



Ti-Si 金属间化合物多孔膜材料的制备

刘卓萌, 刘忠军, 姬 帅

(西安石油大学 材料科学与工程学院, 西安 710065)

摘 要: 以 Ti 粉和高纯石英管为原料, 结合冷等静压和真空烧结工艺, 制备了以多孔钛为基体、Ti-Si 金属间化合物为多孔膜层的复合多孔材料。通过 XRD、EDS、SEM 对烧结产物的物相组成、微观结构进行了观察分析。结果表明: 该复合多孔材料 Ti-Si 金属间化合物多孔膜层的厚度为 2~3 μm , 孔径小于 0.3 μm ; 同时研究了不同粉末粒度区间的 Ti 粉对 Ti-Si 多孔膜成膜均匀性的影响。本研究采用限域内原位反应烧结工艺通过一次烧结成功制备出以多孔钛为基体、Ti-Si 金属间化合物为多孔膜层的复合多孔材料, 为金属梯度多孔材料的制备提供了一种新途径。

关键词: 多孔膜材料; 原位反应; Ti-Si 金属间化合物; 复合多孔材料

文章编号: 1004-0609(2021)-09-2490-09

中图分类号: TG146.4

文献标志码: A

引文格式: 刘卓萌, 刘忠军, 姬 帅. Ti-Si 金属间化合物多孔膜材料的制备[J]. 中国有色金属学报, 2021, 31(9): 2490–2498. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-36493

LIU Zhuo-meng, LIU Zhong-jun, JI Shuai. Preparation of Ti-Si intermetallic compound porous membrane materials[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2021, 31(9): 2490–2498. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-36493

多孔材料因其内部含有大量的气孔和孔隙而表现出诸多功能特性, 已被广泛用于阻燃防爆、传热、流体渗透、消音降噪以及过滤分离, 成为石油化工、精细化工、煤化工、核工业、多晶硅等过程工业不可或缺的一类关键功能材料^[1-5]。与陶瓷和分子筛材料相比, 金属多孔材料熔点高、可机加、渗透性好、高温抗氧化性和韧性良好, 在高温腐蚀性环境下具有良好的应用价值^[6-9]。然而, 金属多孔材料因其材质及成型工艺的限制, 很难同时实现高精度高通量这一性能要求, 其应用范围受到很大限制^[10-11]。

金属硅化物的物理和化学性能介于金属与陶瓷之间。目前, 在被广泛研究的金属硅化物中(如 TiSi_2 、 NiSi 、 CoSi_2 、 WSi_2 、 TaSi_2 、 MoSi_2), Ti_5Si_3

具有的特殊原子结构使其具有诸多优异特性: 如高导电性、高选择性、优良的热稳定性及吸附性等, 尤其在高温腐蚀环境下仍表现出良好的抗腐蚀性^[12-13]。 Ti_5Si_3 是 Ti-Si 共晶合金中的一种难熔金属间化合物, 通过研究、计算得到其晶格参数为 $a=b=0.7444\text{ nm}$, $c=0.5143\text{ nm}$, 是一种具有复杂六方 D_{8h} 型结构的晶体^[14-16]。高脆性和复杂的制造工艺是 Ti_5Si_3 走向实际应用的最大障碍^[17-24]。

本文作者提出一种利用限域内原位反应烧结技术通过一次烧结制备以多孔钛为基体、Ti-Si 金属间化合物为多孔膜层的复合多孔材料的新方法。实验采用筛分、冷等静压压制、限域内原位反应烧结制备了具有 2~3 μm Ti-Si 多孔膜层厚度的多孔膜材料, 研究了材料的微观孔结构和相组成, 以及不同

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51704239); 西安石油大学校青年创新团队基金资助项目(2019QNKYCXTD12); 陕西省高等教育学会 2017 年度高等教育科学研究项目(XGH17091); 陕西省科研创新训练项目(S201910705050); 西安石油大学青年科技创新基金资助项目(2016BS21)

收稿日期: 2019-10-25; **修订日期:** 2021-04-30

通信作者: 刘忠军, 副教授, 博士; 电话: 029-88382536; E-mail: zjliu@xsyu.edu.cn

粉末粒度区间的 Ti 基体粉末对 Ti-Si 金属间化合物多孔膜层成膜均匀性的影响。

1 实验

1.1 实验原料

实验选取粒径小于 106 μm 的 Ti 粉末作为原料, 以纯度为 99.95% 的石英管作为反应烧结过程中的 Si 源, 原料相关参数见表 1。表 2 所示为 Ti 粉末的化学成分。将 Ti 粉末筛分, 得到 5 组不同粒度区间的 Ti 粉(见表 3)。

1.2 实验过程

将筛分后的 Ti 粉装入内径为 10 mm、长度为 200 mm 的高纯石英管中, 通过冷等静压机压制成型、脱模; 将制得的生坯连同石英管一起放到真空烧结炉中进行烧结, 真空度优于 5×10^{-2} Pa。为避免烧结过程中石英管破裂, 烧结工艺采用慢速升温

表 1 原材料特性

Material	Density/ (g·cm ⁻³)	Melting point/°C	Purity/ %	Place of origin
Titanium powder	4.54	1668.0	99.5	Beijing
Quartz tube	—	1450	99.95	Jiangsu

表 2 钛粉的化学成分

Table 2 Chemical composition of titanium powder (mass fraction, %)					
Ti	O	Fe	Mn	C	Others
≥99.5	≤0.35	≤0.04	≤0.01	≤0.005	≤0.095

表 3 钛粉的粒度分级

Table 3 Granularity classification of titanium powder	
Powder group No.	Grain size/μm
1	75–106
2	51–75
3	47–51
4	≤47
5	≤38

与多台阶保温技术。不同的 Ti 粉末选择不同烧结工艺, 分别标记为 S1、S2、S3、S4。S1 的烧结温度为 920 °C, 保温时间为 30 min; S2 的烧结温度为 950 °C, 保温时间为 60 min; S3 的烧结温度为 950 °C, 保温时间为 120 min; S4 的烧结温度为 1020 °C, 保温时间为 120 min。最后随炉冷却得到不同复合多孔材料样品。图 1 所示为样品制备工艺流程图。

1.3 样品表征

将样品切割成 10 mm×10 mm×2 mm 的长方体进行测试: 使用 JSM-6390 型扫描电子显微镜 (SEM) 观察样品基体和膜层的孔结构形貌, 通过 SHIMADZU XRD-6000 型 X 射线衍射仪 (XRD) 来研究 Ti-Si 金属间化合物多孔膜层的物相组成。

2 结果与讨论

2.1 原位反应烧结原理

随元素配比和制备条件的改变, Ti 与 Si 可反应生成不同的 Ti-Si 金属间化合物。本实验通过将 Ti 粉末压覆到石英管内壁, 实现 Ti 与 SiO₂ 接触表面

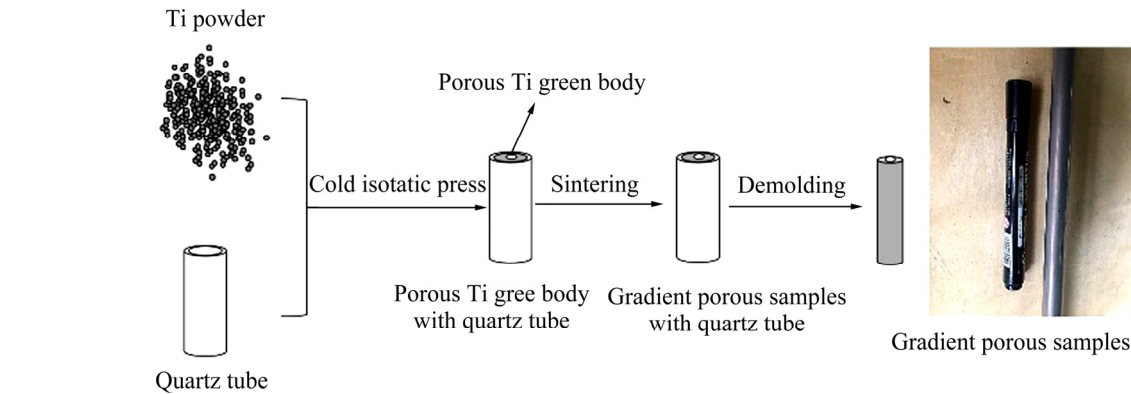


图 1 样品制备工艺流程图
Fig. 1 Schematic diagram of preparation process, and sample photograph

的原位反应烧结;烧结过程中,Ti粉末生坯具有高于石英管的烧结膨胀率,进而生坯外表面会受到来自石英管内表面的烧结压缩应力,此烧结压缩应力有利于Ti-Si金属间化合物多孔膜层的生成。因原位反应烧结过程发生在石英管内,将该制备技术称为限域原位反应烧结。

2.2 显微组织分析

图2所示为粉末组1~5在920℃保温30 min时烧结得到的多孔膜层SEM像。从图2中可以看出,在相同烧结条件下,随着粉末粒径逐渐减小,多孔膜层完整度逐渐提高。出现该现象的主要原因是细粉末烧结驱动力大于粗粉烧结驱动力,而高的烧结驱动力有利于原位反应的进行。此外,细粉末高的烧结驱动力促使其烧结膨胀大于粗粉末烧结膨胀,导致石英管与细粉末生坯之间的烧结压应力

高于其与粗粉末生坯之间的烧结压应力,这也是造成相同烧结条件下细粉末与SiO₂更易发生原位反应生成多孔膜层的原因之一。从图2(e)中可以看出,粉末组5在此烧结工艺条件下可以得到表面较为均匀的多孔膜层。

图3所示为粉末组5(粒径<38 μm)在不同烧结条件下生成的复合多孔材料试样多孔膜层表面和截面的显微结构照片。从图3中可以看出,当烧结工艺为S2时,试样表面有多孔膜层生成,但膜层不连续(见图3(a)、(b))。随着保温时间的延长,即烧结工艺为S3时,试样表面出现了较为完整的多孔膜层,但多孔膜层中有少量大的孔隙(见图3(c)),这是由原位反应烧结过程中原子扩散不均匀所致;所生成的多孔膜层厚度约为2 μm,且多孔膜层与基体层之间具有良好的冶金结合,基体层内的粉末颗粒之间形成了圆滑的烧结颈(见图3(d))。

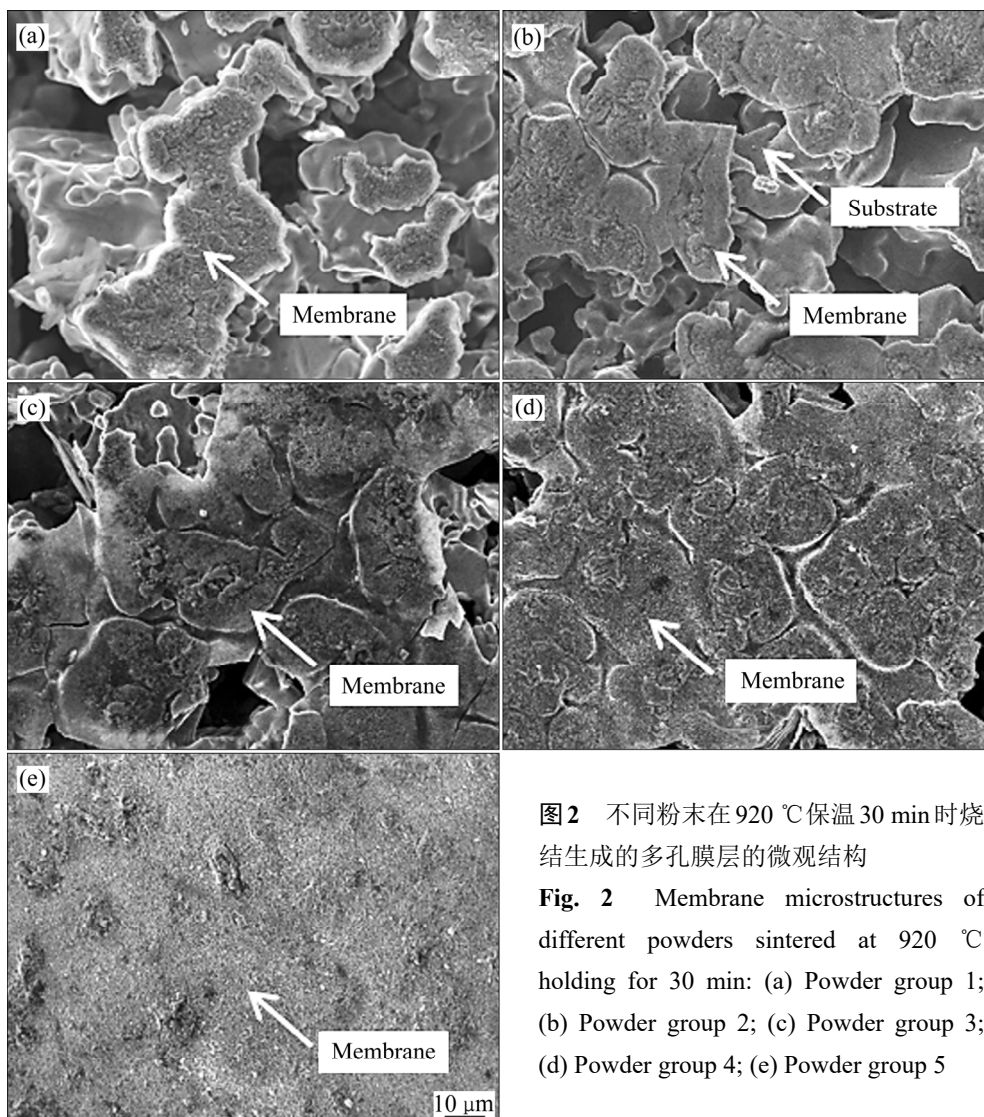


图2 不同粉末在920℃保温30 min时烧结生成的多孔膜层的微观结构

Fig. 2 Membrane microstructures of different powders sintered at 920 °C holding for 30 min: (a) Powder group 1; (b) Powder group 2; (c) Powder group 3; (d) Powder group 4; (e) Powder group 5

图 4 所示为粉末组 2(粒径区间 $51\sim 75\ \mu\text{m}$)在不同烧结条件下生成的复合多孔材料试样多孔膜层表面和截面的显微结构照片。从图 4 中可以看出,

随着烧结温度的升高及保温时间的延长, 多孔膜层致密度和厚度增加, 材料表面孔隙变小; 多孔膜层表面孔径小于 $0.3\ \mu\text{m}$, 膜层厚度为 $2\sim 3\ \mu\text{m}$ 。烧结温

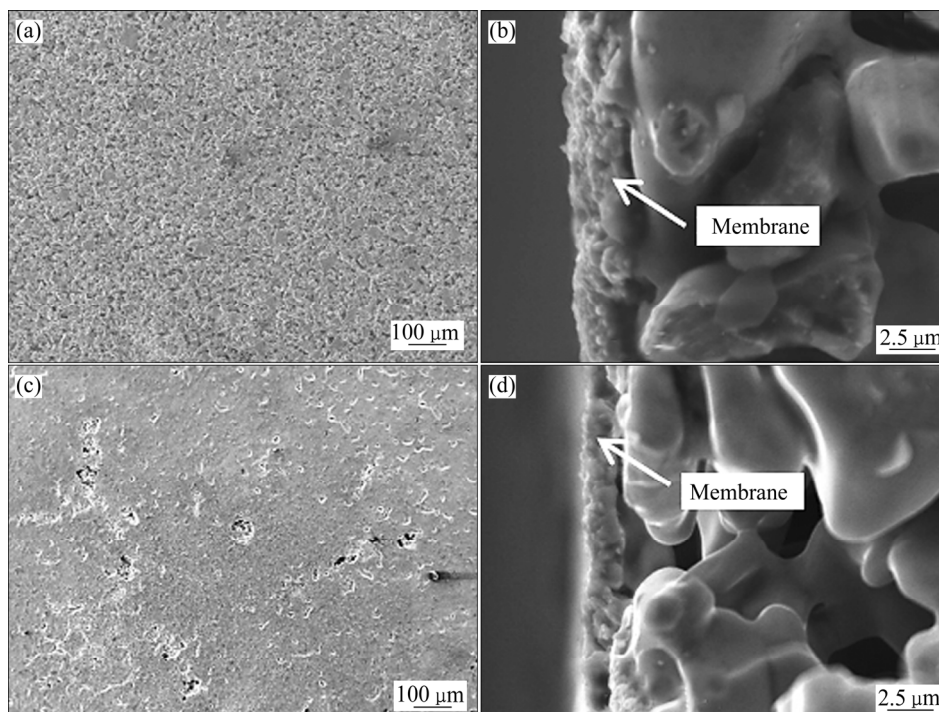


图 3 粉末组 5 在不同烧结条件下生成的基体-膜层的微观结构

Fig. 3 Microstructures of substrate-membrane formed by powder group 5 under different sintering conditions: (a), (b) S2; (c), (d) S3

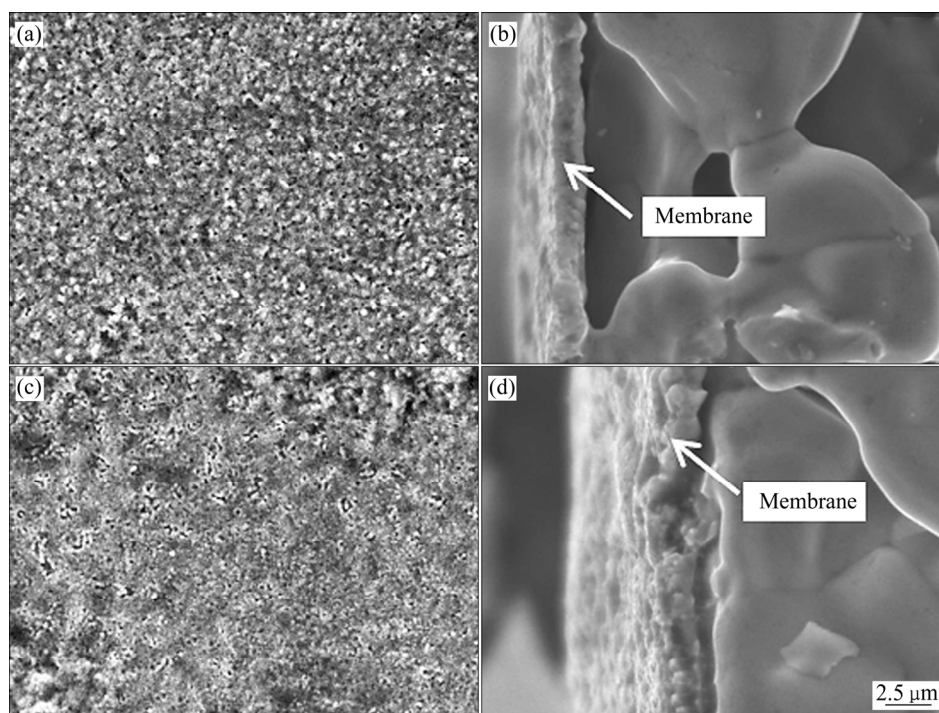


图 4 粉末组 2 在不同烧结条件下生成的基体-膜层的微观结构

Fig. 4 Microstructures of substrate-membrane formed by powder group 2 under different sintering conditions: (a), (b) S1; (c), (d) S2

度是晶粒生长的指数函数, 烧结工艺的控制对此原位反应过程多孔膜层的生成至关重要。

图 5 所示为粉末组 4(粒径 $<47\ \mu\text{m}$)在不同烧结条件下生成的复合多孔材料试样多孔膜层表面、截面以及多孔基体的显微结构照片。由图 5(a)、(d)对比可以看出, 随着烧结温度升高到 $1020\ ^\circ\text{C}$, 多孔膜层的颗粒粒径变小, 平均尺寸约为 $0.2\ \mu\text{m}$; 颗粒形状变得更加圆润, 呈椭圆状。然而, 多孔膜层的厚度并未发生明显变化, 膜层厚度范围仍为 $2\sim3\ \mu\text{m}$ (见图 5(b)、(e))。从图 5(c)、(f)多孔基体的显微结构可以看出, 两种烧结工艺条件下, 多孔基体粉末颗粒都发生了一定程度的圆润化, 颗粒之间有明显的烧结颈形成。

采用限域内原位反应烧结制备的复合多孔材

料存在明显的阶梯梯度(又称突变梯度)孔结构。此种梯度孔结构存在两种孔隙: Ti 多孔基体的大孔(取决于基体粉末)和 Ti-Si 金属化合物多孔膜层的小孔(取决于烧结工艺), 孔隙连接方式主要为连通孔。类似大孔+小孔的复合孔结构对多孔材料过滤综合性能的优化非常有利。

2.3 多孔膜层的物相分析

图 6 所示为不同粒径区间粉末在温度 $920\ ^\circ\text{C}$ 、保温时间 $30\ \text{min}$ 的烧结条件下制备得到的多孔膜材料 XRD 谱。由图 6 可看出, 在相同的烧结条件下, 多孔膜层表面除检测到 Ti 和 TiO_2 衍射峰以外, 还检测到一些微小的不明显衍射峰, 经分析其主要为 Ti_5Si_3 、TiSi 和 TiSi_2 相。不同 Ti-Si 金属间化合

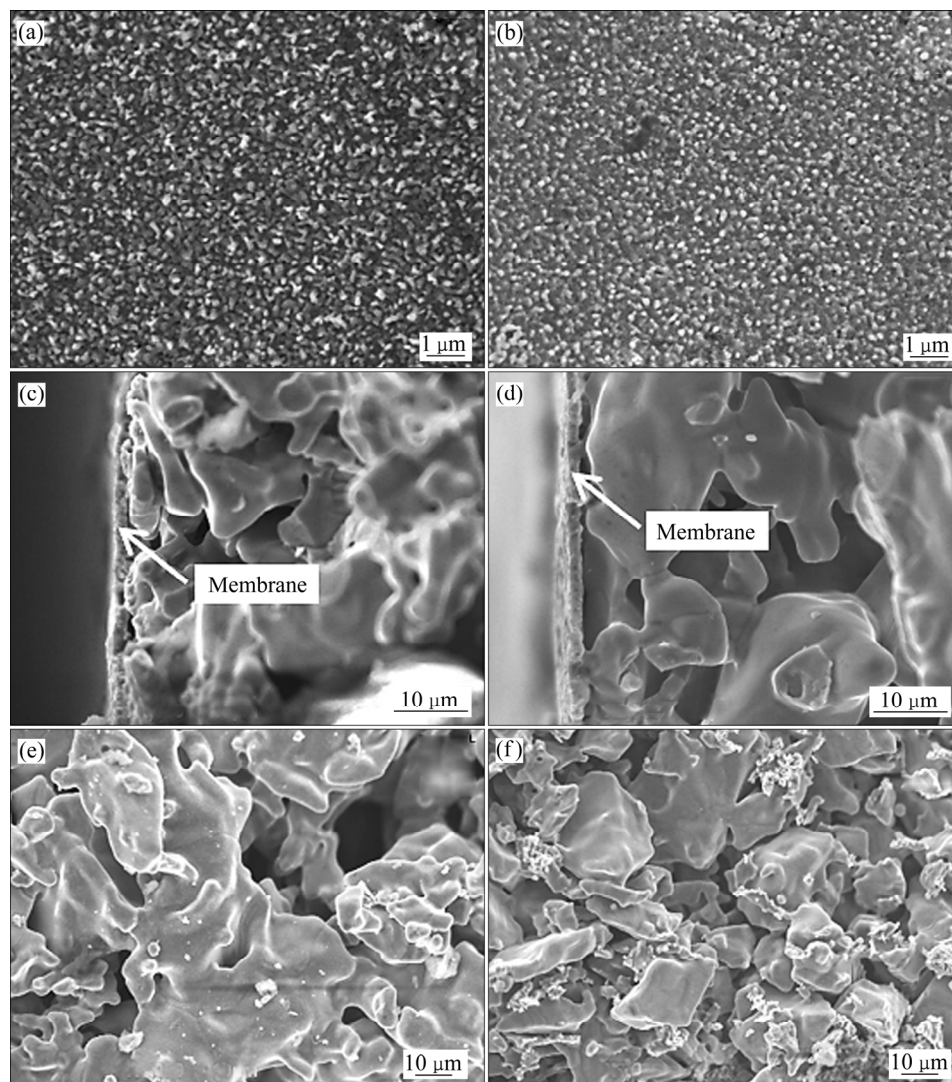


图 5 粉末组 4 在不同烧结条件下的基体-膜层微观结构

Fig. 5 Microstructures of substrate-membrane formed by powder group 4 under different sintering conditions: (a)–(c) S1; (d)–(f) S4

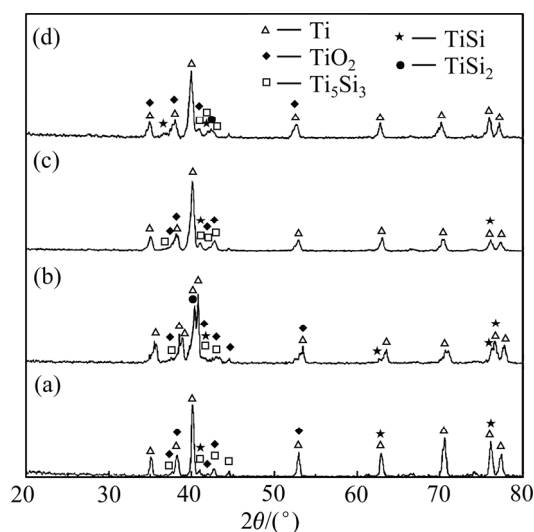


图 6 不同粉末在 920 °C 保温 30 min 时烧结生成的多孔膜层的 XRD 谱

Fig. 6 XRD patterns of membrane of different powders sintered at 920 °C holding for 30 min: (a) Powder group 1; (b) Powder group 3; (c) Powder group 4; (d) Powder group 5

物相的出现主要是由烧结反应动力学因素决定, 主要包括烧结温度、保温时间, 以及升温/降温速率等。根据出现的不同 Ti-Si 金属间化合物相, 可以得出在原位反应烧结过程中有以下反应发生:

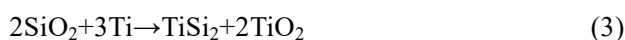
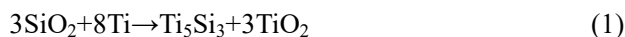


图 7 所示为粉末组 5 (粒径 < 38 μm) 在 950 °C 下分别保温 60 min 和 120 min 时烧结生成的多孔材料膜层 XRD 谱。与图 6 相似, 在图 7(b) 中可以看到有明显的 Ti、TiO₂ 和 Ti₅Si₃ 衍射峰, 同时, 有少量的 TiSi、TiSi₂、TiO 和 Ti₃O₅ 相出现。此外, 对比图 7(a) 和 (b), 可以清楚地观察到 Ti₅Si₃ 衍射峰的强度逐渐增强, 说明随着保温时间的延长, 膜层中生成的 Ti₅Si₃ 相含量逐渐增加。

Ti₅Si₃ 作为 Ti-Si 金属间化合物中的一种, 因其高温强度大、抗高温氧化性能好等优点受到了众多研究人员的关注。如何通过控制限域原位反应烧结工艺参数而制备得到高含量 Ti₅Si₃ 多孔膜材料有待进一步深入研究。

图 8 所示为粉末组 2 (粒径区间 51~75 μm) 在 920 °C 下保温 30 min 和 950 °C 下保温 60 min 时烧结

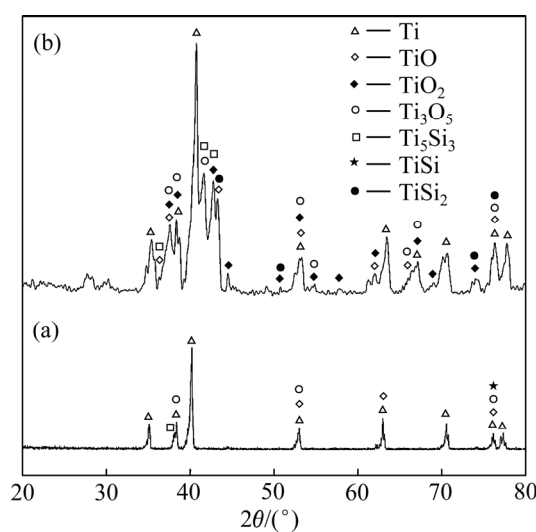


图 7 粉末组 5 在不同烧结条件下生成的多孔膜层 XRD 谱

Fig. 7 XRD patterns of membrane formed by powder group 5 under different sintering conditions: (a) S2; (b) S3

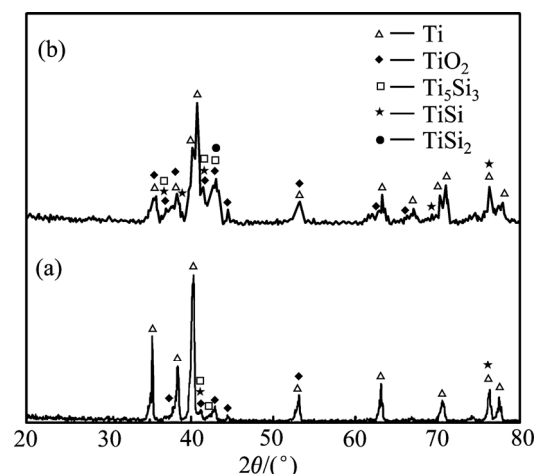


图 8 粉末组 2 在不同烧结条件下生成的多孔膜层 XRD 谱

Fig. 8 XRD patterns of membrane formed by powder group 2 under different sintering conditions: (a) S1; (b) S2

生成的 Ti-Si 金属间化合物多孔膜层的 XRD 谱。从图 8(b) 中可以清楚地观察到较强的 Ti₅Si₃ 衍射峰, 且 Ti₅Si₃ 相的生成量与图 8(a) 相比增长较多。结果表明, 对于一定粒度区间的 Ti 粉末, 升高烧结温度和延长保温时间可以促进原位反应过程中 Ti₅Si₃ 相的生成。

为进一步分析和确认材料多孔膜层的相组成, 实验对多孔膜层进行了 EDS 分析。图 9 所示为粉末组 5 (粒径 < 38 μm) 在 950 °C 保温 120 min 烧结条件下生成的基底-膜层的 SEM 像和 EDS 谱。由图

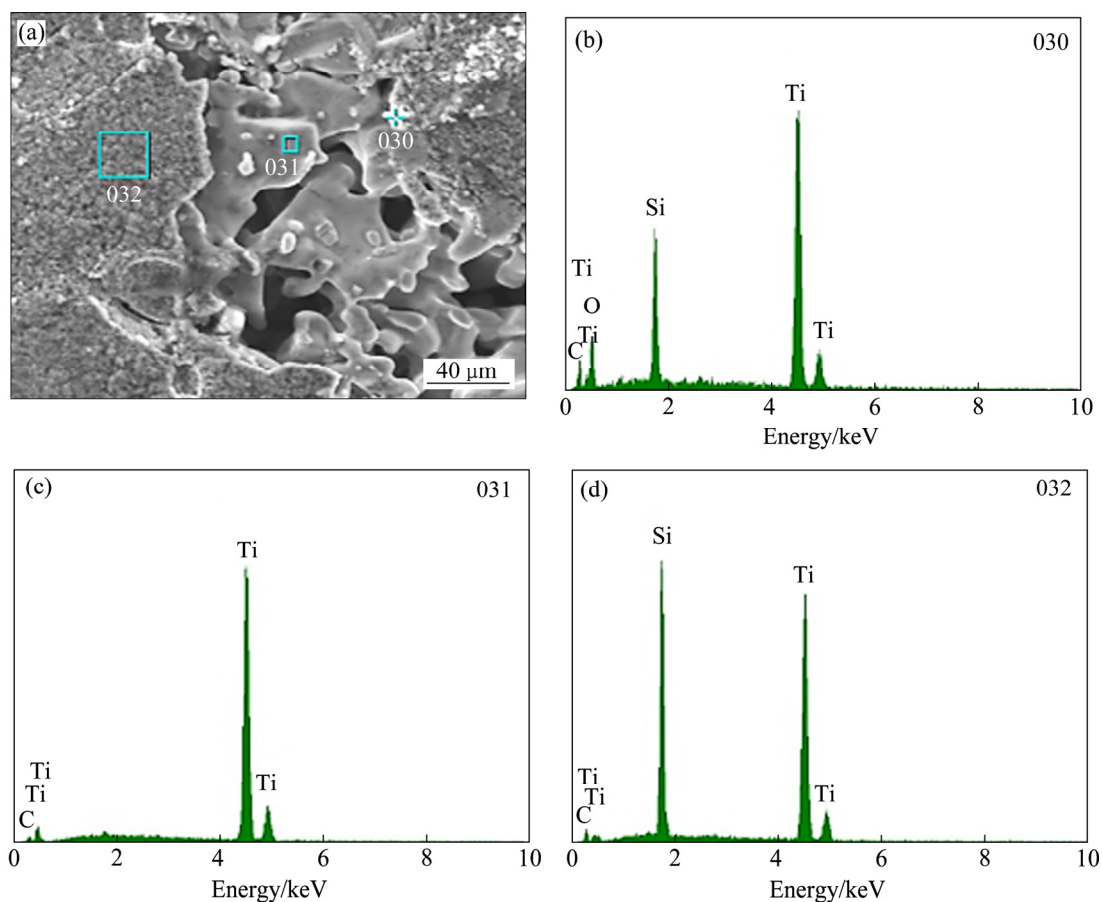


图 9 粉末组 5 在 950 °C 保温 120 min 时烧结生成的基底-膜层的 SEM 像和 EDS 谱

Fig. 9 SEM image(a) and EDS spectra((b)–(d)) of substrate-membrane of powder group 5 sintered at 950 °C holding for 120 min

9(b)~(d)可以看出, 多孔膜层不同位置都有少量 C 元素存在, 可能是由样品制备或烧结过程杂质的引入所致; 在多孔膜层与 Ti 多孔基体的结合处, 发现了 O 元素, 说明 SiO_2 与 Ti 发生反应, O 向多孔膜层与基体的结合处扩散, 生成 Ti-O 化合物(见图 9(b)); 然而, 多孔膜层和 Ti 多孔基体并不存在 O 元素, 说明多孔膜层和 Ti 基体中无 TiO 、 TiO_2 等 Ti-O 化合物相生成(见图 9(c)和(d)); 图 9(d)中 Ti 与 Si 元素的摩尔分数比为 1.85 ($x(\text{Ti}):x(\text{Si})=56.32:30.40$), 与 Ti-Si 金属间化合物 Ti_5Si_3 的摩尔分数比 1.66 最为接近, 可确认该样品多孔膜层相组成主要是 Ti_5Si_3 , 此结果与图 7(b)所得的结论一致。

3 结论

1) 采用限域内原位反应烧结技术, 成功制备了

以 Ti 为多孔基体、以 Ti-Si 金属间化合物为多孔膜层的复合多孔材料; 随烧结温度与保温时间的增加, Ti-Si 金属间化合物多孔膜层逐渐均匀, 但多孔膜层厚度变化不明显。

2) 通过调整烧结工艺, 不同粒度区间粉末通过限域内原位反应烧结都可制备 Ti-Si 金属间化合物多孔膜材料, 该材料存在两种孔隙, 即 Ti 多孔基体大孔和 Ti-Si 金属间化合物多孔膜层小孔。所制备的 Ti-Si 多孔膜层孔径小于 0.3 μm , 膜层厚度为 2~3 μm 。

REFERENCES

- [1] RAN Hua-shen, NIU Jin-an, SONG Bin-bin, et al. Microstructure and properties of Ti_5Si_3 -based porous intermetallic compounds fabricated via combustion

- synthesis[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, 612: 337–342.
- [2] YE H C L, SUN W E. Use of TiH_2 as a reactant in combustion synthesis of porous Ti_5Si_3 and $\text{Ti}_5\text{Si}_3/\text{TiAl}$ intermetallics[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 669: 66–71.
- [3] 曹 凤, 张文彦, 张思思, 等. 多孔金属材料的化学制备方法及其性能研究进展[J]. *材料导报*, 2017, 31(21): 139–145. CAO Feng, ZHANG Wen-yan, ZHANG Si-si, et al. Progress in chemical preparation methods and properties of porous metal materials[J]. *Materials Guild*, 2017, 31(21): 139–145.
- [4] 黄开金, 黄晚霞, 林 鑫, 等. TA2 钛表面激光合金化制备耐 1000 °C 高温氧化 $\text{Ti}_5\text{Si}_3/\text{Ti}_3\text{Al}$ 复合涂层[J]. *航空制造技术*, 2018, 61(Z2): 46–51, 58. HUANG Kai-jin, HUANG Wan-xia, LIN Xin, et al. Preparation of high temperature oxidation $\text{Ti}_5\text{Si}_3/\text{Ti}_3\text{Al}$ composite coating resistant to 1000 °C by laser alloying of TA2 titanium surface[J]. *Aviation Manufacturing Technology*, 2018, 61(Z2): 46–51, 58.
- [5] 林威豪. FTO/ TiO_2 多功能节能镀膜玻璃的 AACVD 法制备, 性能及本构关系的研究[D]. 杭州: 浙江大学, 2019. LIN Wei-hao. Preparation, Properties and constitutive relationship of FTO/ TiO_2 multifunctional energy-saving coated glass by AACVD method[D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2019.
- [6] 刘忠军, 奚正平, 汤慧萍, 等. 连续梯度不锈钢多孔材料的制备及性能[J]. *功能材料*, 2009, 40(10): 1636–1639. LIU Zhong-jun, XI Zheng-ping, TANG Hui-ping, et al. Preparation and properties of continuous gradient stainless steel porous materials[J]. *Functional Materials*, 2009, 40(10): 1636–1639.
- [7] 汪强兵, 李广忠, 汤慧萍, 等. 粉末及烧结工艺对金属多孔材料性能的影响[J]. *稀有金属材料与工程*, 2017, 46(9): 2684–2687. WANG Qiang-bing, LI Guang-zhong, TANG Hui-ping, et al. Effect of powder and sintering process on properties of porous metal materials[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2017, 46(9): 2684–2687.
- [8] 任鑫明, 马北越, 张博文, 等. 多孔钛及钛合金的研究进展[J]. *稀有金属与硬质合金*, 2018, 46(1): 61–64, 75. REN Xin-ming, MA Bei-yue, ZHANG Bo-wen, et al. Research progress of porous titanium and titanium alloy[J]. *Rare Metals and Hard Alloys*, 2018, 46(1): 61–64, 75.
- [9] 孙育文, 周 军. 海水淡化预处理系统选择[J]. *华电技术*, 2008(5): 76–78. SUN Yu-wen, ZHOU Jun. Seawater desalination pretreatment system selection[J]. *Huadian Technology*, 2008(5): 76–78.
- [10] 王 凡, 刘冠颖, 杨军军, 等. 金属过滤材料在高温除尘中的应用与发展[J]. *粉末冶金技术*, 2018, 36(3): 230–238. WANG Fan, LIU Guan-ying, YANG Jun-jun, et al. Application and development of metal filter materials in high temperature dust removal[J]. *Powder Metallurgy*, 2018, 36(3): 230–238.
- [11] 郭 瑜, 汪强兵, 李 焱, 等. 金属微孔膜在甲醇制烯烃(MTO)急冷水过滤中的试验研究[J]. *粉末冶金工业*, 2018, 28(1): 45–49. GUO Yu, WANG Qiang-bing, LI Ye, et al. Experimental study on metal microporous membrane filtration in methanol to olefin (MTO) quench water[J]. *Powder Metallurgy*, 2018, 28(1): 45–49.
- [12] LIU Xin-li, JIANG Yao, ZHANG Hui-bin, et al. Corrosion behavior of porous Ti_3SiC_2 in nitric acid and aqua regia[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2017, 27(3): 584–590.
- [13] REN Zhao-di, HUANG Yan-fei, SHEN Mei, et al. Electrical and corrosion properties of the Ti_5Si_3 thin films coated on glass substrate by APCVD method[J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2011, 357(15): 2802–2809.
- [14] UMAKOSHI Y, NAKASHIMA T. High temperature deformation of Ti_5Si_3 single crystals with D88 structure[J]. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 1994, 30(11): 1431–1436.
- [15] KAJITANI T, KAWASE T, YAMADA K, et al. Site occupation and local vibration of hydrogen isotopes in hexagonal $\text{Ti}_5\text{Si}_3 \text{H}(\text{D})_{1-x}$ [J]. *Transactions of the Japan Institute of Metals*, 1986, 27(4): 639–647.
- [16] RILEY D P, OLIVER C P, KISI E H. In-situ neutron diffraction of titanium silicide, Ti_5Si_3 , during self-propagating high-temperature synthesis (SHS)[J]. *Intermetallics*, 2006, 14(1): 33–38.
- [17] 余鹏程, 刘秀波, 陆小龙, 等. 激光原位合成 $\text{Ti}_5\text{Si}_3/\text{Al}_3\text{Ni}_2$ 增强 $\text{Al}_3\text{Ti}/\text{NiTi}$ 基复合涂层的组织和摩擦学性能[J]. *应用激光*, 2015, 35(5): 530–535. YU Peng-cheng, LIU Xiu-bo, LU Xiao-long, et al. Microstructure and tribological properties of in-situ synthesized $\text{Ti}_5\text{Si}_3/\text{Al}_3\text{Ni}_2$ reinforced $\text{Al}_3\text{Ti}/\text{NiTi}$ composite coatings[J]. *Application Laser*, 2015, 35(5): 530–535.
- [18] ZHOU Zhong-yan, LIU Xiu-bo, ZHUANG Su-guo, et al. Laser in-situ synthesizing $\text{Ti}_5\text{Si}_3/\text{Al}_3\text{Ni}_2$ reinforced $\text{Al}_3\text{Ti}/\text{NiTi}$

- composite coatings: Microstructure, mechanical characteristics and oxidation behavior[J]. *Optics & Laser Technology*, 2019, 109: 99–109.
- [19] KASRAEE K, YOUSEFPOUR M, TAYEBIFARD S A. Mechanical properties and microstructure of Ti_5Si_3 based composites prepared by combination of MASHS and SPS in Ti-Si-Ni and Ti-Si-Ni-C systems[J]. *Materials Chemistry and Physics*, 2019, 222: 286–293.
- [20] JIAO Y, HUANG L J, WANG W, et al. Effects of first-scale TiBw on secondary-scale Ti_5Si_3 characteristics and mechanical properties of in-situ ($\text{Ti}_5\text{Si}_3+\text{TiB}_w$)/Ti6Al4V composites[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 704: 269–281.
- [21] JIAO Y, HUANG L J, WEI S L, et al. Constructing two-scale network microstructure with nano- Ti_5Si_3 for superhigh creep resistance[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2019, 35(8): 1532–1542.
- [22] JIAO Y, HUANG L J, WEI S L, et al. Nano- Ti_5Si_3 leading to enhancement of oxidation resistance[J]. *Corrosion Science*, 2018, 140: 223–230.
- [23] JIAO Y, HUANG L J, AN Q, et al. Effects of Ti_5Si_3 characteristics adjustment on microstructure and tensile properties of in-situ ($\text{Ti}_5\text{Si}_3+\text{TiB}_w$)/Ti6Al4V composites with two-scale network architecture[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2016, 673: 595–605.
- [24] JIAO Y, HUANG L J, GENG L, et al. Nano-scaled Ti_5Si_3 evolution and Strength Enhancement of titanium matrix composites with two-scale architecture via heat treatment[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2017, 701: 359–369.

Preparation of Ti-Si intermetallic compound porous membrane materials

LIU Zhuo-meng, LIU Zhong-jun, JI Shuai

(College of Materials and Engineering, Xi'an Shiyou University, Xi'an 710065, China)

Abstract: Ti powder and high-purity quartz tube were used as raw materials, and combined with cold isostatic pressing and vacuum sintering process, a new porous material using porous titanium as matrix and Ti-Si intermetallic compound as porous membrane was prepared. The phase composition and microstructure of the sintered product were observed and analyzed by XRD, EDS and SEM. The results show that the thickness and pore size of the Ti-Si intermetallic compound porous membrane are 2–3 μm and less than 0.3 μm . At the same time, the effect of Ti powder in different particle size ranges on the uniformity of Ti-Si porous membrane was also studied. A composite porous material using porous titanium as matrix and Ti-Si intermetallic compound as porous membrane was successfully prepared by in-situ reaction sintering in a limited zone, which provides a new way for the preparation of metal gradient porous materials.

Key words: porous material; in-situ reaction; Ti-Si intermetallic compound; composite porous material

Foundation item: Project(51704239) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project (2019QNKYCXTD12) supported by the Youth Innovation Team Foundation of Xi'an Shiyou University, China; Project(XGH17091) supported by the 2017 Higher Education Scientific Research Program of Shaanxi Association of Higher Education, China; Project(S201910705050) supported by the Scientific Research Innovation Training Program of Shaanxi Province, China; Project(2016BS21) supported by the Youth Science and Technology Innovation Foundation of Xi'an Shiyou University, China

Received date: 2019-10-25; **Accepted date:** 2021-04-30

Corresponding author: LIU Zhong-jun; Tel: +86-29-88382536; E-mail: zjliu@xsyu.edu.cn

(编辑 李艳红)