新工艺去克服。

### 参考文献

- [1] Heras N D L, Roberts E P L, Langton R, *et al.* A review of metal separator plate materials suitable for automotive PEM fuel cells[J]. *Energy & Environmental Science*, 2009, 2(2): 206-214.
- [2] 奚正平, 汤慧萍, 朱纪磊. 金属多孔材料在能源与环保中的应用[J]. *稀有金属材料与工程*, 2006, 35(S2): 413-417.
- [3] Pocaznoi D, Calmet A, Etcheverry L, *et al.* Stainless steel is a promising electrode material for anodes of microbial fuel cells [J]. *Energy & Environmental Science*, 2012, 5(11): 9645-9652.
- [4] 何德坪, 何思渊, 尚金堂. 超轻多孔金属的进展与物理学[J]. *物理学进展*, 2006, (3): 346-350.
- [5] 孙天, 魏赛男, 李倩. 金属纤维在纺织品中的应用[J]. *轻纺工业与技术*, 2014, (4): 64-66.
- [6] Lefebvre L P, Banhart J, Dunand D. Porous metals and metallic foams: Current status and recent developments[J]. *Advanced Engineering Materials*, 2010, 10(9): 775-787.
- [7] 卓磊, 刘宏斌, 张国鹏, 等. 纤维直径和烧结温度对金属纤维毡烧结节点影响的研究[J]. *新技术新工艺*, 2017, (8): 15-18.
- [8] Nan W, Wang Y, Ge Y, *et al.* Effect of shape parameters of fiber on the packing structure[J]. *Powder Technology*, 2014, 261: 210-218.
- [9] 乔吉超, 奚正平, 汤慧萍, 等. 金属纤维多孔材料的压缩行为[J]. *稀有金属材料与工程*, 2008, (12): 2173-2176.
- [10] 卢天健, 何德坪, 陈常青, 等. 超轻多孔金属材料的多功能特性及应用[J]. *力学进展*, 2006, (4): 517-535.
- [11] Tang H P, Wang J Z, Ao Q B, *et al.* Effect of pore structure on performance of porous metal fiber materials[J]. *Rare Metal Materials & Engineering*, 2015, 44(8): 1821-1826.
- [12] 刘培生, 杨全成, 罗军, 等. 泡沫镍的宏观拉伸断裂行为[J]. *金属功能材料*, 2009, (4): 33-37.
- [13] Shyr T W, Shie J W, Huang S J, *et al.* Phase transformation of 316 L stainless steel from wire to fiber [J]. *Materials Chemistry & Physics*, 2010, 122(1): 273-277.
- [14] 刘怀礼, 王建忠, 汤慧萍. 不锈钢纤维多孔材料拉伸性能研究[J]. *稀有金属材料与工程*, 2014, 43(8): 2023-2026.
- [15] Jun M, Aijun L, Huiping T. Study on sintering mechanism of stainless steel fiber felts by X-ray computed tomography [J]. *Metals*, 2016, 6(1): 18.
- [16] Wang J Z, Tang H P, Qian M, *et al.* Fabrication of high strength and ductile stainless steel fiber felts by sintering [J]. *Jom*, 2016, 68(3): 890-898.
- [17] 马军, 汤慧萍, 李爱君. 微波烧结 316 L 不锈钢纤维毡研究(英文)[J]. *稀有金属材料与工程*, 2017, (9): 39-43.
- [18] 汤慧萍, 谈萍, 奚正平. 烧结金属多孔材料研究进展[J]. *稀有金属材料与工程*, 2006, 35(S2): 428-432.
- [19] Wang J Z, Xi Z P, Tang H P, *et al.* Fractal dimension for porous metal materials of FeCrAl fiber [J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2013, 23(4): 1046-1051.
- [20] 敖庆波, 汤慧萍, 王建忠, 等. 烧结不锈钢纤维多孔材料腐蚀行为[J]. *稀有金属材料与工程*, 2014, 43(10): 2344-2348. ■

(上接第 185 页)

(4)对回收的溶剂进行循环套用实验,结果表明回收溶剂相对于购买溶剂而言,并不会对量子点产品品质产生不良影响,通过萃取精馏回收的溶剂可以再次利用,证明了量子点废液轻组分回收再利用的可行性。

### 参考文献

- [1] 朱专赢, 吴昌达, 娄童芳, 等. 量子点的制备及应用研究进展[J]. *化学研究*, 2013, 24(5): 537-541.
- [2] 王远. 碲化镉量子点的制备及方法研究[J]. *黑龙江环境通报*, 2017, 41(4): 79-81.
- [3] 李步洪, 张镇西, 谢树森. 量子点在生物学中的研究进展[J]. *2006*, 15(2): 214-220.
- [4] 田昕, 曹立新, 柳伟, 等. 核壳型 ZnS:Cu/ZnS 量子点的制备及发光性质[J]. *发光学报*, 2012, 33(7): 736-741.
- [5] 韩鑫, 张纪梅, 张坤, 等. 水溶性 CdTe:Zn 量子点的合成和表面修饰[J]. *稀有金属*, 2015, 39(10): 908-915.
- [6] 任桂兰, 盖红辉. 废液中环己烷的回收[J]. *吉林化工学院学报*, 2006, 23(3): 31-32.
- [7] 杨文东. 萃取精馏分离二元共沸物的研究[D]. 杭州: 浙江大学, 2013.
- [8] Seo J, Lee J, Kim H. Isothermal vapor-liquid equilibria for the system ethanol and *n*-hexane in the near critical region[J]. *Fluid Phase Equilibria*, 2001, 182(1-2): 199-207.
- [9] Cai F, Zhao M, Wang Y, *et al.* Phosphoric-based ionic liquids as solvents to separate the azeotropic mixture of ethanol and hexane [J]. *The Journal of Chemical Thermodynamics*, 2015, 81: 177-183.
- [10] Nguyen Van Nhu, Liu A, Sauermann P, *et al.* On the thermodynamics of ethanol+hexane at elevated temperatures and pressures[J]. *Fluid Phase Equilibria*, 1998, 145(2): 269-285.
- [11] 李文秀, 陈金玲, 曹颖, 等. 萃取精馏分离异丙醇-乙腈共沸物系工艺模拟[J]. *山东化工*, 2019, 48(22): 154-156, 160.
- [12] 康伟, 李明雪, 武艳艳, 等. 萃取精馏法分离乙酸乙酯-正庚烷的研究[J]. *现代化工*, 2017, 37(12): 167-170.
- [13] Corderí S, González B. Ethanol extraction from its azeotropic mixture with hexane employing different ionic liquids as solvents [J]. *The Journal of Chemical Thermodynamics*, 2012, 55: 138-143.
- [14] 张亲亲, 潘奋进, 张爱迪, 等. 萃取精馏分离甲醇-丁酮萃取剂的选择[J]. *化学工业与工程*, 2015, 32(5): 92-97. ■