

FeAl/FeAlSi 非对称膜材料的制备及膜基结合性能

谢维, 高海燕, 冯路利, 干庆展, 贺跃辉

(中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083)

摘要: **目的** 制备高温腐蚀环境下应用的 FeAl/FeAlSi 非对称膜材料, 研究膜与基体的结合性能。**方法** 采用粉末反应合成法制备大孔径、高孔隙度的 FeAlSi 多孔体作为支撑体, 通过浸渍法在支撑体表面制备小孔径的 FeAl 涂层作为膜层, 再经烧结得到 FeAl/FeAlSi 非对称膜材料。研究 FeAl/FeAlSi 非对称膜材料的孔结构性能及膜基结合性能。采用 XRD 和 SEM 研究多孔膜材料的物相组成及微观形貌, 采用孔结构测试仪及压汞法测试支撑体与膜层的孔结构参数, 采用拉伸法和反吹实验研究 FeAl/FeAlSi 非对称膜材料的膜基结合性能。**结果** FeAl/FeAlSi 非对称膜材料表面膜层均匀、完整, 膜层与支撑体之间具有冶金结合。支撑体的孔隙度和平均孔径分别为 43.0%和 22.7 μm , 膜层的孔隙度和平均孔径分别为 36.5%和 7.5 μm 。当膜层厚度增加时, 膜材料的透气度下降, 最大孔径在一定膜层厚度范围内变化不大, 当膜层厚度在 150~300 μm 范围内时, 最大孔径约为 7.8 μm 。膜层与支撑体的结合强度大于 5.5 MPa。**结论** 浸渍法制备的 FeAl/FeAlSi 非对称膜材料的孔结构性能优异, 膜基结合性能满足工业应用。

关键词: FeAl; FeAlSi; 非对称; 膜材料; 孔结构; 结合强度

中图分类号: TG174.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2020)08-0210-07

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2020.08.024

Preparation of FeAl/FeAlSi Asymmetric Membrane Materials and Bonding Properties between Membrane and Support

XIE Wei, GAO Hai-yan, FENG Lu-li, GAN Qing-zhan, HE Yue-hui

(State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

ABSTRACT: The work aims to prepare the FeAl/FeAlSi asymmetric membrane materials for high temperature corrosion and to study the bonding properties between the membrane and the support. The FeAlSi porous material with large pore size and high porosity prepared by powder reaction synthesis method was used as the support, and the FeAl coating on the support with small pore size prepared by impregnation method was adopted as the membrane layer to prepare the FeAl/FeAlSi asymmetric membrane material through sintering. The pore structure properties and membrane-support bonding properties of FeAl/FeAlSi asymmetric membrane materials were studied. The phase composition and micro-morphology of porous membrane materials were studied by XRD and SEM; the pore structure parameters of support and membrane were measured by pore structure tester

收稿日期: 2019-11-07; 修订日期: 2019-12-02

Received: 2019-11-07; Revised: 2019-12-02

基金项目: 国家自然科学基金项目(51774336); 湖南省自然科学基金(2018JJ2514)

Fund: National Natural Science Foundation of China(51774336), Natural Science Foundation of Hunan Province(2018JJ2514)

通讯作者: 高海燕(1975—), 女, 博士, 研究员, 主要研究金属间化合物多孔材料、膜材料及表面处理技术。邮箱: gaohy@csu.edu.cn

Corresponding author: GAO Hai-yan(1975—), Female, Ph.D., Researcher, Research focus: porous intermetallic compounds, membrane materials and surface treatment technology. E-mail: gaohy@csu.edu.cn

引文格式: 谢维, 高海燕, 冯路利, 等. FeAl/FeAlSi 非对称膜材料的制备及膜基结合性能[J]. 表面技术, 2020, 49(8): 210-216.

XIE Wei, GAO Hai-yan, FENG Lu-li, et al. Preparation of FeAl/FeAlSi asymmetric membrane materials and bonding properties between membrane and support[J]. Surface technology, 2020, 49(8): 210-216.

and mercury intrusion method; and the membrane-support bonding property of FeAl/FeAlSi asymmetric membrane materials was studied by tensile test and back-blowing test. The surface of FeAl/FeAlSi asymmetric membrane was uniform and complete, and the metallurgical bonding between the membrane and support was good. The porosity and average pore size of the support were 43.0% and 22.7 μm respectively and the porosity and average pore size of the membrane were 36.5% and 7.5 μm respectively. When the membrane thickness increased, the permeability decreased linearly, and the maximum pore size did not change much in a certain range of membrane thickness. When the membrane thickness was in the range of 150~300 μm , the maximum pore size was 7.8 μm . The bonding strength of membrane-support was more than 5.5 MPa. The pore structure property of FeAl/FeAlSi asymmetric membrane material prepared by impregnation method was excellent, and the bonding properties between the membrane and support can meet the requirements of industrial application.

KEY WORDS: FeAl; FeAlSi; asymmetric membrane materials; pore structure; bonding strength

非对称膜材料是采用较大孔径的多孔材料为支撑体,以保证有足够的力学性能和通量,再在支撑体表面涂覆一层小孔径的多孔膜作为分离层。由于陶瓷多孔膜材料具有本征脆性、不可焊接及金属多孔膜材料的抗腐蚀性差等缺点^[1-2],均难以满足目前苛刻的过滤环境。而采用金属多孔材料作为支撑体、以陶瓷膜为过滤层的材料,又因为热膨胀系数差异大,导致界面结合性能差^[3-4]。FeAl 金属间化合物具有金属键和共价键共存特征,兼具陶瓷和金属的优点^[5-6],因此以大孔径的 FeAl 多孔材料为支撑体,小孔径的 FeAl 多孔材料为多孔膜材料,可以解决目前无机膜高温强腐蚀环境下服役所面临的难题。

多孔膜的制备方法有很多种,目前比较常见的有沉积法、喷涂/刷涂法、模压法、溶胶-凝胶法和浸渍法等。沉积法是利用不同粒子沉积速度不同而形成梯度膜,该方法效率低,且重复性较差^[7]。喷涂和刷涂是将粉末调节成悬浮浆料,再利用工具涂覆在支撑体上,喷涂或刷涂是一种较简单且经济实用的方法,并且易于控制膜层厚度^[8]。模压法是预先将原料按一定梯度铺好,然后压制烧结,这种方法也比较简单实用,但是不利于复杂形状的成形^[9]。溶胶-凝胶法常用来制备氧化物多孔膜材料,制备流程较长^[10]。浸渍法是将基体浸入一定浓度的配制好的浆料中浸渍成膜,然后进行二次烧结,这种方法可以通过控制浸渍次数或浸渍时间来控制膜层厚度^[11]。因此,本研究采用浸渍法制备膜层。

Si 元素是制备金属陶瓷的重要材料,用其制成的金属陶瓷复合材料耐高温、富韧性,既继承了金属和陶瓷各自的优点,又弥补了两者的本征缺陷^[12-13]。本课题组的前期研究表明,通过少量的 Si 合金化 FeAl 多孔材料,可以优化 FeAl 的烧结性能和提高孔结构参数^[14]。因此,本研究以不同 Si 含量的支撑体作为研究对象,以其力学性能为标准,选取应用性能和孔结构性能均优异的 FeAlSi 多孔体作为多孔 FeAl 膜的支撑体,在 FeAlSi 支撑体上采用浸渍法制备 FeAl 膜层得到 FeAl/FeAlSi 非对称膜材料,并对 FeAl 膜与 FeAlSi 基体的孔结构性能和结合性能进行表征,以期

为 FeAl 金属间化合物多孔膜材料的应用提供实验依据。

1 试验材料与方法

以 D_{50} 为 37.43 μm 的电解 Fe 粉、 D_{50} 为 20.42 μm 的雾化 Al 粉和平均粒度为 8 μm 的机械破碎 Si 粉为原料,在 75%Fe+25%Al (质量分数)成分的基础上,分别添加质量分数为 1%、3%、5%的 Si 粉共配成四组不同成分的原材料,并记作 Fe25Al、Fe25Al1Si、Fe25Al3Si、Fe25Al5Si。将混合好的粉末采用普通模压成形,压制压力为 150~200 MPa,压坯为 $\phi 30 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ 的圆片和 70 mm \times 10 mm \times 3 mm 条状。压坯在真空度为 10^{-2} Pa 的烧结炉内于 1200 $^{\circ}\text{C}$ 烧结 2 h,得到多孔支撑体。

膜层材料不添加 Si 元素,选用 2~3 μm 的羰基 Fe 粉和 7~8 μm 的雾化 Al 粉为原料,按 Fe25Al 的成分配制。将一定量的 Fe+Al 混合粉末和无水乙醇倒入烧杯,搅拌配制成悬浮浆料。通过支撑体单面浸渍,在多孔材料毛细管力的作用下,细粉悬浮浆料在具有一定孔隙度的多孔支撑体表面形成 FeAl 膜层。支撑体表面涂覆膜层后进行二次烧结,获得 FeAl/FeAlSi 非对称膜材料。

采用压汞仪测试材料的孔结构参数。采用 D/MAX-rA 型 X 射线衍射仪进行物相分析。采用 JSM-5600LV 型扫描电镜观察材料的显微形貌及孔结构。用扫描电镜配备的能谱分析仪 (Energy Dispersive X-ray Analysis, EDXA) 对微区成分进行定性元素分析。采用 Instron3369 型万能试验机测试多孔支撑体的抗弯强度,抗弯强度试样为条状烧结样,经过表面打磨后,制成 5 mm \times 5 mm \times 40 mm 标准样,采用三点弯曲法测得。采用垂直拉伸法和模拟气体反冲法表征膜与基体的界面结合强度。在 Instron3369 型万能试验机上进行拉伸试验,表征膜与基体的界面结合强度。采用金属粘结剂将螺栓及膜材料按图 1a 所示制备成拉伸样,将试样两端的螺栓分别用拉伸试验机的夹具夹紧固定,试验机加载并向上下两个方向进行拉

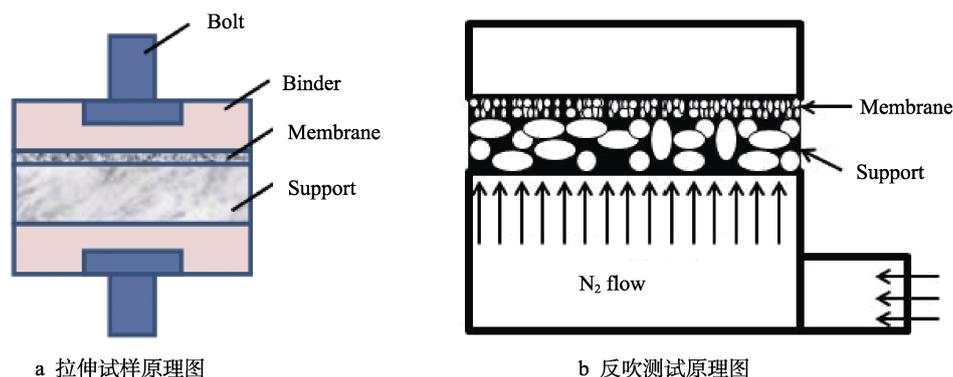


图1 拉伸试样和反吹测试原理图
Fig.1 Principle diagram of tensile specimen (a) and back blowing test (b)

伸，直至试样断裂，得到拉伸强度。按照图 1b 所示进行不同压力反冲模拟测试，然后对最大孔径及透气度进行表征，定性判断膜与基体的界面结合情况。

2 结果与讨论

2.1 支撑体的相组成及力学性能

图 2 为不同 Si 含量的支撑体烧结后的 XRD 图谱。由图 2 可知，所有 Si 含量的支撑体均为单一的 FeAl(Si) 相。从二元 Fe-Al 相图可以看出，FeAl 相在一个很宽的成分之内，Al 的原子数分数为 33%~51%时，均为 B₂ 结构的 FeAl 相。B₂ 结构可以固溶一定比例的第三组元。在 Fe₂₅Al 成分基础上添加 Si 的最高含量只有 5%，因而完全可以固溶到 FeAl 相中。从 XRD 测试结果来看，衍射峰向右偏移，由于 Al 的原子半径与 Si 的原子半径非常接近，而与 Fe 原子半径差距较大，因此可以推断 Si 原子部分取代 Al 原子。另外，根据 XRD 分析结果可知，Si 元素固溶于 FeAl 相中，进而改变晶胞参数，使衍射峰发生改变。Si 元素对 FeAl 相的合金化机理还有待进一步研究。

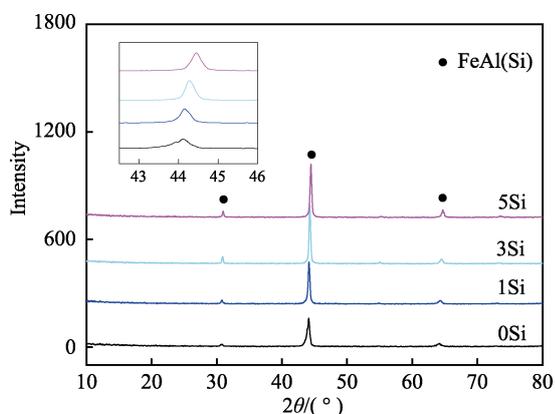


图2 1120 °C 烧结后 XRD 衍射图谱
Fig.2 XRD patterns of porous FeAl sintered at 1120 °C

多孔支撑体需要具备较高的通量和一定的力学性能。多孔支撑体的开孔隙度要求越大越好，由前期

研究可知，随 Si 含量的增加，FeAl 多孔体的孔隙度增大^[15]。单从孔隙度上分析可以选择高 Si 试样，但是支撑体还要满足一定的力学性能要求。图 3 为不同 Si 含量支撑体的抗弯强度。由图 3 可知，随支撑体中 Si 含量的增加，材料的抗弯强度下降。当 Si 含量为 1% 时，材料的抗弯强度约为 21.5 MPa；当 Si 含量超过 3% 后，抗弯强度降到约 9.6 MPa。一般来说，多孔材料的力学性能与本征强度和结构强度有关。Si 含量的增加会使孔隙度增大，即随 Si 含量的增加，有效承载面积减小，抗弯强度下降^[16]。综上可知，Si 元素虽然能提高多孔材料的孔隙度，但是也会因此带来强度降低的问题，所以选择综合性能最优的含 1% Si 元素的 FeAl1Si 材料作为支撑体。

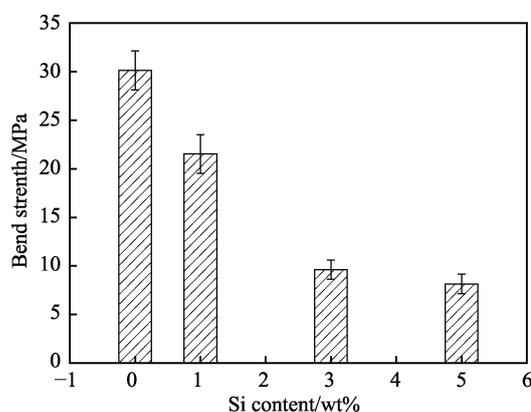


图3 不同 Si 含量的 FeAl(Si) 多孔材料的抗弯强度
Fig.3 Bend strength of porous FeAl(Si) with different Si contents

2.2 多孔膜的制备及孔结构性能

膜层需要过滤精度高的小孔径，由于 Si 的添加会使得孔径增大，故膜层材料不添加 Si 元素，按 Fe₂₅Al 的成分配制。图 4a 为 1000 °C 烧结后的膜层表面形貌图，从图中可以看出膜层表面平整、无裂纹。图 4b、c 分别为膜层与支撑体的截面形貌图和截面背散射图，从图中可看出膜层与支撑体的孔径梯度明显，膜层的小颗粒在浸渍时渗入支撑体表面层中，膜

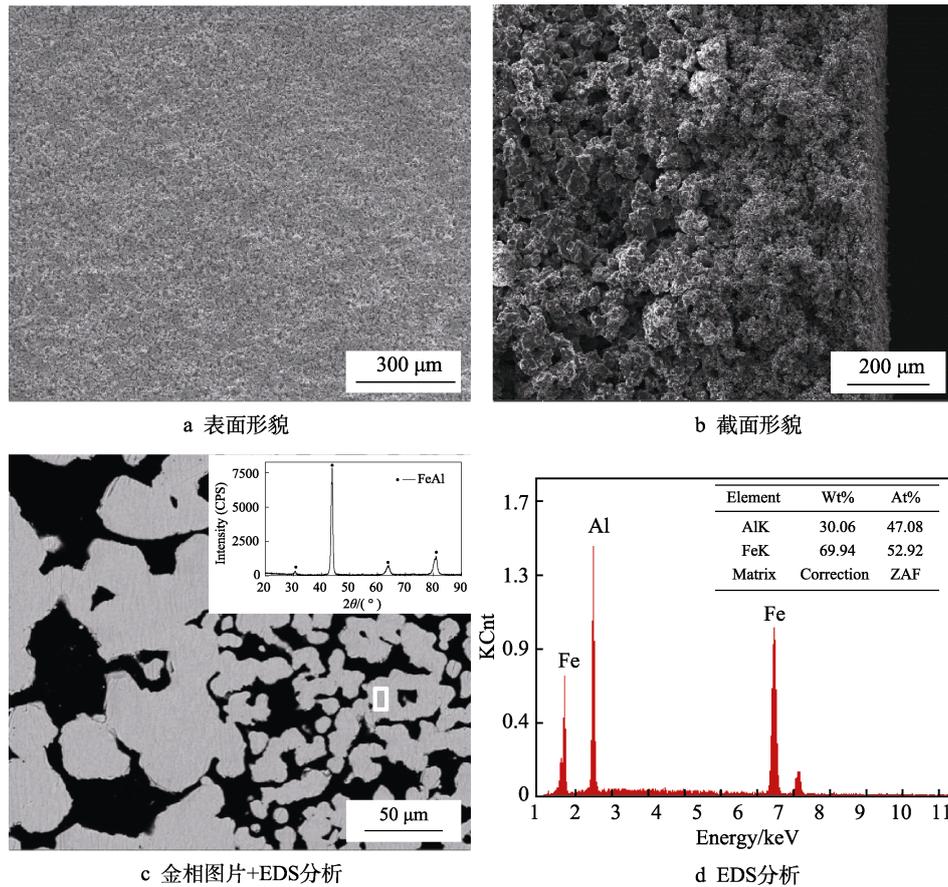


图 4 膜层烧结后表面、截面形貌及金相照片和 EDS 分析

Fig.4 Surface morphologies of FeAl membrane (a), cross section photograph (b), SEM+EDS of FeAl membrane (c) and EDS result (d)

层与基体之间经过二次烧结, 界面间以烧结颈连接, 为冶金结合。图 4d 为图 4c 中膜层局部的 EDS 测试结果, 并结合表面 XRD 测试结果, 显示膜层应为单一的 FeAl 相。

采用全自动压汞仪对支撑体和膜层进行孔结构参数测试分析, 具体参数见表 1。支撑体的孔隙度为 43.0%, 膜层的孔隙度为 36.5%, 膜层的孔隙度低于支撑体, 这是由于膜层原材料粒度小, 而粒度也是影响孔隙的重要参数, 随原料粒度的减小, 孔隙度下降^[17]。支撑体和膜层的平均孔径分别是 22.7 μm 和 7.5 μm。

表 1 支撑体与膜层的孔结构参数

Tab.1 Pore structure parameters of support and membrane

Region	Porosity/%	Average pore size/μm	Volume density/(g·cm ⁻³)	Skeleton density/(g·cm ⁻³)
Support	43.04	22.6	2.53	4.44
Membrane	36.46	7.5	2.64	4.16

图 5 为支撑体和膜层的孔径分布曲线。由图 5 可知, 支撑体与膜层的孔径分布范围均较窄, 支撑体的孔径范围为 15~30 μm, 膜层的孔径范围为 6~10 μm,

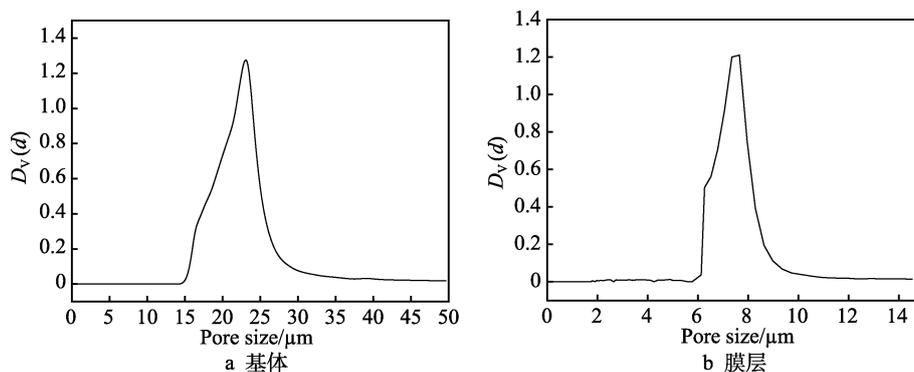


图 5 孔径分布曲线

Fig.5 Pore size distribution of support (a) and membrane (b)

大孔径支撑体可以具有较高的通量并提供一定的力学性能，小孔径膜层提供优良的过滤精度，因此该 FeAl/FeAlSi 非对称膜材料具有较好的孔结构性能。

2.3 膜层厚度对多孔膜孔结构的影响

通过调节悬浮液浓度和改变浸渍次数来调节膜层厚度，膜层厚度可在 100~500 μm 范围内调节。图 6 为不同膜层厚度试样的截面 SEM 照片。由图 6 可知，5 种厚度均形成了完整均匀的膜层，基体与膜层紧密结合，没有看到任何缺陷及裂纹，浸渍过程中部分细粉进入基体大孔隙中，由于基体 (FeAlSi) 与膜层 (FeAl) 材料的物理和化学性能的相容性好，在后

续的反应烧结中可以形成良好的冶金结合，有利于提高基体与膜层的结合强度。膜层厚度是影响实际过滤效果的关键因素，膜层越厚，相同孔径下的过滤阻力越大，渗透通量越低，而且膜层较厚时，更容易产生应力集中，造成表面龟裂，但是厚度较小又难以形成完整的膜层，覆膜作用不明显。因此，膜厚度是制备膜层的重要参数。在实际制膜中，膜层应以保证完整均匀为前提，同时使起分离作用的膜层越薄越好，以利于提高过滤效率。

图 7 为膜层厚度与非对称膜透气度及最大孔径之间的关系曲线。透气度与膜层厚度成反比关系，随膜层厚度由 98 μm 增加至 490 μm，透气度从基体透

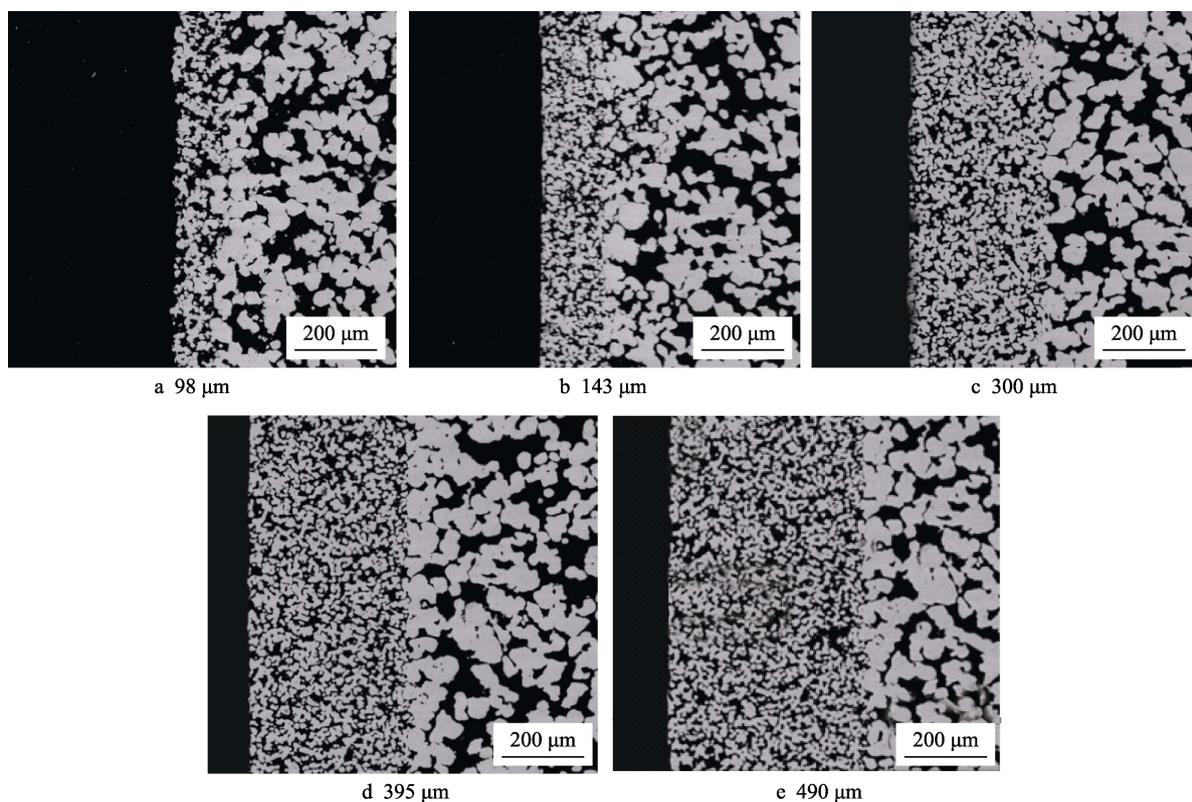


图 6 不同厚度的膜层的金相照片
Fig.6 SEM images of FeAl membrane with different thickness

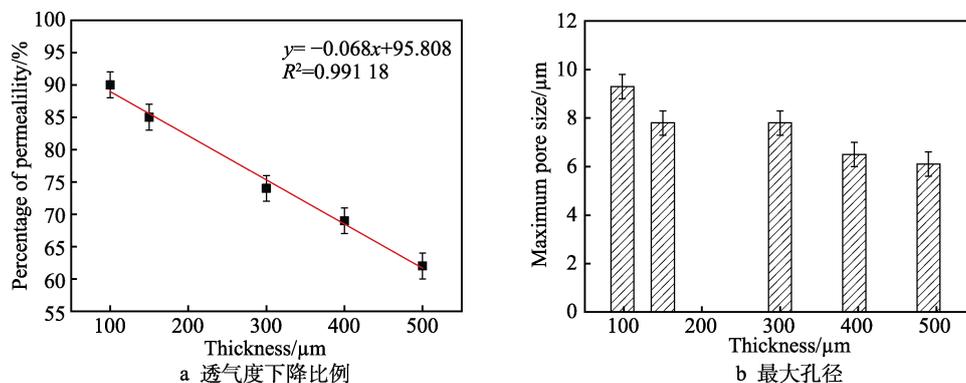


图 7 透气度下降比例、最大孔径与膜厚的关系

Fig.7 Relationships between permeability and thickness of membrane (a) and between maximum pore size and thickness of membrane (b)

气度的 90% 下降到 62%。透气度下降是因为膜层厚度的增加使得孔隙通道变长, 过滤阻力增大所致。由图 7b 的测试结果中可以看出, 膜层厚度对最大孔径的影响较小。当膜层较薄时, 在局部区域可能出现较大的孔径, 因此在薄膜区域的最大孔径偏大。当膜层具有一定厚度后, 最大孔径基本不变, 从图 7 中看出, 膜厚在 150~300 μm 范围内时, 最大孔径几乎没有变化, 保持在 7.8 μm 左右。当膜厚度继续增大时, 由于通过阻力开始增大, 最大孔径出现略微下降。实际上膜层厚度一般不会超过 500 μm , 因此膜层厚度对最大孔径的影响微乎其微。

综上, FeAl 膜的厚度可以选择 150~300 μm , 其

透气度下降不会高于 15%, 最大孔径为 7.8 μm 左右, 这样既可以保证膜的完整性, 又可以保证较大的通量。

2.4 膜层与基体的结合强度

从理论上分析可知, 拉伸造成的断裂出现在结合力最薄弱的点^[18-19]。根据本实验的拉伸方式, 其可能出现的断裂类型分为以下四种, 如图 8 所示。如果断裂方式为图 8a 所示时, 只能定性得出膜基结合强度高于粘结剂强度; 断裂方式为图 8b 所示时, 则可得膜与基体的结合强度; 断裂方式为图 8c 所示时, 膜基结合强度大于基体抗拉强度; 断裂方式为图 8d 所示时, 则无法衡量出膜基结合强度大小。

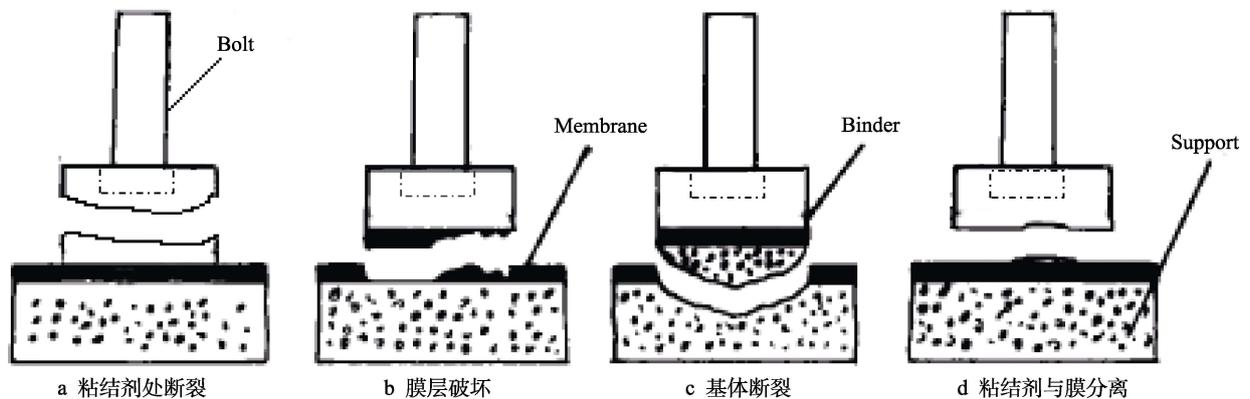


图 8 膜与界面失效示意图

Fig.8 Schematic diagram for failure between membrane and interface

图 9 为拉伸测试后试样断裂情况照片。从图 9 可以看出, 断裂处主要为粘结剂断裂, 即符合第一种断裂模式。从照片来看, 膜与基体之间完全没有出现分离的状态, 因此实验结果只能根据粘结剂断裂后的强

度定性判定膜与基体的结合强度。从实验结果分析可知, 膜与基体的整体结合强度大于 5.5 MPa。实际工业应用上, 过滤材料的反吹压力为 0.85 MPa, 即可认为, 本实验制备的膜基结合强度满足工业使用要求。



a 150 μm 试样断裂, 拉伸强度 6.8 MPa b 300 μm 试样断裂, 拉伸强度 6.4 MPa c 拉断后全部断开

图 9 拉伸试样断裂后照片

Fig.9 Photos of tensile specimen after fracture: (a) thickness of 150 μm ; (b) thickness of 300 μm ; (c) photos of disconnection

工业上一般将过滤净化装置制备成圆柱型多孔管。过滤含尘气体从滤芯外部渗入径向流入滤芯, 灰尘被拦截在外部形成滤饼, 气体完成净化过程。当滤饼积累到一定厚度后, 过滤阻力增大, 过滤效率降低, 这时采用与过滤方向相反的高压脉冲气体对滤芯进行反吹, 使滤饼脱落, 恢复过滤性能。因此, 本实验在拉伸实验的同时采用氮气反吹模拟冲击评判膜层与基体之间的结合强度。以最大孔径为 7.8 μm 、膜层

厚度为 (150 \pm 10) μm 和 (300 \pm 10) μm 的试样进行测试, 在 1 MPa 压力下分别对样品进行多次反向冲击实验, 观察膜层是否有开裂、剥落的情况出现, 同时测量其最大孔径和透气度的变化情况, 确定有无细小裂纹产生。以每反向冲击 10 次为标准, 然后进行检测, 总次数为 30 次。如果膜材料在测试中发生损坏, 其最大孔径和透气度便会发生改变。反吹实验结果见表 2, 可知经多次反向冲击, 膜层透气度和最大孔径均未发

表2 不同冲击次数后膜最大孔径和透气度的变化
Tab.2 Effect of impact times on maximum pore size and permeability

Samples	10	20	30
(150±10) μm			
Maximum pore size/μm	7.6	7.6	7.6
Permeability /(m ³ ·m ⁻² ·kPa ⁻¹ ·h ⁻¹)	372	372	372
(300±10) μm			
Maximum pore size/μm	7.2	7.2	7.2
Permeability /(m ³ ·m ⁻² ·kPa ⁻¹ ·h ⁻¹)	328	328	328

生改变。因此，在高于工业反向冲击压力的状态下，膜与基体具有良好的结合性能。

3 结论

1) 支撑体 Fe₂₅Al₁Si 的抗弯强度为 21.5 MPa，通过浸渍法制备 FeAl 膜层，可得到均匀、完整并实现冶金结合的非对称 FeAl/FeAlSi 多孔膜。

2) 当膜层厚度增加时，透气度基本呈线性下降，而最大孔径在一定膜层厚度范围内基本没有波动，当膜层厚度为 150~300 μm 时，最大孔径为 7.8 μm 左右。支撑体与膜层的孔径分布较窄，支撑体和膜层的平均孔径分别为 22.7 μm 和 7.5 μm。

3) 膜与基体的结合强度大于 5.5 MPa，大于工业应用反向冲击压力，多次反向冲击不会改变膜材料的最大孔径和透气度，满足工业使用要求。

参考文献:

- [1] SIMONIS J J, BASSON A K. Evaluation of a low-cost ceramic micro-porous filter for elimination of common disease microorganisms[J]. *Physics and chemistry of the earth*, 2011, 36: 1129-1134.
- [2] LIU G P, WEI W, JIN W Q, et al. Polymer/ceramic composite membranes and their application in pervaporation process[J]. *Chinese journal of chemical engineering*, 2012, 20(1): 62-70.
- [3] MUTAMIM N S A, NOOR Z Z, HASSAN M A A, et al. Application of membrane bioreactor technology in treating high strength industrial waste water: A performance review[J]. *Desalination*, 2012, 305: 1-11.
- [4] ZHAO R, SOESTBERGEN M V, RIJNAARTS H H M, et al. Time-dependent ion selectivity in capacitive charging of porous electrodes[J]. *Journal of colloid and interface science*, 2012, 384: 38-44.
- [5] GANG J, FRÉDÉRIC B, SÉBASTIEN L, et al. Processing conditions, microstructure and mechanical properties of hetero-nanostructured ODS FeAl alloys produced by spark plasma sintering[J]. *Materials science & engineering A*, 2013, 559: 566-573.
- [6] MUTAMIM N S A, NOOR Z Z, HASSAN M A A, et al. Application of membrane bioreactor technology in treating high strength industrial waste water: A performance review[J]. *Desalination*, 2012, 305: 1-11.

- [7] 曹玥, 王灿, 张改梅, 等. PECVD 法制备纳米多孔 SiO_x 薄膜[J]. *包装工程*, 2017, 38(19): 35-40.
CAO Yue, WANG Can, ZHANG Gai-mei, et al. Preparation of nano-porous SiO_x films by PECVD method[J]. *Packaging engineering*, 2017, 38(19): 35-40.
- [8] 王熹, 赵志国, 秦校军, 等. 基于喷涂法制备氧化锡薄膜的钙钛矿太阳能电池[J]. *中国光学*, 2019, 12(5): 1040-1048.
WANG Xi, ZHAO Zhi-guo, QIN Xiao-jun, et al. Perovskite solar cells based on a spray-coating tin oxide film [J]. *Chinese optics*, 2019, 12(5): 1040-1048.
- [9] LI Hong-xiang, NIE Xin-yu, HE Zan-bing, et al. Interfacial microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V/Al7050 joints fabricated using the insert molding method[J]. *International journal of minerals, metallurgy, and materials*, 2017, 24(12): 1412-1423.
- [10] ELSHOF J E T, DRAL A P. Structure-property tuning in hydrothermally stable sol-gel-processed hybrid organosilica molecular sieving membranes[J]. *Journal of sol-gel science and technology*, 2016, 79(2): 279-294.
- [11] 张婷, 陈梅, 邓洪芬, 等. 浸渍法制备 Ni-L/g-C₃N₄ 复合材料及其光催化产氢性能研究[J]. *沈阳化工大学学报*, 2019, 123(2): 104-107.
ZHANG Ting, CHEN Mei, DENG Hong-fen, et al. Preparation of Ni-L/g-C₃N₄ composite by impregnation and its photocatalytic performance for hydrogen production [J]. *Journal of Shenyang University of Chemical Technology*, 2019, 123(2): 104-107.
- [12] LI Ya-qiong, LUCAS N, ZHANG Li-feng. Growth and characterization of silicon oxide films formed in the presence of Si, SiC, and Si₃N₄[J]. *Materials science in semiconductor processing*, 2016, 54: 20-28.
- [13] BOUKHERROUB N, GUITTOUM A, LAGGOUN A, et al. Analysis of the Si(111) surface prepared in chemical vapor ambient for subsequent III-V heteroepitaxy[J]. *Journal of magnetism and magnetic materials*, 2015, 385: 151-159.
- [14] GAO Hai-yan, XIE Wei, ZHANG Hui-bin. Modification of the reactive synthesis of porous FeAl with addition of Si[J]. *Materials at high temperatures*, 2019, 36(1): 1-8.
- [15] GAO H, HE Y, ZOU J, et al. Pore structure control for porous FeAl intermetallics[J]. *Intermetallics*, 2013, 32: 423-428.
- [16] GAO Hai-yan, HE Yue-hui, ZOU J, et al. Mechanical properties of porous Fe-Al intermetallics[J]. *Powder metallurgy*, 2015, 58(3): 197-201.
- [17] GAO Hai-yan, HE Yue-hui, ZOU J, et al. Pore structure control for porous FeAl intermetallics[J]. *Intermetallics*, 2013, 32: 423-428.
- [18] 李涛, 樊湘芳, 胡汝骞, 等. 铝合金表面渗氮层对 TiAlN 涂层结合力的影响[J]. *金属热处理*, 2018, 43(5): 120-123.
LI Tao, FAN Xiang-fang, HU Ru-qian, et al. Effect of nitrided layer of zirconium alloy on binding of TiAlN coating[J]. *Heat treatment of metals*, 2018, 43(5): 120-123.
- [19] 李博. 提高 300M 钢零件 HVOF 涂层结合力的方法[J]. *新技术新工艺*, 2015, 40(2): 120-123.
LI Bo. Methods for improving adhesion of HVOF spraying coatings on 300M steelparts[J]. *New technology & new process*, 2015, 40(2): 120-123.