

文章编号: 1000-5773(2002)02-0119-06

多孔钼烧结体的静压 p - V 特性研究*

孙悦¹, 刘福生², 高占鹏³, 张清福¹

1. 四川大学应用物理研究所, 四川成都 610065;
2. 西南交通大学高温高压物理研究所, 四川成都 610031;
3. 西北核技术研究所, 陕西西安 710024)

摘要: 利用中等密度的多孔钼烧结体进行了中、低静压全程加载-卸载实验。研究了在不同直径(特别是较大尺寸)和不同初始密度时该材料的静压 p - V 特性曲线。实验发现, 样品初始密度不同应变也不同; 卸载曲线几乎不受样品初始密度、直径的影响。计算表明, 泡沫钼在静压下具有较高的吸能性, 吸能效率较高, 但预压后的泡沫钼吸能性和吸能效率均有所下降。

关键词: 泡沫; 多孔材料; 钼(Mo); 密度; 孔隙率; 吸能效率

中图分类号: O614.61 **文献标识码:** A

1 引言

多孔(或泡沫)材料作为新型工程材料正在极为广泛的领域得到应用^[1]。多孔材料具有许多独特的性质, 如优异的电磁屏蔽效果、碰撞能吸收性、气水渗透性、吸声性、低热导和低电导性等。因此在工业生产上, 特别是在军事和高科技领域受到了格外的重视。严格地说, 多孔材料系指其内部孔隙率较高的材料(占总体积的40%~98%)。通常含有固、流二相结构: 多孔隙的固体构成整块材料骨架, 其余部分为可在骨架中运动的流体(液体或气体), 如泡沫金属等。多孔材料的比表面积很大, 其性质主要取决于其内部孔洞的分布, 这是众所周知的。而孔的形状、孔径、结构和均匀性也对其性质有着重要的影响^[2]。用不同工艺(如铸造法、金属沉积法、粉末烧结法和喷射沉积法等)生产出的多孔材料其性能也相差很大。

钼(Mo)是一种蕴藏量极少(仅占地壳质量的0.001%)的战略物资。纯钼的晶体结构呈体心立方。由于原子间结合力极高, 故表现出的理化、机械特性良好(维氏硬度为210~280, 熔点为 $(2620 \pm 10)^\circ\text{C}$ 等)。在1000℃以下能保持抗腐蚀能力强的特性, 不吸氢。钼广泛地用于电子真空、高温冶炼、电焊、当代光源等领域。鉴于有关方面对研究钼微粉烧结多孔材料在静力学特性方面的需求, 本实验选用中等密度(4.08kg/m^3)、低孔隙率(40%~50%)的纯钼泡沫材料进行了静压加-卸载特性的研究。在泡沫材料的静压过程中研究其卸载特性以及测量较大直径(大于8mm)样品的静力压缩特性是本研究的特色。

2 实验方法及原理

采用高精度螺纹自锁小型压机(压力小于或等于10t, 压力保持平均时间小于或等于100kg/min)和光学测试系统在全息平台(自重为5t, 纵向平均频漂小于或等于 $(3.5 \pm 0.3)\text{Hz}$, 横向平均频漂小于或等于 $(5.5 \pm 0.5)\text{Hz}$)上进行动态测试(见图1)。压缸的设计采用复合热缩套Bridgman(活塞-圆筒)式。

* 收稿日期: 2001-05-22; 修回日期: 2001-12-10

基金项目: 西北核技术研究所资助(951086)

作者简介: 孙悦(1956—), 男, 副研究员。

内缸和压头选用硬度很高的 YG8 硬质合金,使其在最大压力下的轴、径向形变尽量的小;压缸外套选用超高强度耐热合金钢(5NiCrMoV),以提高内缸的承载能力和减小加压过程中产生的热变形^[3]。为了使压缩过程中材料受力均匀、缸体及压头不致断裂,内缸的内壁、压头的外壁以及上下两个端面都必须镜面精磨。内缸内壁和压头的外壁的磨削精度分别要求小于或等于 $+0.01\mu\text{m}$ 和小于或等于 $-0.01\mu\text{m}$,利用固定在全息台上的两个垂直读数显微镜(误差小于或等于 0.01mm)读取镶嵌在压头上的微粒晶点(直径约为 0.1mm)的位移。钼粉末烧结多孔材料的样品有 $\phi 8\text{mm}$ 和 $\phi 10\text{mm}$ 两种规格(见图 2)。为了减小样品与压缸之间的摩擦和有利于压缩实验的脱膜过程,在圆柱状样品的外表面还真空蒸镀了一层 $2\mu\text{m}$ 厚的钢膜。

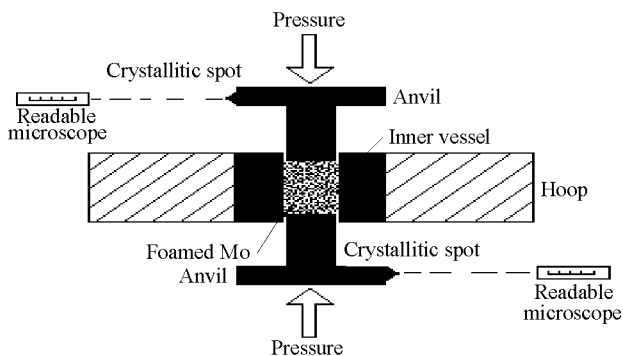


图 1 加载及光测示意图

Fig. 1 Sketch of experimental set-up



图 2 多孔钼样品

Fig. 2 Porous molybdenum

由于压头、内缸样品腔体较大($\phi 8\text{mm} \times 15\text{mm}$ 或 $\phi 10\text{mm} \times 15\text{mm}$),在高压力下产生的弹性、塑性形变是不容忽略的。为保证测量的精确度,对整个系统进行体积修正:定义体积应变 $\epsilon = (V_0 - V)/V_0$,先对同一规格的纯铝(作为压力定标材料)进行了同等压力范围的加载实验,获得了如表 1 所示的数据,并绘制 $p-V$ 曲线,见图 3(a)。

表 1 铝标样测试比较数据

Table 1 Original data measured in Al specimen

$p/(\text{GPa})$	$\epsilon(\phi 8\text{mm} \times 5\text{mm})$	$\epsilon(\phi 8\text{mm} \times 10\text{mm})$	Standard data of Al
0.00	-0.01	-0.00712	0.00
1.99	0.0057	0.00344	0.00268
3.98	0.0155	0.0105	0.00533
7.96	0.0364	0.0261	0.0105
1.19	0.0528	0.0386	0.0155
1.59	0.0718	0.0519	0.0204
1.99	0.0898	0.0649	0.0251

图 3(a)中两条应力-应变测试曲线显示:(1)变化规律相似,彼此不重合也不相交;(2)在相同压力下,体积小的样品比体积变化较大;(3)在小于 0.5GPa 的低压区域都呈非线性变化,而且延长线都不经过坐标零点;(4)与 Bridgman 铝标准曲线相比误差很大。

通过分析我们认为,曲线在低压区域的非线性变化与样品内部结构不均匀度、端面的平行度、柱面的垂直度、样品与压缸及压头与压缸之间的配合精度等因素有关。由于实验压力不高,样品的体积变化很小,故数据点主要受样品的质量损失和塑性形变的影响;而在较高压力区域,曲线的线性段延长线不

经过坐标零点,说明本系统存在零压误差,必须进行零压校正。

3 零压校正方法

首先重新确定样品的零压体积,这可通过摒弃表 1 中 0.5GPa 以下的数据,修正坐标原点,拟合测量线的线性段进行。修正后的测量线通过坐标零点,见图 3(b)。显然其余的误差都是由形变引起的。

为了使问题简化,我们将压头的轴向形变量 Δl 与压缸的径向形变量 Δr 分别定义如下

$$F_l = K_l \times \Delta l \tag{1}$$

$$F_r = K_r \times \Delta r \tag{2}$$

式中: K_l 为轴向弹性系数, K_r 为径向弹性系数。当取 $K_l = 44000\text{kg/mm}^2$ 时,两条直线重合,但仍与 Bridgman 标准线有较大差距,见图 3(c)。这主要是由压缸径向形变所导致的。因此遍例取值得到 $K_r = 2900\text{kg/mm}^2$,使两条测量线过零并重合,见图 3(d)。修正后的数据如表 2 所示。

表 2 铝标样修正后的数据

Table 2 Revised data measured in Al

$p/(\text{GPa})$	$\epsilon(\phi 8\text{mm} \times 5\text{mm})$	$\epsilon(\phi 8\text{mm} \times 10\text{mm})$	Standard data of Al
0.796	0.0107	0.01052	0.0105
1.19	0.0142	0.01530	0.0155
1.59	0.0206	0.02090	0.0204
1.99	0.0259	0.02640	0.0251

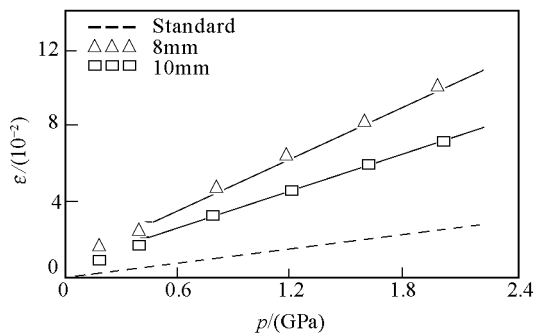


图 3(a) 铝标样原始压缩数据 ($\phi 8\text{mm}$)
Fig. 3(a) Original data of Al specimen

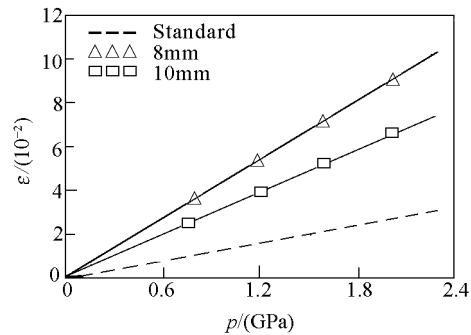


图 3(b) 修正零压体积标准样品
Fig. 3(b) Revised zero point of standard specimen

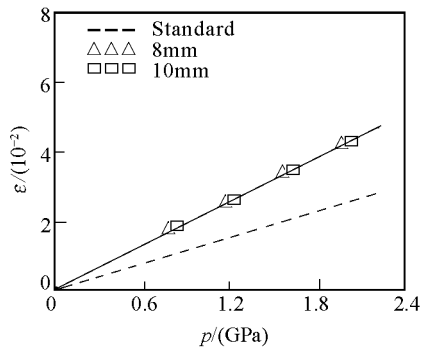


图 3(c) 选择轴向系数 K_l
Fig. 3(c) Select longitudinal coefficient K_l

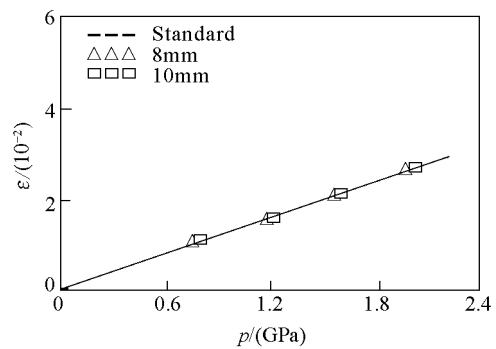


图 3(d) 钼标准曲线
Fig. 3(d) The standard curve of Mo

(4) 选一部分样品先进行 10% 的预压缩(体积),卸载后静置 30min,再次压缩,得到一组应力-应变 p - ϵ 曲线;剩下的样品直接压缩,又得到另一组应力-应变 p - ϵ 曲线,见图 4。

在实验中,未经过预压处理的 No. 2, No. 3, No. 4 样品密度是相同的,即 4.08kg/m^3 ;而经过小应变(10% 的体积比相当于 $\epsilon=0.1$,应处于应力-应变曲线的线性段)预压缩材料的密度变化不大,分别为 3.688kg/m^3 、 3.675kg/m^3 和 3.702kg/m^3 。

5 讨 论

当孔径、孔隙率、孔结构和孔分布等参数一定时,改变泡沫材料的直径和初始密度对其力学性质的影响是人们所关注的^[4]。从文献中可以得到许多泡沫材料的加载曲线,而卸载曲线就很难查到。那么卸载曲线能够提供什么有价值的信息呢? 我们根据表 2 的数据可绘出钨泡沫材料的加载-卸载 p - V 曲线(见图 4)。不难看出,该族升压曲线符合泡沫金属材料的应力-应变特性,即加载过程分为线性弹性形变段、应变缓冲平坦段和压实致密陡峭段。本实验所选用钨泡沫材料的线性区近似在 $0\sim 0.01\text{GPa}$ 之间,反映出材料内部胞壁承受着弹性形变,应变随应力的增加而线性增长;可能是由于材料的孔隙率不大(仅为实体的 4%),所以材料的应变力没有明显滞后于外力。在缓冲区的 $0.01\sim 0.3\text{GPa}$ 之间是一个较长的平缓阶段,表明这种钨泡沫材料在低静力下(曲线的起始段)具有很高的能量吸收率,且与直径的变化关系不大;但在 0.3GPa 以上直至最大压力附近曲线变化剧烈,说明在高静力下(曲线的末尾段),材料的胞壁已经发生了不可逆的屈服、碎裂。

由于吸能量 E 定义成^[6]

$$E = \int_0^l F \cdot dl \tag{5}$$

式中: F 是所施加的外力, l 是材料形变后发生彻底崩塌前的距离。而吸能效率 η 定义成^[6]

$$\eta = \frac{\int_0^l F \cdot dl}{F_{\max} \cdot L} \tag{6}$$

式中 L 是样品长度。显然,应力-应变曲线和卸载曲线所包围的面积对应于吸能量 E 。可直接用 Lorentz 面积拟合算法求出预压和未预压泡沫钨的吸能量,见表 4。在材料施加的最大压力附近的致密区内,胞壁被彻底压碎,材料被压成实体。这就使得每条卸载曲线都几乎为垂线,且几乎平行。没有表现出块状金属材料所应有的弹性恢复力,反映出该材料内部的胞壁在较高外静力($p \geq 0.35\text{GPa}$)作用下已经完全崩塌,所谓的立体交叉支撑或蜂巢结构已被破坏。

表 4 吸能效果计算

Table 4 Calculated results of energy absorbing

Parameter	Sample No.					
	1	2	3	4	5	6
Un-precompressing absorb energy/(kJ)	—	1.168	1.025	1.083	—	—
Post-precompressing absorb energy/(kJ)	0.911	—	—	—	0.802	0.259
Un-precompressing absorb efficiency(%)	—	46.75	44.33	53.28	—	—
Post-precompressing absorb efficiency(%)	38.16	—	—	—	37.99	48.44

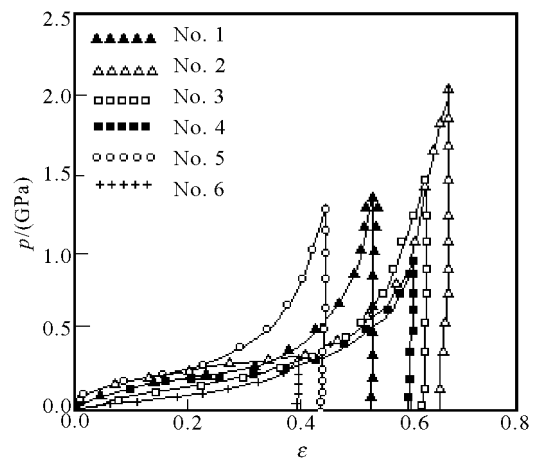


图 4 不同直径材料的 p - V 特性
Fig. 4 p - V characteristic of samples with different diameters

通过研究,我们发现:

(1) 初始密度不同的同一材料在相同压力下的体积压缩比明显不同,初始密度大,压缩比小,反之则反;

(2) 直径不同的样品,压缩比之差近似为常数(约为 0.2),即压缩比与材料的直径几乎无关;

(3) 升压曲线中的致密段越长(或陡峭部分越高)材料的吸能效率越低。

6 结 论

(1) 钼泡沫材料在低静力($p \leq 0.35 \text{ GPa}$)作用下吸能性良好,吸能效率较高;在 $p \geq 0.5 \text{ GPa}$ 静力作用下发生不可逆转的结构破坏,失去弹性,并被压实;

(2) 在相同静压下,同一种样品的直径变化几乎不影响应变曲线的形状;

(3) 不同初始密度材料的体积压缩比(应变)不同;

(4) 从最大压力处开始的卸载曲线几乎为垂线,近似互相平行,且几乎不受样品初始密度和直径的影响。

参考文献:

- [1] Davies G J, Shu Zhen. Review Metallic Foams: Their Production, Properties and Applications [J]. J Material Science, 1983, 18(1): 1899-1908.
- [2] Rockel M B. The Effective of Porosity on the Microstructure Damping Response 6061 Aluminium Alloy [J]. J Material Science, 1993, (28): 1515-1524.
- [3] Spain I L, Paauwe J. 高压技术 [M]. 陈国理译. 北京: 化学工业出版社, 1977. 239-294.
- [4] Bowen R M. Impossible Porous Media Models by Use of the Theory of Mixture [J]. Int J Engng Sci, 1980, 18(1): 1129-1148.
- [5] 陈 雯, 刘中华, 朱诚意. 泡沫金属材料的特性、用途与制备方法 [J]. 有色冶金, 1999, 1: 33-36.
- [6] Thornton P H, Magee C L. The Deformation of Aluminum Foams [J]. Metallurgical Transaction, 1975, 6A: 1253-1278.

p-V CHARACTERISTICS OF SINTERED POROUS Mo UNDER HYDROSTATIC PRESSURE

SUN Yue¹, LIU Fu-sheng², GAO Zhan-peng³, ZHANG Qing-fu¹

(1. *Institute of Molecular & Atom Physics, Sichuan University, Chengdu 610065, China;*

2. *Laboratory of High Pressure and High Temperature Physics,*

Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, China;

3. *Northwest Institute of Nuclear Technology, Xi'an 710024, China)*

Abstract: Loading-unloading experiments on mid-density sintered porous Mo specimen were conducted under hydrostatic pressure. Under the circumstance, the *p-V* characteristics of foamed material with different diameters and initial density were first studied. Certain evidences show that strain amplitude in samples is correlated with initial density; but unload curves do not depend on initial density and diameter of specimens. Foamed Mo samples appear have higher energy absorbing capacity and efficiency based on calculated results. However, both the excellence relate to energy are somehow decreased after pre-pressured to the specimens.

Key words: foam; porous material; molybdenum; density; air void ratio; absorbing efficiency