

# 高热负荷作用下钨的热疲劳损伤研究

马 栋<sup>1</sup>, 王 波<sup>1</sup>, 王 亮<sup>1</sup>, 汤云晖<sup>1</sup>, 张丽霞<sup>2</sup>, 宋雪梅<sup>1</sup>

(1. 北京工业大学, 北京 100124)

(2. 航天科工防御技术研究试验中心, 北京 100854)

**摘 要:** 利用实验室自主搭建的电子束热疲劳测试系统, 研究了再结晶态钨在功率为  $141.5 \text{ MW/m}^2$ , 不同循环次数下热疲劳损伤性能的变化规律。采用扫描电子显微镜 (SEM) 观测了损伤后表面形貌的变化, 采用原子力显微镜 (AFM) 观测了损伤表面的三维形貌的变化, 同时也测出损伤表面粗糙度。采用显微硬度计测试了热疲劳损伤后晶粒表面显微硬度的变化。结果表明: 随循环次数的增加, 钨热疲劳损伤加剧, 当循环 1000 次时, 钨表面已经有熔融的形貌出现; 测得损伤表面的粗糙度随循环次数呈近似线性变化; 损伤之后的显微硬度先升高后降低, 主要是由于存在疲劳硬化的现象。

**关键词:** 再结晶态钨; 热疲劳损伤; 粗糙度; 显微硬度

**中图分类号:** TG146.4<sup>+</sup>11

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2018)03-0867-04

在聚变装置中, 面向等离子材料 (PFM) 必须要具备良好的导热率、抗热冲击性、低溅射率、低蒸气压以及高熔点等性能。钨以及钨基材料因为具有高熔点 ( $\alpha\text{-W}$  为体心立方结构, 其熔点高达  $(3410 \pm 20)^\circ\text{C}$ )、低溅射率、高热导、低滞留、低肿胀、无化学溅射、几乎不与 H 反应等优异性能, 被视为未来最可能在托卡马克聚变堆中全面使用的 PFM<sup>[1-5]</sup>。然而, 钨作为 PFM 也面临许多要解决的问题。特别是 W-PFM 在服役过程中, 受到的热负荷损伤不仅关系到材料及部件的使用寿命, 还会影响等离子体的稳定性及装置的安全性, 因而钨材料在聚变装置里热负荷条件下的损伤行为受到越来越多的关注。

PFM 所承受的热负荷引起的损伤包括 2 种。一种是瞬时高热冲击引起的 PFM 表面开裂、熔蚀以及蒸发等现象<sup>[6]</sup>; 另一种是因热流的波动引起的长期持续的温度波动, 进而造成 PFM 表面产生热疲劳现象<sup>[7]</sup>。前者在聚变等离子体的稳定性问题没有解决以前将会是一个严重的问题, 但对于未来的商业运行聚变装置, 等离子体稳定性问题应该是已经得到解决, 然而温度波动将是始终存在的。因此, 对于长期运行的聚变装置 PFM, 热疲劳将是它必须面对的问题。因此, 本研究以再结晶态钨为研究对象, 利用电子束热疲劳测试系统, 侧重于纯钨的热疲劳损伤行为的研究, 为预测与评估 W-PFMs 在聚变堆装置中的长期稳定的服役状况提供实验参考, 且为未来 PFMs 的选材及优化提供理论基础。

## 1 实 验

实验中的样品以粉末冶金再结晶钨板为母材, 通过线切割技术切成  $\Phi 20 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$  薄片。为了对样品进行后续的热疲劳性能研究, 需要先将薄片的一面磨光并消除残余应力。其过程如下: 首先将样品依次使用 200#、400#、600#、800#、1000#、1500#、2000# 的砂纸进行手动磨平, 通过一系列型号砂纸的打磨将切割后的薄片样品表面打磨至肉眼可以识别的光滑程度; 打磨光滑后, 利用化学腐蚀的方法进行电解抛光, 消除表面的残余应力; 最后对抛光后的 W 片经水洗、乙醇洗、丙酮超声清洗干净后用  $\text{N}_2$  吹干, 以去除样品表面的粉尘、有机物等污染物, 最后获得有镜面光泽的钨表面。表面基本平整如图 1 所示。

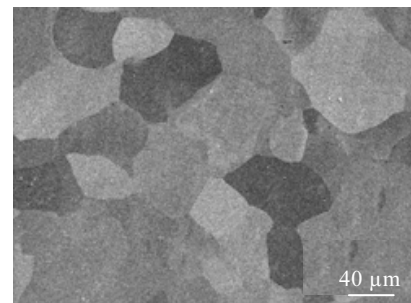


图 1 抛光后的钨表面形貌

Fig.1 Surface morphology of the tungsten after polishing

收稿日期: 2017-03-20

基金项目: ITER 专项项目 (2013GB109003); 国家自然科学基金 (51571003)

作者简介: 马 栋, 男, 1989 年生, 硕士生, 北京工业大学材料科学与工程学院, 北京 100124, E-mail: madong@emails.bjut.edu.cn

实验所使用的电子热疲劳测试系统,是由电子束蒸发镀膜系统改进而成,具体的设备描述在文献[8]中。实验中设定的功率为  $141.5 \text{ MW/m}^2$ ,其中热加载的时间为  $1 \text{ s}$ ,随后冷却  $9 \text{ s}$ ,加载频率为  $0.1 \text{ Hz}$ 。循环次数分别为 100 次、300 次、500 次及 1000 次。

样品制备好后,将进行电子束的循环热负荷加载实验,具体实验步骤如下:

(1)将制备好的样品放入电子束的真空腔室中的样品槽中,并将金属铯放到石墨坩埚做导热,关闭腔室。

(2)开水冷,打开机械泵抽真空,当真空度达到  $10 \text{ Pa}$  以下,打开分子泵抽真空,当真空度为  $3 \times 10^{-4} \text{ Pa}$  时,引束流进行预热(束流在  $5 \text{ mA}$  以下)。

(3)预热  $5 \text{ min}$  后,利用膜厚仪控制制备,加载循环电流。

(4)当加载次数停止时,关闭设备取出样品,期间要不断从观察窗观察轰击过程,防止钨片熔融,电子束击穿底座。

(5)达到额定的循环次数,束流自动停止轰击,过一段时间等腔室温度降低后,打开腔室取出样品。

采用扫描电子显微镜(SEM)观测了损伤后表面形貌的变化。采用原子力显微镜(AFM)观测了损伤表面的三维形貌的变化,同时也测出损伤表面粗糙度。采用显微硬度计,测试了热疲劳损伤后晶粒表面显微硬度的变化。

## 2 结果与讨论

### 2.1 热疲劳损伤表面形貌随循环次数的变化

图 2a、2b、2c 和 2d 分别表示循环 100 次、300 次、500 次和 1000 次后的再结晶态钨表面 SEM 照片。从图中可以看出随循环次数的增加,表面损伤越来越明显,当循环次数为 100 次时,表面出现了类似驻留滑移带转化为的微裂纹,此时已经出现了穿过晶界的现象。当循环次数为 300 次时,可以看出随着循环次数增加,之前的微裂纹的形貌经过多次的循环,裂纹两侧可能出现了互相挤压的现象,最终使得微裂纹逐渐变成了挤出物的

形貌。当循环次数为 500 次时,可以看出此时有明显裂纹的地方内部都出现了片状物,但有的片状物已经挤出晶粒表面,而有的并不明显,这应该主要是由循环 300 次时,所形成的挤出物形成,循环次数的增加,使得裂纹两侧不断出现了互相摩擦的现象,最终使得裂纹处的挤出物形成片状伸出晶粒表面。然而当次数增加到 1000 次后,可以看出此时样品表面已经被完全扭曲,裂纹非常密集,局部地方出现了融化的现象。并且此时的裂纹与 500 次时有明显的不同,裂纹出现了张开的现象,宽度大概在  $1 \mu\text{m}$  左右。

针对表面损伤的探究,除了做 SEM 观察损伤表面的形貌,同时又做了原子力显微镜(AFM)的测试。

图 3 表示循环 100 次时,再结晶态钨表面三维形貌图,图 3a 表示扫描面积为  $80 \mu\text{m} \times 80 \mu\text{m}$ ,图 3b 将图 3a 中标注的红框进行了局部的放大扫描,扫描面积为  $20 \times 20 \mu\text{m}$ 。从图 3a 中可以看出,当循环次数为 100 次时,晶界处已经出现了凸起状形貌,这应该是由瞬时加热产生的晶界滑移形成。后续将红框部分,晶粒交界的地方进行了局部放大,如图 3b 所示,在晶界的右侧晶粒中,在近晶界附近的表面出现了滑移带的累积,可以推测其易滑移方向应该与表面垂直或近似于  $90^\circ$ ,最终使得滑移面滑出到表面形成了滑移带。同时,也可以看出滑移带主要在晶界附近形成,而在远离晶界的地方,滑移带并不明显,这可能是由于晶界附近能量较高,易滑移面更容易滑动。而在 3 个晶粒交界处,看出 3 个晶粒中,只有右侧晶粒中出现了滑移带,而在左侧的 2 个晶粒中滑移带并不明显。这推测主要是由于晶粒的取向不同,导致其晶粒内的易滑移面和滑移方向有所不同。最终使得,其晶粒表面并没有出现滑移带,然而钨作为体心立方金属,其中的滑移系非常多,后续随着循环次数的增加,或者功率的增加,最终也会导致其他的非易滑移面也能滑出晶粒表面,形成表面损伤,如驻留滑移带或者表面裂纹等。

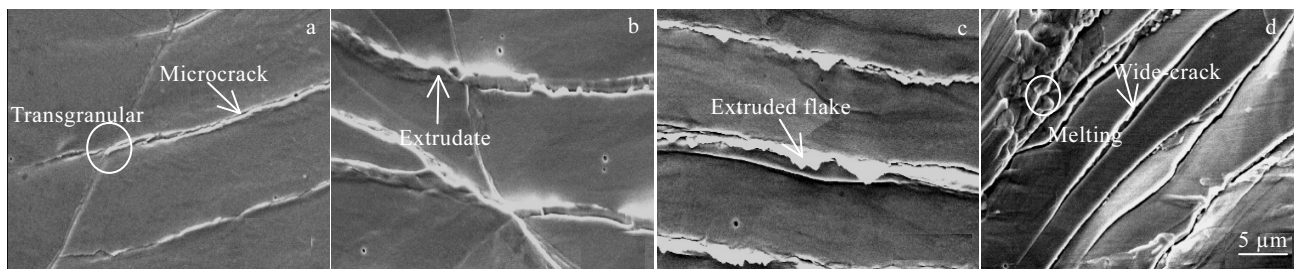


图 2 不同循环次数下再结晶态钨表面形态 SEM 照片

Fig.2 SEM Surface morphologies of recrystallization tungsten with different cyclic number: (a) 100 cycles, (b) 300 cycles, (c) 500 cycles, and (d) 1000 cycles

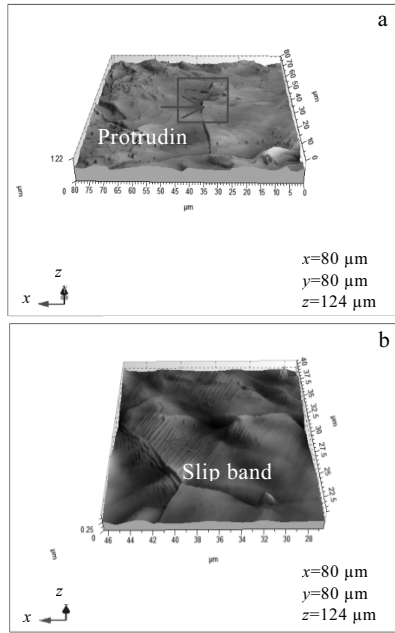


图 3 循环 100 次再结晶态钨表面三维形貌

Fig.3 Surface 3D topography of recrystallization tungsten at 100 cycles

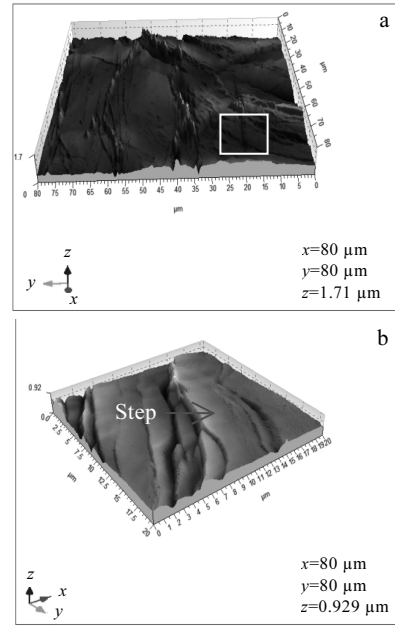


图 4 循环 500 次再结晶态钨表面三维形貌

Fig.4 Surface 3D topography of recrystallization tungsten at 500 cycles

图 4 表示样品加热循环 500 次时，再结晶态钨表面三维形貌。图 4a 中的扫描面积为  $80\ \mu\text{m} \times 80\ \mu\text{m}$ ，图 4b 中的扫描面积为  $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$ 。从图 4a 中可以看出，当循环次数为 500 次时，此时晶界处的挤出物形成的类山脊形貌更加明显。另外对表面有台阶的地方进行了更大的放大倍数观察，如图 4b 所示。把它与图 3b 中的滑移带对比，可以看出随着循环次数的增加，此时晶粒表面的滑移带累积形成了台阶状形貌。推测原因为，随着循环次数的增加，在晶粒内部的易滑移方向上又发生了滑移，导致初期的滑移带逐渐凸显到表面，形成了台阶状形貌。

同时测得表面粗糙度随循环次数的变化如图 5 所示。可以看出，钨表面粗糙度的变化，也随着循环次数的增加而增加，其变化关系基本上呈线性变化。推测主要是当功率为  $141.5\ \text{MW}/\text{m}^2$  时，达到了钨位错滑移的开动动能。因此，随着循环次数的增加，钨表面的粗糙度呈线性增加。

### 2.2 表面显微硬度随循环次数的变化

图 6 为再结晶态钨在不同循环次数下的平均显微硬度值的变化情况。可见，循环次数为 0 时，表示原始样品的显微硬度。循环 100 次时，硬度有所增加，但随着循环次数的增加，硬度又有了降低。

其主要原因解释为，钨作为 bcc 金属，层错能很高，导致位错具有很强的分离扩展能力以及攀移、交

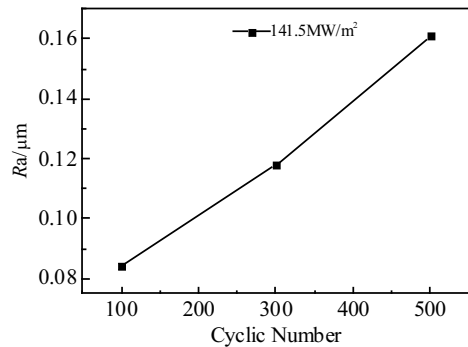


图 5 粗糙度随循环次数的变化

Fig.5 Roughness along with the cyclic number

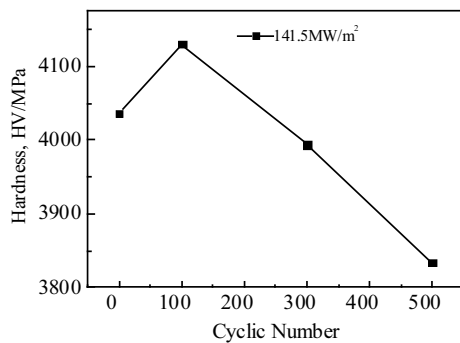


图 6 显微硬度随循环次数的变化

Fig.6 Hardness along with the cyclic number

滑移能力, 从而推动回复过程的进行。对于高层错能金属, 在较低的温度下即可以看到明显的回复现象, 大量的点缺陷及线缺陷在回复过程中得到修复。当循环次数为 100 次, 进行热疲劳实验时, 存在一个初期的疲劳硬化阶段, 主要是指在初期的热疲劳过程中, 形成了位错的累积和位错密度的增加, 导致晶粒表面的硬度有所升高, 然而随着循环次数的继续增加, 疲劳硬化的作用被反向的回复作用所抵消, 最终又导致晶粒表面显微硬度降低。

### 3 结 论

1) 随着循环次数的增加, 钨热疲劳损伤加剧, 其中损伤产生情况与晶粒取向有很大关系, 易滑移晶面更容易产生损伤, 当循环为 500 次时, 钨表面出现了片状挤出物的形貌。

2) 随循环次数的增加, 损伤表面的粗糙度呈近似线性变化, 主要原因是脉冲峰值功率为  $141.5 \text{ MW/m}^2$  时, 达到了钨晶粒内位错开动的阈值。

3) 损伤之后的显微硬度先升高后降低, 主要是由于初期的热疲劳过程中, 形成了位错的累积和位错密

度的增加, 导致晶粒表面的硬度有所升高, 然而随着循环次数的增加, 疲劳硬化的作用被反向的回复作用所抵消, 最终导致晶粒硬度降低。

#### 参考文献 References

- [1] Bolt H, Barabash V, Krauss W *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 2004, 329: 66
- [2] Bolt H, Barabasha V, Federici G *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 2002, 307: 43
- [3] Linke J. *Fusion Science and Technology*[J], 2006, 49(2T): 455
- [4] Merola M, Loesser D, Martin A *et al. Fusion Engineering and Design*[J], 2010, 85: 2312
- [5] Philipps V. *J Nucl Mater*[J], 2011, 415: S2
- [6] Yuan Y, Greuner H, Böswirth B *et al. J Nucl Mater*[J], 2013, 438: S229
- [7] Loewenhoff Th, Linke J, Pintsuk G *et al. Fusion Eng Des*[J], 2012, 87: 1201
- [8] Zhu Xiaogang(朱晓岗), Wang Bo(王波), Zhang Lixia(张丽霞) *et al. China Surface Engineering(中国表面工程)*[J], 2014, 27(3): 10

## Thermal Fatigue Damage of Tungsten Under High Heat Load

Ma Dong<sup>1</sup>, Wang Bo<sup>1</sup>, Wang Liang<sup>1</sup>, Tang Yunhui<sup>1</sup>, Zhang Lixia<sup>2</sup>, Song Xuemei<sup>1</sup>

(1. Beijing University of Technology, Beijing 100124, China)

(2. Research and Test Center, Hangtiankegong Corporation, Beijing 100854, China)

**Abstract:** The thermal fatigue damage of recrystallization tungsten with different cycle times was studied at power of  $141.5 \text{ MW/m}^2$  by electron beam thermal fatigue test system which was built independently in the laboratory. Changes in surface topography after thermal shock in many cycles were observed by scanning electron microscopy (SEM). Changes of three-dimensional morphology and surface roughness were detected by Atomic force microscope (AFM) and the surface hardness was tested after thermal fatigue. The results show that with the increase of the cyclic number, thermal fatigue damage intensifies. The surface of tungsten starts to be molten at 1000 cycles. The surface roughness changes linearly with the cycle number; it is increased firstly and then decreased because of the fatigue hardening.

**Key words:** recrystallization tungsten; thermal fatigue damage; roughness; hardness

Corresponding author: Wang Bo, Ph. D., Professor, College of Materials Science and Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124, P. R. China, E-mail: wangbo@bjut.edu.cn