



**中国材料大会 2024**

**暨第二届世界材料大会**

**CMC 2024 & WMC 2024**

**July 8-11, 2024**

**Guangzhou, China**

**E10-材料结构与性能表征技术**

**E10-Advanced Characterization**

**Technologies of Material**

**Structure and Properties**

**Organized by**

Chinese Materials Research Society

Website: <https://cmc2024.scimeeting.cn>

## E10. 材料结构与性能表征技术

分会主席：刘文胜、单智伟、林元华、李金山、李秀艳、董超芳、吴丁财

### E10-01

#### 金属中氢对位错行为的影响

单智伟<sup>1</sup>

1. 西安交通大学材料科学与工程学院

金属材料的氢脆普遍表现为塑性损失。位错是金属塑性的主要载体，然而，目前为止氢对位错运动产生何种影响还没有定论。以前关于氢-位错交互作用的经典原位环境透射电子显微镜工作结果表明，氢对各种金属中的位错运动起普遍的促进作用，与位错类型和金属的晶体结构无关。然而，该系列实验存在实验设计上的缺陷，且无法排除气压变化、表面状态改变等干扰因素的影响，得出的结论不具有确定性，在最近关于氢脆的研究工作中屡遭质疑。本报告将介绍一种基于原位环境透射电镜技术和定量纳米力学测试的新实验方法，该方法巧妙地创造了可重复运动数千次的位错段弓出运动，从而在同一样品中实现了以有无氢气为唯一变量的氢-位错交互作用对比实验，结果不受上述干扰因素的影响。利用该方法，我们发现氢阻碍铝的位错运动却促进铁的位错运动。两种材料中氢对位错运动截然相反的影响表明氢-位错相互作用是材料相关的，不能一概而论。(Nat. Comm. 2016, Nat. Mater. 2023)

### E10-02

#### 非晶态材料的电子显微三维原子重构表征

朱凡\*<sup>1</sup>, 黄煌<sup>1</sup>, 周炯<sup>1</sup>、陈明伟<sup>2</sup>

1. 复旦大学材料科学系

2. Department of Materials Science and Engineering, Johns Hopkins University

非晶态材料的原子排列类似于液体，短程有序而长程无序。传统的结构表征方法建立在晶体学基础上，无法为非晶态材料提供足够的微观结构信息。报告人利用电子显微三维原子重构技术表征了非晶合金在三维空间的长程原子构型，发现了跨越原子团簇的中程有序结构。这些原子团簇内部的原子排列几何无序，然而这些团簇之间通过类似晶体结构一样的排列组成了超过 10 个埃米的有序中程结构。该发现对最终理解非晶态物质的形成具有重大意义。

### E10-03

#### 纳米 X 射线三维表征技术及其在材料科学中的应用

王绍钢<sup>1</sup>

1. 中国科学院金属研究所 沈阳材料科学国家研究中心

材料成分、组织、结构与性能之间的关系是材料科学的主要研究内容之一。组织均匀性和性能稳定性是重大工程用关键材料和前沿新材料研发需要克服的瓶颈难题。传统二维金相、SEM、TEM 技术，适用于材料表面的表征，对于亚表面和内部无能为力，获得的信息存在片面性和误导的可能。近年来，X 射线三维成像技术得到蓬勃发展，可以高效提供无损、内部、定量、三维复杂拓扑微观结构信息，空间分辨率可达 50 纳米。本报告将介绍最新的纳米 X 射线三维成像技术，包括基于同步辐射光源的前沿技术和基于实验室的先进三维表征技术，并结合高性能材料研发如极端环境用先进陶瓷、纳米多孔金属、高效储能系统锂电池、近室温制备范德华块体材料以及航天用复合材料中的具体应用案例，阐明纳米三维表征技术在清晰、全面、准确地认识材料微观结构和调控材料性能中的作用，以期为更多先进材料研发提供借鉴与思路。

### E10-04

### 7 系铝合金的抗应力腐蚀结构高通量筛选及表征

纪毓成<sup>\*1</sup>, 付小倩<sup>1</sup>, 丁丰<sup>1</sup>, 陈迪灏<sup>1</sup>, Poulumi Dey<sup>2</sup>, 肖葵<sup>1</sup>, 董超芳<sup>1</sup>

1. 北京科技大学

2. Delft University of Technology

由于具备优异的比强度和较优的耐蚀性能, 铝合金因此被广泛应用于航空航天、汽车和高速轨道列车等领域。但在服役过程中, 高强 7xxx 系铝合金面临应力腐蚀开裂的高敏感问题。本文针对该问题, 采用集成第一性原理、分子动力学、近场动力学和机器学习方法, 优化 7xxx 系铝合金耐蚀性。研究表明, 氢原子扩散经由的 Al- $\eta$ (MgZn<sub>2</sub>)界面是热力学有利的氢聚集位点 (-3.16 eV/H); 当  $\eta$ (MgZn<sub>2</sub>)相在晶界大尺寸连续分布时, 此时氢的聚集会导致该界面劣化约 86.6%, 从而导致裂纹易沿晶界扩展; 特定热轧条件下 (100 MPa 流变应力和 427°C 热处理), Mg 和 Zn 原子倾向于向晶界扩散, 使其在晶界的析出速率提升近 53 倍, 这种分布同样弱化晶界区域强度约 83 MPa; 第一性原理高通量计算筛选晶界有益元素表明, Er 和 Cu 元素对晶界结合能的提升值分别为 2.07 eV 和 0.24 eV, 而 Sc 的热力学状态与 Zn 相近; 上述元素或有利于晶界强度提升, 或可改变  $\eta$ (MgZn<sub>2</sub>)相在晶界形成; 基于计算数据与实验数据, 训练了精度 R<sup>2</sup> 大于 0.92 的铝合金“强度-塑性”机器学习模型, 制备了新型铝合金在 0.1 M NaCl 腐蚀环境下的强度为 450 MPa 且延伸率超过 30%, 腐蚀电位为 -0.694 V<sub>SCE</sub>。

#### E10-05

### Al-Cu 合金中位错环的取向偏转行为研究

符锐<sup>1</sup>, 冯宗强<sup>\*1</sup>, 黄晓旭<sup>1</sup>

1. 重庆大学

位错环是晶体材料中常见的一种晶格缺陷, 通常在辐照、高温淬火或变形等过程中形成, 其在材料的力学性能、缺陷的演化以及偏析或非均析出行为等方面发挥着关键作用。先前研究表明, 在淬火态铝合金中, 1/2<110>型位错环通常会偏离其惯习面{110}, 然而其具体取向分布特征和偏离机理至今尚不清楚。本研究结合透射电镜原位加热技术和自主开发的位错晶体学三维重构方法 (tomographic crystallography of dislocations, TCDs), 研究了淬火 Al-Cu 合金中位错环的三维特征和取向偏转行为, 旨在全面揭示位错环的晶体学特征与偏转行为之间的内在联系。三维表征结果显示, 淬火态 Al-Cu 合金中位错环都呈近似正圆形, 其 Burgers 矢量为 1/2<110>; 约 70% 位错环取向偏离了其纯刃型取向{110}, 且主要分布在 [101] 标准极图基本三角区的 [101]-[001] 边和 [101]-[111] 边附近, 偏离角分布在 0°-17.8° 范围内。根据位错环取向偏离分布特征, 可将偏离位错环归为三类, 对应偏转轴分别为 <100>、<110> 和不规则转轴。理论计算表明, 相对较低的能垒可能导致了位错环的取向高频率分布在纯刃型取向{110}附近。此外, 原位加热实验和相关位错环的三维特征定量分析充分表明了高温下位错的滑移和攀移在位错环的收缩、多边化和偏转过程中发挥的具体作用, 位错环上靠近{111}滑移面的位错段的竞争和协同运动是三类偏离位错环形成的根本原因。

#### E10-06

### 基于小角 X 射线散射的 PBX 炸药纳米级缺陷结构表征及演化研究

张浩斌<sup>\*1</sup>

1. 中国工程物理研究院化工材料研究所

塑料粘结炸药 (PBX) 是一类以高聚物粘结剂为连续相、高能炸药晶体颗粒为分散相的复合材料, 其中包含各种缺陷结构, 在外界刺激作用下相互融合和演化, 对 PBX 炸药的力学性能和安全性能产生重要影响。纳米级缺陷是 PBX 炸药缺陷演化的微观起源, 也是研究缺陷跨尺度演化首先要解决的问题, 本研究以小角 X 射线散射 (SAXS) 技术为基础, 针对炸药晶体、粉末和 PBX 炸药, 分别发展了对应的纳米级特征结构表征方法。首先采用准三维 SAXS 技术, 实现了炸药单晶中纳米级缺陷结构的表征, 发现 1,3,5-三硝基-1,3,5-三氮杂环己烷 (RDX) 和 1,3,5,7-四硝基-1,3,5,7-四氮杂环辛烷 (HMX) 炸药单晶中纳米级缺

陷均为相互平行的片状结构，片的取向为 RDX 沿 (001) 晶面，HMX 沿 (011) 晶面；该方向与炸药晶体间作用能最小的晶面方向一致，说明片状缺陷形成的原因是晶体沿晶面间作用能最小的方向开裂。对于炸药粉末的纳米级缺陷结构表征，发展了电子密度衬度变换 SAXS 技术，有效区分了炸药粉末样品表面与内部的纳米级缺陷结构。通过电子密度匹配液浸润可以减少或消除颗粒之间的散射及颗粒表面缺陷结构，获得颗粒内部准确的散射信号，并通过密度梯度法进行验证。对于压制状态的 PBX 炸药，发展了基于 SAXS 的比表面积表征技术，解决了 PBX 成型件纳米级结构无法表征的难题。此外，利用原位 SAXS、扫描电镜等手段研究了炸药粉末及 PBX 炸药热处理过程中纳米级缺陷的演化情况，发现缺陷随温度的升高会缓慢融合和长大；而发生相变时缺陷剧烈变化，产生大量新的缺陷；纳米尺度缺陷长大之后在宏观上表现为纳米颗粒的熟化长大或者大尺度颗粒的开裂与破碎。

## E10-07

### 基于光学二次谐波谱成像的铁电畴结构解析方法

李为<sup>1</sup>，马云鹏<sup>1</sup>，冯天翼<sup>1</sup>，杜子婉<sup>1</sup>，刘亦轩<sup>1</sup>，Sergei V. Kalinin<sup>2</sup>，李敬锋<sup>1</sup>，李千\*<sup>1</sup>

1. 清华大学

2. 田纳西大学诺克斯维尔分校

铁电材料经过一个世纪的蓬勃发展，已经在精密致动器、介电电容器、非易失存储器和微波滤波器等多个领域得到应用。在铁电材料的诸多表征手段中，光学二次谐波 (Second Harmonic Generation, SHG) 具有非接触、非破坏性的特点，近年来愈发得到研究者的关注。然而，目前的 SHG 空间成像需要固定入射光和出射光的偏振状态，因此包含的信息较为有限。如果能在空间各点获得 SHG 偏振谱，进而对局部的铁电极化构型进行系统深入的分析，这对于铁电材料的研究和应用至关重要。研究团队自主开发搭建了一套新型激光扫描式 SHG 显微镜，通过优化空间分频率和扫描稳定性实现了 SHG 谱成像方法，并以 (K,Na)NbO<sub>3</sub> 单晶作为模型体系展示了其在铁电材料上的应用价值。监督式的模型拟合分析全面提取了空间极化分布、畴的相对比例及 KNN 的变温相变信息。此外，该项研究还证明，使用无监督式的矩阵分解分析就可以快速、精准地揭示畴结构，而无需关于特定材料体系的先验知识。这些结果表明，SHG 谱成像方法在铁电材料复杂畴结构的表征中具有巨大优势，其潜力可以得到进一步发掘。

## E10-08

### 基于原位拉伸 EBSD 技术的多晶铝镁合金不均匀塑性变形与晶格旋转路径研究

钟鸿儒<sup>1</sup>，施奇伟<sup>1</sup>，但承益<sup>1</sup>，陈哲\*<sup>1</sup>，王浩伟<sup>1</sup>

1. 上海交通大学

多晶材料在发生塑性变形的过程中，晶间的不均匀塑性应变以晶格旋转和几何必需位错的形式进行协调。目前对于多晶体中晶粒之间发生协同塑性变形的机理尚无定论。电子背散射衍射技术 (EBSD) 作为一种可以在介观尺度兼顾视场和空间分辨率的表征技术，已被广泛应用在材料变形的原位观察中，然而基于霍夫变换的传统商业 EBSD 衍射图案标定算法在取向分辨率上仅能达到 0.5°，限制了材料微结构和取向梯度的表征。基于全局数字图像相关算法 (I-DIC) 的高取向精度 EBSD 分析算法可以将取向分辨率提高至 0.01°，使得几何必需位错密度的测量精度提高至 10<sup>12</sup> m<sup>-2</sup>。本文结合高取向精度 EBSD 技术和原位拉伸实验，对多晶铝镁合金在塑性变形过程中的局部晶格旋转和几何必需位错密度分布演变进行研究。研究表明在塑性变形过程中，晶格旋转受到几何必需位错局域化的影响，在晶内尺度上表现出较强的不均匀性。进一步地，本文结合数字图像相关技术 (DIC)，提取了每个像素点的晶格旋转路径，发现了由于晶格旋转路径受几何必需位错分布的影响产生分裂，并最终导致了晶体内部亚晶的形成。本文进一步将晶粒几何必需位错、晶格旋转路径与塑性变形过程中的位错行为关联，通过统计性分析阐明了多晶体中塑性变形的协调机制。

## E10-09

**陶瓷涂层热力学性能测试新技术和国际标准研制**万德田\*<sup>1</sup>

1. 中国国检测试控股集团股份有限公司

陶瓷涂层在我国航空航天领域应用极为广泛，其热力学性能与材料及构件服役安全可靠密切相关。但涂层难以从基体上有效剥离，无法利用现有标准技术直接测试涂层力学性能，在高温环境下测试更为困难。针对高温涂层性能评价所存在高温热/力学性能测试能力不足及测试效率低等问题，基于“相对法技术”，设计了多通道测试模块，开发出高温涂层高通量测试共性关键技术及装置，实现了陶瓷涂常温-1600°C范围内高温弹性模量、热膨胀系数、残余应力、界面结合强度等性能的准确高效测试，并将相关测试技术转化成国际和国内标准进行推广应用。

**E10-10****五重孪晶原子尺度形成-演化机理**宋淼<sup>1</sup>，陈家轩<sup>1</sup>，时誉航<sup>1</sup>，杨婉仪<sup>1</sup>，李丹<sup>1</sup>，耿赵文<sup>1,2</sup>，周科朝<sup>1</sup>

1. 中南大学粉末冶金研究院

2. 香港城市大学

五重孪晶作为一种重要的孪晶结构，在晶体生长、生物医学、力学性能调控等诸多领域均有着广泛的应用。自五重孪晶被发现以来，科研人员已在近百种材料中发现了五重孪晶结构，但因通常五重孪晶的临界形成尺寸很小（~4 nm），且由五个孪晶单元组成，难以实现其形成过程原子尺度的直接观察。本报告将重点阐述如何通过球差校正透射电镜与特殊实验设计的结合，实现五重孪晶形成过程的原子尺度原位观察，揭示五重孪晶可以通过颗粒取向粘附、表面扩散以及高能晶界分解等步骤的形成过程，并证实所发现的形成机理在其他金属材料（如铂，钯）中也具有普适性。此外，通过透射电子显微术、电子层析三维重构以及晶格应变分析等技术的联用，探讨五重孪晶的晶格应变松弛、对称性破缺演化以及颗粒三维形貌演化之间的关系。相关研究结果为在原子尺度定量理解五重孪晶的形成及演化机理提供了直观的实验证据。

**E10-11****面向复杂载荷条件的金属各向异性热-力耦合行为虚场表征技术**付佳伟\*<sup>1</sup>，杨泽斐<sup>1</sup>，张博文<sup>1</sup>，蔡亚辉<sup>1</sup>，齐乐华<sup>1</sup>

1. 西北工业大学

变形铝合金、钛合金等轻质金属板材因其高比强度、比模量和良好的塑性及韧性作为重要结构材料广泛应用于航空航天工业领域，其轧制生产过程引起的塑性各向异性性和高温、冲击复杂载荷下表现出的率相关特性显著影响着板材的变形行为，加大结构部件精确成形和极端工况服役行为准确预测的难度。当前，材料高温、动态等热-力学属性表征主要依赖于等截面试件单轴加载、霍普金森压力杆等经典测试方法。此类方法基于均匀温度/应力/应变状态、一维应力波等假设前提，对于宽温域、宽应变率范围各向异性热-力学属性，存在试验数量大、耦合效应表征难、部分参数无法提取等缺点。针对此，本研究利用虚场原理，通过设计开展异形试件高温、冲击等加载试验，调控试件非均匀梯度应力状态，获取试件异质状态应变场、应变率场、加速度场及温度场等数据信息，基于虚功原理构建属性参数识别算法，从单次试验获取的场数据中一次准确提取试件各向异性-率相关等弹-塑性属性全局多参数，最大程度减少试验数量，简化测试过程，突破常规测试方法所受条件限制，为高温、高速冲击等复杂应力状态下金属板件各向异性热-力学属性表征提供创新性测试技术支持。

**E10-12****铸造镍基高温合金中微量 Hf 和 B 元素对蠕变变形和断裂机制的影响**欧美琼\*<sup>1</sup>，顾咏涵<sup>1,2</sup>，侯坤磊<sup>1</sup>，马广财<sup>1</sup>，马颖澈<sup>1</sup>

1. 中国科学院金属研究所 师昌绪先进材料创新中心
2. 中国科学技术大学 材料科学与工程学院

研究了微量 Hf (0.37 wt.%) 和 B (0.01 wt.%) 对 K4750 合金 800°C/200MPa 蠕变性能、变形机制和断裂行为的影响。结果显示, HfB、Hf-free 和 B-free 合金的蠕变寿命分别为 1820 h、1540 h 和 1162 h, 三种合金减速 (I) 和稳态 (II) 蠕变速率较为相近, 但是 HfB 合金加速 (III) 蠕变速率明显较低。TEM 结果显示: 蠕变 I 阶段 (0~100 h) 以位错在  $\gamma$  基体中滑移为主, 位错遭遇  $\gamma'$  纳米有序相的阻碍可降低蠕变速率; II 阶段 (100~500 h), 位错塞积 (钉扎在  $\gamma/\gamma'$  界面) 与位错运动 (绕过  $\gamma'$  颗粒留下位错环或切过  $\gamma'$  留下层错) 达到相对平衡, 稳态速率基本维持在最低水平, 约为  $8 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ ; III 阶段 (>500 h), 应变累积使位错更容易绕过和切过  $\gamma'$  颗粒, 蠕变速率逐渐增加, 并在晶界和相界面出现孔洞/微裂纹。特别地, HfB 合金 III 阶段大量贯穿  $\gamma$  和  $\gamma'$  的连续层错及不同 (111) 面上 L-C 型层错交互作用可提高蠕变抗力。蠕变 III 阶段,  $\gamma'$  中超点阵外禀层错 (SESF) 会促进  $L1_2-\gamma'$  相向  $D0_{24}-\eta$  相转变。尽管针状  $\eta$  相可钉扎位错提高变形抗力, 但 EBSD 发现晶界区域  $\gamma/\eta$ 、 $\gamma/M_{23}C_6$  等相界面及  $M_{23}C_6$  内部均会出现应变局域集中, 进而诱发蠕变孔洞/裂纹。APT 结果表明, HfB 和 Hf-free 合金中有 12~20 at.% B 以原子形式赋存于晶界, 导致 III 阶段裂纹较难萌生及扩展, 合金缓慢拉断; 而 B-free 合金中未添加 B 使得晶界结合力低、晶界应变集中更严重, 导致在 III 阶段出现大量沿晶界聚集的蠕变孔洞/裂纹, 出现瞬时拉断现象, 造成合金过早失效。

### E10-13

#### 碳纳米管和氯离子等多种添加剂对极薄铜箔性能表征的协同效应

张嘉艺\*<sup>1</sup>

1. 江西理工大学

随着新能源产业的火热发展, 铜箔作为锂离子电池的重要基础材料, 市场对高品质铜箔需求量急剧增加, 但我国电解铜箔行业发展起步晚, 科研水平与日本和美国相比仍有较大差距, 故制作出属于中国人自己的极薄铜箔迫在眉睫。我们研究极薄铜箔的制备技术, 可以对我国高品质铜箔产品的开发提供理论支撑和数据参考, 从而加快极薄铜箔国产化进程。我们采用电沉积的方式制备极薄铜箔, 通过多种添加剂的协同作用, 提升电解铜箔的综合性能。研究发现在电解液中额外添加 5mg/L SPS、10mg/L 胶原蛋白、30g/L Cl<sup>-</sup>、5mg/L PEG、0.6g/L 碳纳米管, 铜箔表面最光滑, 沉积最均匀, 力学性能最佳。再对制得的双面光极薄铜箔进行表面处理, 包括粗化、固化及钝化等工艺, 使铜箔晶粒更细、沉积层的亮度得到改善、进一步提高力学性能等。本研究揭示了多种添加剂协同作用对铜箔组织与性能的影响, 阐明晶粒细化剂、抑制剂、促进剂的配比对铜离子电结晶的作用机制, 开发出高性能双面光极薄铜箔的制备工艺。

### E10-14

#### NiFe-based nanomaterials as highly efficient electrocatalysts for hydrogen and oxygen evolution reactions

Mingpeng Chen\*<sup>1</sup>

1. Yunnan University

Water electrolysis, an advanced energy conversion technology, consists of two half reactions, including hydrogen evolution reaction (HER) and oxygen evolution reaction (OER). However, the state-of-the-art electrocatalysts are mainly noble-metal-based catalysts. Their high cost and scarcity in earth seriously restrict the large-scale application. NiFe-based materials, such as NiFe-layered hydroxides, metal-organic frameworks, and NiFe-based (oxy) hydroxides, have attracted great attention in recent years due to their excellent catalytic properties for HER and OER. In our work, a series of NiFe-based materials with various nanostructures on nickel foam are found to be extremely active and stable, attaining the ultralow overpotentials superior to the benchmark catalysts under the alkaline condition and high current density. Combining with in situ measurements and theoretical calculations, the active site, reaction kinetics, and possible reaction pathway for each catalyst are

thoroughly analyzed. This study may shed new light on the design of high-efficiency electrocatalysts for enhanced water electrolysis.

## E10-15

### SLM-IN718Plus 合金 $\gamma'$ 相的高温稳定性研究

王品杰<sup>1</sup>, 傅茂森\*<sup>1</sup>, 马晓<sup>1</sup>

1. 西北工业大学

本文以选区激光熔化 IN718Plus 合金为研究对象, 对沉积态试样进行不同的热处理制度获得了具有均一尺寸和双峰分布  $\gamma'$  相的 IN718Plus 合金。通过原位加热技术研究了两合金的高温稳定性: 具有单峰分布  $\gamma'$  相的试样其  $\gamma'$  相在 800 °C 会发生相变生成 MC 型碳化物, 850 °C 以上  $\gamma'$  相和碳化物会完全回溶; 而具有双峰分布  $\gamma'$  相的试样从室温加热到 950 °C 其  $\gamma'$  相均无明显变化, 高温稳定性更好。随后利用 HRTEM、HRSTEM 技术详细表征了两试样  $\gamma'$  相与基体  $\gamma$  的相界面, 研究发现: 两试样的  $\gamma'$  相原子排布方式均不是完全有序, 但具有双峰分布的  $\gamma'$  相的试样有序度更高, 且重原子聚集更多, 在加热过程中对位错的钉扎效果会更好, 解释了两试样  $\gamma'$  相具有不同高温稳定性的原因。

## E10-16

### 构筑多层级微结构提高新型 Al-Zn-Mg-Cu-Zr-Sc-Hf 合金强韧性

吴名冬<sup>1</sup>, 肖代红\*<sup>1</sup>, 李泽宇<sup>1</sup>, 王娟<sup>1</sup>, 黄兰萍<sup>1</sup>, 刘文胜<sup>1</sup>

1. 中南大学

通常, 提高可热处理 Al-Zn-Mg-Cu 合金的强度主要通过增加纳米析出相的体积分数和减小晶粒尺寸。然而, 使用其中一种方法往往会导致延展性急剧降低。鉴于此, 我们通过传统的冷轧变形和热处理方法在 Al-8.89Zn-1.98Mg-2.06Cu-0.12Zr-0.05Sc-0.05Hf (wt.%) 合金中构筑了一种集双峰晶粒结构、纳米析出物和硬脆粗颗粒被包裹在韧性粗晶带中为一体的多层级微结构, 以克服铝合金的强度-韧性困境。结果表明, 在高体积分数 (~1.2%) 纳米沉淀物、中等含量且窄的粗晶带 (~52%) 和大部分粗颗粒被粗晶带包裹的耦合作用下, 45% 轧制变形的试样具有优异的力学性能, 其中拉伸强度为 655 MPa、屈服强度为 620 MPa、伸长率为 15.5%。高强度与多层级微观组织之间的权衡有关, 即高体积分数的纳米析出物可弥补晶粒粗化产生的强度损失。优异的延展性是由于引入了中等含量且窄宽度的粗晶带, 可在塑性变形过程中引发跨尺度应变分布, 即抑制了细晶区域的剪切破坏, 促进了沿粗晶带的韧性断裂。本工作提出了一种在 Al-Zn-Mg-Cu 合金中构建多层级微结构的可行方法, 揭示了多层级微结构与力学性能的关联性, 为制备兼具优异强韧性的铝合金提供了新的设计思路。

## E10-17

### SiC 陶瓷连接接头微观组织及 He 离子辐照损伤多尺度表征

张杰<sup>1</sup>, 孙良博<sup>1</sup>, 刘春风<sup>1</sup>

1. 哈尔滨工业大学分析测试中心

用于裂变燃料包壳管的碳化硅陶瓷及其复合材料连接接头引起了人们的极大兴趣, 但由于缺乏对其抗辐照性的评估, 阻碍了其在核电中的应用。本研究采用氦离子辐照 SiC 金属钎焊与玻璃陶瓷连接接头界面损伤行为。研究了室温不同辐照强度下 SiC/Zr 合金界面反应相的显微组织和硬度演变, 阐明了 He 离子辐照引起的无定形和氦泡等效应。结果表明, SiC 和 (Ti,Zr)<sub>2</sub>(Cu,Ni) 相随辐照量的增加呈非晶态, 而 (Zr,Ti)C 未呈现非晶态, 产生了大量位错缺陷。非晶态缺陷和氦泡缺陷的耦合效应引起辐照硬化。开发了新型 Li<sub>2</sub>O-CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> 玻璃焊料用于 SiC 陶瓷的无压连接。接头中形成了由锂辉石、硅灰石、钙长石相组成的多相玻璃-陶瓷中间层, 与 SiC 母材具有良好的热匹配, 获得了可靠的连接接头。探究了接头在 400 °C He+ 辐照损伤行为, 并揭示了随着辐照剂量增加, 玻璃-陶瓷中间层的微结构演变过程。

**E10-18****结构-功能一体化高熵合金多尺度结构调控与性能优化**李志明\*<sup>1</sup>

1. 中南大学

兼具优良力学和磁学/电学等特性的高性能高熵合金有望满足未来先进电气部件的设计制造需求,提高能源利用效率等。该类合金具有成分复杂且结构多样化等特征,通过在其微米、纳米及原子尺度上构筑特殊多层次结构,可有效调控位错行为、磁畴运动、电声散射等,从而优化综合性能。本研究通过多主元和辅元结合的成分设计和基于热力学优化的热处理工艺,在一系列新型高熵合金中调控纳米析出相和短程有序结构等。采用三维原子探针与球差矫正透射电镜揭示多尺度结构特征及其对合金力学性能及变形机制的影响机理。通过物理性能测试系统分析合金在宽温域内的软磁和电学行为,并进一步通过磁光克尔显微术和洛伦兹透射电镜显微术揭示外磁场作用下磁畴壁在多尺度结构中微观缺陷处的钉扎行为,探究宏观磁学性能背后的微观机理。研究基于宽温域电阻测量和多尺度结构分析,揭示随温度变化的电声散射机理。研究结果为进一步调控结构-功能一体化高熵合金的微观结构并优化其综合性能提供了参考依据。

**E10-19****氢化锆析出的原位电镜研究**刘思冕\*<sup>1</sup>

1. 西安交通大学

锆合金是核反应堆燃料包壳中最重要的金属材料,然而服役于强中子辐照和高温高压的水环境,锆水反应产生的氢化物对锆燃料包壳的完整性提出了挑战。氢化物析出的动力学过程十分复杂,尤其是其形核与长大的微观过程鲜有报道。通过透射电子显微镜下的原位研究,我们发现晶格缺陷对氢化物析出有重要的影响。当晶界、位错线、空位型位错环和间隙型位错环同时存在时,氢化物优先选择在空位型位错环形核。氢化物的生长受到位错调控,氢化物前沿间歇性发射位错说明其相变是位移-扩散混合的过程。氢化物尖端周围的强拉伸应力场增加了氢在锆基体中的溶解度,从而阻止了氢化物的生长。发射位错可降低氢化物周围的拉应力,降低氢的溶解度,重新启动氢化物的析出并加速氢化物的生长。

**E10-20****贫铀塑性变形过程中的孪生变体选择规律研究**周萍\*<sup>1</sup>

1. 交叉科学研究中心

贫铀作为结构与功能材料会受到应力作用而发生变形,影响材料的使用性能和寿命。为提升工程应用中贫铀的综合性能,需掌握其塑性变形的规律。贫铀为低对称的正交结构金属,其塑性变形模式包含位错滑移和孪生。为直观量化贫铀在塑性变形时的孪生行为,本研究采用电子背散射衍射(EBSD)方法分析了准静态拉伸下贫铀的微观组织,分别观测到了晶界两侧的孪晶对(twin pairs)现象、二次孪生现象(secondary twinning)和孪晶交叉(twin intersection)现象。具体而言,晶界两侧的孪晶对包含{130}-‘{172}’孪晶对和{130}-{112}孪晶对;二次孪生分别为‘{172}’主孪晶内部的二次{130}孪晶(表示为‘{172}’@{130})和{130}主孪晶内部的二次‘{172}’孪晶(表示为{130}@‘{172}’);孪晶交叉分为‘{172}’与{130}交叉及‘{172}’孪晶变体之间的交叉。

为了解释实验中观测到的孪生行为,尝试应用几何匹配因子  $m'$  (Geometric compatibility factor)、施密特因子  $m$  (Schmid factor) 和位移梯度张量  $e$  (Displacement gradient tensor) 对孪晶实验数据进行分析。结果表明,实验观测到的孪晶对中,~93%具有最大的几何匹配因子,而100%具有最佳的应变协调,说明孪晶对产生的主因是孪生剪切应变的局部协调,而非剪切应力。对二次孪生情况,激活的二次孪晶变体100%

能最佳协调主孪晶剪切应变，说明局部剪切应变的协调性也是二次孪生激活的主因。二次孪生 $\{130\}$ 与 $\{172\}$ 与 $\{172\}$ 与 $\{130\}$ 的一个特点是，基体、主孪晶和二次孪晶的 $\{130\}$ 面极点均是高度重合的，这一规律有待于深入分析。在孪晶交叉方面，实验发现 $\{172\}$ 孪晶变体会在相交处产生二次 $\{112\}$ 孪晶； $\{130\}$ 与 $\{172\}$ 交叉时，相交轴分别沿 $[315]$ 和 $[312]$ 晶向。交叉轴为 $[315]$ 时， $\{130\}$ 孪晶在交叉位置附近出现了间断；交叉轴为 $[312]$ 晶向时， $\{130\}$ 孪晶在交叉区域是连续的。

本项目掌握的轴塑性变形过程中预测孪生变体的方法，可纳入晶体塑性相关模型中，有助于实现材料力学性能与变形结构之间的介观模拟。

## E10-21

### 储能正极材料中电解质相关微观结构演化的并行表征

陈文翔\*<sup>1</sup>

1. 中国科学技术大学

扫描透射电子显微镜（STEM）在研究储能材料的纳米级相变方面有巨大潜力，如化学相分离、阳离子有序以及电极颗粒内的缺陷等。例如，之前的研究表明，在多价离子插入过程中，减小颗粒尺寸（ $<100$  nm）可以抑制正极颗粒中的化学成分不均匀性。在此次报告中，我将汇报在早期的努力的基础上，基于四维扫描透射电子显微镜（4D-STEM）和电子能量损失谱（EELS）的成像方法，揭示了电化学离子插入过程中正极中相变诱导的定向相域的存在和演化。我们进一步应用相关联表征来研究正极纳米颗粒在不同电解质中的相变机制。虽然之前的研究集中在电解质对界面的影响，但在这项工作中，我们研究了电解质中不同电活性物质对正极材料相变机制的影响。在正极纳米颗粒中，观察到由不同电活性物质所调节的扩散限制相变和固溶体相变，其特征测绘是通过在  $2\text{nm}$  空间分辨率下的单色 EELS 方法完成的。与相变相关的纳米颗粒表面局部应力积聚导致显著的晶格旋转，影响正极材料中的离子迁移率。研究结果启发了储能器件中电解质-电极的设计。

## E10-22

### Study on microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Si-Cu-Sc-Zr alloy

Yurong Yang<sup>1</sup>, Lingfei Cao\*<sup>1</sup>, Xiaodong Wu<sup>1</sup>, Min Bai<sup>1</sup>, Songbai Tang<sup>1</sup>

1. Chongqing University

The effects of minor Sc and Zr on the microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Si-Cu alloys were systematically investigated. The results show that nano-sized  $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$  particles form in homogenization, effectively resist the DRX of alloy SZ6013 by pinning on the dislocation movement and grain boundary migration during hot extrusion and solution treatment. Following solution and peak aging treatment, alloy SZ6013 exhibited higher elongation without decreasing strength, which is attributed to the decrease in recrystallization fraction and grain refinement. The precipitation of L phases is promoted in alloy SZ6013. The improved corrosion resistance of alloy SZ6013 is mainly from restraining the formation of  $\beta'/\text{Q}'$  phase on grain boundaries and narrower PFZ by adding Sc and Zr.

## E10-23

### 激光超声技术及其在材料分析中的应用研究

陈延峰<sup>1</sup>

1. 南京大学固体微结构物理国家重点实验室

激光超声是一种先进的无损检测分析技术，该技术的基本过程是“激光激发—超声传播—激光探测”，即利用超快激光激发超高频声波，所激发的超声在材料中传播并与材料相互作用，通过探测经相互作用后的声波，能够反演得到材料中的微结构信息。激光超声技术具有以下优点：1、分辨率高和穿透深度大；2、

非接触和无损探测；3、三维层析成像；4、声学 and 光学物理参数的测量。本论文讨论我们在发展这一技术中取得的一些结果。

## E10-24

### 功能氧化物点缺陷的原子尺度三维探测和定量技术

陈震\*<sup>1</sup>

#### 1. 中国科学院物理研究所

透射电子显微学技术是点缺陷结构探测的重要手段之一，常规成像技术可以对一些强散射和高浓度缺陷进行直接观测。但是，对于单原子点缺陷探测和轻元素如氧元素等定量测量一直是领域内的挑战之一。近年来兴起的四维扫描透射电子显微术(4D-STEM)和电子叠层衍射成像技术提供了一种新的可行性。特别是我们近期在多片层电子叠层衍射成像技术方面的突破，实现了对较厚样品的相位衬度成像和突破极限的三维空间分辨率。在该报告中，我将介绍对该技术的进一步发展，在保持晶格振动极限的横向分辨率的同时，将深度分辨率从约 3 纳米提高到亚纳米。利用这种高的三维空间分辨率，我们实现了功能氧化物材料内单原子点缺陷及其三维结构畸变的精确确定。我将重点介绍对最近发现的第二个超液氮温区高压镍基超导材料中氧空位的直接成像和原子尺度成分定量，这是首次实现对轻元素的原子尺度成分的可靠精确定量，解释了该体系超导体积分数偏小的原因。我们还结合单电子计数的电子能量损失谱，成功将氧空位和空穴浓度的原子面分布直接关联起来。最后，我将展望这类定量高分辨率成像技术在不同材料体系中的应用前景。

## E10-25

### 微纳米压痕原位测试新技术研究

王顺博<sup>1</sup>，李先柯<sup>1</sup>，岳圣涵<sup>1</sup>，赵宏伟<sup>1</sup>

#### 1. 吉林大学

微纳米压痕测试技术是有效获取材料微区力学行为与力学参量的技术手段，为进一步获取压入微区材料的变形与失效过程，原位压痕测试技术被提出并逐渐发展完善。然而现有的以扫描电镜为主的原位压痕表征技术仅能对压痕外围区域进行观测，更受关注的与压头直接接触区域材料的变形过程难以被直接获取。针对上述问题，本项研究提出了共聚焦拉曼与微纳米压痕同步原位测试技术，并针对典型材料单晶硅进行了测试与表征，原位获取了其在压痕过程中的应变与相变行为，为微纳米压痕测试过程的原位表征提供了一条新的途径。

## E10-26

### Al-Zn-Mg-Cu 合金择优取向与残余应力控制的纳米析出相各向异性生长

王润泽\*<sup>1</sup>

#### 1. 北京航空航天大学

通过对扩散行为的调控，精确控制纳米析出相的尺寸分布对于沉淀强化合金优异性能的开发至关重要。尽管现已明确在低对称性的密排六方结构合金中扩散过程受到晶体取向的显著影响，但在高对称性的立方结构合金中，各向异性的扩散行为仍需深入理解。在本研究中，我们揭示了 Al-Zn-Mg-Cu 合金中纳米析出相的扩散控制粗化诱导的各向异性生长过程。实验和理论研究表明，随着残余应力的增加，在晶粒尺寸较小的合金基体中，沿<112>纤维织构的扩散控制粗化速率较慢。因此，我们发现沿着具有较大残余应力的择优取向上扩散激活能增加，这导致扩散控制的粗化速率降低。此外，本研究证明了纳米析出相体积分数的增加源于晶界析出相的快速晶界控制粗化。综上，我们提出了一种通过控制晶体取向、残余应力与晶界的微观结构设计策略，以调控此类合金中的析出相尺寸分布。

**E10-27****90W-Ni-Fe 合金高速动态加载绝热剪切失效行为**周佳涛<sup>1</sup>, 张磊<sup>1</sup>, 黄宇峰<sup>1</sup>, 刘文胜\*<sup>1</sup>

1. 中南大学粉末冶金研究院

本文以典型 90W-Ni-Fe 合金为研究对象, 采用分离式霍普金森杆加载装置, 结合先进电子显微表征手段, 揭示了合金在  $10^3 \text{ s}^{-1}$  应变率下绝热剪切过程中双相晶粒细化、元素再分配诱导纳米晶析出机制。系统研究了合金绝热剪切带萌生、发展及其失效的微观组织演变规律, 合金在应变率  $6000 \text{ s}^{-1}$ , 变形量 60% 时发生热塑性失稳形成应变高度局域化的绝热剪切带。绝热剪切带内部的高温高应力环境导致 W 相和  $\gamma$ -(Ni, Fe) 相晶粒均细化至亚微米级, 同时诱导 W、Ni、Fe 元素再分配, 沿  $\gamma$ -(Ni, Fe) 相再结晶晶界处析出硬度高达 11.5 GPa 的 W 纳米晶。W 纳米晶和  $\gamma$ -(Ni, Fe) 相硬度差异引起力学不相容导致界面产生应变梯度, 微孔洞优先于 W 纳米晶/ $\gamma$ -(Ni, Fe) 相界面处形核, 合并成微裂纹并长大导致剪切失效。

**E10-28****原位研究铁素体/马氏体钢中温度影响位错线滑移的机制**丁一帆<sup>1</sup>, 曹子奇<sup>1</sup>, 冉广\*<sup>1</sup>

1. 厦门大学

铁素体/马氏体 (F/M) 钢是铅冷快堆包壳材料的主要候选者之一。然而其较低的高温力学性能限制了堆芯运行温度, 从而降低了反应堆的经济性和设计余量。拉伸和蠕变试验显示, 在高温区间 (500-700°C), F/M 钢中的形变由热激活的位错机制控制。然而对位错运动直接观察的缺失导致了具体的微观机制仍不明确。本研究工作利用透射电子显微镜原位研究了不同温度区间 (600-850°C) 的位错线动态演化行为与特征。在获取并分析位错线特征参量 (滑移面、速度、线张力等) 的基础上, 发现在 600°C 时, 位错线稳定并缓慢地运动, 运动速度与摩擦应力成线性关系, 且活化能量为 2.04 eV, 其位错线运动由 Cr 元素的扩散控制。700°C 时, 位错线滑移仍是溶质原子扩散机制, 但部分位错线沿螺位错方向变直, 表明受到较大的佩尔斯力作用。当温度进一步升至 850°C 时, 绝大部分位错线均变直, 且存在  $\langle 111 \rangle$  和  $\langle 112 \rangle$  两种位错线方向。位错线在多数时间内静止, 但会突然跳跃一段距离, 因此位错运动由溶质扩散转变为锁定-解锁机制。通过建立位错运动速度与分切应力的函数关系, 计算了屈服应力与活化体积, 其值与拉伸实验中的参数接近, 显示微观机制能很好揭示宏观性能变化。研究结果有利于深入理解 F/M 钢中位错线演化行为, 为揭示其在高温下力学性能急剧下降提供了直接的试验证据与理论参考 (该工作得到国家自然科学基金青年学生基础研究项目 (123B2089) 支持)。

**E10-29****生物医用多孔高分子材料的结构设计及其组织修复性能表征**吴丁财\*<sup>1</sup>

1. 中山大学化学学院, 聚合物复合材料及功能材料教育部重点实验室, 分析测试中心

临床上对组织修复材料的需求巨大且快速增长。然而, 临床上常用的修复材料结构和功能相对单一, 导致无法满足复杂多样的临床需求。在本次报告中, 我将介绍我们课题组近年来在新型生物医用高分子材料的先进结构设计、可控制备及其组织修复性能方面的重要进展。例如, 设计了长效可再生抗菌多孔卤胺高分子涂层, 可高效预防和治疗种植体周围感染 (Nat. Commun., 2021, 12, 3303); 设计了能够在细菌繁多的口腔环境下为骨再生提供全周期保护的超结构多孔屏障膜 (Nat. Commun., 2024, 15, 119); 设计了具有抗形变、防粘连和促愈合功能的双面不对称多孔聚乙烯补片, 可高效修复腹壁缺损 (Adv. Mater., 2022, 34, 2108992); 设计了具有防粘连、抗感染且力学动态自适应的双面不对称多孔复合补片, 可实现污染腹壁的高效修复 (Adv. Mater., 2024, 36, 2307845); 设计了具有致密力学承载底层和多孔润滑顶层的仿关节软骨水凝胶涂层, 可有效承载椎间盘假体 (Adv. Mater., 2024, 36, 2309141); 设计了具有超高爆破压、超低溶胀率、

界面机械互锁的超结构多孔湿性粘合补片，在组织修复领域具有诱人的应用前景（*Adv. Mater.*, 2024, 36, 2305400）。

## E10-30

### 碳基材料与 TEM 纳米增材、减材、等材制造

王鸣生\*<sup>1</sup>

1. 厦门大学

低维碳是构筑下一代纳米电学、力学器件和纳机电系统的理想材料。然而，碳基纳米材料在制备和结构控制方面还存在一些瓶颈性难题，严重制约了相关器件的应用和发展。原位透射电镜（TEM）是一种新兴的材料表征手段，同时也是微观结构加工的利器。我们把现代加工制造中的概念引入到 TEM 加工领域，提出了 TEM 纳米增材、减材和等材制造的概念，发展了一套自创的技术方法，阐明其实现原理，实现对碳基材料的精准结构加工及其电学、力学性能的优化与调控。近期代表作：多壁碳管无缝互连的首次实现，石墨烯与金属电极的高效连接与界面动力学研究（增材）；碳管/石墨烯高精度剪裁及其场发射性能优化，有序原子蒸发制造最细碳管（减材）；碳管晶态-非晶可逆转变及电、力学性能调控（等材）。TEM 加工更多瞄准原子或亚纳米精度的加工能力，这是常规制备手段无法比拟的。这些技术可以适应未来超精度加工和器件/单体特别定制的需要。作为实例，我们将展示一些具有实用价值的新型碳基点电子源以代替商用扫描电镜中的场发射枪，可获得优于原先电镜的成像质量。

[1] L. Zhao, G. Luo, Y. M. S. Wang, *Nano Letters*, 2020, 20, 2279.

[2] L. Zhao, Y. Cheng, Q. Zhang and M. S. Wang, *Materials Horizons*, 2019, 6, 72.

[3] B. Zhang, L. Zhao, Y. Cheng, D. Golberg, M. S. Wang, *Nano Letters*, 2016, 16, 5221-5227.

[4] M. S. Wang, D. Golberg, Y. Bando, *Advanced Materials*, 2010, 22, 93.

[5] M. S. Wang, Q. Chen and L-M. Peng, *Advanced Materials*, 2008, 20, 724.

## E10-31

### 国产粉末衍射数据分析软件 iCPowder 开发进展

冯振杰\*<sup>1</sup>, 吕斌峰<sup>1</sup>, 孙晓威<sup>1</sup>, 曹坚<sup>1</sup>, 常世慧<sup>1</sup>, 张泽堃<sup>1</sup>

1. 上海大学

本文聚焦于国产 X 射线粉末衍射（XRD）数据分析软件 iCPowder 的最新开发进展，旨在说明其在提升材料科学研究效率与精确度方面的作用。高效的数据处理工具对于加速科研进程、缩减分析周期及增强结果可信度至关重要。国产 XRD 软件的开发不仅促进了对晶体结构解析核心技术的深入理解，还为驱动新型材料的研发与应用奠定了理论与技术根基。近年来，XRD 数据分析软件经历了飞速发展，尤其在引入机器学习及人工智能技术后，其处理能力与分析精度实现了飞跃，显著增强了数据处理的自动化与智能化水平。本研究详细阐述了 iCPowder 软件的开发轨迹，探讨该平台整合前沿算法，以实现复杂 XRD 数据的快速、精准解析。本论文探讨机器学习与人工智能算法技术如何为 XRD 数据分析开辟智能化、高效率的新路径。这些进展标志着国产 XRD 软件技术的进步，材料科学数据分析的效率与准确性将迎来极大的提升。

## E10-32

### 非化学计量 $Ba_{1+x}(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_{3+x}$ 微波介电陶瓷微结构解析与性能调控

刘洋洋<sup>1</sup>, 傅茂森\*<sup>1</sup>, 马晓<sup>1</sup>

1. 西北工业大学

微波介质陶瓷是微波谐振器、滤波器、双工器、天线以及基板等微波通讯核心元件的关键材料，不同尺度的结构、微结构特征对于微波介质陶瓷介电损耗存在重要影响。本研究以具有超低介电损耗的 1:2 有

序  $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$  陶瓷作为研究对象, 系统地研究了 B 位 1:2 有序复合钙钛矿陶瓷的阳离子有序类型和有序畴特别是畴界面特征对其微波介电性能的影响。采用传统固相反应法成功制备了  $\text{Ba}_{1+x}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_{3+x}$  ( $x = -0.02 \sim 0.02$ ) 微波介质陶瓷, XRD 分析表明所有陶瓷均合成了有序单相, 空间群 P-3m1。随着  $\text{Ba}^{2+}$  含量的增加, 晶粒尺寸逐渐增大, 晶粒尺寸分布不均匀性变大。随着  $\text{Ba}^{2+}$  含量的增加有序度逐渐下降, 有序畴尺寸逐渐减小。TEM 暗场像表明非化学计量显著影响有序畴的尺寸和分布, 偏离化学计量越多, 畴尺寸不均匀性越强。 $x = -0.01$  的  $\text{Ba}_{1+x}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_{3+x}$  陶瓷样品的有序畴尺寸及分布最均匀。通过高分辨双球差电子显微镜进一步对其畴结构进行细致研究, 晶内有序畴由临近晶界的大尺寸有序畴和晶内纳米畴组成。大尺寸畴由反相畴界分隔, 反相畴界上存在 5-10 个原子层的无序, 这是有序畴界带来介电损耗的起源。纳米畴内部由无序和孪生畴组成。畴界面分三类, A、B 型孪生畴界面和 C 型界面, 不同界面对介电损耗的贡献不同, 其中 C 型畴界面的畸变最大导致介电损耗增大。非化学计量调节了  $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$  陶瓷晶粒尺寸和有序畴的均匀性, 从而提升了品质因数。贫 Ba 显著降低了  $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$  陶瓷的烧结温度并提升了品质因数近一倍。本研究的重要发现可为有序钙钛矿微波介质陶瓷的微观结构表征和性能调控提供有效参考。

### E10-33

#### 一种基于悬空构型的薄膜面内热导率表征方法: 实验与仿真研究

王汉夫\*<sup>1</sup>

1. 国家纳米科学中心

在热电及电子热管理材料等的研发过程中, 热导率的表征是一个关键环节。由于表面辐射热损失和衬底等因素的存在, 薄膜面内热导率的测量具有一定的挑战性。为此我们提出了一种基于悬空构型的薄膜面内热导率测量方法, 该方法以  $3\omega/2\omega$  测量技术和改进的 Ångström 方法(Modified Ångström Method) 为基础, 可以直接获取待测样品的面内热导率、面内热扩散率和体积热容。1 仿真研究表明, 由薄膜表面热辐射等因素引起的误差会在数据处理过程中被部分抵消, 因此在较高测量温度(如 800 K) 下的理论测量偏差仍在可接受的范围内。在此基础上, 我们实验表征了多种微纳米厚度有机和无机薄膜样品(包括聚酰胺、聚四氟乙烯、 $\text{SiN}_x$ 、 $\text{SiN}_x/\text{SiO}_2$  和导电高分子等) 2-3, 最高测量温度接近 500 K, 所得实验结果可以与文献值(或其它测量方法所得结果) 相比较。

[1] Wang et al., “Numerical modeling of in-plane thermal conductivity measurement methods based on a suspended membrane setup,” *Int. J. Heat Mass Transfer* 177, 121503 (2021).

[2] Wang et al., “Measuring in-plane thermal conductivity of polymers using a membrane-based modified Ångström method,” *Int. J. Therm. Sci.* 179, 107701 (2022).

[3] Wang et al., “Thermal characterization of thin films: A chip-based approach for in-plane property analysis”, *Appl. Phys. Lett.* 124 (2024) doi: 10.1063/5.0197684.

### E10-34

#### 碳纤维/树脂复合材料纳米力学性能影响因素研究

袁建宇\*<sup>1</sup>, 刘松礼<sup>2</sup>, 霍向东<sup>1</sup>, 代超<sup>1</sup>, 马兆庆<sup>1</sup>

1. 航天材料及工艺研究所

2. 北京动力机械研究所

基于纳米压痕技术, 在不同载荷(2mN~10mN)、不同加载方向(横截面方向、斜 45° 方向、纵截面方向)、不同压头类型(玻克维奇压头、立方角压头) 以及不同强度纤维(T300、T800 碳纤维) 条件下对碳纤维/环氧树脂复合材料的硬度及折合模量进行了原位评估和测试。研究发现, 随着加载载荷增大, 碳纤维力学性能测试结果迅速减小并保持稳定, 而树脂基体力学性能测试结果先保持稳定随后略有增大, 上述规律与大载荷下纳米压痕受到碳纤维和环氧树脂基体之间的相互影响有关。受到碳纤维内部石墨片层位向的影响, 碳纤维力学性能表现出明显的各向异性, 纵截面硬度仅约为横截面硬度的一半, 纵截面折合模量可低

至横截面折合模量的 1/3。在不同的压头类型下对碳纤维纳米力学性能进行测试，得到的载荷-位移曲线具有高度一致性，测试得到的硬度和折合模量不随压头类型不同而变化。在加载载荷为 2mN，加载方向为碳纤维横截面方向，采用玻氏压头的条件下，在碳纤维中心测试得到的碳纤维硬度和纤维束宏观拉伸强度存在明显正相关关系，基于量纲分析对强度和硬度关系进行拟合，得到二者关系  $\ln\sigma=1.54\ln H-1.80$ ，可以据此通过碳纤维纳米压痕硬度测试结果半定量预测其宏观拉伸强度，预测误差在 20% 以内。

### E10-35

#### Deformation Mechanisms of Ni-based Superalloy under Different Loading Modes Investigated by In-situ Neutron Diffraction

Junjie Yang<sup>1</sup>, changsheng Zhang<sup>2</sup>, shengyi zhong\*<sup>1</sup>

1. School of Materials Science and Engineering, Shanghai Jiaotong University

2. Key Laboratory for Neutron Physics of CAEP, Institute of Nuclear Physics and Chemistry

In this study, the impact of tension-torsion coupled loading on the deformation characteristics of GH4169 superalloy was explored through the application of in-situ neutron diffraction alongside EBSD and TEM techniques, allowing for the observation of internal stresses and microstructural changes over time. It was observed that the mechanical properties, internal stress, and microstructures are influenced by the tension-torsion loading. It was observed that the mechanical properties, internal stress, and microstructures are influenced by the tension-torsion loading conditions. Specifically, under tension loading, the yield and ultimate strengths of the alloy increased with the pre-torsion angle. For instance, at a pre-torsion angle of 720°, the yield strength and ultimate strength exhibited approximately 150% and 13% increase, respectively. Additionally, at a pretension strain of 20%, the yield strength saw an approximately 31% increase, while the elongation increased by approximately 16%. During tension loading, lattice strain increased in the axial direction and decreased in the radial direction. Conversely, under torsion loading, lattice strain increased along the radial direction without a significant influence along the axial direction. Furthermore, it was noted that the density of dislocations in specimens deformed under coupled loading was lower compared to those deformed under axial loading, indicating a dislocation-annihilation effect. The enhancement of yield strength in the specimens deformed under coupled loading was attributed to the strengthening effect of initial dislocations generated during preloading. On the other hand, the ultimate strength of torsional specimens following pretension decreased due to the dislocation-annihilation effect during subsequent coupled loading. However, for tensile specimens following pre-torsion, the dislocation-annihilation effect could be partially offset by the strengthening effect of the gradient structure formed by pre-torsion on mechanical strength. These findings provide insights into the micro-deformation mechanism process of materials by designing coupled or multiaxial loading modes and achieving strength and toughness improvements based on gradient or hierarchical microstructure development.

### E10-36

#### 化学镀、电镀协同制备高能量密度锂离子电池用超薄铜铝复合箔

陈轩乐\*<sup>1</sup>

1. 南昌大学物理与材料学院

铜铝复合箔具有优异的电气和机械性能、重量轻和成本低等优点。然而，如何克服物理制备方法的设备限制，生产出性能优异的超薄铜铝复合箔一直是个难题。在此，我们采用化学镀和电镀相结合的方法制备出表面光滑、致密且紧密结合的铜铝复合箔。该工艺包括使用锡和镍作为过渡层，然后电镀覆铜层。所制备的超薄铜铝复合箔的铜层厚度为 0.5 至 7  $\mu\text{m}$ ，最小平方电阻为 4.6  $\text{m}\Omega$ ，其质量是相同厚度纯铜箔的 36.7% 至 70%。这些铜箔有望用于各种需要极轻重量的储能元件。

**E10-37****基于非共价作用力的柔性离子导体材料及应用**岳衍<sup>1</sup>

1. 华南理工大学前沿软物质学院

柔性电子器件的发展依赖于新型柔性导体材料的开发。离子液体凝胶是一种重要的离子导体，因其软固体形态、高电导率和相较离子水凝胶而言更好的稳定性，有望广泛应用于不同场景。目前，开发多功能、高性能离子液体凝胶仍是一个重要且具有挑战的课题。新型离子液体凝胶的设计依赖于寻找新的聚合物体系，并通过新结构的设计提升其综合性能。近年来，我们设计并发展了一类基于可聚合含氟单体的离子液体凝胶，通过自由基聚合得到的含氟聚合物网络与离子液体之间具有“离子-偶极”相互作用，有效提升了离子液体凝胶的稳定性；通过氢键作用力、金属配位键等非共价作用力带来的能量耗散机制，提高了此类基于含氟聚合物的离子液体凝胶的机械强度。我们初步探索了此类离子液体凝胶在柔性传感、水下传感等方面的潜在应用，并通过优化器件结构，提升了器件的传感性能。

**E10-38****百纳米级金刚石颗粒自驱动进入钢铁晶体内部的原位电镜研究**王悦存<sup>1</sup>，丁俊<sup>1</sup>，张伟<sup>1</sup>，马恩<sup>1</sup>，单智伟\*<sup>1</sup>

1. 西安交通大学

钢铁渗碳的历史可以追溯到两千年多年前，其主要过程是：外界碳源（固/液/气）在高温下分解为活性碳原子并逐渐渗入进钢铁，从而使低碳钢工件拥有高碳表面，再经淬火、回火处理，获得高硬度、高耐磨表面的同时，心部仍保持高韧性。传统认知中，渗碳所用的碳源必须先分解成活性碳原子，然后才能在浓度梯度驱动下，以单个原子的形式扩散进入铁晶格并间隙固溶其中，过饱和后以碳化物或石墨的形式析出。然而，进入的碳因形核困难，无法以最理想的强化相——金刚石出现。由此引发了一个科学上的创新思考：金刚石小颗粒有没有可能像上述碳原子一样，整体进入钢铁晶体中，并且保留金刚石结构。

为验证这一设想，我们以金刚石纳米颗粒和高纯铁及低碳钢为对象，利用原位透射电子显微镜对加热过程中金刚石的运动过程进行实时观察：当表面附着有金刚石颗粒的钢铁被加热到一定的温度后，其表面氧化膜首先发生分解，暴露出新鲜的铁原子。然后这些铁原子迅速向上扩散覆盖金刚石颗粒的表面，并在界面处形成高达 GPa 量级的毛细应力，金刚石颗粒在此力驱动下被快速“吞没”进钢铁基底中。将分散良好的纳米金刚石覆于工业纯铁、低碳（低合金）钢（如 20 钢、20C 钢）等材料表面，并在普通真空炉中进行加热。冷却至室温后发现：金刚石颗粒能够大量进入到钢铁内部，并且深度可达到纳米金刚石颗粒自身尺寸的数千倍以上（毫米级）。结合第一性原理计算、蒙特卡洛模拟及多维度表征，进一步揭示了纳米金刚石颗粒在钢铁晶体内部运动的微观机制：高温和铁的催化作用下，金刚石表面发生石墨化并部分溶解，在钢铁基底中及纳米金刚石颗粒周围分别形成长程和局部的碳势梯度。在此化学浓度梯度驱动下，金刚石周围的铁沿着金刚石和基底的界面不断上涌并形成一向下局部应力，“推动”着金刚石前进。正是金刚石表面的石墨层为铁原子的界面扩散提供了一个快速通道，使得铁原子沿此通道向上运动的速率能够高于铁晶格中碳原子向下迁移的速率。

由于纳米金刚石具有超高强度、热导率、化学稳定性与低热膨胀系数、低摩擦系数、超高等特点，是一种理想的金属强化粒子。基于上述发现，将纳米金刚石渗入进钢铁材料中，形成钢铁和金刚石的梯度复合材料，可大幅改善钢铁的表面性能，如硬度，导热性和耐磨性等。该研究不仅揭示了一种固体中新的物质传输方式，同时也为制备金刚石强化的梯度钢铁材料提供了新的思路。

**E10-39****高熵材料的设计和强韧化机制研究**王章维<sup>1</sup>

## 1. 中南大学

本报告将介绍高熵合金中的微滑移带强韧化机制 (MBIP)，重点研究高熵合金中变形微观结构的演变，以及微滑移带的形成规律，揭示该强韧化机制形成的必要因素；以及不同晶粒尺寸，析出相大小和变形温度对该强韧化机制形成的影响，从而阐明其加工硬化本质。本报告还将介绍利用高熵合金这一全新的理念，重新设计传统轻质钢，从而得到一种高性能的轻质高熵钢。借助高熵合金的理念，在奥氏体高熵钢中形成了独特的碳化物和 B2 双纳米析出相结合，集成了共格析出的位错切过和非共格析出相位错绕两种强化机制的优势，从而得到了高强度，高韧性，低密度的新型高熵钢铁材料。

## E10-40

## CoFeNi 基非等原子比中熵合金多重析出机制

李慧\*<sup>1</sup>

## 1. 上海大学

本工作设计并通过增材制造的方法制备了一种添加少量 Mo、Al、Cr 的非等原子比 CoFeNi 基中熵合金，通过合适的热处理工艺可形成铁素体基体与多种高密度纳米析出相的微观组织特征。通过扫描电子显微镜 (SEM)，透射电子显微镜 (TEM) 和原子探针层析技术 (APT) 对该合金的微观组织演化进行了分析。合金时效过程中先后析出了富 NiAl 原子团簇、 $\eta$ -NiAlMo 相、基于调幅分解的  $\alpha'$  相，且在制备过程中引入了大量的 AlO 纳米相。这些纳米相在 400°C 时效时具有高度的稳定性，并起到了多重析出强化作用，使合金的硬度值最大达到了 693 HV，且硬度平台大于 200 h。基于微观表征的实验结果，分析了各种析出相的析出机制，及不同析出相之间的交互作用规律。

## E10-41

## 基于相图计算的高耐蚀增材制造高强度不锈钢设计制备

王力<sup>1,2</sup>，董超芳\*<sup>2</sup>

1. 西安建筑科技大学
2. 北京科技大学

高强度不锈钢由于具有较高的强度、较好的塑韧性及耐蚀性广泛应用于航空航天领域。随着装备结构件的复杂化，急需采用增材制造快速制备小型复杂结构件。目前，增材制造高强度不锈钢由于马氏体基体存在高含量纳米级析出相和高密度位错，显著影响其钝化膜均匀性及稳定性，导致高强度不锈钢耐蚀性相对较差。因此，需要针对增材制造高强度不锈钢中相含量及分布进行优化，设计制备高耐蚀高强度不锈钢。本文基于非平衡相图计算，采用增材制造设计制备高耐蚀高强度不锈钢。首先统计增材制造不锈钢合金成分与相组成相互关系，建立增材制造不锈钢非平衡相图；进而，基于非平衡相图相区界面，设计不同奥氏体相含量的增材制造高强度不锈钢合金成分。研究表明，新型增材制造高强度不锈钢获得了 25% 的高奥氏体含量，其中 18% 大块奥氏体分布于熔池界面，7% 薄膜奥氏体分布于马氏体板条间；马氏体板条尺寸细小 (约 2.8  $\mu\text{m}$ )，且基体析出高密度 ( $3.85 \times 10^{24} \text{ m}^{-3}$ ) 纳米级 ( $1.5 \pm 0.2 \text{ nm}$ ) 细小富铜- (富铌、NbN) 析出相。其抗拉强度为 1.44 GPa，断后伸长率为 16.3%。奥氏体表面 Volta 电位高于马氏体基体 15 mV，且并未发现明显的相间低电位区，点蚀电位和电化学阻抗值高于传统类似成分高强度不锈钢，实现了耐蚀性和强韧性的同步提高。该研究成果为新型高耐蚀高强度不锈钢研发提供思路。

## E10-42

## Machine learning-based analysis of the hot deformation behavior of an Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy

Min Bai<sup>1</sup>, Lingfei Cao<sup>1</sup>, Xiaodong Wu\*<sup>1</sup>, Yurong Yang<sup>1</sup>, Songbai Tang<sup>1</sup>

1. chongqing university

Hot deformation of Al-6.3Zn-2.5Mg-2.6Cu-0.11Zr alloy were studied at 623-723K, 0.001-10.0s<sup>-1</sup> using Gleeble 3500. BP-ANN neural network model was developed to predict flow stress and dislocation density. The optimal parameters were determined through thermal processing diagrams as 723K/0.001s<sup>-1</sup>. The correlation method is used to analyze the relationship between thermal deformation parameters and  $\sigma$ ,  $\rho^{\text{gnd}}$ , GB, Ln Z,  $\eta$ , DRX. K-Means clustering trained recrystallization fractions for different  $\eta$ . Results show  $\eta$  positively correlates with softening behavior, dominated by DRV. Three distinct DRX mechanisms were observed based on  $\eta$  values: GDRX and CDRX in Zone I ( $\eta > 0.38$ ); CDRX and DDRX in Zone II ( $0.28 < \eta < 0.38$ ); and DRV in Zone III ( $\eta < 0.28$ ) with potential processing instability.

### E10-43

#### 化学短程有序:从第一性原理到实验表征

罗光雄<sup>1</sup>, 刘文胜<sup>1</sup>, 马运柱<sup>1</sup>, 梁超平\*<sup>1</sup>

1. 中南大学

化学短程有序作为多组元合金的一项重要特征, 在原子尺度上反映了固溶体中不同元素间的化学相互作用。这些原子级的短程相互作用已被证实能够为合金提供额外的强化效应、并在塑性行为等方面起到积极影响。M. Minor 研究表明, 短程有序作用能够大幅改变合金的层错能并影响其早期变形过程。中科院力学所武晓雷团队通过双球差矫正透射电镜等表征手段直接观察到 V-Co-Ni 中熵合金中的 CSRO 以及拉伸变形过程中 CSRO 与位错的强烈交互作用, 表明 CSRO 对塑性变形和强化、应变硬化的重要贡献。

通过先进的表征手段, 合金中的化学短程有序效应已经能够被直接观测。然而, 合金中短程有序作用的来源, 短程作用的温度依赖性和不同元素间吸引/排斥相互作用的机理尚未明确, 因此难以进一步控制合金中的短程有序效应以实现优异的综合力学性能。基于此, 我们从原子间的相互作用出发, 利用第一性原理并结合集团变分法, 从而直接获取合金体系的 Warren-Cowley 短程有序参数和构型熵等数据, 并与双球差矫正透射电镜相结合, 阐明化学短程有序对合金性能的影响。该方法能够优化四元、五元等多组元合金并调控其化学短程有序效应, 目前已成功应用于 W-Ni-Fe-Cu 双相合金及电子封装用 Cu-Au-Ag 合金的制备, 实现合金强度-韧性的同步提升。

### E10-44

#### 中子衍射测量织构分量相关的三维应力方法

翟昊宇<sup>1</sup>, 钟圣怡\*<sup>1,2</sup>

1. 上海交通大学材料科学与工程学院
2. 上海交通大学巴黎卓越工程师学院

了解多晶材料内在的微观力学行为对于调节其力学性能至关重要, 而中子衍射技术利用其无损性, 已被广泛应用于研究微观力学行为。传统中子衍射技术通常只能测确定方向上共享同一衍射平面的全部晶粒的晶格应变。本工作采用了一种新开发的织构组分相关 (TCD) 原位中子衍射方法, 在单个晶体取向的分辨率下获得了织构 CuZnPb 合金的三维应变/应力张量。TCD 方法成功地捕捉到了共享同一衍射平面的不同取向织构分量上的内应力和晶格应变的变化。根据原位中子衍射的结果, Copper 织构在拉伸方向上具有最高的晶格应力 (700 MPa), 而 Cube 织构和 Goss 织构具有最低的应力 (370 MPa)。同时, 通过弹粘塑性自洽 (EVPSC) 模型对不同织构取向分量的微观力学响应进行建模。在加载方向上, 模拟结果与相应的实验结果吻合较好, 但横向应力存在一定偏差。通过晶体塑性有限元建模, 该偏差可能与相邻晶粒有关。通过 TCD 方法测量的单个晶体取向内的应力全张量可以为晶体塑性建模提供了更多的见解。

### E10-45

#### 无序结构材料体系的三维原子结构演变实时研究

罗时峰\*<sup>1</sup>, 黄石<sup>2</sup>, Jiawei Mi<sup>3</sup>

1. 合肥工业大学
2. 西湖大学
3. University of Hull

无序结构材料体系的原子结构缺乏周期性排列, 难以采用透射电镜实时捕捉其三维原子结构演变规律。本文采用同步辐射 X 射线实时衍射实验和数值计算模拟, 系统研究了无序态材料体系(金属玻璃和金属熔体)在外力作用下的三维原子结构重排机制。研究发现, 在高压作用下,  $\text{Cu}_{50}\text{Zr}_{50}$  金属玻璃中 Cu 原子倾向于向 Cu-Cu 原子对靠近, 而 Zr 原子则倾向于 Zr-Zr 原子对靠近, 形成不均匀的原子重排。在单向拉伸作用下,  $\text{Zr}_{41.2}\text{Ti}_{13.8}\text{Cu}_{12.5}\text{Ni}_{10}\text{Be}_{22.5}$  金属玻璃中的 Zr-Zr 原子对在三维原子结构重排过程中起主要作用。在横向和纵向方向上, 短程有序结构和中程有序结构的演变规律存在差异, 表明变形机制的各向异性。此外, 采用此方法系统研究了 Al-Sc 金属熔体的三维原子演变规律, 明确了  $\text{Al}_3\text{Sc}$  相的前驱体以及形核过程。该结果为实时研究无序态材料在外力作用下三维原子结构的演变规律提供了思路。

## E10-46

### 铁电薄膜超快动力学与非线性光学表征研究

李千<sup>1</sup>

1. 清华大学材料学院新型陶瓷与精细工艺国家重点实验室

电介质材料的功能性质取决于其内部的极化动力学性质, 对于后者的研究传统上采用介电谱、红外/拉曼光谱、非弹性中子散射等热力学平衡态表征手段, 这些手段在探测灵敏度、时间/空间分辨率以及模式选择性等方面均存在一定的局限性。近年来随着超快光学、非线性光学等仪器技术的发展, 基于泵浦-探测原理的超快光谱表征手段被逐步引入到新颖电介质材料的研究中, 为材料在非平衡态下的动力学性质提供崭新而独特的视角。本报告将介绍超快表征基本原理、实验装置以及典型研究体系, 并重点讨论本课题组近年来在极性涡旋、极性斯格明子的太赫兹超快动力学以及铁电薄膜非线性光学表征方面取得的研究进展。

## E10-47

### 面心立方纳米结构金属晶界/表面原子扩散动力学的原位透射电镜表征

储淑芬<sup>1</sup>, 刘攀\*<sup>1</sup>

1. 上海交通大学

纳米结构金属材料因具有纳米尺度的微观结构和优异的力学性能而受到广泛关注, 在结构和功能材料领域同时具有巨大的应用潜能。与传统粗晶材料相比, 高晶界/表面体积分数是纳米结构金属的重要结构特征, 探究晶界和表面的演化动力学对理解纳米结构金属的结构稳定性和强塑协同性至关重要。本工作基于原位透射电镜表征技术, 以面心立方结构的纳米多孔金作为模型体系, 探究其在室温下晶界和表面的原子扩散行为。针对大角晶界, 发现非均匀应力驱动的晶界位错发生逐步攀移并在表面湮灭, 导致晶界结构转变和晶粒旋转, 驱动位错攀移的局部压应力达到~3.2 GPa。进一步地, 研究了晶界位错核处的原子扩散路径, 提出位错正攀移可以通过应力诱导位错核处多余半原子面末端两列原子柱的扩散和合并发生, 位错负攀移的原子过程则涉及位错核处一列原子柱的分裂和一列新原子柱的插入; 针对小角晶界, 通过追踪晶界位错的位错核位置, 将其运动路径精确可视化, 揭示了晶界位错在较大法向应力和一定剪切应力的共同作用下发生了高度协同的攀移-滑移耦合行为, 运动轨迹呈现“之”字形并集中在晶界附近。位错在自由表面的形核和湮灭之间达到动态平衡, 有效抑制了晶界迁移和晶粒旋转, 保留了晶界结构稳定性的同时又促进了晶界扩散; 针对表面原子扩散行为, 比较了表面应力驱动下不同取向晶面的原子扩散动力学过程, 定量计算表明除了扩散活化能的影响外, 这种晶面取向依赖的原子扩散行为是导致(111)面的扩散系数大于(001)面的重要原因。上述工作为理解纳米结构金属中晶界和表面的动态结构演化提供了新的见解, 为具有高结

构稳定性纳米结构金属材料的设计提供了理论指导。

## E10-48

### TC18 钛合金裂纹尖端组织结构演化的透射电子显微学研究

陈家轩<sup>1</sup>, 宋淼\*<sup>1</sup>

1. 中南大学

TC18 钛合金是一种具有比强度高、耐腐蚀性好、焊接性优良的高强韧近  $\beta$  钛合金, 常作为结构组件广泛应用于航空航天、国防军事等领域。随着各行各业对金属结构材料综合性能及服役可靠性需求的日益增加, 高损伤容限设计已成为材料优化设计的重要指标, 也是实现绿色循环经济的重点发展方向。因此, 结构材料裂纹演化规律及断裂机制的研究极具科学和工程意义。尽管已有大量关于裂纹演化及材料失效机制的研究, 但当前绝大多数研究仍主要采用扫描电镜对断口进行宏/介观尺度的分析, TC18 钛合金中裂纹的形核与扩展机理、裂纹尖端缺陷与微观组织的作用关系仍不明晰。本文采用准原位与原位的方式在透射样品中引入拉伸或疲劳裂纹, 结合透射电子显微镜与原位力学系统, 研究了单轴拉伸载荷与高频疲劳循环载荷两种不同加载方式下裂纹在片层  $\alpha$  相与  $\beta$  基体等不同微观结构间的作用关系, 阐明了裂纹尖端组织结构演化机制。

本文主要研究内容及结论如下: 采用准原位实验在双相 TC18 合金中引入拉伸裂纹与疲劳裂纹, 探究了裂纹尖端组织结构演化规律。实验结果表明, 拉伸裂纹与疲劳裂纹的产生都经历了  $\beta \rightarrow \alpha$  的相变, 纳米晶到非晶的转化, 以及最终裂纹形核扩展的过程; 拉伸裂纹的偏转主要受片层  $\alpha$  相的强化影响, 疲劳裂纹多次反复偏转与应力诱导  $\alpha$  马氏体相变及循环加载方式有关; 疲劳裂纹更容易在具有高位错密度的  $\alpha$  相短轴半圆形的相界面形核; 此外, 疲劳裂纹尖端的非晶桥联现象也是 TC18 钛合金一种有效的增韧机制。采用原位透射电镜, 在双相 TC18 钛合金  $\beta$  基体、 $\alpha$  片层内引入裂纹, 并探究了不同物相与裂纹演化规律间的关系。研究发现, 在  $\beta$  基体内的裂纹周边, 除了观察到了与准原位研究中相同的结果外, 还观察到准原位实验无法观察到的  $\alpha$  马氏体相变回复现象。不同于  $\beta$  基体, 在  $\alpha$  片层内裂纹扩展过程中并未发生应变诱发纳米晶及非晶的转变, 而位错滑移是主导其裂纹扩展的主要机制。穿相裂纹研究结果发现, 位错易于在相界面形成、塞积, 进而诱发裂纹形核。此外,  $\alpha$  相受应力影响也会发生结构转变。

## E10-49

### 压电晶体材料参数电谐振与超声谐振谱表征技术比较

肖艾玲<sup>1</sup>, 汤立国\*<sup>1</sup>

1. 厦门大学

为了预测温度对压电器件性能的影响, 必须对压电材料全矩阵材料参数的温度依赖特性进行精确表征。通过利用电谐振(ER)技术与超声谐振(RUS)技术表征 Fuji C-213 压电陶瓷弹性和压电常数的温度依赖特性, 对 ER 和 RUS 技术进行了系统比较。在表征过程中, ER 技术往往需要使用 5 块以上的样品, 但是, RUS 技术仅需单块样品。因此, 制备 ER 样品更为耗时, 所需时间约为制备 RUS 样品的 5 倍。此外, 与温度相关的 ER 测量所需时间超过 RUS 测量所需时间的三倍。RUS 技术只能表征具有高机械品质因数的样品, 一般, 需大于 300。RUS 技术在数据处理上需比 ER 技术耗费更多的时间。比较电阻抗谱测量值与根据 ER 和 RUS 结果计算出的电阻抗谱, 可以发现, RUS 技术可以获得比 ER 技术更为精确的材料参数。ER 技术已被广泛用于压电材料的表征, 然而, 由于缺乏用于压电材料参数定征的商业 RUS 软件, RUS 技术尚未得到普及和推广。本研究为压电材料全矩阵参数温度依赖性表征方法的选择提供了参考。此外, 将促进压电材料 RUS 表征技术的发展。

## E10-50

### **In-situ observation of the structure stability of rare earth microelements doped fluorapatite under the electron irradiation**

Shaorong Bie<sup>1</sup>, Dingshun She<sup>\*1,2</sup>, Wen Yue<sup>1,2</sup>, Kunfeng Qiu<sup>3</sup>, Haocheng Yu<sup>3</sup>

1. School of Engineering and Technology, China University of Geoscience

2. Zhengzhou Institute, China University of Geoscience

3. School of Earth Science and Resources, China University of Geoscience

To revealing the recovery performance of the transformation of rare earth elements doped fluorapatite crystal structural, high resolution in-situ TEM has been introduced to investigate the effects of the arrangement and movement of the rare earth atoms and other matrix atoms (e.g. Ca, P, O, F) under 300 KeV electrons irradiation. Experimental results the pure fluorapatite maintains its fundamental grain structure, but due to its sensitivity to electron beams, its crystal orientation invariably alters with changes in the matrix materials. The Eu-doped fluorapatite can observe multiple rounds of whole processes from amorphization to recrystallization and the small grains of fluorapatite with a particle size of 20 nm will forming eventually. Surprisingly, the crystal orientation of Eu-doped fluorapatite is completely consistent with the original crystal orientation. The Y and Er doped fluorapatite transforms from a crystal structure to a polycrystalline state, with edge dislocations adjusting the grain orientation.

#### **E10-51**

### **原位分析技术在新能源材料研究中的应用**

杨贤锋<sup>1</sup>

1. 华南理工大学分析测试中心

原位分析技术在锂电池等新能源相关领域的新材料研发和失效分析中应用广泛，该技术在研究电化学反应过程中材料的结构成分变化时，能获取静态表征方法无法获得的信息，有助于大家深入了解反应机理，为优化材料性能提供重要的参考依据。但是，不同原位分析技术有各自的应用范围和局限性，在使用过程中，我们需要选择合适的方法、设备和参数。在本次报告中，报告人将通过相关案例结合多年的科研和分析测试经验和大家一起探讨在原位分析中需要注意的关键因素，希望能为促进原位分析技术在新能源材料研究中发挥更大的作用尽一分力。

#### **E10-52**

### **钨合金高应变率动态加载变形行为与机制**

黄宇峰<sup>1</sup>

1. 中南大学

#### **E10-53**

### **Crystal plane orientation-dependent surface atom diffusion in sub-10-nm Au nanocrystals**

Junnan Jiang<sup>1</sup>, Shufen Chu<sup>1</sup>, Pan Liu<sup>\*1</sup>

1. Shanghai Jiao Tong University

Surface atom diffusion is a ubiquitous phenomenon in nanostructured metals with ultrahigh surface-to-volume ratios. However, the fundamental atomic mechanism of surface atom diffusion remains elusive. Here, we report in situ atomic-scale observations of surface pressure-driven atom diffusion in gold nanocrystals at

room temperature utilizing high-resolution transmission electron microscopy with a high-speed detection camera. we have successfully captured the instantaneous transition of surface atoms on different crystal planes of Au nanocrystals at atomic-scale. Two distinct diffusion manners on (001) and (111) planes were observed. The topmost layer of atoms on (001) plane diffuse to the base, i.e., the nearby flat surface of the Au nanocrystals in a column-by-column manner. Sequentially, several atom columns collectively inject into the adjacent underlayer. In comparison, atoms on (111) plane directly diffuse to the base rapidly merely in form of individual atomic column. Specifically, although surface dislocation nucleation on (001) plane can accelerate instantaneous atom diffusion, quantitative calculations demonstrated that the diffusion coefficient of (111) plane is approximately one order of magnitude higher than that of (001) plane. This discrepancy originated from the differences in diffusion behaviors and diffusion activation energy. Our findings provide insights into crystal plane orientation-dependent surface atom diffusion in nanostructured metals, shedding light on the atomic-scale mechanisms of diffusion-dominant morphology evolution of nanostructured metals.

### E10-54

#### Study on stress relaxation behavior of pure copper with continuous fibrous structure

Wei Jin<sup>1,2</sup>, Hongfeng Huang<sup>1</sup>, Yupeng Miao<sup>1,2</sup>, Chunlei Gan<sup>\*2</sup>, Lozikov Igor<sup>3</sup>

1. Guilin University of Technology

2. Institute of New Materials, Guangdong Academy of Sciences

3. Institute of Physics and Technology, National Academy of Sciences of Belarus

The microstructure, dislocation density, texture, and recrystallization behavior of continuous fibrous copper after stress relaxation tests at room temperature (25 °C), 100 °C, 150 °C, and 200 °C were analyzed by transmission electron microscopy (TEM), electron back scattering diffracting (EBSD), and X-ray diffraction (XRD). The stress relaxation mechanism of pure copper was revealed. The results show that stress relaxation behavior is very sensitive to temperature. The stress relaxation resistance of continuous fibrous copper was significantly reduced and the stress reduction rate was accelerated with the increase of temperature. After 50h of stress relaxation, the stress relaxation rates at 25°C, 100°C, 150°C and 200°C are 16.7%, 22.6%, 25.8% and 29.8%, respectively. Meanwhile, the deformation energy storage gradually decreases from 0.33 MJ/m<sup>3</sup> to 0.25 MJ/m<sup>3</sup>. The stress relaxation process of pure copper is accompanied by the decrease of dislocation density, the disappearance of deformation twins, the increase of recrystallization and large angle grain boundaries, and the transformation from Goss texture, Copper texture, Brass texture and S texture to Cube texture. By using the three-order delay function, it is determined that the deformation mechanism in the stress relaxation process of pure copper is the creep controlled by dislocation slip, which is the main cause of stress relaxation of pure copper with continuous fibrous structure.

### E10-55

#### Ce 添加对 Al-Yb-Er-Zr 合金第二相溶解析出行为的影响

李泽宇<sup>1</sup>, 肖代红<sup>\*1</sup>, 吴名冬<sup>1</sup>, 黄兰萍<sup>1</sup>, 王娟<sup>2</sup>, 刘文胜<sup>1,2</sup>

1. 中南大学粉末冶金研究院

2. 中南大学高等研究中心

为了研究极低固溶度、非 L12 结构形成元素 Ce 对 Al-0.2Yb-0.2Er-0.2Zr 合金第二相溶解析出行为的影响,在 Al-0.2Yb-0.2Er-0.2Zr 及 Al-0.2Ce-0.2Yb-0.2Er-0.2Zr(wt.%)合金中进行温度范围为 150-625°C(25°C/1h)的等时退火、以及 500°C下的等温退火,采用显微硬度、电导率测试、SEM、TEM 及 APT 等手段对样品进行硬度、电导率的测量和微观组织的观察。结果表明,两种合金在等时退火过程中均表现出双峰强化规

律, Al-Ce-Yb-Er-Zr 合金退火至 250°C 时达到第一峰峰值硬度 27.5Hv, Al-Yb-Er-Zr 于 275°C 达到峰值硬度 26.9Hv。第一峰强化效果是由弥散析出的 L1<sub>2</sub> 结构 Al<sub>3</sub>(Yb, Er, Ce) 引起, 两种合金具有相近的粒子尺寸、数密度和体积分数。Al-Ce-Yb-Er-Zr 合金等时退火至 500°C 时达到第二峰峰值硬度 31.1Hv, 而 Al-Yb-Er-Zr 合金于 525°C 达到峰值硬度值 28.1Hv。第二峰的强化效果由于在铝中弥散析出 L1<sub>2</sub> 型核壳结构 Al<sub>3</sub>(Yb, Er, Ce), Zr) 粒子。Al-Ce-Yb-Er-Zr 合金析出相体积分数约为 Al-Yb-Er-Zr 合金的四倍。Al-Ce-Yb-Er-Zr 合金等温退火约 30 小时即可达到电导率稳定值 53.8 %IACS, 硬度值同时达到高点 31.7 Hv; Al-Yb-Er-Zr 合金则需要约 50h 达到电导率稳定值 56.6 %IACS, 硬度值最大值为 28.6Hv。峰值退火态 Al-Ce-Yb-Er-Zr 合金中弥散相尺寸更小, 数密度约为 Al-Yb-Er-Zr 合金的两倍。因此, Ce 添加显著提高了 Al<sub>3</sub>(Yb, Er, Ce), Zr) 弥散粒子的析出效率和数密度, Al-Ce-Yb-Er-Zr 合金表现出更快的退火硬化响应以及更高的硬度值。

## E10-56

### 镍基高温合金 CMSX-4 成分标准样品研制与定值技术研究

陈雄飞, 王昭颖

国标(北京)检验认证有限公司

国合通用测试评价认证股份公司

随着镍基高温合金纯净化制备及微合金化研究需求的不断增加, 对高温合金中痕量杂质元素的分析检测已从传统的“无害元素”扩展到几十种。本文针对目前镍基高温合金中痕量杂质元素检测方法缺乏、标准体系不完善等问题, 以第二代镍基单晶高温合金 CMSX-4 为研究对象, 通过真空感应熔炼+气雾化制粉工艺, 研制了镍基高温合金痕量元素化学分析用标准样品, 突破了候选物料中 30 种杂质元素的定量添加与均匀化制备技术, 同时配套开发了基于高分辨等离子体质谱和电感耦合等离子体串联质谱技术的定值分析方法, 实现了 30 种杂质元素的准确分析。本文的研究工作将为提升我国镍基高温合金纯净化制备技术、实现进口母合金的国产化替代提供重要的技术支撑。

## E10-P01

### Unveiling interfacial structure of c-axis oriented wurtzite ZnO film epitaxially grown on $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(11-20)

substrate

Lu Lu<sup>1</sup>, Weiwei Meng<sup>2</sup>, Shao-Bo Mi<sup>\*1,3</sup>

1. Ji Hua Laboratory

2. South China Academy of Advanced Optoelectronics, South China Normal University

3. Foshan University

Understanding microstructural properties of the heterosystems of wurtzite-structured films epitaxially grown on sapphire substrates is of great importance for exploring the polarization characteristics of the wurtzite-structured films (e.g., ZnO and GaN) and tailoring the performance of relevant functional devices.[1,2] Particularly, the heterointerfaces and planar faults (e.g., inversion domain boundaries (IDBs)) strongly affect the electrical properties of the film.[3,4] Nevertheless, the heterointerface structure and propagation of IDBs in the wurtzite-structured films on sapphire substrates remain unclear.

In the present work, ZnO film was prepared on (11-20)  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> substrate by pulsed laser deposition using a KrF excimer laser (wavelength 248 nm, pulse length 25 ns, pulse frequency 10 Hz, and fluence 2.5 J/cm<sup>2</sup>). During thin-film deposition, an oxygen partial pressure of 0.2 Pa and the substrate temperature about 670 °C were applied. The atomic-resolution transmission electron microscopy images of the (0001)ZnO/(11-20) $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> heterostructure were recorded on a Thermos Fisher Scientific Themis Z microscope equipped with an image corrector, operated at 300 kV. A small negative spherical aberration (CS) value (-15  $\mu$ m) and positive defocus were chosen to satisfy the negative spherical aberration imaging (NCSI) conditions.

The film-substrate orientation relationship has been determined as (0001)[-1-120]ZnO//[(11-20)[0001] $\alpha$ -

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, indicating that c-axis oriented ZnO film forms on the (11-20)  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> substrate. At the ZnO/ $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> heterointerface, two types of oxygen-terminated  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (11-20) surface appear and lead to the formation of different heterointerface structures. We determined that the polarity of the ZnO film depends on the structure of the heterointerface. The IDBs form due to the coalescence of the adjacent ZnO domains with opposite polarity. Moreover, O-O-type IDB kinks have been experimentally discovered and the depolarization of IDB kinks occurs, which has been evaluated by theoretical calculations. Our findings provide a better understanding of the interfacial phenomena of polar semiconductor films prepared on (11-20) $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> substrates.

This work was financially supported by the Basic and Applied Basic Research Major Programme of Guangdong Province, China (No. 2021B0301030003).

[1] Z.L. Wang, J.H. Song, Science 312 (2006) 242–246.

[2] E.M. Kaidashev, M. Lorenz, H. von Wenckstern, A. Rahm, H.C. Semmelhack, K.H. Han, G. Benndorf, C. Bundesmann, H. Hochmuth, M. Grundmann, Appl. Phys. Lett. 82 (2003) 3901–3903.

[3] Y.F. Yan, M.M. Al-Jassim, Phys. Rev. B 69 (2004) 085204.

[4] J.E. Northrup, J. Neugebauer, L.T. Romano, Phys. Rev. Lett. 77 (1996) 103–106.

## E10-P02

### 聚甲基丙烯酰亚胺后固化动力学及性能研究

陈原<sup>1</sup>, 陈可平\*<sup>1</sup>

1. 中国工程物理研究院化工材料研究所

聚甲基丙烯酰亚胺 (PMI) 泡沫是一种几乎 100% 闭孔的硬质泡沫塑料。由于主链上的六元酰亚胺环, 其具有突出的化学稳定性、热稳定性和优异的力学性能, 因此被广泛地应用于航空航天、交通运输等领域。在 PMI 泡沫的制备过程中需经历后固化阶段, 该阶段存在多个环化反应和交联反应, 这些化学反应特别是酰亚胺环化反应是 PMI 优异性能的重要来源。因此研究 PMI 在后固化阶段的化学反应动力学对提升其性能和应用范围具有重要意义。

本研究利用差示扫描量热仪 (DSC)、原位加热傅里叶变换红外光谱 (FTIR) 和宽频介电谱研究了以  $\alpha$ -甲基丙烯酸 (MAA) 和  $\alpha$ -甲基丙烯腈 (MAN) 为单体聚合制备的聚甲基丙烯酰亚胺 (PMI) 的后固化反应过程。通过 DSC 发现在该温度区间内存在三组不同的固化放热反应。反应区间分别为 140°C-160°C; 150°C-200°C, 180°C-260°C, 以中间放热过程放热量最为突出。对于化学基团变化, 通过原位加热红外发现在较低固化温度下 (160°C) 酸酐环化反应较酰亚胺环化反应更易发生, 固化过程中生成的酸酐较多, 随着反应温度的升高酰亚胺环的含量逐渐提高, 在较高温度下 (220°C) 酸酐环出现了分解和转变但酰亚胺并未出现类似情况。与之相应的, PMI 在宽频介电谱的测试中展现出了其复介电模量虚部变化与后固化温度的依赖性。

## E10-P03

### 高强度钛合金 Ti-6.5Mo-2.5Cr-2V-2Nb-1Sn-1Zr-4Al 两相残余应力的测定与分析

王月玮<sup>1</sup>, 王浩鑫<sup>1</sup>, 姜亦柔<sup>1</sup>, 李浩哲<sup>1</sup>, 马志豪<sup>1</sup>, 张晖\*<sup>1</sup>

1. 西安交通大学物理学院

Ti-6.5Mo-2.5Cr-2V-2Nb-1Sn-1Zr-4Al 是一种新型超高强韧的亚稳态  $\beta$  钛合金。经固溶强化处理后, 其极限抗拉强度可超过 1350MPa。该合金中的  $\alpha$  相占有一定比例, 对性能影响不可忽略。这种材料在应用中常需进行冷加工强化, 引入残余应力, 以提高使用性能。本文使用 X 射线全峰拟合法定量测定了两相含量, 标定  $\alpha$  与  $\beta$  相分别占 24.24% 和 75.76%。与电子背散射衍射 (EBSD) 标定的结果 ( $\alpha$  与  $\beta$  相分别占 21.16% 和 78.84%) 相比, X 射线全谱拟合相定量分析更易操作, 且具有更优的宏观统计性。本文通过四点弯曲加载、应变仪监测加载和原位 X 射线衍射标定了  $\beta$ (321) 的 X 射线应力常数, 标定结果为  $K=-303.37\text{MPa}^\circ$ 。

经过计算分析,试样的残余应力为 64.3MPa,其中  $\alpha$  相的残余应力为-271.9MPa, $\beta$  相的残余应力为 174.2MPa。研究表明,该合金中两相残余应力的类型、大小均不相同,总体残余应力不能用单一某相的残余应力代替。

## E10-P04

### **Study on superplastic deformation mechanisms of a banded-grained 2A97 Al-Cu-Li alloy by using quasi-in-situ SEM**

Guotong Zou<sup>1</sup>, Lingying Ye<sup>\*1,2,3</sup>, Jun Li<sup>1</sup>, Zhixin Shen<sup>1</sup>

1. School of Materials Science and Engineering, Central South University

2. Key Laboratory of Nonferrous Metal Materials Sciences and Engineering, Ministry of Education, Central South University

3. Nonferrous Metal Oriented Advanced Structural Materials and Manufacturing Cooperative Innovation Center, Central South University

Superplastic forming (SPF) technology can trace its roots back to the middle of the 20th century, which is used to produce complex metallic parts with near-net shapes in aerospace, automobile, and machinery industries. The research of superplastic deformation mechanisms is the foundation to promote the commercial application of SPF. In this work, the rolled 2A97 Al-Cu-Li alloy with initial banded-grained microstructure was subjected to superplastic deformation investigation. The quasi in-situ surface observation based on FIB etching was used to elucidate the superplastic deformation mechanism at a large true strain range (from 0 to 1.61). The results showed that the banded grains transformed into equiaxed grains due to dynamic recrystallization during deformation, accompanied by texture spreading, misorientation distribution randomization, and dislocation density reduction. The superplastic deformation process can be divided into two stages according to the microstructure characteristics and deformation mechanisms. In the primary deformation stage, the alloy was mainly composed of banded-grained structures, the intragranular dislocation slip (IDS) dominated the deformation and accounted for 54.1% contribution to the total deformation. When the true strain raised to 1.1, the deformation entered the second stage where the equiaxed grains became dominant, the grain boundary sliding became the main deformation mechanism and accounted for 54.4% contribution to the total deformation. A modified Ashby–Verrall model accompanied by IDS is suggested, which plays a crucial role in the superplastic deformation of the studied alloy.

## E10-P05

### **Evaluating the severity of natural aging by analyzing microstructural degradation and changes in mechanical properties in carbon steels**

Nayte Guadalupe López Sánchez<sup>\*1</sup>, Manuel Alejandro Beltrán Zuñiga, Diego Israel Rivas López<sup>1</sup>

1. Instituto Politecnico Nacional

A comprehensive method to estimate the extent of degradation in aged microstructures (following long-term service) and the associated damage from natural aging has not been fully developed. Therefore, this study aims to quantitatively assess the microstructural degradation due to the aging process in low carbon steels, focusing on aging severity. Experimental samples from a carbon steel were subjected to isothermal heat treatment at 500°C for various durations to simulate the natural aging degradation process. The artificially aged microstructures and resulting properties were found to be similar to those in a carbon steel retired after long-term service. Consequently, the procedural framework developed in this study is proposed as a method for determining the severity of natural aging degradation in carbon steels subjected to extended long-term service. This assessment is performed using an analysis method based on image processing to examine the degraded microstructures. The

developed program calculates the pearlite spheroidization percentage by converting a scanning electron microscopy (SEM) metallography image into a binary format using a morphological image processing algorithm.

## E10-P06

### 利用超快电子衍射研究二维钙钛矿材料的结构动力学

张昊<sup>1</sup>, Aditya D. Mohite\*<sup>1</sup>

1. Rice University / 莱斯大学

超快电子衍射是在皮秒 ( $10^{-12}$  s) 时间尺度下可视化半导体非平衡晶格变化的有效工具。它为我们理解电荷载流子与晶格自由度之间的相互作用提供了丰富的物理图像。在这里, 我们通过追踪高密度光激发后电子衍射图案的演变, 实现了对二维钙钛矿晶体中结构变化的直接观察。我们对布拉格峰强度的分析揭示了光诱导下减小的晶格畸变, 源自于晶体中电子空穴等离子体与钙钛矿晶格之间的显著相互作用。这种相互作用促使钙钛矿八面体在平面内朝着更对称的相位产生微小旋转。最后, 我们展示了通过选择合适的有机层, 可以通过调节二维钙钛矿的刚度来改变载流子气体与晶格之间的相互作用。

Ultrafast electron diffraction is an efficient tool for direct visualization of the non-equilibrium lattice properties in a semiconductor at picosecond time scale. Such measurement rich physical insights in understanding the interaction between charge carriers and lattice degrees of freedom. In this research, we achieve a direct observation of the structural changes in monocrystalline 2D perovskites by monitoring how the electron diffraction pattern evolves after high-density photoexcitation. Our analysis of Bragg peaks intensities dynamics uncovers a rapid light-induced reduction in antiferro-distortion, driven by a significant interaction between the electron-hole plasma and the perovskite lattice. This interaction prompts an in-plane rotation of octahedra towards a higher symmetric phase. Finally, we show that the interaction between carrier gas and lattice can be altered by tailoring the rigidity of the 2D perovskite by choosing an appropriate organic spacer layer.

[1] Zhang, H. et al. Ultrafast relaxation of lattice distortion in two-dimensional perovskites. *Nat. Phys.* 19, 545–550 (2023).

## E10-P07

### 单晶钽在静态压缩和动态塑性变形下的微观组织和孪生行为

丁玉萍\*<sup>1</sup>, 李绮<sup>1</sup>, 卢林宇<sup>1</sup>

1. 重庆大学

对{100} ([100]//加载方向), {110} ([110]//加载方向) 和 {111} ([111]//加载方向) 三种不同取向的单晶钽(Ta)分别进行准静态压缩和不同应变速率的动态塑性变形 (DPD)。系统研究单晶 Ta 变形后的微观组织演变, 力学性能和孪生行为。结果表明, 三种样品的屈服强度和流动应力均随应变速率的增加而增加, {100}单晶在  $10^{-2}/s^{-1}$  和  $4000/s^{-1}$  的应变速率下, 屈服强度由 221 MPa 增加为 605 MPa。此外, 所有样品的屈服强度和流动应力具有取向相关性, {111}显示出最高的屈服强度和流动应力, 其次是{100}和{110}。变形条件对{112}<111>孪晶的数量和分布有显著影响。随着应变速率的增加, 孪晶数量显著增加。此外, 随着变形量的增加, 孪晶数量先增加后减少。{110}取向逐渐从{110}转变为{100}和{111}混合取向, 孪晶由狭窄的薄片状变为粗大的条状最后消失。经过计算发现, DPD 条件下孪晶变体的选择不仅遵循施密特定律, 还受到应变协调的影响。本文的研究进一步加深对 Ta 动态变形机制的理解, 有利于开发多晶体的晶体塑性模型。

## E10-P08

### In-situ surface study of the mechanism of high temperature deformation in an Al-Cu-Li alloy

Jun Li<sup>1</sup>, Lingying Ye\*<sup>1</sup>, Xiaodong Liu<sup>1</sup>, Yu Dong<sup>1</sup>

## 1. Central South University

The 2195 Al-Cu-Li alloy manufactured by thermomechanical processing is able to elongate for several hundred percent. However, it sometimes shows an unexplained abnormally low elongation when stretched at high temperatures and low strain rates. In this work, the microstructure evolution and deformation mechanism of non-recrystallized Al-Cu-Li alloy after high temperature stretching were studied. The results show that the inhomogeneous grain structure is the main factor affecting the elongation. Through high resolution surface studies of focus ion beam, the results show that Intragranular dislocation slip provides up to 57% of the total strain, and grain boundary sliding plays an accommodating role.

**E10-P09****RPV 钢中富 Mn/Ni/Si 相析出过程中原子间相互作用的研究**刘雪晴<sup>1</sup>, 孙孟\*<sup>1</sup>

1. 中科院合肥物质科学研究院固体物理研究所

反应堆压力容器 (RPV) 是轻水反应堆的关键部件, 决定了核电站能否正常运行, 而富 MnNiSi 团簇是造成 RPV 钢硬化脆化的关键因素之一。本研究针对低铜 RPV 钢中富 MnNiSi 团簇形成与长大的机制等科学问题, 采用内耗技术并结合微结构表征、理论计算等方法, 对 Fe-1.6Mn-1.0Ni-0.2Si (wt%) 合金中 C 原子与 Mn/Ni/Si 原子在时效过程中的相互作用进行研究。内耗结果表明, 在 54 °C 和 75 °C 观察到 P1 和 P2 两个 Snoek 峰: P1 是 Fe-C-Fe 中的 Snoek 弛豫和 Fe-C-Mn 中的 Snoek-弛豫的叠加, 而 P2 是 Fe-C-Ni (Si) 中的 Snoek 弛豫。根据 Snoek 峰的高度随时效时间的变化, 发现 C 原子在时效过程中首先与取代溶质原子 (Mn、Ni、Si) 结合, 然后在 600 °C 时效 20 小时后在晶界处共沉淀为 MnSiC 团簇。这项工作为研究 RPV 钢中间隙替代原子对的弛豫和 MnNiSiC 团簇沉淀的无损检测提供了参考。

**E10-P10****氧掺杂 TiV 基轻质多主元合金的内耗及力学性能研究**王兴岗<sup>1</sup>, 孙孟\*<sup>1</sup>, 王先平<sup>1</sup>, 方前锋<sup>1</sup>

1. 固体物理研究所

TiV 基轻质多主元合金 (MPEAs) 由于其优异的高温强度、高温耐蠕变、抗氧化以及低中子截面等特性有潜力成为一种新型的航空航天材料以及核材料。本研究设计了 NbTiV0.5Zr 合金, 系统研究了氧 (O) 掺杂对材料内耗以及力学性能的影响。结果表明, O 的加入可诱导两个额外的内耗峰 (PO1 和 PO2), 分别对应于随机固溶结构和 Ti-Zr 长程化学有序结构中的 O-Snoek 型内耗峰; 同时, O 的加入也会使晶界弛豫峰 (PG) 向高温移动。基于对内耗峰机制的研究, PO1、PO2 以及 PG 可以分别用于表征 O 原子在不同结构中 (随机固溶、化学有序、晶界) 的相对配分, 这相较于电镜和三维原子探针技术不仅使不同含 O 结构的相对含量更具统计性, 而且还能反映 O 原子的热力学信息。通过权衡 PO2 和 PG 内耗峰的强弱, 制备出了兼具出色的比屈服强度和高延伸率的轻质 TiV 基多主元合金。这项工作为研究间隙原子掺杂 MPEAs 的内耗研究提供了重要参考, 且有助于轻质 MPEAs 的整体设计。

**E10-P11****基于扫描电镜建立的 Cu-Ni<sub>3</sub>Al 合金组织单元定量计算  $\gamma'$  相体积分数的方法**赵孟欣<sup>1</sup>, 程啸林<sup>1</sup>, 赵亚军\*<sup>1</sup>, 董闯<sup>1</sup>

1. 大连交通大学

析出相的体积分数对于研究合金微观组织演变和性能的关系至关重要, 但目前析出相体积分数的准确

测定仍然比较困难。本文以 5 种不同  $\gamma'$  析出相含量和形貌的 Cu-Ni<sub>3</sub>Al 合金为研究对象, 基于扫描电镜图像计算析出相体积分数所存在的误差问题, 提出一种析出相组织单元模型, 通过计算组织单元内析出相体积分数, 得到合金析出相体积分数与析出相半径和间距的关系。由扫描图像得到的析出相半径和间距计算  $\gamma'$  相体积分数, 计算结果与  $\gamma'$  相成分理论值接近, 为其测量提供了一种理论结合实验的全新方法。

## E10-P12

### 激光粉末床熔融 Al-Mn 系合金的组织 and 性能研究

李丹<sup>1</sup>, 宋淼<sup>1</sup>, 陈超\*<sup>1</sup>

1. 中南大学

铝合金具有轻质、高比强度等优点, 广泛应用于汽车和航空航天飞行器的轻量化承载结构。随着汽车发动机和飞行器舱内电子设备的功率不断提高, 对铝合金构件的耐热性能提出了更高的要求。本研究选用具有优异固溶强化效应且扩散速率低的 Mn 作为主合金元素, 并引入低固溶度和低扩散系数的组元 Fe、Sc 和 Zr 元素, 采用激光粉末床熔融技术 (L-PBF) 成形 Al-Mn-Fe-Sc-Zr 合金。其中 Sc、Zr 元素引入的初生 Al<sub>3</sub>(ScZr) 粒子作为异质形核剂有效构筑了粗细晶交替的异质结构, 时效后并在合金引入热稳定性良好的纳米强化相粒子。传统合金的杂质 Fe 元素在 L-PBF Al-Mn-Fe-Sc-Zr 合金中, 提升共晶相的体积分数, 并增加纳米 Al<sub>6</sub>(Mn, Fe) 相的形核位点, 高温下可降低共晶相的粗化速率, 这有助于构造具有优异高温稳定性的耐热铝合金。基于以上慢扩散合金组元的固溶强化以及沉淀强化的耦合作用, 获得了 250°C 抗拉强度 322MPa; 300°C 抗拉强度 273MPa; 350°C 抗拉强度 196MPa 的增材制造耐热铝合金。

## E10-P13

### 纳米银铂结构及其抗菌抗氧化性能表征

周弘康\*<sup>1</sup>, 王伟杰<sup>1</sup>

1. 中南大学

纳米银及纳米铂金颗粒胶体溶液是目前最佳的催化剂以及抗氧化剂之一, 纳米银铂颗粒因具备粒径小、活性性强、稳定性高、环保、无毒等特点而备受关注, 是催化和生物医学应用的上佳备选材料。其既能抗菌抑菌, 又能在细胞内减少氧自由基, 可以作为细菌感染和氧自由基引起的多种疾病的潜在治疗手段。本研究主要初步探索新合成的纳米银铂混合材料的抗菌和抗氧化性功效。首先, 通过电子显微镜、能谱仪、Zeta 电位仪对纳米银铂混合材料进行了表征。其次, 通过最小抑菌浓度 (MIC) 实验、最小杀菌浓度 (MBC) 实验、抑菌圈实验显示纳米银和纳米铂在 1:2 质量配比时具有最佳对耐药金黄色葡萄球菌和铜绿假单胞菌的抗菌效果。第三, 通过 DPPH 自由基清除实验表明纳米银铂混合材料具有良好的清除自由基的功能; 然后成骨细胞和肺泡上皮细胞活性实验研究发现纳米银铂混合材料具有较低的细胞毒性; 在含有纳米银铂的培养液中培养的细胞在培养 48 小时后比无纳米银铂混合材料培养液培养的细胞在加入 0.5mM 双氧水刺激后具有显著更高的细胞存活率。我们的研究表明纳米银铂混合材料具有良好的抗菌抑菌和清除氧自由基的功效, 同时具备较低水平的细胞毒性, 在未来运用于抗耐药菌引起的感染和降低炎症及其继发组织损伤引起的细胞高活性氧水平具有很好的应用前景。

## E10-P14

### 铝合金中纳米析出相成分分布与预测

罗海玉<sup>1</sup>, 刘文胜<sup>1</sup>, 马运柱<sup>1</sup>, 梁超平\*<sup>1</sup>

1. 中南大学轻质高强结构材料国家级重点实验室

通过 L1<sub>2</sub> 有序相进行纳米析出强化是提高先进铝合金性能的最有效方法之一, 而 L1<sub>2</sub> Al<sub>3</sub>X 中 Al 原子和 X 原子在基体和有序相中的扩散决定了析出相的演变行为。然而, 缺乏 L1<sub>2</sub> Al<sub>3</sub>X 相的原子扩散系数,

不仅会导致对  $L1_2 Al_3X$  析出行为的模糊甚至错误理解, 还影响了有限元、相场模拟等方法对材料扩散及其后续响应的准确描述。本工作通过第一性原理计算, 获得 X 原子在 Al 基体及  $L1_2$  相中的扩散系数, 结合有限元方法, 多尺度模拟研究了不同 Al-X 合金中  $L1_2$  纳米析出相及其核壳结构元素成分随温度和时间分布的分布规律。结果表明, 在 IVB 族元素 (Ti, Zr, Hf) 中, Zr 原子在 Al 基体中扩散最快, 而其在  $L1_2$  相中扩散最慢, 相比  $L1_2 Al_3Ti$  和  $Al_3Hf, Al_3Zr$  纳米粒子在有限元模拟中成分分布状态展现出最佳稳定性; 在  $Al_3(Sc, Zr)$  核壳结构中, Sc 在 Al 基体中的扩散快于 Zr 是核壳结构粒子形核顺序的主导因素, 而 Sc 在  $Al_3Sc$  中的扩散慢于 Zr 在  $Al_3Zr$  中的扩散是决定核壳界面迁移方向的主导因素。本次工作为实验中观测到 Zr 是铝合金中最有效的 IVB 过渡金属强化元素及  $Al_3(Sc, Zr)$  核壳界面向核区迁移的现象提供了理论解释, 强调了  $L1_2 Al_3X$  相中原子扩散对纳米析出相演变的关键作用, 也为合理设计析出强化合金提供了一种理论指导。

## E10-P15

### Zn 含量对 Al-Ce-Mg 合金组织性能的影响

张海洋<sup>1</sup>, 吴名冬<sup>1</sup>, 李泽宇<sup>1</sup>, 肖代红\*<sup>1</sup>, 刘文胜<sup>1</sup>

1. 中南大学

随着航天航空、轨道交通等领域发展, 对耐热铝合金的需求量快速增长。基于 Al 和 Ce 在 642 °C 的共晶反应设计的 Al-Ce 系合金, 因其优异的热力学稳定性与铸造性能引起了人们的广泛关注。但现有共晶 Al-Ce 合金由于较低的室温力学性能, 限制了其在高温领域的广泛应用。本文通过铸锭冶金制备了不同 Zn 含量的 Al-10Ce-3Mg 合金, 经均匀化、热挤压及固溶时效处理, 采用金相观察 (OM)、扫描电镜 (SEM)、电子探针 (EPMA)、透射电镜 (TEM) 及拉伸性能测试, 研究了 Zn 含量对合金的显微组织与力学性能影响。结果表明: 铸态 Al-Ce-Mg-Zn 合金由  $\alpha$ -Al,  $Al_{11}Ce_3$  共晶相以及  $Al_{11}Ce_3$  初生相组成,  $Al_{11}Ce_3$  相的体积分数随 Zn 含量增加而增加, 当 Zn 添加量增加到 5 wt.% 时,  $Al_{11}Ce_3$  相中形成了规则分布的针状  $Al_2CeZn_2$  相, 挤压后  $Al_{11}Ce_3$  相破碎, 表面出现高密度微裂纹和孪晶。铸态合金晶粒大小随 Zn 含量增加有所减小, 含 5 wt.% Zn 合金晶粒最小为  $209 \pm 93 \mu m$ ; 挤压过程中合金发生明显的再结晶现象, 晶粒尺寸急剧减小。Zn 含量增加导致合金中第二相强化和固溶强化效应增强, 铸态合金抗拉强度增加, 伸长率减小; 挤压后合金强度增加, 塑性得到改善; 热处理后由于基体析出纳米强化 T 相, 合金强度进一步增加。合金在 200-300 °C 下的强度随 Zn 含量增加而增加, 合金在高温下具有较好的抗拉强度保持比, 表明其具有较好的耐热性。

## E10-P16

### 体心立方钨的准等熵拉伸行为的取向依赖性的分子动力学模拟研究

冷延春<sup>1</sup>, 刘文胜<sup>1</sup>, 马运柱<sup>1</sup>, 梁超平\*<sup>1</sup>

1. 中南大学轻质高强结构材料国家级重点实验室

钨以其高熔点、优异的高温强度等优势在航空航天、核能和弹药领域得到广泛关注。在极端环境中, 钨会受到高温、高压和高应变率冲击载荷的影响, 详细了解层裂机制对于钨材料在武器爆炸和高速撞击场景中的应用至关重要。分子动力学模拟可以揭示原子尺度的结构演变, 弥补短时间间隔内实验观测的不足, 使其成为研究材料动态损伤行为的优秀研究工具。本项研究利用分子动力学模拟研究了单晶钨在极端应变率 ( $10^9 s^{-1}$ ) 下的动态力学响应行为和相应的原子机理, 结果表明晶体取向在应力-应变关系中起着重要作用。我们的研究结果不仅为高应变率下钨层裂过程中的各向异性力学行为提供了原子层面的解释, 而且也为理解从激光冲击实验中观察到的各种塑性变形行为提供了帮助。

## E10-P17

### Theoretical screening for electronic and solvation characteristics of common molecules as electrolyte additive for alkali metal batteries

曹宇轩<sup>1</sup>, 龚浩然<sup>1</sup>, 梁超平\*<sup>1</sup>

## 1. 中南大学

This work employs semiempirical molecular orbital methods to evaluate the electronic and solvation characteristics of five common molecules as electrolyte additive for alkali metal batteries. The highest occupied molecular orbital (HOMO) and the lowest unoccupied molecular orbital (LUMO) suggest that 1,2-dimethoxyethane(DME), 1,2-diethoxyethanes (DEE) and 1,3-dioxolane (DOL) have suitable redox activity for electrochemical process. However, after binding with one Li ion, DME distinguishes itself as a more promising electrolyte additive for alkali metal batteries. The solvation structure of DME with alkali metal ions is investigated. The geometric relaxation and electronic transfer imply that partial crystallization happens as the number of DME reaches the saturation point (maximum three DMEs). This crystallization improves the electrochemical stability and mediates the redox activity. In addition, fluorination of DME could enhance DME's oxidation resistance and chemical stability, and partial fluorination with 4 F atoms (F4DME) has the optimum properties. On the other hand, fluorination destabilizes the solvation structures with alkali metal ions, and reduces the saturated DMEs from three to two. The desolvation tendency and enhanced binding energy provide a viable way to tune the electrochemical performance of solvent, and thus enable a balance between chemical stability and electrochemical kinetics.

**E10-P18****硅藻土/SBR 复合改性沥青及其混合料性能及微观机制研究****Evaluation on properties of diatomite/SBR composite modified asphalt and mixture**李嶝<sup>1</sup>

## 1. 成都理工大学

近年来,硅藻土以其来源广泛、低碳环保、价格低廉、技术性能优良等优点,成功地应用于沥青改性。然而,已有研究指出硅藻土改性沥青存在低温性能改善不足的问题。因此,本文研制了硅藻土/SBR 复合改性沥青(DSA)及其混合料,通过沥青常规试验、动态剪切流变试验(DSR)、弯曲蠕变劲度试验(BBR)及混合料性能试验,考察了 DSA 的物理性能、高低温流变性能及其混合料的路用性能优劣。另外,还通过红外光谱(FTIR)、凝胶渗透色谱(GPC)、荧光显微图像(FM)和扫描电镜(SEM)分析了 DSA 及其混合料的微观结构及化学组成的变化规律。结果表明: DSA 高温流变性能较为优越,与基质沥青、硅藻土改性沥青相比,抗车辙因子分别提高 90%与 10%以上; DSA 低温流变性能最佳,较基质沥青、硅藻土及 SBS 改性沥青,弯曲劲度模量分别降低约 10%、30%、7%,蠕变速率分别增大约 19%、26%、15%; DSA 混合料低温和水稳性能最佳,较基质沥青、硅藻土及 SBS 改性沥青混合料最大弯拉应变分别提高 93%、194%、12%,残留稳定度分别提高 15%、0.5%、5.8%;硅藻土和 SBR 在沥青中没有发生复杂的化学反应,以物理共混为主;硅藻土和 SBR 的加入可以增大沥青的重均分子量和多分散性系数,提升沥青的高温性能;复合改性剂在 DSA 及其混合料中均匀分布并连成网状结构,微观结构优异,改性效果比较好。

**E10-P19****用于低级能量收集的自修复柔性热电复合材料的结构设计和性能调控**宋艺曦<sup>1</sup>, 曾炜\*<sup>2</sup>, 容敏智\*<sup>3</sup>, 章明秋\*<sup>3</sup>

1 中山大学分析测试中心

2 广东省科学院化工研究所 广东省工业表面活性剂重点实验室

3 中山大学 化学学院 聚合物复合材料及功能材料教育部重点实验室

在过去的几十年里,柔性电子设备得到了高速发展,这些柔性电子设备在工作时,需要供电装置为其

供电才能正常运行，而传统的电源不仅刚性而且空间体积大，难以应用于可穿戴电子设备领域，因此发展柔性的供电装置及其重要。在众多的供电装置中，柔性热电材料由于具有寿命长、可靠性高、工作时无噪音、无旋转机械设备以及不产生有毒有害物质等的优点，近十几年来备受关注。人体是一个源源不断的能量来源，柔性热电器件应用于可穿戴电子设备领域，利用人体体温与外界环境的温差来实现由热变为电的能量转换，既低碳环保又简单便利。

此外，柔性热电材料在加工和使用过程中难免遭受刮擦等外部机械损伤，如果不能及时发现并予以修复，材料性能就会大幅降低，甚至彻底失效，因此迫切要求材料具有自修复功能，使材料在受损初期所产生的缺陷得到及时修复，避免裂纹的扩展以及性能的劣化，从而保障材料的长期使用稳定性和可靠性。目前，相比与外加型自修复材料，本征型自修复依靠自身化学键（共价键/非共价键），通过光、热、磁或 pH 等方式进行物理或化学可逆反应，实现材料微裂纹的反复修复。其中，太阳光自修复的能量供给来自太阳光，环境友好且廉价易得，相比于其它修复方式操作更简单便捷。因此，设计合成具有类似生物体自修复功能的柔性热电材料及器件具有重要的理论和实际应用价值。

基于此，本工作以无机半导体纳米材料和碳纳米管材料作为热电功能材料，以实验室自制的太阳光自修复聚氨酯（PU）[1]作为基底材料，通过相转移法将二者整合在一起，设计制备了一种可自修复的柔性热电薄膜。具体地，采用溶剂热法合成性能优异的 p 型 PbTe 和 n 型  $Pb_{1-x}Bi_xTe$  半导体纳米粒子，并与单壁碳纳米管（SWCNTs）共混复合，然后将该 p/n 型复合薄膜转移到 PU 基底上，赋予其自修复功能，最后将 p/n 型自修复复合材料组装成薄膜热电发电机，作为柔性传感器的供电装置。

结果发现，相比于单一组分，复合后的薄膜热电性能有所提高，这主要得益于半导体纳米粒子与 SWCNTs 之间的电子传输作用，改变了复合薄膜的能级结构；同时大量纳米界面的存在起到了能量过滤的作用。p 型自修复热电薄膜的功率因子高达  $355.6 \pm 4.8 \mu W / (m \cdot K^2)$ ，高于目前已报道的 p 型自修复热电薄膜的功率因子，n 型自修复热电薄膜的功率因子为  $32.93 \pm 0.45 \mu W / (m \cdot K^2)$ 。两种自修复复合薄膜损伤后在太阳光下均可实现修复，热电修复效率高达 85% 以上，将 5 对由两种自修复复合薄膜制备成薄膜状柔性发电机，在 60 K 温差下可以产生 19.1 mV 的输出电压和 0.6  $\mu W$  的输出功率。

[1] Xu, W.M.; Rong, M.Z.; Zhang, M.Q. *J. Mater. Chem. A*. 2016, 4: 10683.

## E10-PO01

### Dielectric properties , Raman spectroscopy , and crystal structure of $NaAgxBi_x/3MoO_4$ ceramics substituting $Bi^{3+}$ with $Ag^{3+}$

Yuan-Bin Chen<sup>\*1</sup>, Siyi Xiong<sup>1</sup>, Ling Tang<sup>1</sup>

1. Zhaoqing University

This article successfully synthesized the  $NaAgxBi_x/3MoO_4$  ceramic ( $x=0.06, 0.09, 0.12, 0.15$ ) by partially replacing  $Ag^+$  in the  $NaAgMoO_4$  ceramic with  $Bi^{3+}$  ions through the traditional solid-state method. Experiments revealed that under a sintering temperature of  $450^\circ C$ , the samples could achieve a high degree of density and exhibit excellent dielectric properties ( $Qf=18881 GHz$ ,  $\epsilon_r=7.39$ ,  $\tau_f=84.6 ppm/^\circ C$ ), while also demonstrating good chemical compatibility with Al electrodes, providing an important reference for the practical application of ULTCC (Ultra-Low Temperature Co-fired Ceramics) technology. To further investigate the phase composition of the samples, this article employed XRD (X-ray Diffraction) technology and precisely processed the XRD patterns with Rietveld refinement technology. Additionally, utilizing the P-V-L (Polykrystalline-Vibrational-Lattice) theory, this article detailed the intrinsic connection between the dielectric properties of the samples and their internal structure. Through scanning electron microscopy (SEM), we observed the micro-morphology of the samples, further revealing their physical properties. Meanwhile, Raman spectroscopy was used to detect the lattice vibration of the samples and analyze its relationship with the microwave dielectric properties. The research results in this article not only provide strong support for the development of ULTCC technology, but also offer new ideas and directions for future research in related fields.

**E10-PO02****利用原位拉伸实验分析 TA2 合金中{10-12}拉伸孪晶的形核与长大**王鹏宇<sup>1</sup>, 毛萍莉\*<sup>1</sup>, 魏子淇<sup>1</sup>

1. 沈阳工业大学

利用原位拉伸技术结合电子背散射(EBSD)的方法, 观察了热轧态 TA2 钛合金中{10-12}拉伸孪晶的形核和长大行为。通过对相同区域的应变累积观察, 可以清晰描绘出孪晶的生长过程。通过大量数据分析, 发现斯密特因子(SF)在孪晶的生长中具有主导地位, 具有高 SF 因子的孪晶更容易被激活, 具有较高的生长速率。然而, 不是所有的孪晶生长都满足 SF 规律, 存在约 18%的具有较低 SF 的孪晶启动。此外, 利用几何协调因子(m)分析了相邻晶粒之间变形模式与拉伸孪晶之间的适应关系。拉伸孪晶的形核和长大对于调节相邻晶粒中的剪切应变有着至关重要的作用。锥面滑移对孪晶形核有利, 但是对于孪晶生长可能存在抑制作用。