

E02.材料表征与评价

分会主席：李兴无、孙泽明、闫镜、巴发海、高灵清

E02-01

高温钛合金/TiAl 金属间化合物阻燃性能评价技术及理论研究

弭光宝^{1,2}

- 1.中国航发北京航空材料研究院
- 2.北京石墨烯技术研究院

在航空发动机服役环境中，钛火危害长期困扰着人们对高温钛合金的大量选材和使用，阻碍了推重比的提高。针对高推重比航空发动机的迫切需求，系统开展了高温钛合金/TiAl 金属间化合物及其表面涂层的阻燃性能与机理研究。通过研发钛合金摩擦/激光燃烧技术与装置，建立了阻燃性能评价方法和着火理论模型，阐明了润滑与阻隔作用为主导的阻燃机理，并在阻燃钛合金优化设计及应用研究中获得验证。最后，从模拟服役环境下阻燃性能的综合评价、预测模型及试验验证三个方面，指出我国在研和未来发动机预防钛火的技术体系，并探讨阻燃新材料、新技术的发展趋势。

E02-02

微纳尺度 Cu-Cr 合金薄膜的微观结构调控与力学性能研究：理想的 Cr 含量

张金钰，刘刚，孙军
西安交通大学

纳米铜薄膜因其具有良好的导电性和导热性，被广泛应用于微电子器件。但是，纳米铜薄膜的强度仍然相对较低且大量高能晶界的引入使得其热稳定性较差。合金化方法可以通过调控溶质原子在纳米纯金属薄膜中的分布，在晶粒内部嵌入原子（团簇）或者纳米相颗粒或者让溶质原子偏聚在晶界，达到改善纳米纯金属薄膜性能的效果。通过直流磁控共溅射法在单晶硅基底上制备不同Cr含量(0.5at.%~25at.%)的Cu-Cr合金薄膜，通过透射电子显微镜(TEM)和三维原子探针(3DAP)技术分析合金薄膜的微观组织结构，采用纳米压入测试合金膜的硬度和应变速率敏感性。结果表明，随着Cr含量的增加，Cu-Cr合金膜的孪晶体积分数先增加后降低，当Cr含量处于2.0at%~4.0at.%时，孪晶体积分数最高。当Cr含量低于5at.%时，Cu-2.0at.%Cr合金膜具有最高强度，随着Cr含量进一步增加，Cu-Cr合金膜的硬度缓慢增加。理论分析表明，偏聚在晶界上的Cr原子钉扎晶界，稳定晶粒和孪晶尺寸，溶质原子晶界偏聚强化对薄膜的强度的贡献远高于界面（晶界/孪晶界）强化，同时在最优成分(Cu-2.0 at.%Cr)的薄膜中溶质原子的偏聚含量也是最高的，而固溶强化的贡献较小。与此同时，由于动态应变时效现象，Cu-Cr合金膜的应变速率敏感性指数随着Cr含量的增加单调降低，且出现由正值到负值的转变。

E02-03

硫偏析导致金属晶界脆性的原子尺度表征和机理

胡涛¹，杨圣枫²，周乃颢³，张远耀³，骆建³

1. 中南大学材料科学与工程学院
2. Department of Mechanical Engineering, Purdue School of Engineering and Technology, Indiana University-Purdue University Indianapolis, IN 46202, USA
3. Department of NanoEngineering, University of California San Diego, La Jolla, CA 92093, USA

硫偏析导致金属在晶界处发生的脆性断裂，一直是工业生产中难以克服的问题。痕量硫偏析导致的金属晶界脆性的原子尺度机理已经困扰了物理冶金学界近一个世纪。本研究以经典的镍硫脆性体系(Ni-S，即S在Ni晶界的偏析)为研究对象，采用球差校正扫描透射电子显微镜(aberration corrected scanning transmission electron microscopy)和准巨正则系综的蒙特卡罗/分子动力学杂化模拟(semi-grand canonical ensemble hybrid Monte Carlo / Molecular Dynamic simulation)揭示晶界相结构和脆性机理。对不同热力学平衡态样品的大量电镜观察发现，硫在镍晶界的微量偏析使得晶界呈纳米尺度的台阶状(faceting)，并同时存在类非晶晶界相和类双原子层晶界相。通过原子尺度的模拟进一步证实，两种晶界相中的Ni，S键合成具有极性的结构，该结构具有部分的有序度。在该极性结构中，Ni-S键稳定，S-S键不稳定，是造成晶界脆性的根本原因。研究进一步发现，晶界上低指数面的取向决定着晶界的结构，而非正统观点认为的取向差决定着晶界结构。

E02-04

轨道交通零部件失效分析及研究

孙泽明
新材料测试联盟

E02-05

放射性样品间接中子 CT 检测技术研究进展

韩松柏, 贺林峰, 李正耀, 武梅梅, 魏国海, 孙凯, 陈东风
中国原子能科学研究院

核燃料元件作为核电站反应堆的核心部件, 在高温、高压、高放、高功率密度等苛刻的服役条件下极易破损。相比 X 射线、超声、涡流等其它核燃料元件无损检测手段, 中子照相技术的最大优势是利用间接成像方法可以对具有放射性的样品进行检测。目前, 利用间接中子照相技术获取核燃料元件二维成像信息已经是非常成熟的检测手段。但是, 由于核燃料元件长期在反应堆服役后, 其破损情况较为复杂, 比如含铀芯块的肿胀、裂纹、空泡、核素变化以及包壳氢聚腐蚀等等, 而二维成像方法会导致多种破损信息在投影方向的叠加, 造成相互干扰, 无法分辨。因此, 我们开展了放射性样品中子 CT 实验装置的研制和实验方法的研究, 为我国核燃料元件的研制、生产和检测提供重要的测试工具, 将在核燃料性能研究与质量监控方面发挥重要作用, 为我国核工业安全、快速地发展提供重要的技术保障。

E02-06

航空发动机中钛合金保载疲劳断裂行为

邱建科, 马英杰, 吉海宾, 雷家峰, 刘羽寅, 杨锐
中国科学院金属研究所

钛合金由于比强度高、耐腐蚀、适用于中高温等特点, 广泛用于制造航空发动机的风扇盘、压气机盘和叶片等部件。钛合金在航空发动机上应用时会出现疲劳寿命显著降低的保载疲劳断裂问题, 影响航空发动机的安全使用。在相同峰值应力和应力比条件下, 保载疲劳寿命显著低于普通疲劳, 并伴有显著不同的断裂特征及机制。利用压气机盘常用材料 Ti6242 合金研究了保载疲劳断裂行为, 从疲劳断口、二次裂纹和应变累积等方面总结了保载疲劳失效特征。通过改变 Ti6242 合金中 Mo 元素含量, 展示了钛合金保载效应强弱转变规律, 分析影响保载效应强弱变化因素, 为钛合金保载疲劳性能优化提供思路。

E02-07

材料中缺陷的三维原子探针表征

程扬名, 宋志棠, 沈佳斌, 朱敏
中国科学院上海微系统与信息技术研究所

材料在生产及应用过程中会不可避免的引入缺陷, 从而导致其力学、热学以及电学性能的变化。而研究缺陷的尺寸及缺陷内部元素的浓度变化对理解缺陷的形成机制具有重要意义。三维原子探针技术通过施加高电压, 将针尖状样品中的原子逐个场激发并探测的方式, 重构出原子在三维空间的分布, 能够实现对空间成分的超精准分析。本论文从三维原子探针的原理出发, 简要的概述了三维原子探针在金属样品和半导体相变材料中的应用, 包括定量分析原子偏聚、析出相、界面等缺陷处的组分变化及材料化学键的类型, 同时讨论了缺陷对宏观性能的影响。

E02-08

基于同步辐射 X 射线断层扫描术的 α/β 两相钛合金损伤演变过程原位分析

党宁^{1,2}, Eric MAIRE², Sophie CAZOTTES², 肖文龙¹, 马朝利¹, 周廉³

1. 北京航空航天大学材料科学与工程学院
2. MATEIS, CNRS-UMR5510, INSA de Lyon
3. 西北有色金属研究院

采用基于同步辐射光源的 X 射线断层扫描术(CT)原位分析了室温下魏氏体组织的 Ti-6Al-4V 合金在单向轴向应力加载情况下的损伤演变过程; 同时结合 SEM, EBSD 分析手段, 对损伤破坏过程中孔洞聚集所致微裂纹的形成、扩展过程进行了分析。结果表明, 材料在屈服伊始, 便在内部靠近中心区域出现了孔洞形核; 孔洞逐渐长大并相互合并聚集形成主裂纹, 导致材料破坏。断口处呈现微观韧窝+宏观解理沟的混合断裂形貌, 从而可知材料的损伤形式与传统孔洞聚集韧性断

裂有所区别。X-CT 结果表明,材料在变形—损伤过程中颈缩不明显,且应力三轴度无显著变化(0.45~0.5);结合断裂样品侧面 SEM/EBSD 数据结果可知,孔洞易于在晶界处和“软” α 集束边界处形核,并沿晶界和“软”集束边界生长扩展;在扩展过程中遇到取向差较大的“硬” α 集束,会出现所谓“绕过”的扩展机制。经分析,在塑性变形过程中由于塑性变形相容性不同会导致塑性变形应变分布不均匀,而这种应变的不均匀分布是导致这种“绕过”扩展机制和混合断裂形式的主要原因。

E02-09

Applications of Aberration-corrected TEM on Thermoelectric Materials

葛炳辉¹, 南鹏飞^{1,2}, 王玉梅¹

1. 中科院物理所
2. 北京理工大学

PbTe 作为一种性能优异的热电材料已经在商业上广泛应用,但由于 PbTe 中的 Pb 具有毒性,因此科研人员提出用具有相同晶体结构的 SnTe 来代替 PbTe。以往的研究表明 SnTe 的热电性能要略低于 PbTe,因此便提出了许多方法来改善 SnTe 的热电性能。其中 In 掺作为一种改善 SnTe 热电性能的有效方法被提出。In 掺 SnTe 能够显著降低材料的晶格热导率,从而极大地改善材料的热电性能。本文主要利用透射电子显微学方法从原子尺度揭示 In 掺 SnTe 晶格热导降低的本质。通过 TEM 明场和暗场像的分析,我们发现材料的母体中存在着不同衬度的析出相。通过对原子分辨率的高角环形暗场像(HAADF)和电子能量损失谱(EELS)的分析,我们认为析出相不同于母体的盐岩结构(rock-salt),是具有闪锌矿结构(Zinc-Blende)的 In_2Te_3 。与此同时我们还发现在材料的析出相中存在大量不规则的二维面缺陷,通过对缺陷附近的原子排布分析表明这种面缺陷是一种倒反畴界。最后,我们通过几何相位分析^[1](Geometry phase analysis)的方法发现畴界的附近存在明显的应力集中,从而证实在材料中除了空位和晶界对声子的散射降低材料的晶格热导率之外,倒反畴界是另外一种主要的声子散射机制。

E02-10

轧制过程中高纯钛微观组织与织构特征演变研究

吴昊, 柴林江
重庆理工大学

本研究选用高纯钛(纯度>99.99%)进行室温中低应变量的轧制变形,研究轧制变形过程中孪晶对微观组织和织构的影响。采用电子背散射衍射(EBSD)和电子通道衬度(ECC)技术对样品的微观组织进行了细致表征,同时还应用 X 射线衍射(XRD)方法对材料的宏观织构进行了表征和分析。研究发现,10%变形量即可在纯钛板材中产生大量的孪晶(孪晶类型为(11-22)压缩孪晶和(10-12)拉伸孪晶),产生了显著的晶粒细化效果。当变形量增加至 30%时,孪晶数量进一步增加,平均晶粒尺寸也进一步细化。进一步增加轧制变形量至 50%时,孪晶量不再增加,塑性变形的主要协调方式为位错滑移。伴随着微观组织的变化,变形产生的孪晶也使纯钛板的织构发生了显著变化。10%变形量产生的大量孪晶使初始的基面双峰织构显著弱化且随机化,这与孪晶导致的晶粒取向改变有关。当变形量增加至 30%时,多次孪晶的共同作用使板材产生了强烈的 c 轴接近 ND(板材法向)的单轴基面织构。进一步增加变形量至 50%,位错主导的变形机制,使纯钛板材重新产生了较典型的基面双峰织构,同时包括少量的 c 轴//TD(板材横向)组分。

E02-11

CMAS 高温腐蚀热障涂层渗透与变形的耦合分析

徐光楠^{1,2}, 周益春^{1,2}, 杨丽^{1,2},

1. 薄膜材料及器件湖南省重点实验室,湘潭大学
2. 装备用关键薄膜材料及应用湖南省国防科技重点实验室,湘潭大学

随着航空发动机的更新换代,要求其高温部件的承温承载能力不断提高。热障涂层(YSZ)作为隔热抗腐蚀材料极大的提升了发动机高温部件的承温能力。然而,在发动机工作期间,不可避免的摄入大气中的灰尘(CMAS),这些灰尘贴附在陶瓷层上,高温下熔化并沿着孔隙裂纹等通道渗透进入热障涂层。进一步,CMAS 腐蚀涂层晶粒晶界,使涂层产生局部体积膨胀变形,增加涂层内应力,降低陶瓷层隔热性能及应变容限,最终热涂层产生了不容忽视的重大失效问题。为了加强热障涂层抗 CMAS 腐蚀的能力,必须加深涂层和 CMAS 腐蚀过程机理研究。理论推导从热力学定律出发,定义 CMAS 浓度和表征涂层腐蚀变形能力的腐蚀膨胀系数,采用小变形理论和 CMAS 浓度守恒方程,推得 CMAS 浓度的控制方程和高温应力应变本构关系。其次,建立去基底热障涂层的二维模型(1cm×200 μm),考虑 CMAS 沿涂层中空隙和裂纹渗入陶

瓷层, 联系孔隙率定义边界条件和初始条件, 高温渗透 270min, 得到 CMAS 浓度渗透规律与涂层的变形规律以及不同腐蚀时间下残余孔隙随渗透深度的变化规律。第三部分, 执行去基底热障涂层高温 CMAS 腐蚀实验, 涂层表面涂覆 CMAS 粉末, 通过测量涂层底部的隆起变形高度和弯曲角度分析涂层腐蚀变形随时间的变化规律。针对不同保温时间下的腐蚀样品, 通过 EDS 测量不同渗透区域的 CMAS 元素原子百分比, 计算 CMAS 浓度, 得到不同保温时间下 CMAS 浓度随渗透深度的变化曲线。最后, 实验测得的隆起变形高度和 CMAS 浓度随渗透深度变化曲线与模拟结果作对照, 基本一致。

E02-12

亚微米 β 钛合金单晶微柱中 ω 颗粒强化的新方式及其机理

陈威

西安交通大学

第二相强化作为一种重要的强化手段被广泛应用于金属材料的强度设计中, 第二相与位错的交互作用通常包括位错切过和位错绕过两种经典方式。在实际情况下, 这两种交互作用方式的选择取决于第二相的尺寸、形状、第二相/基体界面性质等因素。那么, 除了这两种作用方式外, 还有没有其他作用方式, 这是材料基础研究及新材料设计开发中感兴趣的话题。本文以 Ti-10V-2Fe-3Al 钛合金为模型材料, 通过 FIB 技术加工了一系列微柱试样, 并进行压缩测试, 定点研究了位错与 ω 第二相的交互作用行为。结果发现, ω 颗粒的存在使得微柱变形强烈集中在为数不多的平面滑移带内。在滑移带内, ω 变体存在强烈的变形各向异性, $[0001]_{\omega}$ 轴平行于滑移方向 $\langle 110 \rangle_{\beta}$ 的 ω 变体发生连续滑移, 暗场下 ω 相颗粒清晰可见。但是, $[0001]_{\omega}$ 轴不平行于滑移方向 $\langle 110 \rangle_{\beta}$ 的 ω 变体颗粒消失不见。HRTEM 观察显示, 消失不见的 ω 变体, 其六方结构被紊乱的晶格取代。而暗场下存在的 ω 变体仍然保持六方结构。随着变形量增加到一定程度, 所有 ω 颗粒完全消失, 形成“precipitate-free channel”无析出相通道。应用晶体学位向分析显示, 当 ω 相的 $[0001]$ 晶向与 β 基体位错 $[111]$ 滑移方向一致时, 通过 ω 相的滑移可以连续进行, ω/β 界面具有“transparent”性质。相反, 如果 ω 相的 $[0001]$ 晶向与 β 基体位错 $[111]$ 滑移方向不一致时, β 基体内的位错柏氏矢量与 ω 相内位错的柏氏矢量差别较大, 为了实现滑移需要更多原子进行 shuffle 运动, 滑移变得困难, ω/β 界面具有“opaque”性质。同时, 结合第一性原理计算发现, 如果 ω 相的 $[0001]$ 晶向与 β 基体位错 $[111]$ 滑移方向一致时, 所需的位错滑移势垒较低, 仅为 0.48 J/m^2 。但是, 当 ω 相的 $[0001]$ 晶向与 β 基体位错 $[111]$ 滑移方向不一致时, 所需的位错滑移势垒异常升高, 达 11.22 J/m^2 , 为前者的 24 倍。完美的解释了 ω 相与位错交互作用强烈的各向异性行为。这一研究结果丰富了金属材料的形变理论, 可为高性能合金设计提供一定的理论支撑。

E02-13

微观组织形貌对 TC21 钛合金循环变形和裂纹萌生行为的影响机理

谭长生¹, 孙巧艳¹, 肖林¹, 赵永庆², 孙军¹

1. 西安交通大学
2. 西北有色金属研究院

本文通过对 TC21 钛合金中双态 (BM) 和细片层组织 (FLM) 进行高周拉压疲劳性能测试, 利用 SEM、EBSD 及 TEM 等表征技术系统研究了循环变形、滑移特征及微裂纹萌生行为, 揭示微观组织形貌对钛合金循环变形和裂纹萌生行为的影响机理。结果表明: FLM 比 BM 表现出更加优异的高周疲劳性能。BM 中不同形貌的初生 α 相中容易产生不均匀变形, 导致较大的局部变形。其中滑移带和相界面成为了裂纹萌生的首选位置, 并且促进了微裂纹的互相连接。然而, 在 FLM 中, 由于 α 和 β 两相尺寸相当 (宽度为 180nm 左右) 且分布比较均匀, 导致其在微区域的循环变形更加均匀, 降低了应变集中现象。以及丰富的位错滑移穿过相界面和大量的纳米尺度的变形孪晶的产生均提高了裂纹的萌生抗力, 从而推迟了裂纹的萌生, 提高了疲劳寿命。同时在两相钛合金中建立了循环不可逆滑移和疲劳损伤之间的关系。提出了将疲劳裂纹萌生区域单位面积的累积不可逆应变变量作为评估循环过程中的疲劳裂纹萌生的临界参量。TC21 钛合金在高周循环疲劳加载过程中, 当平均累积的不可逆应变变量超过 $(8.1 \pm 2) \times 10^{-4} \cdot \mu\text{m}^{-2}$ 时, 则会萌生疲劳裂纹。

E02-14

应变对两相区固溶处理 Ti-55531 合金室温压缩变形机制的影响

蔡建华¹, 毛小南^{1,2}, 辛社伟¹, 周伟¹, 李倩¹, 赵永庆¹, 李磊¹, 张思远¹, 宋凯^{1,2}

1. 西北有色金属研究院
2. 东北大学

研究应变对两相区固溶处理后 Ti-55531 合金室温压缩变形机制的影响, 两相区固溶冷后获得初生 α 相和残余 β 相组织, 使

用 Hysitron Ti950 纳米压痕仪测定了初生 α 相和残余 β 相的硬度;使用 Gleeble3800 热模拟试验机和 6.3MN 锻造模拟试验机完成室温压缩。运用 SEM, XRD 和 TEM 对不同应变后的组织进行观察, 结果表明: 两相组织中初生 α 相的硬度低于残余 β 相的硬度; 刚过屈服点, 工程应变量为 8%~10%时, 位错主要集中在初生 α 相中。随着应变的增加, 初生 α 相中的位错密度增大, 当工程应变增大到 20% 时, 大量的位错在初生 α 相和残余 β 相的相界 (α_p/β_r) 处聚集, 初生 α 相相内产生了严重的位错塞积和位错缠结, 残余 β 相中滑移系开动的数量也逐渐增多, 工程应变增大到 30%时, 也出现了位错塞积和位错缠结。应变继续增加, 当工程应变增大到 60% 时, 等轴的初生 α 相沿变形方向被拉长, 同时在初生 α 相和残余 β 中出现了大量的位错胞。

E02-15

Ni 含量对镍铝青铜合金显微组织、力学性能及其在 3.5 wt.% NaCl 溶液中的腐蚀性能的影响

杨芬芬, 郭恩宇, 康慧君, 陈宗宁, 王同敏

大连理工大学

采用光学显微镜、扫描电子显微镜、透射电镜及 X 射线衍射技术对四种不同 Ni 含量的镍铝青铜 (NAB) 合金进行了显微组织的观察及分析, 采用静态浸泡失重法及电化学阻抗谱测试方法研究了不同成分的 NAB 合金在 3.5 wt.% NaCl 溶液中的腐蚀性能。实验结果表明, 添加的 Ni 元素在合金中主要以两种方式呈现: (1) 固溶于铜基固溶体相- α 相内; (2) 形成金属间化合物相-NiAl 相。Ni 元素含量的提高使 NAB 合金中的基体 α 相及马氏体 β' 相含量降低, 金属间化合物相含量增加。由于基体 α 相中固溶的 Ni 含量以及金属间化合物相含量的提高, 合金的屈服强度和硬度显著增加。但由于粗大的 NiAl 金属间化合物的出现, 合金的抗拉强度和延伸率有所降低。在 3.5 wt.% NaCl 溶液中的静态浸泡失重实验及电化学阻抗谱测试结果表明, 随合金中 Ni 元素含量增加, 合金的耐腐蚀性能显著提高。这主要是由于以下三方面原因: (1) 合金中添加的 Ni 元素固溶于 α 基体相内并提高其电位, 从而减轻了 NAB 合金微电偶腐蚀的驱动力; (2) 通过提高合金中的 Ni 元素含量, 易蚀相-马氏体 β' 相含量显著降低, 当 Ni 含量为 8 wt.%时, β' 相彻底消除; (3) 在镍铝青铜合金的腐蚀过程中, 含 Ni 量较高的合金表面形成的氧化层因包含了更多 Ni 离子, 从而更稳定, 更具保护性。

E02-16

中国与美国锆合金检测的差异

李刚¹, 胡娟²

1. 国核锆铪理化检测有限公司
2. 国家核电技术有限公司

本文阐述了中国与美国锆合金检测的差异和不同。在化学检测, 我国在 1992 年根据当时的实验条件, 建立了以湿法化学检测为基础锆及锆合金化学元素分析检测国家标准 GB/T 13747.(1-24)-92。国外随着仪器分析技术被大量采用, 研制出了针对仪器用的一套完整以锆为基的标样体系, 并建立了规范的标样测定范围, 逐步放弃了湿法分析方法。氢化物国内采用湿法渗氢, 而国外已改为干法渗氢。腐蚀试验国外采用三段温度控制, 而国内仅是一段温度控制。通过中美实验室对比, 国核锆铪理化检测公司的检测水平出于国际领先水平。

E02-17

材料表面分析中飞行时间二次离子质谱的新方法

叶上远

参展企业

飞行时间二次离子质谱仪 (TOF-SIMS) 一直被广泛应用在科研和工业领域中, 例如在材料的杂质分析、生物医药、高新技术的微观尺度材料分析以及聚合物和有机材料的剖析中。TOF-SIMS 在表面分析中虽然有着极高的表面灵敏度和亚微米级的空间分辨率等优势, 但当每次检测一些添加剂和聚合物组成的混合物时都会面临如何正确解析数据和判定成分的实际困难。为了解决这个问题, TOF-SIMS 技术最新开发了配备有非破坏性串联质谱 (MS/MS) 的能力, 并将其应用到各种有机材料和生物应用当中。MS/MS 的出现不仅使质谱分析变得更容易, 而且在对分析结果的判定方面有了飞跃级的帮助, 即从原来对分析结果的猜测变为获得明确清晰的答案。在本次报告中, 我们将详细介绍该仪器和新技术的基础原理及应用, 让大家更全面、细致的了解该仪器如何在现今的材料分析科研工作中帮忙解决各种实际的问题。

E02-18

热处理工艺对马氏体不锈钢耐蚀性的影响研究

鲁思渊, 李淑欣
宁波大学

热处理工艺不仅对马氏体耐蚀塑料模具钢的力学性能有重要影响, 还将影响其耐点蚀性能。本文以国产 30Cr13 和进口 Stavax ESR 钢为研究材料, 采用先进材料分析技术研究了不同热处理工艺对 Cr13 型塑料模具钢的显微组织演变的影响, 并利用电化学实验方法分析研究了不同热处理工艺对 Cr13 型塑料模具钢的耐蚀性影响规律。研究表明, 淬火态 Cr13 型塑料模具钢的耐点蚀性能随着奥氏体化温度的提高而提高。降低淬火温度后存留于 Cr13 型塑料模具钢基体中的富 Cr 未溶 M_2C_6 碳化物的含量有利于提高该类型塑料模具钢的耐点蚀性能。另外, 提高钢材洁净度, 降低钢中 Ti N 夹杂物含量, 有利于提高 Cr13 型马氏体不锈钢的耐点蚀性能。

E02-19

界面孔洞形核生长及其对 18-8 系奥氏体耐热钢氧化膜开裂与剥落行为的影响研究

严靖博, 袁勇, 鲁金涛, 杨征, 张醒兴
西安热工研究院有限公司

奥氏体耐热钢作为过热器/再热器材料已在 600℃级超超临界(USC)火电机组中广泛应用, 但其氧化皮剥落对机组的安全运行带来巨大隐患。由于其表面氧化膜具有双层结构, 同时在双层中间界面处存在缺陷, 使传统的氧化皮剥落模型不再适用。本项目拟以目前 600℃级 USC 机组中常用的 18-8 系奥氏体钢为考察对象, 观察其双层氧化膜内界面在不同氧化蒸汽温度、流量及溶解氧含量影响下的形成规律和缺陷在内界面的形成、特征和演变方式; 确定裂纹沿内界面萌生和扩展的条件; 揭示双层氧化膜剥落行为的规律和机理。在此基础上, 利用 Ansys 软件建立具有不同缺陷密度的双层氧化膜内界面在不同应变幅度和速率条件下开裂与剥落的模型; 结合无损检测技术实时监测双层氧化膜内裂纹的萌生、扩展和剥落行为, 修正和验证建立的模型; 为建立奥氏体耐热钢在超超临界水蒸气环境下氧化层剥落行为的预测模型打下实验和理论基础。

E02-20

相变材料的透射电子显微学研究

辛天骄, 陈鑫, 王秀芳, 宋志棠, 朱敏
中国科学院上海微系统与信息技术研究所

相变存储器作为下一代最具潜力的非易失性存储器, 在热稳定性、操作速度、功耗、存储密度、循环寿命等方面均有改进的空间。由于相变存储器是利用相变材料在非晶态和晶态快速相变来实现存储, 因而研究相变材料的微观结构对相变存储器性能的优化至关重要。本文介绍了利用双球差校正透射电子显微镜来研究相变材料的几种方法, 包括: 1.通过透射电子显微镜扫描透射的高角环形暗场像, 研究晶态相变材料的结果和原子排列。2.通过双探头超级能谱, 研究晶态相变材料的原子级元素分布。3.利用通电/加热样品杆对纳米器件直接施加热/电信号的方式, 实现原位电场/热场作用下晶化与非晶化过程的实时观测。

E02-21

新型高强亚稳 β 钛合金 Ti-6Cr-5Mo-5V-4Al 塑性失稳的温度依赖性及其机理

王悦, 陈威
西安交通大学

亚稳 β 钛合金由于具有高比强度、高硬化能力及良好的耐蚀性能在航空航天领域得到了越来越多的应用。有关这类合金的研究主要集中于第二相的析出强化作用, 通过调控其尺寸、形貌、大小和分布, 进而提高强度, 目前报道的合金强度高达 1690MPa。另一方面, 考虑到较差的热稳定性及高温蠕变性能, 绝大部分研究关注室温性能, 而高温性能很少涉及。 β -21S 合金的研发打破了这种传统认识, 其热稳定性可达 430℃, 并在航空发动机上得到成功应用。因此, 有必要研究亚稳 β 钛合金的高温力学性能, 为这类合金高温性能设计及服役提供必要的理论依据。本文以我国宝钛集团最新研发的一种高强亚稳 β 钛合金 Ti-6Cr-5Mo-5V-4Al 为模型材料, 系统研究了合金塑性流动行为的温度依赖性及其机理。结果发现, 合金在室温、150℃、300℃下拉伸时, 应力-应变曲线均出现锯齿形流动现象, 即 Portevin-Le Chatelier (PLC) 效应, 并且锯齿类型随温度增加呈现 type-C、type-A、最后回到 type-C 的规律变化。SEM 形貌显示, 三种温度下变形形貌均为 β 基体上出现细长的变形带(deformation band), 但后两种温度下变形带数量密度高于室温。TEM 形貌观察表明, 在室温和 150℃下, β 基体中 $\{112\}<111>$ 滑移承担变形, 而温度升高到 300℃时, $\{110\}<111>$ 滑移被激活。进一步 HRTEM 观察显

示, β 基体中的 β 调幅结构(β -spinodal decomposition structure)并不稳定, 随温度增加, 其成分和原子位置发生连续调整, 从亚稳的晶格位置迁移到稳定的晶格位置。分析表明, β 基体相不同滑移系的开启及 β 调幅组织成分和晶体结构的动态调整二者的耦合作用导致了合金塑性流动行为对温度的强烈依赖作用。这一研究表明, 除固溶原子、第二相、马氏体或孪晶与位错交互作用可导致塑性呈锯齿形流动之外, 广泛存在于合金中的调幅组织也有类似作用, 增加了对 PLC 机理的新认识, 同时也提供了对 β 钛合金高温塑性变形响应的理解。

E02-22

马氏体含量对双相钢应变局域化及损伤机制的影响

唐懿, 刘海亭, 马佳伟, 沈耀

上海交通大学

双相钢具有良好的塑性及强度结合, 是汽车制造领域应用最广泛的先进高强钢之一。由于双相钢中硬相(马氏体)和软相(铁素体)的存在, 其变形时微观上的应力和应变分配将引起局部的应力应变集中。而局部应力和应变集中是导致材料损伤的主要原因, 从而也会使得材料发生软化影响材料的力学性能。本文研究了双相钢中马氏体含量对应变局域化及其进一步对损伤机制的影响规律。对三种马氏体含量不同的商用双相钢(DP590、DP780、DP980)进行了原位拉伸结合扫描电子显微(SEM)观察实验, 并用数字图像相关法(DIC)计算了变形后的应变分布。通过对比三种钢的微观结构、应变分布以及损伤机制, 发现随着马氏体含量的提高, 双相钢的主要损伤机制从铁素体晶界脱粘转变成两相界面开裂, 最终转变为马氏体内部的损伤。对于 DP590 而言, 其马氏体含量较低(21%), 马氏体对铁素体变形的阻碍小, 变形带穿过铁素体晶界使得位错在晶界处塞积导致晶界脱粘; 对于 DP780 而言, 其具有中等的马氏体含量(45%), 此时, 马氏体对铁素体变形造成明显阻碍, 使得变形带绕过马氏体从而在两相界面处产生较大的应变梯度使得两相界面开裂; 对于 DP980 而言, 其马氏体含量较高(67%), 使得马氏体内部承受的应力急剧上升, 从而造成马氏体内部的界面破裂。DP590 的损伤出现在劲缩之前, 因此, 可以通过强化铁素体晶界抑制损伤来进一步提高其韧性。对于损伤在劲缩后才出现的 DP780 和 DP980, 可以通过设计更合理的两相分布使得变形更加均匀来提高材料的塑性。

E02-23

飞行时间——二次离子质谱在熔盐反应堆氟化物熔盐的氢、氧含量分析中的应用

汪雪

中国科学院上海应用物理研究所

熔盐反应堆是第四代核反应堆候选堆型之一, 具有固有安全性、热功率密度高、在线燃料循环、放射性废物少等优点, 全世界围绕熔盐堆相关技术正在进行深入的研究。氟化物熔盐具有较小的热中子吸收截面、较高的热容、良好的流动性和导热性、很宽的液态工作范围、良好的化学稳定性等化学和材料相容性, 用于熔盐堆的冷却剂和燃料盐。通常选用两种或两种以上的低共熔氟盐作为冷却剂, 如一回路由 ${}^7\text{LiF-BeF}_2$ 并添加适量的 UF_4 或 ThF_4 燃料盐, 二回路选用 LiF-BeF_2 、 LiF-NaF-KF 、 KF-ZrF_4 、 NaF-BeF_2 等。但是, 氟盐具有较强的吸湿性, 其吸附的水在高温下易发生水解生成 HF 和 O^{2-} 。其中 HF 在熔盐中具有一定的溶解度, 将与合金结构材料发生反应加速腐蚀。而 O^{2-} 容易与燃料盐反应生成 UO_2 和 ThO_2 , 以沉淀形式存在于回路中, 引起核燃料损失, 并不断累积造成燃料盐在回路中分布不均匀引发局部过热, 将威胁熔盐堆的安全运行。因此, 分析和控制熔盐反应堆中氟化物熔盐的氢、氧含量是关系熔盐堆安全的关键问题。然而目前缺乏有效的氟盐中微量氢、氧元素分析方法。最近发展的飞行时间——二次离子质谱具有固体直接进样分析、ppm 级检测灵敏度、全元素质谱分析的优点, 在解决半导体、航天等领域的微量元素掺杂、污染物检测问题中发挥了至关重要的作用。本文利用飞行时间——二次离子质谱仪, 采用自行搭建的气体保护进样系统以排除大气进样中水氧的污染, 研究了氟盐的 TOF-SIMS 的 H^- 、 O^- 、 OH^- 和 F_2^- 等离子的强度与吸水氟盐吸水量的关系, 并研究了上述离子强度的在块状氟盐中的空间分布情况, 按照 SIMS 相对灵敏度因子方法, 最终建立了氟盐中氢、氧元素含量的定量分析方法。

E02-24

Fe-Co-Ni 合金热膨胀行为研究

赵炯飞, 刘未, 王海鹏

西北工业大学

作为材料重要的物理性质之一, 热膨胀系数对于理解固体材料的相转变、热稳定性、界面应力等方面具有非常重要的现实意义。本文通过实验和分子动力学模拟系统的研究了 Fe-Co-Ni 三元高温合金热膨胀行为。实验结果表明

Fe-15.6%Co-12%Ni 单相合金的热膨胀系数 α 总体上在 300-1600K 范围内随温度升高而变大,但在 1011-1111K 之间热膨胀系数为负值且存在波动,结合 DSC 实验结果分析表明该变化是由两次固态相变引起的。在 Fe-Co、Fe-Ni、Co-Ni 合金 2NN MEAM 势函数的基础之上提出了 Fe-Co-Ni 三元合金 2NN MEAM 势函数,利用分子动力学模拟了 Fe-15.6%Co-12%Ni 合金的热膨胀行为,从微观上解释了原子非简谐振动以及扩散对合金热膨胀的贡献,模拟得到的热膨胀系数很好的符合了实验测量值。在此基础之上模拟了 Fe-Co-Ni 三元高温合金富 Fe 区的热膨胀行为,研究发现随着温度的升高在同一温度下热膨胀系数最大值对应成分向 Fe-5%Co-15%Ni 移动、最小值对应成分始终位于 Fe-35%Co-5%Ni 且范围不断扩大。

E02-25

Zr-Fe 液态合金的热物理性质研究

郑晨辉, 邹鹏飞, 胡亮, 王海鹏

西北工业大学

采用静电悬浮方法研究了液态 Zr-Fe 合金的热物理性质。对成分为 $Zr_{100-x}Fe_x(x=10、24、50、70、84、90.2)$ 的液态合金密度进行了测定。其中 $Zr_{90}Fe_{10}$ 、 $Zr_{50}Fe_{50}$ 、 $Zr_{30}Fe_{70}$ 的最大过冷度分别达到了 353 K、324 K 和 264 K。实验结果表明二元 Zr-Fe 液态合金的密度与温度之间满足线性关系,随着温度的降低,液态合金的密度单调递增。对比同一温度下的各个成分点的密度值,发现密度值与成分的关系并不是随着 Fe 含量单调递增,在两个共晶点处密度值均下降。计算了不同成分点过剩体积与温度的关系,过剩体积为负值且随着温度的降低偏离理想溶液越明显,反映了随着过冷度的增加,原子间结合更紧密。采用静电悬浮技术结合悬浮液滴振荡法测定了 $Zr_{90}Fe_{10}$ 、 $Zr_{50}Fe_{50}$ 液态合金的表面张力,结果表明在实验过冷度范围内表面张力与温度呈线性关系,随着温度上升液态合金的表面张力下降。

E02-26

BFe10-1.6-1 铜镍合金管材腐蚀性能与微观机理关系的研究

谭振江, 马通达, 张丽民, 张文梅

有研工程技术研究院有限公司

本文选取两厂家各三种管径的 BFe10-1.6-1 铜镍合金管材进行了宏观腐蚀性能与样品微观机理关系的研究。采用金相分析进行了显微组织的检测及晶粒度的评定;利用 X 射线衍射 (XRD) 技术测定了残余应力的大小及方向;利用扫描电子显微镜 (SEM) 和电子背散射衍射 (EBSD) 技术研究了各样品在晶粒尺寸分布、相邻晶粒取向差、特殊晶界比例、择优取向等方面存在的差异;并采用电化学阻抗谱 (EIS)、动电位极化等多种电化学测试方法研究了样品在 NaCl (质量分数为 3.5%) 溶液中的腐蚀速率及行为。研究结果表明:在 EBSD 分析中,实验结果的准确性极大程度上取决于样品制备的质量,抛光残留的划痕会严重影响成像质量及取向差、晶界比例的计算;两厂样品表面皆为压应力,相邻晶粒取向差、特殊晶界比例接近,无明显择优取向,但晶粒大小及均匀程度存在明显差异;样品的腐蚀性能与晶粒尺寸明显相关,晶界偏大且晶粒大小均匀的样品耐蚀性好,晶粒偏小且大小不均匀的样品耐蚀性差,腐蚀性能与特殊晶界比例关系不明显。

E02-27

固体推进剂燃气对 GH3044 合金冲蚀机理研究

袁建宇, 逢锦程, 谢国君, 王影, 韩露

航天材料及工艺研究所

GH3044 合金是一种含有较多 W 和 Cr 元素的固溶强化型镍基高温合金,具有较高的强度和塑性,并具有良好的抗氧化性能,适宜在 900℃ 以下长期工作,常被用来制作燃烧室零部件及其它高温部件。因此,其氧化特性对其结构设计和实际应用至关重要,一般采用静态增重法得到其氧化动力学曲线。实际上,当高温合金在燃气发生器等结构上使用时,材料要受到高温、高压、高速气流的冲蚀作用,所处的热力环境比静态氧化增重所处的实验室环境恶劣得多。然而,抗氧化性能良好的镍基合金在承受固体推进剂的燃气冲蚀作用下的冲蚀机理尚未有大量研究出现,特别是高温合金与固体推进剂组分相容性未见文献报道。为了研究固体推进剂燃气对 GH3044 合金的冲蚀机理,通过体式显微镜、光学显微镜、扫描电镜、能谱仪等手段对 GH3044 合金堵盖冲蚀孔洞进行观察、测试与分析。结果显示,冲蚀孔洞从堵盖内表面起源,燃气中的固体颗粒不断对堵盖产生冲蚀作用,并逐渐堆积到堵盖内侧,堵盖出现冲蚀孔洞后,燃气冲出堵盖,固体颗粒随后附着于堵盖外侧。堵盖孔洞未见明显的自由表面熔融特征,可见多条裂纹存在,裂纹形态较为曲折,方向不规则,裂纹断面呈沿晶特征。金相组织中孔洞附近可见大量呈网状分布的沿晶裂纹,裂纹附近基体组织为等轴晶组织,未经历熔化再结晶的过程。综合上述结果分析,GH3044 材料在固体推进剂燃气作用下发生高温氧化,高温氧化机理包括两方面:一是燃气中

的 O₂ 对材料的狭义高温氧化作用, 在材料晶界等缺陷处发生反应形成金属氧化物薄膜, 并按照不同 PBR 值存在不同的氧化膜生长及扩展速度; 另一方面是燃气中的 PbO 对 GH3044 材料的广义高温氧化作用, 其核心是液态 Pb 易于溶解于 Ni 中形成 Pb-Ni 低熔点合金, 在裂纹尖端聚集和扩展, 从而加速了 GH3044 合金的高温氧化作用。

E02-28

薄膜锂电池 LiCoO₂ 正极薄膜退火条件的研究

马一博, 陈牧, 刘伟明, 张晓锋, 李佳明, 付子怡, 李久勇, 颜悦

中国航发北京航空材料研究院

全固态薄膜锂电池在制备过程中, 不可避免地引入残余应力, 最终影响电池整体的电化学性能^[1,2]。为减少电池残余应力, 本文研究了不同退火工艺对 LiCoO₂ 正极薄膜力学性能的影响, 采用磁控溅射方法在单晶 Si (100) 上沉积厚度为 2.46 μm 的 LiCoO₂ 薄膜, 在传统管式炉中热处理, 比较不同退火气氛及退火温度对 LiCoO₂ 薄膜表面粗糙度 R_q、硬度 H、弹性模量 E 与摩擦系数 σ 的影响。结果表明: 退火气氛对表面状态的影响最为显著, 纯真空退火下, LiCoO₂ 表面大量析出平均粒径 35 μm 的颗粒, 表面粗糙度 R_q=21.20 nm, 不利于制备薄膜锂电池; 纯 Ar 气氛退火的 LiCoO₂ 薄膜, 其硬度与弹性模量的组合参数 H³/E²=14.63 MPa 最小; 纯 O₂ 气氛处理的 LiCoO₂ 薄膜, 空隙体积小, 进而形成压应力较小的薄膜, 薄膜开裂程度低, 有效降低了电池内部短路的可能性; Ar/O₂ 混合气氛退火样品, 兼具纯 Ar 和纯 O₂ 退火气氛的优势, 表面粗糙度较未退火样品从 12.90nm 降为 5.66 nm。温度影响方面: 700℃退火可形成高塑性 LiCoO₂ (H³/E²=17.92 MPa), 但薄膜附着力等级为 0B; 600℃退火样品对应 H³/E²=89.27 MPa, 具备较强的抵抗塑性变形能力^[3,4], 薄膜附着力等级为 5B, 且摩擦系数 σ=0.19。综合考虑, 退火气氛选择 Ar/O₂ 混合气, 退火温度 600℃, 退火后的 LiCoO₂ 薄膜表面粗糙度 R_q=5.66 nm, 硬度 H=1.70 GPa, 弹性模量 E=14.16 GPa 和摩擦系数 σ=0.34。

E02-29

Ti5553-xFe 合金析出响应与硬化行为研究

朱文光¹, 李沛¹, 孙逊¹, 张华磊¹, 孙巧艳¹, 刘彬², 孙军¹, 陈威¹

1. 西安交通大学
2. 中南大学

β 合金具有优异的强度-塑性-韧性匹配并广泛应用于航空航天领域。共析型强 β 稳定元素 Fe 具有低廉的成本以及优异的强化作用。同时, 随着熔炼装备与工艺的不断发展, Fe 元素易偏析形成 β 斑的问题也得到有效改善, 越来越多的研究开始关注 Fe 在 Ti5553 合金中的作用。本文利用真空烧结 (混合元素法) +β 锻造制备出不同铁含量 (0, 0.4, 1.2, 2.0 wt%) 的 Ti-5553 合金。通过研究 Fe 对 Ti5553 合金 w 相变、α 相的析出长大规律, 揭示其强化机制并为新型高强合金设计提供思路。实验结果表明, 随 Fe 含量的增加, β 相的稳定性提高, 淬火 w 相在 2wt% 合金中受到完全抑制。600℃时效过程中, 随 Fe 含量的增加, α 相析出响应时间增加; 由于 α 相的自协调作用, 初始形核的 α 片呈现三角形分布以降低体系弹性畸变能。随时效时间延长, Fe 对 α 相的长大产生抑制作用, Ti5553-2Fe 合金晶内 α 片尺寸更细小。然而, 晶界 α 相宽度以及沿晶界的 α 侧片含量均随 Fe 含量增加而增加。显微硬度结果表明, Fe 在固溶态合金和时效态合金中均具有明显的强化作用。为定量分析 Fe 在 Ti5553 合金中的固溶强化作用, 本文利用第一性原理计算了不同含量 Fe 合金的点阵失配以及剪切模量失配。结合 Labusch-Nabarro 模型计算出 Fe 元素的固溶强化, 其结果与实验值比较吻合。最后, 基于 Pandat 热力学软件与经典动力学理论定性阐述了 Fe 对 α 相生长速度的影响规律。

E02-30

高温二氧化碳环境中马氏体耐热钢 T91 的腐蚀行为及机理研究

梁志远, 于淼, 桂雍, 赵钦新

西安交通大学

超临界二氧化碳循环发电系统具有效率高、结构紧凑、成本低等优点, 在新型燃机、第四代核电、火电、太阳能发电等领域应用前景广阔。而新型二氧化碳工质对系统关键高温部件材料提出新的要求, 如高温持久性能和抗腐蚀性能。同时新型燃料电池和富氧燃烧技术中高温二氧化碳的腐蚀也是影响系统运行和寿命预测的关键因素之一。在此应用背景下, 本文主要研究高温二氧化碳环境中耐热钢的腐蚀行为及其机理。通过高温腐蚀实验获得了马氏体耐热钢 T91 在高温二氧化碳条件下的腐蚀行为遵循抛物线型腐蚀规律。随着二氧化碳温度升高, 耐热钢表面腐蚀层厚度呈现指数增加, 并且 700℃条件下腐蚀层出现剥落情况。腐蚀层主要是铁的氧化物和铁铬的氧化物。针对二氧化碳腐蚀过程中的渗碳行为, 本研究采

用辉光放电光谱仪测定沿深度方向的碳含量, 结果发现渗碳区域碳含量远高于腐蚀层及耐热钢基体碳含量, 并根据三元相图和微观表征证实渗碳区域中碳化物主要是 $M_{23}C_6$ 型沉淀相。

E02-31

激光喷丸对 TC4 钛合金表面完整性及高周疲劳性能的影响

罗学昆

中国航发北京航空材料研究院

本文研究了激光喷丸对 Ti-6Al-4V 合金表面完整性及疲劳性能的影响。采用表面粗糙度仪、显微硬度计和 X 射线衍射残余应力仪分布对激光喷丸前后 Ti-6Al-4V 合金表面完整性进行了表征。在 MTS 疲劳试验机上测试了经激光喷丸处理的 Ti-6Al-4V 合金四点弯曲疲劳寿命, 采用扫描电镜分析了疲劳断口形貌, 探讨了激光喷丸强化机制。结果表明, 激光功率密度越大, 残余压应力层和硬化层深度越深。与原始试样相比, 激光喷丸试样的疲劳寿命提高了 10 倍, 原因是激光喷丸可改善合金表面完整性, 产生深层的残余压应力场和表面形变组织层, 疲劳裂纹源由表层转移到次表层, 有效地抑制了疲劳裂纹的萌生与扩展, 从而提升了合金的疲劳性能。

E02-32

强烈塑性变形对铝锂合金微观结构及腐蚀行为的影响研究

赵阔, 刘建华, 李松梅, 于美

北京航空航天大学

铝锂合金具有低密度、高比强度、高比刚度等良好综合性能[1]。向铝合金中添加质量分数为 1% 的锂, 获得的新合金的密度降低 3%, 弹性模量提高 6%[1]。由于 Li 元素活波特性, 铝锂合金的耐蚀性引起广泛关注。由于氧化膜的作用, 铝锂合金具有良好的耐均匀腐蚀性。然而, 铝锂合金易发生局部腐蚀, 例如点蚀、晶间腐蚀和剥蚀等。点蚀即难以发现又难以预测, 微小尺寸的点蚀即可引起整个系统的失效。研究表明, 腐蚀初期阶段与表面状态紧密相关。金属和合金在轧制、机加工和磨削等过程中发生了强烈塑性变形, 形成一层几百纳米厚的变形层。变形层的微观结构和化学组成常常不同于基体金属。例如, 热轧和冷轧可以使铝合金表面变形层组织细化。铝合金表面变形层中多存在亚微米或纳米(亚)晶以及溶质元素再分布微观组织结构特征。溶质元素的再分布与析出相的溶解和破碎有关。强烈塑性变形可以改变表面变形层中的微观结构和化学组成, 进而影响铝合金的腐蚀行为。通过极化过程的原位观察, Frankel 等人[2]打磨后 7075 铝合金在阳极极化过程中有两个破裂电位。这两个破裂电位分别与表面层活性溶解和局部腐蚀有关。本研究中, 采用不同目数砂纸手工打磨 2297-T87 铝锂合金试样表面以获得不同表面状态。通过扫描电子显微镜和电化学测试方法研究打磨试样的微观结构和腐蚀行为。扫描电子显微镜观察发现 2297 铝锂合金粗大析出相为 Al-Cu-Mn-Cu 相。统计分析结果表明打磨过程中部分 Al-Cu-Mn-Cu 相溶解, 且随着砂纸目数增大, 更多 Al-Cu-Mn-Cu 相溶解。在 0.001 M NaCl 硼酸缓冲液 (pH 为 7.4) 中电化学测试结果表明, 三种打磨试样在阳极极化过程均出现一个破裂电位, 且随着砂纸目数增大, 破裂电位升高。随着砂纸目数增大, 亚稳态点蚀引起的电流阶跃的数量、电流峰值和持续时间减小; 稳态点蚀数量和蚀坑口面积也降低。随着砂纸目数增大, 2297 铝锂合金点蚀敏感性降低。

E02-33

气流作用下激光加热金属平板热流固耦合数值模拟

张黎

中国工程物理研究院

数值模拟研究了高速气流作用下激光加热金属平板温度场。流体控制方程为三维雷诺平均 Navier-Stokes 方程, 固体控制方程为能量方程, 湍流粘性系数求解使用两方程模型。采用流固耦合计算方法, 使用两相流模型模拟气流对烧蚀物的剥蚀, 较完整地模拟了激光辐照金属材料的物理变化过程, 计算得到了不同气流速度下金属平板的温度分布以及烧蚀形貌。分别使用两相流方法和动网格方法对高速气流作用下激光对金属板的烧蚀效应进行了计算, 结果表明, 两相流方法与动网格方法都能较好的模拟高速气流作用下激光加热金属平板的温度响应, 由于两相流方法能够较全面的模拟对流换热、熔化与凝固过程以及金属液体在气流冲刷下的动力学过程, 因此能获得比动网格方法更为合理的物理图像。

E02-34

薄膜与涂层材料的泊松比测试方法研究

Thomas Chudoba¹, 于存²

1. ASMEC Advance Surface Mechanics GmbH, Bautzner Landstr. 45, 01454 Radeberg, Germany.

2. 上海兹韦克机械设备有限公司

近年来,随着二维材料的迅猛发展,人们对于多种新型薄膜与涂层材料的研究更加深入与全面,在力学性能表征过程中,泊松比的准确测量一直是一个难题。本研究利用纳米压痕仪结合高分辨横向力测试单元对六种不同材料的泊松比进行了测试分析,通过两种分析方法对比研究发现,传统法向与横向刚度比值法的测量误差在 50%左右,而我们通过对球面压头在材料表面发生动静摩擦转变过程的力-位移曲线进行测量与拟合,进而得到材料泊松比,这种分析方法的测量误差在 5%-20%之间,极大的减小了薄膜与涂层材料泊松比的测量误差范围,为人们准确评估二维材料表面在受法向力作用时所产生的横向应力提供了一种更加可靠的分析方法。

E02-35

方钴矿 CoSb_3 晶格孔洞中 Yb 填充量的电子显微学研究

王玉梅

中国科学院物理研究所

具有本征晶格孔洞的笼状方钴矿 (Skutterudites) 由于具备了 Slack 提出的“声子玻璃-电子晶体”的特征[1],可在晶体结构层次上实现近乎独立的电子输运与声子输运的协同调控而备受关注。掺杂原子进入孔洞后可以优化载流子浓度,在基本不影响电输运特性的情况下提供额外的热声子散射,从而大大降低晶格热导率,热电优值得到大幅提升[2-4],填充原子的填充上限以及实际的填充量研究一直是热电领域的研究热点。本工作以不同制备方法得出的 $\text{Yb}_{0.2}\text{Co}_4\text{Sb}_{12}$ 为研究对象,利用选区电子衍射、球差校正高角环形暗场像、电子能量损失谱等先进电子显微学技术探测样品晶格孔洞中掺杂原子的实际填充量。通过比较不同样品热电性能和微结构的差异,试图给出晶格孔洞中的实际填充量。选区电子衍射研究发现退火的样品发生了晶格畸变,晶胞参数不同于本征立方结构, a、b 变得不相等。电子能量损失谱、X 射线能谱以及热电性能测量的结果清楚地表明退火样品中晶格孔洞中的填充量明显大于球磨样品,因此退火样品中的晶格畸变是由更高的 Yb 填充量所导致,当晶格孔洞中的填充量达到一个临界时,晶格畸变足以使得晶胞参数发生变化。观察到的晶格畸变为我们定量研究方钴矿晶格孔洞中的填充量提供了一种新的手段。

墙展

E02-P01

高速铁路车轮典型伤损形式及原因浅析

张关震^{1,2}, 任瑞铭²

1. 中国铁道科学研究院金属及化学研究所

2. 大连交通大学

近年来,高速铁路技术已在中国得到快速发展和广泛应用。高速列车长交路以及低温、环境腐蚀、风沙侵害等都是中国所特有的运营环境。车轮作为机车车辆的重要安全部件,其安全可靠受到广泛关注和高度重视。深入地研究和有规律地总结当前运用条件下高速铁路车轮的伤损失效类型,探明车轮伤损失效的影响因素和产生机理,对提高铁路运营的安全性具有重要意义。本文对目前中国高速铁路车轮在运用中出现的伤损形式进行了介绍,结合失效分析手段探讨了引起车轮伤损的主要影响因素,阐明了失效机理,旨在为减少高速列车车轮的故障发生率,提高列车的运营品质提供理论借鉴。

E02-P02

铁路车轴横向裂纹产生原因分析

尹鸿祥

中国铁道科学研究院集团有限公司

表面缺陷是车轴失效的主要形式,本文分析了某一型号动力车轴轮座表面产生微裂纹的原因。用光谱仪测定了含表面缺陷车轴的宏观化学成分;通过能谱仪和 x 射线光电子能谱仪探测缺陷附近物质的化学成分;利用光学显微镜观察缺陷区域的微观组织;利用扫描电镜和激光共聚焦扫描显微镜对缺陷微观形貌进行表征。研究结果表明,此缺陷为横向裂纹,沿

轮座周向萌生，裂纹区表面具有磨损或摩擦特征，同时有铁的氧化物存在。因此推断，由于轮轴过盈配合区边缘存在应力集中，轮座边缘产生微动疲劳和微动磨损，最终导致裂纹萌生和早期扩展。

E02-P03

碳纤维复合芯湿热老化寿命快速评估研究

马丽婷^{1,2,3}, 王雅娜¹, 陈新文¹

1. 中国航发北京航空材料研究院
2. 中国航空发动机集团材料检测与评价重点实验室
3. 航空材料检测与评价北京市重点实验室

碳纤维复合芯导线(ACCC)是由高导电软铝线绞制在碳纤维复合芯上制成,该新型导线具有高强、轻质和低垂度等显著特点,是一种节能、环保型导线,在高压架空导线上有广泛应用前景。碳纤维复合芯导线中的树脂材料具有明显的粘弹性,当施加荷载时,树脂基复合材料会产生蠕变和应力松弛。碳纤维复合芯导线的力学性能依赖于温度、负荷时间、加载速率和载荷大小等条件。其中,时间、温度和应力的影响尤其明显,在一定条件下,它们对碳纤维复合芯导线黏弹性能的影响具有等效性。通常,碳纤维复合芯导线在常温低应力条件下的长期力学性能与高温高应力条件下的短期力学性能相当。本报告首先介绍了可用于碳纤维复合芯导线长期力学性能加速表征的时间-温度等效原理、时间-应力等效原理和时间-温度-应力等效原理,然后应用这些等效原理对碳纤维复合芯导线的蠕变性能进行分析和加速表征。具体的研究工作及结果如下:首先,介绍了典型的树脂基纤维复合材料物理老化预测模型,分析了各模型的适用性及特点。其次,利用动态机械热分析仪开展了不同温度和湿度下的碳纤维复合材料芯蠕变试验。最后,通过现有蠕变预测模型分析了试验结果,得到了碳纤维复合材料芯在不同温度和湿度下的蠕变应变和蠕变柔量演化。试验研究了输电线用碳纤维复合材料芯在不同温度和应力水平下的蠕变行为。首先,开展了温度加速蠕变和应力加速蠕变试验,得到了典型温度和应力下碳纤维复合材料芯蠕变应变演化规律。其次,利用等效原理建立了碳纤维复合材料芯使用工况下的蠕变行为。最后,通过不同加速模型,预测了碳纤维复合材料芯使用工况下的老化寿命并进行了对比分析,通过大量试验获得了寿命模型,并分析了模型的安全可靠性。

E02-P04

Ti6Al4V 合金固体粉末法渗硼层性质及生长动力学研究

刘丹, 段永华

昆明理工大学材料科学与工程学院

本文采用固体渗硼法对 Ti6Al4V 合金进行表面改性,渗硼温度为 950、1000、1050 和 1100°C,渗硼时间为 5、10、20 和 30h。利用扫描电子显微镜、X 射线衍射、电子探针显微分析、显微硬度测试仪和万能摩擦磨损试验机,研究了试样表面形貌和渗硼层的性质,并采用两种扩散模型即 $d^2=Dt$ 和 $d=kt^{0.5}$ 描述了 Ti6Al4V 合金表面渗硼层的生长动力学模型。当 $T<1050^\circ\text{C}$ 时,渗硼层的总厚度主要由 TiB 层的厚度决定;当 $T\geq 1050^\circ\text{C}$ 时,渗硼层的总厚度主要由 TiB₂ 层的厚度决定。扩散模型 $d=kt^{0.5}$ 能更准确地预测渗硼层的厚度。B 在 TiB₂ 层中的扩散激活能为 231.177 kJ/mol。Ti6Al4V 合金在 1100°C 保温 10h 条件下渗硼后得到的表面非常光滑致密,从而具有最大的表面硬度和最小的摩擦系数。

E02-P05

环氧封装材料的辐照效应研究

李悦芳, 肖明珠

中国工程物理研究院电子工程研究所

环氧树脂以其优异的力学、粘接和电绝缘性能以及良好的工艺操作性与安全性而被广泛应用于电子器件的绝缘封装。在航空、核电等应用领域,环氧封装面临受到高能电离辐照的风险,各项性能可能出现劣化。文献报道中大多关注高剂量辐照对环氧树脂力学性能的影响,而对于中低剂量辐照效应以及电学特性受到辐照效应影响的研究并不充分。本文对一种环氧封装材料施以不同剂量的 ⁶⁰Co 伽玛射线与快中子辐照,并分析辐照前后环氧树脂组成与性能的变化情况。结果显示,在 $10^2\sim 10^3\text{Gy}$ 伽玛射线或 $10^{13}\sim 10^{14}\text{cm}^{-1}$ 快中子辐照下,环氧树脂介质损耗因子升高约 20%,而其它性能并未出现明显变化;当先后经历伽玛射线和快中子辐照作用时,环氧树脂的介电常数与介质损耗因子也表现出较拉伸强度、冲击强度、击穿强度更为明显的辐照效应叠加影响。本研究结果表明环氧树脂的介电性能对电离辐照效应更为敏感,在中低辐照环境中需考虑介电性能变化对环氧封装的影响。

E02-P06

铁镍基合金 J75 的晶界工程化以及对抗氢性能的影响

胡红磊

中国科学院金属研究所

沉淀强化铁镍基奥氏体抗氢合金(以下称铁镍基合金)是在单相奥氏体合金的基础上,添加合金元素发展起来的。合金中起沉淀强化作用的主要是与基体具有共格关系的 γ' -Ni₃(Al, Ti)相,通过控制 γ' 相尺寸和分布来保证合金强度和抗氢性能。典型合金如国内的 J75、J90 和 J100 合金,国外的 A-286、JBK-75 合金等,其室温屈服强度可达 700MPa 以上。铁镍基合金强度虽较单相奥氏体合金为高,但抗氢损伤能力却有明显下降,其氢致塑性损减达 40%、甚至 60%以上,远高于单相奥氏体合金。本文通过热机工艺引入低 Σ 重合位置点阵(CSL)晶界,采用单步形变热处理工艺和反复形变热处理工艺,分析不同工艺参数对低 Σ 重合位置点阵(CSL)晶界比例的影响。采用高压高纯气相热充氢装置对样品充氢,以 $1.3 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ 应变速率进行拉伸,采用 SEM、EBSD 技术进行分析。结果表明无论单步形变热处理还是反复形变热处理,采用较大变形(大于 10%变形)对低 Σ CSL 晶界比例提升作用较小。经过 4%~6%的预应变,随后在 1000℃保温不同时间,可将“特殊晶界”比例从 40%左右提升到 70%左右,并获得较好的晶界网格稳定性。此外通过热机工艺处理的材料,充氢拉伸,延伸率提高 30%左右,其原因是低 Σ CSL 晶界可以有效的阻碍氢致裂纹扩展,引入的高比例低 Σ CSL 晶界可以有效的打断大角度随机晶界分布的连通性,阻碍裂纹扩展。

E02-P07

空间极端温度热循环对 C/C-ZrC-SiC 复合材料的影响

张毛燕, 李克智, 史小红

西北工业大学

碳/碳(C/C)复合材料在近年来得到迅速发展,因它的低密度、抗烧蚀、抗氧化和优异的高温力学性能等优点而被认为是航空航天领域最有发展前途的候选材料之一。在低地球轨道环境中,由于太阳和地球形成的恒星-行星几何结构,使得地球周围空间环境会形成周期性的阴影区和半影区。当飞行器周期性地穿过缺少对流传热的半影区和阴影区的高真空环境,会引起飞行器表面产生极端温度并伴随周期性极端温度变化。长期的空间极端温度热循环作用会使材料产生热应变,热应变可导致材料的显微组织发生变化,致使材料的组织结构产生损伤,这对飞行器返回过程中经过超高温有氧环境时保持性能稳定性产生影响。在本课题的研究中,采用前驱体渗透和热解工艺制备了 ZrC 和 SiC 陶瓷相改性的 C/C 复合材料(C/C-ZrC-SiC)。通过模拟低地球轨道环境包括高真空环境 ($1.3 \times 10^{-3} \text{Pa}$) 和极端温度热循环(温度范围从 153 K 到 393 K 循环次数达 200 次),研究空间极端温度环境对 C/C-ZrC-SiC 复合材料的微观结构,力学性能和抗氧化性的影响。实验结果表明,随着空间极端温度热循环次数的增加,由于不同组分之间的热膨胀系数差异使得试样内部产生循环热应力,C/C-ZrC-SiC 复合材料的微观结构损伤优先产生于界面处,分别在短切纤维层和无纬布层中形成纤维/基体界面脱粘和纤维束/基体界面脱粘两种界面损伤形式。经过 100 次空间极端温度热循环后,C/C-ZrC-SiC 复合材料的弯曲强度提高了 9.35%,随后在 200 次循环后急剧下降至初始弯曲强度的 83.99%,并且伴随着断裂行为从脆性断裂模式向假塑性断裂模式转变。此外,空间极端温度热循环处理加剧了 C/C-ZrC-SiC 复合材料在热冲击过程(1773K 和室温之间)中的氧化损伤。

E02-P08

光热弱吸收测试用于光学材料特性表征研究

王凤蕊, 石兆华, 黄进, 刘红婕, 叶鑫, 周晓燕

中国工程物理研究院激光聚变研究中心

材料均匀性是光学材料的一个重要指标,但在诸如原料制备、材料生长及加工等环节会不可避免的引入各种生长及加工缺陷,这些缺陷的存在会导致透过率、折射率分布异常,局部吸收增强等,是材料或元件的光学性能变差,甚至增加损伤风险。因此,使用前对元件缺陷的监测就变得非常重要,光热弱吸收是非常有效的一种检测手段。本研究采用光热弱吸收测试仪对多种光学材料的体、面吸收特性进行研究,包括蓝宝石、KDP 晶体、熔石英、稀土掺杂玻璃等。研究结果说明,吸收缺陷普遍存在于上述材料体内或表面,光热弱吸收测试能够清晰的给出材料体内或表面吸收缺陷的形状、分布特点及吸收大小。对于人工生长的晶体材料来说,吸收缺陷的分布与生长工艺密切相关;元件加工表面的吸收则和加工及后处理工艺密切相关。光热弱吸收测试作为一种无损探测手段,其表征结果对于了解元件质量、评价材料生长、加工工艺水平等具有重要参考价值。

E02-P09

长期时效对 12%Cr 马氏体耐热钢微观组织与力学性能的影响

柳木桐, 钟平, 王彧

中国航发北京航空材料研究院

1Cr12Ni3Mo2VN (M152) 钢是一种 12%Cr 型马氏体耐热不锈钢, 具有较高的强度、良好的高温热强性、高温抗氧化性及组织和性能稳定性, 主要用于航空发动机机匣、大容量火电机组汽轮机末级叶片及紧固件, 燃气轮机等部件的制造。本文研究了在 500℃ 下长期时效至 10000h 后 M152 钢拉伸性能、持久性能及微观组织的变化。结果表明: 随着时效时间的增长, M152 钢的抗拉强度、屈服强度和持久强度均出现明显的降低, 在 500℃ 保温 500h 后, 同未经长期时效的相比, 其抗拉强度和屈服强度分别下降了 7.7% 和 5.8%, 保温 10000h 后, 其抗拉强度和屈服强度分别下降了 13.4% 和 14.6%, 断面收缩率下降了 40%。通过 TEM 观察, 发现长期时效后马氏体板条粗化, 纳米析出相的尺寸也发生了明显的长大, 与未经长期时效的试样相比, 弥散分布的 M_2C 和 M_7C_3 析出相逐渐转变成 $M_{23}C_6$ 碳化物, 并在晶界处聚集长大, 导致了强度的降低。

E02-P10

溶剂热法合成 Ag_2Se 纳米颗粒及其表征

田庆华^{1,2,3}, 陆鼎楠^{1,2,3}, 邓多^{1,2,3}, 郭学益^{1,2,3}

1. 中南大学
2. 有色金属资源循环利用湖南省重点实验室
3. 有色金属资源循环利用湖南省工程研究中心

采用溶剂热法, 以乙二醇为溶剂, 聚乙烯吡咯烷酮(PVP)为分散剂, $AgNO_3$ 和 Se 单质为原料合成了硒化银(Ag_2Se)纳米颗粒, 合成方法简便, 经济, 环保。用 X 射线衍射(XRD), 扫描电镜(SEM), 傅立叶变换红外光谱(FTIR), X 射线光和电子能谱(XPS)对产物进行了表征, 并用紫外-可见光谱(UV-Vis)表征光学性质。结果表明, 采用溶剂热法可以获得具有良好分散性的 Ag_2Se 纳米粒子(150-300nm)。X 射线衍射结果证实产物为正交晶相的 Ag_2Se ; XPS 显示产物纯度较高, 且 Ag 与 Se 的比例为 1.94:1, 非常接近 Ag_2Se 的化学计量比; 紫外-可见光谱(UV-Vis)显示球型 Ag_2Se 纳米颗粒在 435nm 处有吸收峰, 多面体 Ag_2Se 纳米颗粒的吸收峰约在 590.5nm 处, 片状与多面体 Ag_2Se 纳米颗粒混合物的吸收峰在 687nm 处。与此同时, 发现溶剂热温度, 反应时间和分散剂的用量对产物的形貌和粒径有显著影响。反应温度及时间对产物形貌和粒径有较大的影响, 随着温度从 180℃ 增加到 220℃, 纳米粒子的粒径逐渐减小。而延长反应时间会导致粒径增大。同时, 通过对分散剂聚乙烯吡咯烷酮(PVP)和反应物浓度的调整可实现 Ag_2Se 纳米颗粒的外观调控。

E02-P11

纳米柱状晶 Ti 的动态变形及演化: 基于分子动力学模拟的结构表征与分析

王亮¹, 邓磊¹, 张兴明¹, 汤剑锋¹, 肖时芳², 邓辉球², 胡望宇³, 罗胜年⁴

1. 湖南农业大学理学院
2. 湖南大学物理与微电子科学学院
3. 湖南大学材料科学与工程学院
4. 顶峰多尺度科学研究所

材料内部的微观结构演化、变形和破坏, 决定了其宏观力学响应和性能, 因此从实验上对材料的微观结构实时分析和表征, 有着重要的科学意义。目前, 实验上利用原位电子背散射衍射(EBSD)方法对材料进行微观结构表征, 然而这种测量无法获得纳秒甚至皮秒级别下结构的演化行为, 如位错形核及扩展过程, 且表征分析大多集中在表面。分子动力学(MD)模拟方法, 在分析材料的动态结构演化方法, 既可以实现对材料塑性行为及其力学响应进行实时分析, 又可以对材料内部的位错、层错及晶界等微结构信息进行直接测量。然而, 分子动力学模拟结果的准确与否, 仍需要从实验上对行进行验证。因此, 利用实验语言, 即结合实验表征方法, 分析分子动力学结果, 是目前材料模拟研究的重要内容之一。在材料结构变形的表征分析, 取向分析, 极图和反极图是其中最重要的三个方法。因此我们从实验原理出发, 基于分子动力学模拟结果, 发展了原子尺度下的取向分析方法, 并获得了相应的极图和反极图。这个方法主要是通过对原子与其最近邻原子的相对方向进行计算, 获得每个原子的旋转矩阵和欧拉角, 从而获得体系中晶体取向的分布情况。在工程应用上, Ti 及其合金是未来快中子反应堆及核聚变堆中包壳材料和结构材料的重要候选之一, 其力学性能尤其是极端条件下的力学响应行为备受关注。因此, 本文以纳米晶 Ti 为研究对象, 探讨了其在低速冲击作用下的结构演化和破坏行为, 并利用发展的取向分析

方法, 对其结构进行表征分析。在冲击过程中, 晶粒内部的结构会发生重排, 从而引起晶体取向的改变(Reorientation), 这种晶向重排主要是原子的移动 Shuffle 而非滑移所导致的。原子的 Shuffle 主要源自材料内部的晶界、三叉节点位置, 而 Reorientation 的发生也取决于材料中的晶粒取向。在冲击过程中, 晶向为 x -[10-10] 明显比 x -[1-210] 更容易诱导原子 Shuffle, 因此, 剪应力在 x -[10-10] 晶粒中明显比在 x -[1210] 释放的充分。在原子 Shuffle 诱导的 Reorientation 之后, $\alpha \rightarrow \omega$ 相变在 x -[10-10] 晶粒中被激发。冲击卸载时, 结构演化的逆向过程发生: $\omega \rightarrow \alpha$ 相变和 Reorientation。拉伸过程中, 材料的层裂从晶界处产生, 并导致晶粒内部的塑性变形和部分晶粒旋转。

E02-P12

过渡金属氧化物纳米材料的一般合成及其溶液行为的调控合成机理

田庆华^{1,2,3}, 张思韵^{1,2,3}, 王惟嘉^{1,2,3}, 杨英^{1,2,3}, 郭学益^{1,2,3}

1. 中南大学冶金与环境学院
2. 有色金属资源循环利用湖南省重点实验室
3. 有色金属资源循环利用湖南省工程研究中心

大规模合成过渡金属氧化物纳米材料(Transition metal oxides nanocrystals, TMONCs)是满足其在生物医学、环境治理等领域应用的必要条件。然而目前缺乏稳定、大规模制备 TMONCs 的方法和途径。因此开发一种简单、通用的合成工艺和方法, 对实现 TMONCs 的产业化应用具有重要意义。在本研究中, 我们基于一种溶液行为调控的合成机理, 采用金属乙酰丙酮盐(如 $\text{Fe}(\text{acac})_3$ 、 $\text{Co}(\text{acac})_3$ 、 $\text{Ni}(\text{acac})_2$ 、 $\text{Mg}(\text{acac})_2$ 、 $\text{Zn}(\text{acac})_2$)、油酸、油胺和十八烯作为溶剂热反应体系, 合成了一系列多种形貌(球形、三菱台、八面体等)、粒径分布窄、单分散的 TOMNCs。通过调控油酸、油胺及金属乙酰丙酮盐的比例可以实现 TOMNCs 在不同粒径及形貌间的转换。设计了一种稳定的大规模制备 TOMNCs 的合成策略, 实现了单釜产量大于 10g 的效果。本研究为 TOMNCs 的大规模工业生产奠定了理论基础, 并提供了一种可行的、低成本的方法和途径。

E02-P13

枝晶状 Pt_3Ni 纳米合金的液相合成、结构表征及其在多巴胺生物传感器中的性能研究

罗斌, 高戈, 袁强
贵州大学

铂镍纳米合金主要用于醇类氧化、固氮作用、燃料电池等领域, 其用于电化学生物传感器领域却少有报道。在本研究中, 我们利用简单的液相合成法制备出粒径大小在 20nm 左右的枝晶状 Pt_3Ni 纳米合金, 采用 X 射线衍射 (XRD)、高倍透射电镜 (HRTEM)、电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS)、能量色散 X 射线 (EDX) 线扫描和元素分析映射等表征方法对其结构特征进行详细分析。同时采用电化学循环伏安法和计时电流法对其在多巴胺电化学生物传感器进行性能研究。研究结果显示, 在 0.1 M 磷酸盐缓冲溶液 (pH = 7.2) 中, 枝晶状 Pt_3Ni 纳米合金对多巴胺具有快速响应性和超低的检测限, 检测限低至 10 nM, 并且在 0.5 μM 至 250 μM 范围内对多巴胺具有良好的线性关系。同时发现其对 Na_2SO_4 , NaNO_3 , 葡萄糖 (Glu), 尿酸 (UA) 和抗坏血酸 (AA) 等干扰因子具有强抗干扰能力。本研究不但介绍了一种有效合成枝晶状 Pt_3Ni 纳米合金的液相方法, 而且发现其可用于电化学非酶多巴胺生物传感器。

E02-P14

Cu 元素对钛合金高温氧化行为的影响机理

陈航^{1,2}, 弭光宝², 李培杰¹, 曹春晓²

1. 清华大学新材料国际研发中心
2. 中国航发北京航空材料研究院先进钛合金重点实验室

采用热重分析结合 SEM、EDS 和 XRD 等方法, 对 1000 $^{\circ}\text{C}$ ~1300 $^{\circ}\text{C}$ 温度范围内 Ti-Cu 合金 ($0 \leq w_{\text{Cu}} \leq 20\%$) 的氧化行为及机理进行研究。结果表明: 当温度升高至 1000 $^{\circ}\text{C}$ 以上时, Ti-Cu 合金氧化速率急剧增加, 氧化产物为三层结构, 分别为致密的 TiO_2 外氧化层、疏松的由 Ti 的低阶氧化物组成的内氧化层以及内氧化层与基体界面处的富 Cu 区域; 随着 Cu 元素含量的增加, Ti-Cu 合金的氧化速率不断增大, 比如 Ti-20Cu 合金 1300 $^{\circ}\text{C}$ 的氧化增重约为纯 Ti 的 2 倍、Ti-13Cu 合金的 1.4 倍; 随着温度的不断升高, Ti-13Cu 合金的氧化层厚度逐渐增加, 富 Cu 相缓慢增多并熔化, 沿着氧化层晶界向外部渗出至氧化表面, 比如温度达到 1200 $^{\circ}\text{C}$ 时, Ti-13Cu 合金的富 Cu 区域形成连续薄层, 厚度约为 15 μm 。Ti-Cu 合金的抗高温氧化能力随着 Cu 元素含量的增加而减弱, 主要原因在于: Cu 元素含量增加, 高温氧化过程中形成的液态富 Cu 相增加, 更多的富 Cu 相沿着氧化物晶界渗出, Ti 和 O 离子更容易沿着氧化物晶界处的液态富 Cu 相快速扩散, 进而氧化速率增大。

E02-P15

TGO 蠕变性能的高温纳米压痕表征及分析

葛龙飞^{1,2}, 朱旺^{1,2}, 杨丽^{1,2}

1. 薄膜材料及器件湖南省重点实验室, 湘潭大学
2. 装备用关键薄膜材料及应用湖南省国防科技重点实验室, 湘潭大学

热障涂层 (Thermal Barrier Coatings) 由于其优异的隔热, 抗腐蚀, 抗冲蚀, 抗氧化的性能而被广泛的应用在航空发动机的高温部件, 但是其工作环境极端恶劣, 导致在使用过程中过早的剥落失效。在服役过程中由于高温氧化和骤冷骤热的热循环导致在涂层体系内部产生较大应力, 在应力和高温的共同作用下, 热障涂层的陶瓷层与粘结层之间的热生长氧化物 (TGO) 会发生蠕变, 从而改变涂层体系的本构关系, 对其失效剥落产生影响。本研究通过高温纳米压痕技术分析叶片热生长的 TGO 的蠕变, 对建立服役过程中热障涂层的本构关系有较大的指导和借鉴意义, 从而更好的分析涂层的失效。

E02-P16

热障涂层高温 CMAS 腐蚀失效的声发射和 DIC 同步实时表征

李朝阳^{1,2}, 杨丽^{1,2}, 周益春^{1,2}

1. 湘潭大学
2. 低维材料及其应用教育部重点实验室

热障涂层 (Thermal barrier coatings, 简称 TBCs) 因耐高温、隔热性能优异, 能够显著提升发动机性能和延长服役寿命, 成为了高性能发动机必不可少的高温防护技术, 目前已广泛应用于航空发动机上。然而在发动机运行过程中, 不可避免的会从外部吸入 Ca、Mg、Al、Si 的混合氧化物颗粒 (简称 CMAS) 并粘附在叶片表面涂层上, 在高温下融化、渗透到陶瓷层中, 使涂层结构、性能、成分发生变化而导致涂层剥落失效。因此 CMAS 腐蚀是制约涂层服役寿命的关键因素, 受到了各国学者的广泛关注。传统的测试方法只关注于失效后的检测, 对于其失效形式和演化规律并不清楚。为此本文采用声发射和数字图像相关的无损检测方法, 实时检测了热障涂层在恒温和热循环过程中 CMAS 腐蚀诱发的裂纹萌生和扩展过程, 并定性评价了涂层损伤演变过程, 得出热障涂层 CMAS 腐蚀失效过程的损伤参数, 为正确理解涂层 CMAS 腐蚀失效机理提供了一定的参考。

E02-P17

高温下热障涂层镍基高温合金与 MCrAlY 涂层元素互扩散的有限元模拟

聂杏^{1,2}, 杨丽^{1,2}, 周益春^{1,2}

1. 湘潭大学
2. 低维材料及其应用技术教育部重点实验室

热障涂层 (Thermal barrier coatings, TBCs) 由于其良好的耐高温, 耐热震和抗腐蚀性能而广泛应用于航空发动机的涡轮叶片中。TBCs 在高温服役过程中会不可避免的会产生元素互扩散现象, 即 Ni 元素从基底扩散至粘结层, Al 元素从粘结层扩散至基底, 在基底/粘结层界面处形成互扩散区 (IDZ) 和有害的拓扑密堆相 (TCP), 基底内部形成二次反应区 (SRZ), 引起了合金基底的力学性能显著下降。本研究使用二维相场模型与有限元软件模拟了高温服役情况下 MCrAlY 涂层与镍基高温合金中 Al 和 Ni 元素的互扩散现象, 现象表明由于 Al 扩散至基底, 导致基底的 γ 与 γ' 相产生相变反应生成 β 相; 粘结层则由于 Al 的流失发生 β - γ' - γ 相变反应, 研究揭示了元素互扩散对于涂层/合金的微观结构稳定性的影响机理。

E02-P18

Al-Ti-YSZ 热障涂层抗 CMAS 高温腐蚀机理研究

袁珂^{1,2}, 杨丽^{1,2}, 周益春^{1,2}

1. 湘潭大学
2. 低维材料及其应用教育部重点实验室

热障涂层 (Thermal barrier coatings, 简称 TBCs) 具有耐高温、高隔热性能等优点, 在先进航空发动机高温工作部件得到了广泛应用, 然而在服役过程中, 空气中的灰尘、火山灰等细小颗粒 (CMAS) 对涂层进行腐蚀, 导致剥落破坏。而且随着发动机推重比的提高, 燃气进口温度不断增加, CMAS 对热障涂层的腐蚀破坏已经成为制约热障涂层在航空发动机上安全应用的严重问题之一, 如何提高热障涂层的抗 CMAS 腐蚀能力引起了学术界的广泛关注。氧化钇稳定的氧化锆 (YSZ)

是目前应用最成熟的热障涂层材料,但抗 CMAS 腐蚀能力较差,因此本文从促进 CMAS 结晶入手,主要研究了传统 YSZ 与掺杂不同 Al_2O_3 和 TiO_2 含量的 YSZ 两种不同热障涂层受 CMAS 的高温腐蚀情况,根据渗透深度、化学反应产物的物相组成和微观结构变化等探讨涂层抗 CMAS 腐蚀的机理,对比分析得出 Al_2O_3 和 TiO_2 在 YSZ 中的最优配比,发现当 YSZ 中 Al_2O_3 含量一定, TiO_2 含量为 5mol.% 时体系熔点最高且 CMAS 越容易结晶生成钙长石,为抗 CMAS 腐蚀的 TBCs 优化设计提供指导。

E02-P19

球坑测厚法测量热障涂层厚度研究

常振东, 黄光宏

中国航发北京航空材料研究院

涂层的厚度是衡量涂层质量的一项十分重要的指标。它不仅影响涂覆产品的使用性能和可靠性,同时也影响着表面工程的经济效益,在产品质量、过程控制和成本控制中都发挥着重要作用。因此,涂层的厚度检测几乎是所有表面工程的质量控制手段和必须进行的产品检验手段。热障涂层技术作为延长发动机涡轮叶片使用寿命的关键技术,其厚度控制尤为重要。涂层厚度测量的种类繁多,大致可分为破坏性测量(如金相显微镜法、轮廓仪法、测微计法)和非破坏性测量(如磁性法、涡流法)两大类。基于涂层类型、基体材料及涂层厚度范围等因素的考虑,热障涂层厚度测量最常用的测量方法为金相显微镜法,该方法测量准确、适用性强,但制样过程比较复杂、要求较高、周期长。这一缺陷严重影响了涡轮叶片热障涂层在批量生产时的交付进度。球坑测厚法为一种破坏性试验方法,通过采用球坑测厚仪驱动硬质磨球研磨试样的涂层表面,产生一个深入基体材料的球坑,然后在光学显微镜下观察球坑圆环的内外直径,然后借助几何学通过计算得到涂层厚度。该方法制样简单,测量快速,结果准确,目前广泛用于硬质合金涂层厚度的检测。为了满足批量生产时热障涂层厚度快速、准确地检测的需要,本文选用球坑测厚法对热障厚度测量的可行性及可靠性进行了研究。首先通过高温合金基体上分别制备约 $120\mu\text{m}$ 的 NiCrAlYSi 涂层和 $\text{ZrO}_2 \cdot \text{Y}_2\text{O}_3$ (YSZ) 涂层,研究了两种涂层条件时研磨液粒径、电机转速、研磨时间等参数分别与磨坑直径的关系,随后根据试验结果对涂覆 $\text{NiCrAlYSi}/\text{YSZ}$ 热障涂层的高温合金试片使用球坑测厚法进行了厚度测量,并与金相测厚法结果进行对比。结果表明:(1)针对 NiCrAlYSi 涂层和 YSZ 涂层,磨坑直径与电机转速及研磨时间满足抛物线关系,而磨坑直径与研磨液粒径的关系无规律性,其余条件相同时使用研磨液粒径为 $5\mu\text{m}$ 和 $10\mu\text{m}$ 时获得的磨坑直径比 $1\mu\text{m}$ 时的大;(2)针对同一涂层,球坑测厚法的厚度测量结果与金相测厚法结果吻合度高,误差在 5% 以内,球坑测厚法测量热障涂层厚度可行、可靠性高。

E02-P20

水热法合成 PtRu 超细纳米线及其在多巴胺电化学传感器中的应用

胡炎娜, 赵伟悦, 袁强

贵州大学

近年来,基于 Pt 基一维 (1D) 超细纳米线的制备及其应用性能的探究引起国内外研究者的极大兴趣。本研究介绍了一种有效的水热合成法制备一系列成分可精细控制的尺寸小于 3.0 nm 的铂钌合金超细纳米线。利用高倍透射电镜 (HRTEM)、光电子能谱 (XPS)、X 射线衍射 (XRD)、能量色散谱 (EDS)、电感耦合等离子光谱 (ICP-OES) 等方法对所制备的铂钌合金超细纳米线的结构特征进行分析。采用计时电流法对铂钌合金超细纳米线在多巴胺电化学生物传感器的应用性能进行研究。研究发现铂钌合金超细纳米线对多巴胺 (DA) 具有优异的电化学响应性能,例如对多巴胺有较宽的检测范围,在 $0.5\mu\text{m}-12\mu\text{m}$ 呈线性变化,同时对抗坏血酸 (AA)、尿酸 (UA)、葡萄糖 (Glu) 表现出优异的抗干扰性,研究结果显示 Pt_7Ru_3 纳米线在 0.1 M 磷酸盐缓冲溶液 (pH 7.2) 中检测限为 $0.2\mu\text{m}$ 。本研究介绍了一种有效合成成分可控铂钌合金超细纳米线的水热合成方法,同时发现其在电化学生物传感器中可用于多巴胺的检测。

E02-P21

热处理对 Ti6242s 钛合金组织演化和性能的影响

张思远, 辛社伟, 李倩, 李磊, 周伟, 陈军, 蔡建华

西北有色金属研究院

Ti6142s 合金是一种使用温度最高可达 520°C 的高温钛合金,在商用航空发动机中的用量仅次于 TC4 钛合金。为满足大客发动机的设计要求,急需系统开展航空发动机整体夜盘用 Ti6242 钛合金棒材应用研究。本文通过对 Ti6242s 高温钛合金进行热处理工艺实验,研究热处理工艺制度对合金显微组织和力学性能的影响。通过调节固溶时效热处理工艺制度,

对合金的初生 α 相和析出相进行控制。文章将通过系统化的热处理制度调整, 详细讨论不同参数对显微组织和室温、高温力学性能的影响。

E02-P22

火山灰作用下 APS 制备的 YSZ 热障涂层性能退化机制研究

杨丽^{1,2}, 周益春^{1,2}

1. 湘潭大学
2. 低维材料及其应用教育部重点实验室

热障涂层(Thermal barrier coatings,简称 TBCs)具有耐高温、高隔热性能等优点, 在先进航空发动机高温工作部件得到了广泛应用, 然而在服役过程中, 空气中的灰尘、火山灰等细小颗粒(CMAS)对涂层进行腐蚀, 导致其性能退化最终快速剥落。使用收集于日本鹿儿岛县的 Sakurajima 火山喷发出的火山灰对大气等离子喷涂(APS)制备的成分氧化钇稳定的氧化锆(YSZ)的热障涂层进行腐蚀实验, 探究了火山灰与 YSZ 热障涂层的热力学相互作用, 检测了火山灰腐蚀后热障涂层的热物理和力学性能, 用 XRD、SEM 和 TEM 等方法监测了涂层的微观结构演化过程, 以便进一步揭示火山灰腐蚀 APS 热障涂层的反应和破坏机制。研究发现高温下, 火山灰与 m-ZrO₂ 反应生成 ZrSiO₄ 导致涂层热导率上升; 涂层的孔隙率会显著降低; 热物理性能和力学性能显著降低。

E02-P23

Si/Mullite/Er₂SiO₅ 环境障涂层的在高温环境下的失效行为

范金娟, 常振东

中国航发北京航空材料研究院

本文采用化学气相沉积与等离子喷涂方法在 SiC_f/SiC 陶瓷基复合材料表面制备了 Si/Mullite/Er₂SiO₅ 环境障涂层。对制备后的涂层进行了服役温度 1200~1350℃ 的高温氧化试验。试验后采用 SEM、STEM、EDS 和 XRD 对涂层的结构与成分变化进行了分析。结果表明, 在氧化试验过程中, 由于热膨胀不匹配应力的作用, Si/Mullite/Er₂SiO₅ 环境障涂层中的裂纹首先从 Er₂SiO₅ 表面的孔洞与部分熔融区起源, 然后垂直于涂层表面扩展。涂层表面产生 Er₃Al₅O₁₂、Er₂Si₂O₇ 与 SiO₂ 等新相区域。Mullite/Er₂SiO₅ 界面生成交替出现的 Er₃Al₅O₁₂ 相与 Er₂Si₂O₇ 相。表面与界面的相变均是由 Mullite 层中的 Si 元素与 Al 元素扩散至 Er₂SiO₅ 层, 氧化后与 Er₂SiO₅ 反应所致。涂层的相变反应增加了涂层内的应力, 加速了裂纹的扩展。Si 粘结层被氧化生成 SiO₂, 降低了基体与涂层的粘结强度, 当裂纹到达 Mullite/Si 界面时, 改变扩展方向沿着 Mullite/Si 界面扩展。最终, 界面裂纹相连使得 Mullite 层与 Er₂SiO₅ 层从 Si 粘结层涂层脱落失效。

E02-P24

铁路车轴用微合金化钢微观结构表征研究与分析

吴毅

中国铁道科学研究院集团有限公司

车轴是铁道机车车辆走行部的关键部件之一, 承受着来自车体及轨道的各种载荷, 随着铁路客运提速、货运重载战略的实施, 为了保证在所规定的运营条件下具有足够的安全可靠性和长使用寿命, 对车轴材料相关技术提出了越来越高的要求。为了适应当前铁路新的发展要求, 通过在原有的碳素车轴钢中添加微量(质量分数通常在 0.1%左右)的微合金化元素钒, 以便在钢中形成相对稳定的碳氮化物, 从而能够产生晶粒细化和沉淀强化效果, 使强韧性得到显著改善, 达到提高车轴综合性能的目的。本文通过采用扫描电镜、透射电镜与物理化学相分析相结合的方法, 观察并研究了微合金化车轴钢中析出相的形貌、分布以及结构。结果表明: 添加到车轴钢中的微合金化元素主要是形成了碳氮化物, 并在渗碳体片层间的铁素体上观察到了析出相的存在, 其大小约为几十到一百纳米左右, 在微合金化元素的作用下使车轴钢的微观组织得到了显著改善, 起到了良好的晶粒细化和沉淀强化效果。通过采用钒微合金化及相应的热处理制度能够提高车轴强度, 使其具有良好的强韧性匹配, 从而满足铁道车辆提速、重载发展的新要求, 是今后铁道车辆车轴的主要发展方向。

E02-P25

服役环境对火山灰渗入深度影响的研究

刘志远^{1,2}, 周益春^{1,2}, 杨丽^{1,2}

1. 薄膜材料及器件湖南省重点实验室, 湘潭大学

2. 装备用关键薄膜材料及应用湖南省国防科技重点实验室, 湘潭大学

具有耐高温、高隔热性能的热障涂层(TBC)凭借其可以显著降低合金表面温度, 提高发动机热效率等优点, 成为当代先进航空发动机的关键防护材料。然而随着环境的日益恶化, 火山灰对热障涂层的腐蚀问题显得越来越严重, 成为阻碍热障涂层安全服役的瓶颈。火山灰利用毛细作用由 TBC 孔隙渗入涂层内部, 其渗入深度被认为是评价火山灰腐蚀的重要参数之一, 根据相关文献所述, 渗入深度是受多种服役环境因素共同影响的。本文将火山灰涂覆至电子束物理气相沉积热障涂层(EB-PVD TBC)表面, 在不同服役环境下反应过后, 通过 SEM、EDS 等表征手段, 得到不同的涂层表面粗糙度、不同反应温度、不同反应时间以及不同火山灰涂覆量等服役环境下火山灰的渗入深度, 通过单一变量的方法对比得出服役环境中影响火山灰渗入深度的主要因素, 并通过相关实验现象分析火山灰渗入、腐蚀的机理。研究服役环境对火山灰渗入深度的影响, 能为热障涂层的腐蚀机理及防护优化提供理论支持及优化方向。实验结果表明服役温度及火山灰涂覆量是影响火山灰渗入深度的主要因素。

仅发表论文

E02-PO-01

TC32 钛合金的热变形行为研究

李静, 祝力伟, 李明兵, 王新南, 商国强, 朱知寿
中国航发北京航空材料研究院

采用热压缩试验方法, 研究了 TC32 钛合金在温度范围为 873°C~948°C 和应变速率为 0.01s⁻¹~10s⁻¹ 范围内的高温变形行为, 并建立了合金的本构方程。结果表明, 随着热变形温度的升高及应变速率的降低, 合金流动应力降低; 在高温区呈现动态回复特征, 低温区呈现动态再结晶特征; 在 $\alpha+\beta$ 两相区, 激活能为 404.7KJ/mol, 在 β 相区, 激活能为 526.6KJ/mol。

E02-PO-02

不同单晶基片对亚稳结构面心立方钛薄膜的影响

李磊¹, 毛小¹, 周伟¹, 李倩¹, 张思远¹, 陈军¹, 蔡建华¹, Vincent Ji²

1. 西北有色金属研究院
2. 巴黎南大学

本文通过磁控溅射的方法在不同单晶基片上沉积钛的超薄薄膜, 获得了不同的晶体结构钛薄膜。通过调整溅射参数, 在多种单晶基片上得到了亚稳结构的面心立方钛薄膜。但是由于单晶基片的晶格常数差异, 造成了基片与亚稳面心立方结构钛薄膜的晶格适配度不同。从而导致了亚稳结构转变为平衡态结构的临界厚度产生差异。我们在实验当中, 发现面心立方结构的钛薄膜到达临界厚度后, 会先生成一种中间状态结构, HRTEM 和 XRD 的结果都显示该结构为六方密排结构的(101)方向堆垛。而该结构会随着薄膜的厚度增加逐渐转变为六方密排的(001)方向排列结构。文章将通过该中间状态的研究, 详细讨论不同单晶基片上面心立方钛膜的临界转变厚度的差异, 并分析晶格失配对临界厚度的影响。

E02-PO-03

热处理制度对一种沉淀硬化性不锈钢力学性能的影响

汪超
上海电气燃气轮机有限公司

本文研究了热处理制度对沉淀硬化性 PH13-8Mo 不锈钢的性能影响。结果表明, 固溶温度对强度和冲击性能影响明显, 固溶温度越高, 强度越高, 韧性越差。低温热处理温度对强度影响不大, 但是对冲击性能影响明显。低温热处理温度越低, 韧性越好。时效处理温度对力学性能影响明显, 存在一个使合金达到最大拉伸强度的时效温度区。

E02-PO-04

新型高性能低成本 TC32 钛合金双态组织与网篮组织的疲劳裂纹扩展行为研究

李明兵, 朱知寿, 王新南, 祝力伟, 李静, 刘格辰
中国航发北京航空材料研究院

研究了新型高性能低成本 TC32 钛合金双态组织与网篮组织的疲劳裂纹扩展行为,并利用金相显微镜与扫描电镜观察比较了两种显微组织下疲劳主裂纹扩展路径特征、二次裂纹扩展规律和疲劳断口形貌,讨论并分析了两种显微组织对疲劳裂纹扩展路径与扩展速率的影响。结果表明:经准 β 锻造得到的网篮组织疲劳裂纹扩展速率明显低于经常规两相区锻造得到的双态组织,网篮组织疲劳断口具有更高的表面粗糙度、更曲折的主裂纹扩展路径以及更多数量的二次裂纹,并最终从能量消耗的角度与疲劳裂纹闭合的角度,解释了网篮组织具有更高的疲劳裂纹扩展抗力,因此具有更低的疲劳裂纹扩展速率。此外,网篮组织的二次疲劳裂纹扩展主要沿着 α/β 界面扩展,双态组织的二次疲劳裂纹无明显扩展规律,主要沿着初生 α 相和 β 转变基体扩展。

E02-PO-05

透明细晶钇铝石榴石 (YAG) 的纳米压痕响应

蒋雯¹, 程兴旺¹, 才鸿年¹, 章建²

1. 北京理工大学
2. 中国科学院上海硅酸盐所

硬度是在透明多晶钇铝石榴石 (YAG) 实际应用时需要重点关注的机械性能之一。为了深入了解 YAG 对压痕的响应行为以及得到它的硬度值,我们用具有标准 Berkovich 尖端压头的纳米压痕试验机,对细晶透明 YAG 在三个不同应变率(0.01 s^{-1} , 0.1 s^{-1} 和 0.2 s^{-1})下的纳米硬度进行了测试。实验过程中,我们重点关注了 YAG 的非弹性变形和从弹性变形到非弹性变形的转变过程。另外,通过对材料晶粒中心以及邻近晶界处硬度的测量,我们研究了晶界对材料纳米硬度的影响。实验结果表明, YAG 的纳米压痕存在着明显的弹性恢复,这种弹性恢复是各向异性的并且与应变率无关。材料在实验所采取的应变率范围内,并没有出现明显的应变硬化行为,但却呈现出明显的符合 Meyer 准则的压痕尺寸效应。另外, YAG 的纳米硬度受到晶界的影响。位于晶粒中心的纳米硬度要比邻近晶界处的纳米硬度高,这可能与材料晶界处位错密度的增加有关。

E02-PO-06

固井水泥浆水化速率对其静液压力变化的影响

程小伟, 刘开强, 曹艳, 陈祖伟
西南石油大学

为了探究固井水泥浆静液柱压力降低的本质,本文利用静胶凝强度仪、活性热微量热仪、CT/ESEM 和核磁共振等技术研究了固井水泥浆硬化阶段的水化反应速率、力学性能、微观结构及其与静液柱压力的数学关系。实验结果发现:水泥浆的静液压力与静胶凝强度呈指数函数的关系。水泥浆的静液压力曲线可以分为两个阶段:在第一阶段,因静胶凝强度的发展,水泥颗粒被悬挂而难于通过孔隙溶液传递,导致静液压力降低至 10kPa 左右,这与水的静液压力相当;在第二阶段,快速的水化反应造成水泥浆孔隙结构和孔隙水分分布转变是导致水泥浆静液压力降低的主要原因,该阶段水泥浆的静液柱压力与水泥浆孔隙中的自由水含量呈线性关系。水泥浆的快速水化反应在孔隙中生成了大量的多孔水化产物,快速改变了水泥浆的孔结构,导致水泥浆中的自由水转变成难以传压的毛细水和胶凝水,最终导致水泥浆的静液压力消失。

E02-PO-07

EBSD 样品制备及其在金属材料研究中的应用

郝磊磊, 康永林
北京科技大学

EBSD 集成了 OM、SEM 和 TEM 的优点,现广泛应用于金属材料的组织性能研究。本文通过大量的实验探索 EBSD 样品制备的最优工艺参数,对于强度较低,合金成分较少的金属材料,可采用 4%硝酸酒精侵蚀即可用于 EBSD 实验;采用电解抛光制备 EBSD 样品时,较优的实验参数为(1)23℃+30V+12s、(2)23℃+20V+15s、(3)0℃+30V+15s、(4)-30℃+30V+20s;采用双喷减薄制备 EBSD 样品时,较优的工艺参数为-30℃+20-25V+3min,双喷减薄法制备 EBSD 是目前最为优异的 EBSD 制备方法,选择合适的双喷剂,均可以获得 90%以上的标定率,对较难制备的 EBSD 样品尤为适用;采用氩离子轰击时,较优的工艺参数为以集中轰击的模式轰击 210s,随着材料强度的提高,可适当延长轰击时间。此外,本文研究了 EBSD 在晶粒形貌、取向差分布、织构强度、织构组分含量、极图、反极图、应变分布图等表征材料组织性能方面的应用。

E02-PO-08

连续激光烧蚀对石英/酚醛透波材料电性能的影响

张永强

中国工程物理研究院流体物理研究所

为获取高密度热流烧蚀石英/酚醛透波材料对其电性能的影响机理,利用连续激光作为加载源开展了烧蚀实验。实验前后的高Q腔法介电常数测试结果表明:在7GHz-13GHz范围内,介电常数 ϵ 由初始状态的3.5左右最大增至4.2,增幅范围在10%-21%。通过酚醛树脂、石英纤维 TG-DSC 分析,得到了石英/酚醛材料激光辐照热损伤演化行为过程。利用透射红外光谱法、XRD 分别进行了烧蚀产物红外吸收光谱和晶态物质测试,结合扫描电镜得到的烧蚀表面微观形貌,分析认为石英/酚醛透波材料激光烧蚀导致其介电常数增大,是由于激光辐照使得酚醛树脂发生热分解、裂解等变化,在表面部分区域原位生成具有导电能力和岛链状态的石墨化碳所致。同时激光烧蚀造成的粗糙表面状态,对电磁波的反射、散射作用增强,将削弱透射能力。

E02-PO-09

表面处理工艺对高强铝合金疲劳性能的影响研究

李楠¹, 刘昌奎¹, 周静怡¹, 李海涛²

1. 中国航发北京航空材料研究院
2. 航空工业沈阳飞机设计研究所

对三种不同表面工艺:表面未处理、硫酸阳极化、喷丸强化+硫酸阳极化的高强铝合金试样,分别进行了表面粗糙度测试、残余应力测量、微观组织观察,并对其在不同应力水平下的拉-拉疲劳试验,以及断口观察与分析。结果表明:经硫酸阳极化后试验件的平均寿命与表面未处理试验件相比,在较高应力水平下(260MPa),降低了77.1%;在较低应力水平下(215MPa),降低了74.9%;而喷丸强化工艺的增加,使其寿命比只经过阳极化处理试样在不同应力水平下分别提高了278.8%和203.8%。喷丸工艺有效改善了因表面阳极化处理导致的铝合金疲劳寿命降低问题。

E02-PO-10

曝光时间对光折变微晶玻璃性能的影响

李正宇, 郑涛, 吕景文

长春理工大学

本文研究了曝光时间对掺锡二氧化硅光敏微晶玻璃光敏性能的影响。在1450~1500℃熔化制备了原始透明玻璃。用波长为365nm的紫外光进行光刻,经450~600℃及1~1.5h热处理工艺,获得了性能良好的光折变微晶玻璃。并通过X衍射等手段对玻璃样品的光敏性能进行了表征。

E02-PO-11

TA29 钛合金疲劳裂纹扩展行为研究

李娟, 蔡建明, 段锐, 黄旭

中国航发北京航空材料研究院

TA29 钛合金是 600℃ 温度下长期使用的近 α 型高温钛合金, 该合金优异的热强性和良好加工成形性能是先进高推重比航空发动机的理想材料, 被设计用于发动机压气机整体叶盘等部件。结构材料的疲劳裂纹扩展速率对材料的实用性和寿命估算有重要的意义, 本文研究了 TA29 钛合金在不同温度下的疲劳裂纹扩展行为。试验采用 TA29 钛合金整体叶盘锻件, 组织为典型双态组织, 初生 α 相体积分数约为 15%。疲劳裂纹扩展试验采用标准的紧凑拉伸 C(T) 试样, 试验温度分别为室温、400℃、500℃和 600℃。采用 Paris 公式给出了 TA29 钛合金在不同温度下疲劳裂纹扩展速率 da/dN 和应力强度因子幅值 ΔK 之间的关系式。通过扫描电子显微镜 (SEM) 分析了疲劳裂纹扩展试样断口形貌。结果表明: TA29 钛合金在室温时表现出较好的抗裂纹扩展性能; 在高温时, 随着试验温度的升高, Paris 公式中 C 值增大, m 值减小, 裂纹扩展速率对应力的敏感程度降低, 疲劳裂纹扩展速率随温度增高而增大; 从试样的疲劳断口形貌发现, 不同温度下疲劳裂纹扩展试样断口均呈现典型的预裂区、稳态扩展区、快速扩展区三个区域, 温度越高, 预裂区的范围越大, 稳态扩展区和快速扩展区的范围越小; 在室温时, 疲劳裂纹稳态扩展区未见明显疲劳条带, 断裂区表现为解理断裂特征, 而高温下疲劳裂纹稳态扩展区可见明显的疲劳条带和二次裂纹, 断裂区为典型的韧性断裂机制。

E02-PO-12

固体推进剂燃气对 GH3044 合金冲蚀机理研究

袁建宇, 逢锦程, 谢国君, 王影, 韩露
航天材料及工艺研究所

GH3044 合金是一种含有较多 W 和 Cr 元素的固溶强化型镍基高温合金, 具有较高的强度和塑性, 并具有良好的抗氧化性能, 适宜在 900℃ 以下长期工作, 常被用来制作燃烧室零部件及其它高温部件。因此, 其氧化特性对其结构设计和实际应用至关重要, 一般采用静态增重法得到其氧化动力学曲线。实际上, 当高温合金在燃气发生器等结构上使用时, 材料要受到高温、高压、高速气流的冲蚀作用, 所处的热力环境比静态氧化增重所处的实验室环境恶劣得多。然而, 抗氧化性能良好的镍基合金在承受固体推进剂的燃气冲蚀作用下的冲蚀机理尚未有大量研究出现, 特别是高温合金与固体推进剂组分相容性尚未见文献报道。为了研究固体推进剂燃气对 GH3044 合金的冲蚀机理, 通过体式显微镜、光学显微镜、扫描电镜、能谱仪等手段对 GH3044 合金堵盖冲蚀孔洞进行观察、测试与分析。结果显示, 冲蚀孔洞从堵盖内表面起源, 燃气中的固体颗粒不断对堵盖产生冲蚀作用, 并逐渐堆积到堵盖内侧, 堵盖出现冲蚀孔洞后, 燃气冲出堵盖, 固体颗粒随后附着于堵盖外侧。堵盖孔洞未见明显的自由表面熔融特征, 可见多条裂纹存在, 裂纹形态较为曲折, 方向不规则, 裂纹断面呈沿晶特征。金相组织中孔洞附近可见大量呈网状分布的沿晶裂纹, 裂纹附近基体组织为等轴晶组织, 未经历熔化再结晶的过程。综合上述结果分析, GH3044 材料在固体推进剂燃气作用下发生高温氧化, 高温氧化机理包括两方面: 一是燃气中的 O₂ 对材料的狭义高温氧化作用, 在材料晶界等缺陷处发生反应形成金属氧化物薄膜, 并按照不同 PBR 值存在不同的氧化膜生长及扩展速度; 另一方面是燃气中的 PbO 对 GH3044 材料的广义高温氧化作用, 其核心是液态 Pb 易于溶解于 Ni 中形成 Pb-Ni 低熔点合金, 在裂纹尖端聚集和扩展, 从而加速了 GH3044 合金的高温氧化作用。

E02-PO-13

发动机曲轴损伤的超声/金属磁记忆综合无损评估技术研究

石常亮, 唐维学, 詹浩, 罗顺
广东省工业分析检测中心

曲轴是汽车发动机中的重要部件, 其主要失效形式为磨损和断裂, 其中, 曲轴断裂由于其具有突发性, 常常会造成重大事故。针对这一现象, 本文首先对曲轴的受力状态、应力分布及断裂失效原因进行研究分析, 在此基础上, 综合比较各种无损检测方法的优缺点和适用范围, 确定需要综合采用超声检测和金属磁记忆检测两种检测技术对曲轴进行检测, 并设计了一套专用的检测方法及装置。研究表明, 采用专用的检测装置, 应用超声检测技术能够定量检出曲轴的内部缺陷, 如裂纹、夹杂等; 而应用金属磁记忆检测技术能够检出曲轴的表面裂纹缺陷, 并且能够表征曲轴的疲劳损伤程度。通过这种综合无损评估方法, 对曲轴的表面及内部损伤进行评估, 能有效地保障汽车发动机曲轴的使用安全性。

E02-PO-14

6061-T6 挤压铝合金在不同加载应力下的高频疲劳断裂机制

张颖, 张大童
广东省广州市华南理工大学五山校区

试验运用高疲劳试验机测量了 6061-T6 挤压铝合金的 S-N 曲线, 研究了铝合金高频拉压疲劳性能。并运用扫描电镜 (scanning electron microscopy) 观察其在 190MPa (高应力) 和 130MPa (靠近条件疲劳极限) 两个不同应力级下的断口形貌差别, 分析应力大小对 6061-T6 铝合金疲劳裂纹萌生和扩展机制的影响。**试验表明:** 裂纹萌生区域和裂纹扩展区域面积大小随着应力的增大而减小。对于低应力级 (130MPa) 裂纹主要萌生于 Al-Mg-Si 相, 而对于高应力级出现了萌生于 Mg₂Si 相、空洞处、驻留滑移带等现象, 裂纹源呈多样性。裂纹扩展阶段, 高应力 (190MPa) 呈现更加剧烈的高低起伏, 且其疲劳条带宽度大于低应力级 (130MPa)。

E02-PO-15

泡沫铝三明治预制坯变形失效机制及对发泡行为的影响

王耀奇^{1,2,3}, 任学平⁴, 韩玉杰^{1,2,3}

1. 中国航空制造技术研究院
2. 塑性成形技术航空科技重点实验室
3. 数字化塑性成形技术及装备北京市重点实验室
4. 北京科技大学

利用粉末包套轧制法制备出泡沫铝三明治预制坯,通过不同温度条件下的拉伸实验对三明治预制坯的变形性能进行了评价,采用光学金相显微镜与扫描电镜对拉伸变形过程微观组织的演化以及断裂失效后的断口形貌进行了观察,通过高温发泡实验对不同拉伸变形的三明治预制坯的高温发泡行为进行了研究。结果显示,随着变形温度的升高,三明治预制坯的峰值应力呈现了快速降低的变化趋势,而延伸率则呈现了稳步上升的变化趋势,芯板的断口形貌由脆性断裂特征转变为韧性断裂特征。三明治预制坯中破碎的氢化钛颗粒是其变形失效的裂纹源,在变形过程中,裂纹将由此产生并向基体扩展延伸,同时,这些裂纹对三明治预制坯的发泡行为产生不利的影响,将形成孔隙不均匀的微观缺陷。

E02-PO-16

气膜孔对叶片力学性能及氧化损伤的研究进展

胡春燕

中国航发航空材料研究院

随着航空发动机向高流量比、高推重比和高涡轮进口温度方向发展,在涡轮叶片叶身表面特别是进气边设计密布气膜孔成为提高冷却效率的有效途径。但气膜孔的引入破坏了叶片结构的几何完整性,导致小孔周围的叶片材料处于多轴高应力状态,严重影响了冷却叶片的强度、寿命;同时气膜孔几何结构的设计还直接影响涡轮工作叶片的温度和氧化速率。针对近年来国内外有关气膜孔对叶片力学性能及氧化损伤的研究,系统介绍了气膜孔对持久及疲劳性能的影响、单晶高温合金的高温氧化行为以及气膜孔氧化损伤的薄壁效应。

E02-PO-17

TC4-DT 钛合金疲劳裂纹扩展行为及其断裂机制研究

祝力伟, 朱知寿, 王新南, 商国强, 李静, 李明兵

中国航发北京航空材料研究院

本文研究了片层组织 TC4-DT 钛合金在疲劳裂纹扩展速率曲线 Paris 区的疲劳裂纹扩展行为,采用金相显微镜(OM)及扫描电镜(SEM)观察了裂纹扩展路径和断口微观特征,分析了 TC4-DT 钛合金在低 DK 近门槛区和高 DK 稳态扩展区的裂纹扩展行为和断裂方式,并结合裂纹尖端塑性区理论讨论了导致裂纹扩展行为和断裂方式发生转变的显微组织敏感性作用机制。结果表明:片层组织 TC4-DT 钛合金在疲劳裂纹扩展速率曲线的 Paris 区存在转折点;转折点之前的低应力近门槛区,疲劳裂纹扩展主要为单滑移纯剪切机制,疲劳裂纹在晶粒内部缓慢扩展,受晶内亚结构影响强烈,裂纹扩展路径曲折,断口表面粗糙,属于显微组织敏感区;转折点之后的稳态扩展区,疲劳裂纹扩展为多系滑移机制,疲劳裂纹可跨多个晶粒形核扩展,裂纹扩展路径平直,断口表面平坦,显微组织的影响减弱。

E02-PO-18

铰链补偿器断裂失效分析

逢锦程¹, 许光², 袁建宇¹, 韩露¹, 刘春立¹

1. 航天材料及工艺研究所
2. 北京宇航系统工程研究所

本文针对振动试验过程中发生断裂的铰链补偿器进行观察与分析。通过断口形貌特征观察,材质组织分析及能谱成分检测,结合有限元计算结果分析认为,造成断裂的主要原因为铰链补偿器疲劳极限不足,导致其在应力集中区域即搭接焊缝及匹配安装的接头处发生断裂。

E02-PO-19

Q345R 在微量小分子有机酸中的腐蚀行为研究

赵博, 周天宇, 郭静, 于宇新, 徐彤

中国特种设备检测研究院

本文通过腐蚀失重试验、腐蚀产物分析和交流阻抗谱研究了 Q345R 在不用的微量的两种小分子有机酸(甲酸和乙酸)中的常温 25℃和液相高温 85℃中腐蚀行为。根据试验结果可知,随着浓度的逐渐升高, Q345R 在两种小分子有机酸腐蚀速率均有所升高,腐蚀产物逐渐增厚,腐蚀形貌未发生明显变化。根据电化学试验结果,在 25℃环境温度下,小分子有机酸对 Q345R 的腐蚀剧烈程度随时间明显降低,并且表面吸附作用明显减弱。在 85℃环境温度下,小分子有机酸对 Q345R

的腐蚀剧烈程度随时间变化不大,反应行为也未发生明显的变化。这说明在较高的温度下,随着离子迁移扩散能力的提高,腐蚀产物很难对腐蚀性离子扩散至反应截面起到阻碍作用,腐蚀行为也与较低环境温度下产生显著的区别。

E02-PO-20

Q420R 示波冲击试验数据分析比较

陆戴丁, 陈勇

合肥通用机械研究院有限公司

传统冲击试验的缺陷: 1) 测出的冲击性能单一, 冲击功物理意义不明确; 2) 冲击功不能代表试样断裂前的吸收总功; 3) 不能充分反映材料的韧脆差别。示波冲击试验: 20 世纪 60~70 年代就企图利用示波冲击机测定冲击力一位移曲线分解冲击功, 从根本上解决冲击功物理意义不明确的问题。目前示波冲击技术已经基本成熟。Q420R 钢板是 2015 年被纳入 GB713-2014 标准的新牌号, Q420R 交货状态为正火, 它的厚度范围在 10-30mm 之间。Q420R 钢板具有高强度、高韧性和优异的焊接性, 主要应用于移动式压力容器的制造, 如汽车罐车和铁路罐车。近几年, 我院对国内多家钢企自主研发开发的 Q420R 钢板进行新钢种性能评定, 鉴于 Q420R 钢板具有的高韧性特性, 采用示波式夏比冲击试验方法对 4 家钢企生产的 Q420R 钢板冲击性能进行试验。

E02-PO-21

降低 m-CVDZnS 产品残余应力的带压退火研究

黎建明^{1,2}

1. 有研科技集团有限公司

2. 有研国晶辉新材料有限公司

硫化锌 (ZnS) 具有较高红外透过率及良好的力学、光学和热学等综合性能, 经过热等静压透明化处理后的多光谱硫化锌 (m-CVDZnS) 透射范围更宽 (0.35-13 μ m), 满足复合制导的需求, 是红外双波段飞行器观察窗口和头罩的关键材料。而 m-CVDZnS 多晶中的残余应力直接影响窗口和头罩光学均匀性和光学成像质量。本文研究在热等静压设备中进行 CVDZnS 多晶样品原位退火, 采用的保护气体 Ar 气达到热等静压高温恒温所需压力后, 退火处理按退火工艺进行, 不再进行充压或泄压 (带压退火)。退火样品为多个尺寸约 120x165x10.2mm 的 m-CVDZnS 多晶抛光样品, 典型带压退火的优化工艺为: 高温退火条件采用 990 $^{\circ}$ C/150MPa, 结合 600 $^{\circ}$ C 恒温和慢降温退火, 其全过程保护 Ar 气氛带压退火。样品退火应力双折射测量结果研究表明: 带压退火处理残余应力明显降低, 从应力双折射平均值 12-13nm/cm 减少到 3-7nm/cm, 降幅约 100%; 退火处理应力分布均匀性明显提高。

E02-PO-22

钨合金残余应力及其组织性能研究

周绍欣, 杨建参

北京工业大学

CeO₂-W 电极材料作为稀土钨阴极的典型代表, 是首早被研制出的稀土氧化物电极之一。但电极在加工过程中经常出现表面有毛刺和裂纹甚至断裂等缺陷的产生, 本文就缺陷是怎样产生的, 来寻找可以避免和减少缺陷产生的方法, 概述了钨合金残余应力的各种测试方法, 并采用 X 射线应力衍射仪对加工过程中的钨钨进行表面残余应力的测试, 进而对应力分布进行分析。此外还对断裂的钨钨合金进行断口及表面裂纹做显微组织测试研究, 利用对应力和组织的分析结果, 提出了优化钨合金的生产工艺的方案, 从而在一定程度上改善了钨合金的加工性能。

E02-PO-23

磁致塑性效应中位错密度的几种计算方法

詹同军¹, 何盛亚¹, 李传军^{1,2}, 任忠鸣¹

1. 上海大学材料学院

2. Otto Schott Institute of Materials Research, Friedrich Schiller University, Jena

磁场作用下材料塑性发生变化的现象称为“磁致塑性效应(magnetoplastic effects MPE)”, 塑性变形过程中磁场作用的载体是位错, 位错密度计算有助于研究磁场下位错变化的规律。当位错密度较低时, 采用适当浸蚀方法使晶体表面位错露头处形成蚀坑, 在一定倍数的光学显微镜下即可计数计算位错面密度; 同理, 在高分辨率的透射电镜下可以直接观察到

位错形态，统计位错密度。位错是具有长程应力场特征的第 I 类晶格缺陷，它造成 X 射线衍射峰发生宽化现象，因此，利用 XRD 谱图数据可以量化表征位错密度，计算方法有 Willianson-Hall 方程、修正的 W-H 方程、修正的 Warren-Averbach 方程、Kocks-Mecking 模型、Dunn 方程等；还可采用高分辨率 EBSD 的取向差数据以及正电子湮灭法测位错密度。这些方法各有优劣、互为补充。

E02-PO-24

K465 铸造高温合金部件超温服役的温度场分析

郑真，赵文侠，周静怡，郑运荣

中国航发北京航空材料研究院

本实验所用试样取自 K465 导向环件的未超温服役和超温服役的叶片，本研究首先通过试验建立起 K465 叶片合金的温度- γ' 相含量的定量关系，并用这一关系分析超温失效涡轮部件的温度分布，以 K465 合金枝晶干区的 γ' 含量和枝晶间区融化的体积分数作为超温检查的显微组织参量，枝晶干区的 γ' 量和枝晶间区的融化体积分数与温度有很好的对应关系，据此关系可推导超温服役 K465 合金零部件的温度分布。

E02-PO-25

Study on fracture morphologies of TC17 Titanium alloy

Xue-qin Hou^{1,2,3}, Qin Cheng^{1,2,3}, and Dong-xu Li^{2,3}

1. AVIC Failure Analysis Center ,Beijing Institute of Aeronautical Materials
2. Beijing Key Laboratory of Aeronautical Materials Testing and Evaluation
3. AVIC Touch-stone Testing Innovation Cooperation

In order to understand the fracture processes and mechanisms of TC17 titanium alloy, fracture morphologies of TC17 titanium alloy were investigated under the test conditions of tension, high-cycle fatigue and low-cycle fatigue. The results show that the fracture surfaces of the tensile specimens show different dimple characteristics. The fracture mechanism is micro-void coalescence fracture. For high-cycle fatigue and low-cycle fatigue, fracture surfaces are all composed of three regions which correspond to crack initiation, stable crack growth, and final fast fracture, the regions of stable crack growth decrease and become more and more coarse, as the increasement of test stress or strain. The high-cycle fatigue fracture surfaces have only one source which exhibits point shape under low test stress and linear shape under high test stress. The low-cycle fatigue fracture surfaces have only one source under low test strain and more than one source under high test strain. The fracture mechanisms of fatigue crack initiation are slip and cleavage. The fracture mechanism of stable crack growth region is controlled by fatigue striation formation. And the fracture mechanism of final fast fracture region is micro-void coalescence fracture.

E02-PO-26

2A97 铝锂合金板材淬火应力的测试与研究

王曦

中国航发北京航空材料研究院

选用淬火处理的 2A97 铝锂合金轧制板材，利用 X 射线衍射法、超声法、轮廓法以及有限元模拟等手段，研究了其内部应力的二维分布，并分析了影响误差的主要因素。结果表明，残余应力的测试误差主要集中于材料表面，X 射线无法准确测量织构材料的应力分布，轮廓法的切割误差集中于材料表层，局部位置的 X 射线与轮廓法测量结果相差达到 100MPa 以上。内部应力的超声法、轮廓法与有限元模拟的结果一致，误差小于 50MPa，能够满足工程需求。