

表面失效及防护

纳米 Y_2O_3 预处理对 T91 钢抗高温水蒸汽氧化的影响刘光明¹, 张都清², 任善平¹

(1. 南昌航空大学 材料科学与工程学院, 南昌 330063;

2. 国网山东省电力公司电力科学研究院, 济南 250002)

摘要: 目的 研究纳米 Y_2O_3 预处理对 T91 钢抗水蒸汽氧化性能的影响, 分析稀土元素作用的机理及长期氧化后的失效机制。方法 采用将 Y_2O_3 、铝粉、粘结剂制备成料浆涂覆于 T91 钢表面, 并在 720 °C 水蒸汽中预处理 48 h。预处理样品和空白样品同时置于在 700 °C 高温水蒸汽中氧化, 获取循环氧化动力学曲线并进行对比, 检验预处理对提高材料抗高温水蒸汽腐蚀的效果。对氧化的样品采用 XRD、SEM/EDS 对氧化物结构、形貌、成分进行分析。结果 预处理后在样品表面形成了含 Y_2O_3 的富铬氧化物薄膜。在高温水蒸汽环境的氧化过程中, 试样处理 600 h 时, 质量增加轻微, 仅为 0.152 g/cm²。但在 600 h 后质量增加明显, 预处理膜层逐渐退化, 表面出现 Fe_2O_3 突出物。空白样在腐蚀初期即明显增加, 氧化 70 h 后, 质量增加达 12.17 mg/cm², 氧化过程中可见氧化产物的剥落, 氧化膜附着力差。结论 纳米 Y_2O_3 预处理可提高 T91 钢抗水蒸汽氧化性能, 但随着氧化时间延长, 富铬氧化膜将逐渐退化。

关键词: 纳米 Y_2O_3 ; T91 钢; 预处理; 水蒸汽; 高温氧化; 富铬氧化膜

中图分类号: TG174.45 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2015)12-0104-06

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2015.12.017

Effect of Nano- Y_2O_3 Pretreatment on Oxidation Resistance of T91 Steel
in High-temperature Water Vapor EnvironmentLIU Guang-ming¹, ZHANG Du-qing², REN Shan-ping¹

(1. School of Materials Science and Engineering, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, China;

2. State Grid Shandong Electric Power Research Institute, Jinan 250002, China)

ABSTRACT: **Objective** To investigate the effect of nano- Y_2O_3 pretreatment on oxidation resistance of T91 steel in high-temperature water vapor environment. The action mechanism of rare earth elements and the failure mechanism after long-term oxidation were also discussed. **Methods** The surface of T91 steel was coated by a slurry composed of Y_2O_3 , aluminum powder and a binder.

收稿日期: 2015-08-20; 修订日期: 2015-09-10

Received: 2015-08-20; Revised: 2015-09-10

基金项目: 国家自然科学基金项目(51161022); 江西省教育厅科技计划项目(DB201301133, 201301050)

Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China (51161022) and Science and Technology Foundation of Department of Education of Jiangxi Province(DB201301133, 201301050)

作者简介: 刘光明(1971—), 男, 博士, 教授, 主要研究方向为材料腐蚀与防护。

Biography: LIU Guang-ming (1971—), Male, Ph. D., Professor, Research focus: corrosion and protection of materials.

Then the coated sample was treated in water vapor environment at 720 °C for 48 h. Cyclic oxidation test of the pretreated samples and bare sample were conducted in water vapor environment at 700 °C. The effect of pretreatment on the oxidation resistance of the material in high-temperature water vapor environment was examined by comparison of cyclic oxidation kinetics between the pretreated sample and the bare sample. The composition, structure, morphology of the cyclically oxidized samples were investigated using XRD, SEM and EDS. **Results** Cr_2O_3 -rich scale with small amount of Y_2O_3 was formed on the surface of the pretreated sample. The pretreated samples showed slight weight gain after 600h oxidation in water vapor environment at 700 °C. The mass gain was about 0.152 mg/cm² at 600 h of oxidation. However, significant mass gain was observed when the oxidation time was longer than 600 hours. The pretreatment scale gradually degenerated during the oxidation, and some Fe_2O_3 grains were observed on the sample surface. For bare sample, significant mass gain was observed at the beginning of the oxidation stage. The mass gain was about 12.1 mg/cm² after oxidation for 70 h. Spallation of the oxide was observed during the oxidation, indicating poor adhesion of the scale to substrate. **Conclusion** Nano- Y_2O_3 pretreatment could obviously improve the water vapor oxidation resistance of T91 steel. However, the Cr_2O_3 -rich scale would degrade gradually during the oxidation in water vapor environment at high temperatures.

KEY WORDS: nanometer Y_2O_3 ; T91 steel; pretreatment; water vapor; high temperature oxidation; Cr-rich oxide

T91 钢由于具有较高的抗拉强度、高温蠕变和持久强度,低的热膨胀性,良好的导热性、加工性、高韧性等一系列优良的性能,是目前电站锅炉中超临界机组的主蒸汽管道的常用材料^[1]。该材料中 Cr 的含量低,高温下无法生成连续致密的 Cr_2O_3 , Cr 通常以 $(Fe, Cr)_3O_4$ 固溶形式存在于氧化膜中^[2]。氧化过程中氧化膜受到较大的生长应力和热应力,且氧化膜的塑性变形有限。服役过程中有明显氧化膜剥落的现象,氧化膜的脱落又进一步提高了氧化速度^[3-4]。研究表明:某些稀土元素可改善氧化膜的粘附性,提高材料的抗高温氧化性能^[5-8],尤其是活性元素对含铬和铝的合金有较显著的作用^[9]。关于 T91 钢在高温水蒸汽中的腐蚀行为和机理有较多研究^[10-14],但对活性元素在该材料腐蚀氧化行为的影响和作用机制报道较少。本研究采用样品表面涂覆稀土预处理工艺,以提高 T91 钢抗高温水蒸汽氧化性能,并探讨稀土元素作用机理。

1 实验

实验材料为 SA213T91 (简称 T91) 钢管,由山东电力研究院提供,材料组成(以质量分数计)为:Fe 余量, C 0.08%, Si 0.20%, Mn 0.30%, P ≤ 0.02%, S ≤ 0.01%, Cr 8.5%, Mo 0.85%, Nb 0.06%, V 0.18%, N 0.03%, Ni ≤ 0.40%, Al ≤ 0.04%。

样品大小为 15 mm×10 mm×2.5 mm,经 Al_2O_3 砂纸逐级打磨至 800[#]。在超声波中经去离子水清洗和丙酮除油后吹干。以稀土 Y_2O_3 、铝粉、粘结剂按一定配比制备成料浆,敷于 T91 钢表面。自然干燥后,在 720 °C 含 90% (体积分数,下同) 氩气(纯度 99.99%)

和 10% 水蒸汽混合气体中保温 48 h 预处理,气体流量为 0.15 dm³/min。预处理后取出样品清除表面附着的料浆。预处理样品的循环氧化实验采用与预处理相同的气氛和流量,氧化温度为 700 °C,样品在高温炉中氧化 1 h,空气中冷却 10 min 为一个循环,测试循环氧化动力学曲线。样品预处理和氧化后采用 XRD、SEM/EDS 对氧化物结构、形貌、组成进行分析。

2 结果与分析

2.1 预处理样品表面形貌和组成

预处理样品表面略微呈暗红色。图 1 为预处理后样品的表面微观形貌,表面打磨的划痕清晰可见,表明样品经预处理后表面未形成厚氧化膜。表面可观察到细小颗粒状产物,经能谱分析该颗粒状产物(图 1 中箭头所示)富含 Cr。X 射线光电子谱(XPS)分析表明,Fe、Cr、Mn 和 Y 均以氧化态存在,且 Cr 的含量远高于基体材料 T91 钢的含量,因此预处理后在样品表面形成含 Y_2O_3 的富铬的氧化物薄膜。

2.2 氧化动力学

图 2 为经预处理后 T91 钢在 700 °C 的水蒸汽环境中的循环氧化动力学曲线,为比较预处理后样品抗水蒸汽氧化性能,图中绘出了空白样品在 700 °C 下水蒸汽环境下氧化动力学分析。从图可知:未经预处理的 T91 钢氧化初期即出现快速增重;随后样品增重速率明显降低,且在这个阶段发现样品出现失重现象,表明有氧化膜剥落。经预处理后的 T91 钢在氧化 600 h 增重仅 0.15 mg/cm² (以下缓慢增加阶段称孕育

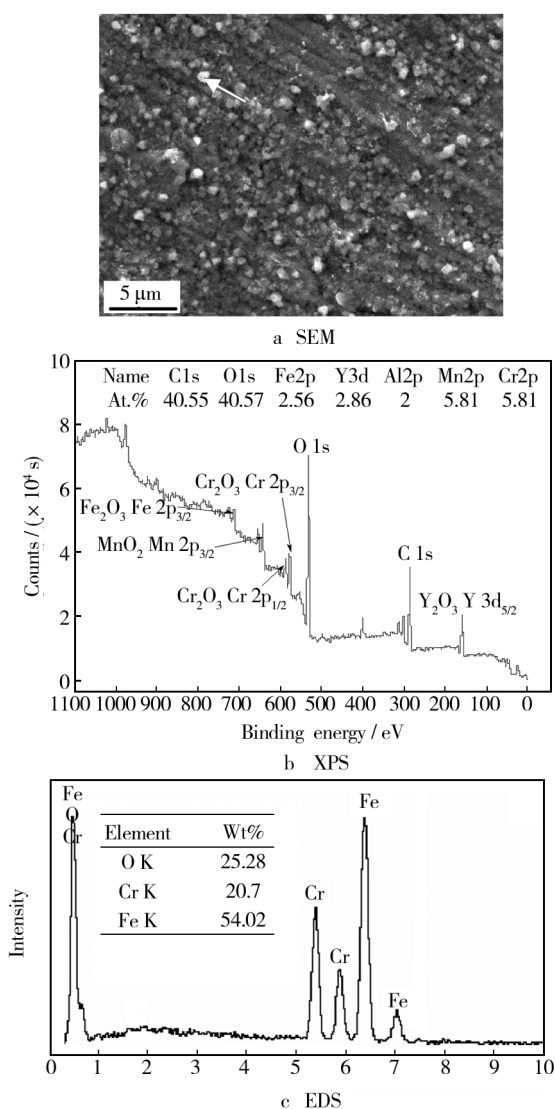


图1 预处理后样品表面形貌图、XPS和EDS分析结果
Fig.1 Surface microstructure and the corresponding XPS, EDS analysis results of the pretreated sample: a) SEM, b) XPS, c) EDS

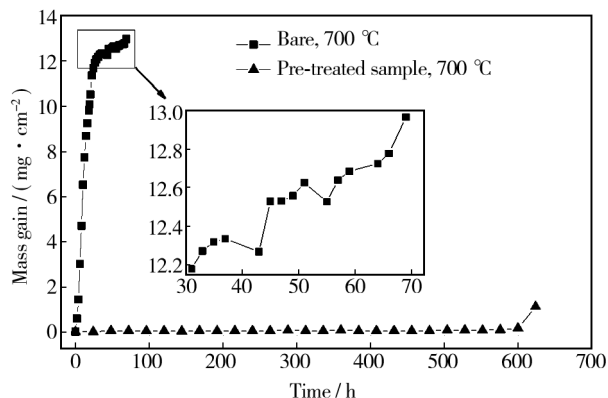


图2 经预处理后的T91钢和空白样品在700 °C的90% Ar+10% H₂O气氛中循环氧化动力学曲线
Fig.2 Cyclic oxidation kinetics of pretreated T91 steel and bare sample in 90% Ar+10% H₂O environment at 700 °C

期),而未经预处理的样品在相同温度下经69 h氧化增加达到12.96 mg/cm²,表明经预处理后能有效抑制T91钢在水蒸气下的氧化。但随着氧化时间不断延长,在660 h后出现了较快的增加,表明预处理形成的表面膜层对基体保护逐渐失效。

2.3 氧化产物的形貌和成分分析

由于预处理样品氧化增加轻微,因此采用X射线小角衍射分析样品表面的形成相。图3为样品在700 °C循环氧化624次后的XRD图。分析表明,表面氧化产物相为Fe₂O₃、Cr₂O₃和FeCr₂O₄。由于氧化膜很薄,因此基体衍射峰较强。

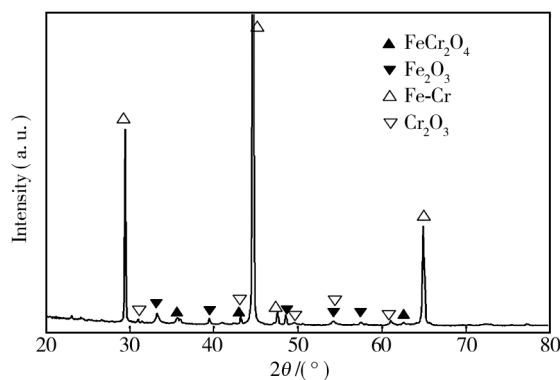


图3 预处理样品在700 °C循环氧化624次后的XRD图
Fig.3 XRD pattern of pretreated sample after cyclic oxidation at 700 °C for 624 times

图4为预处理样品在700 °C下分别循环氧化576次、600次和624次后的表面形貌图和能谱图。从图4a可以看出,样品表面生成了颗粒状产物,经能谱分析表明:该颗粒状产物主要由Cr和O组成,综合XRD分析结果可以判定颗粒状产物为Cr₂O₃。而在颗粒状产物外的其他区域,能谱分析表明这些区域主要由Cr、Fe和O元素组成,其中Cr含量也远比T91基体中Cr含量高。同时在这些区域还检测到少量的Y,结合XRD分析结果可以判定该区域主要由Cr₂O₃、FeCr₂O₄和Fe₂O₃组成,同时少量的Y₂O₃分布在表面氧化产物中。当氧化时间延长到600次时,在预处理样品表面开始生成新的形貌的氧化物突出物,如图4b中所示。当氧化到624次后该氧化物迅速长大,如图4c所示,经EDS分析该氧化物主要由Fe和O两种元素组成,结合XRD分析结果可以推断该氧化物主要为Fe₂O₃。值得注意的是,在Fe₂O₃氧化物颗粒形成的周围的Cr₂O₃颗粒明显减少,在这一区域呈现明显的贫Cr现象。

图 5a—图 5c 分别为未经处理样品在 700 °C 下的氧化 69 次、预处理样品、预处理样品在 700 °C 下循环氧化 624 次的截面形貌图。从图 5a 可知,空白样品在 700 °C 下循环氧化后样品的氧化产物为双层结构。外层能谱分析表明:外层仅有 Fe 和 O 两种元素,且原子数比接近 2 : 3,综合 XRD 分析结果可知,外层氧化产物为 Fe_2O_3 。能谱分析内层元素除 Fe 和 O 元素外还有少量 Cr 元素,且靠近基体处 Cr 含量升高,内层氧化物为 $(\text{Fe,Cr})_3\text{O}_4$ 。此外,不管在氧化膜的内层还

是外层都可以观察到大量裂纹的存在,这些裂纹贯穿了氧化膜内层和外层,图中观察到部分氧化膜剥落。

预处理后样品截面图 5b 中可以看出,样品表面形成了致密、完整的薄氧化膜。从 XPS 和能谱分析结果可知,该层氧化膜富 Cr_2O_3 并含有少量稀土氧化物和 Fe_2O_3 。由于该氧化膜的保护和稀土氧化物的共同作用,经过预处理的样品在 700 °C 下表现出良好的抗水蒸气氧化性能。

经过预处理的样品在高温水蒸气环境下经过长时

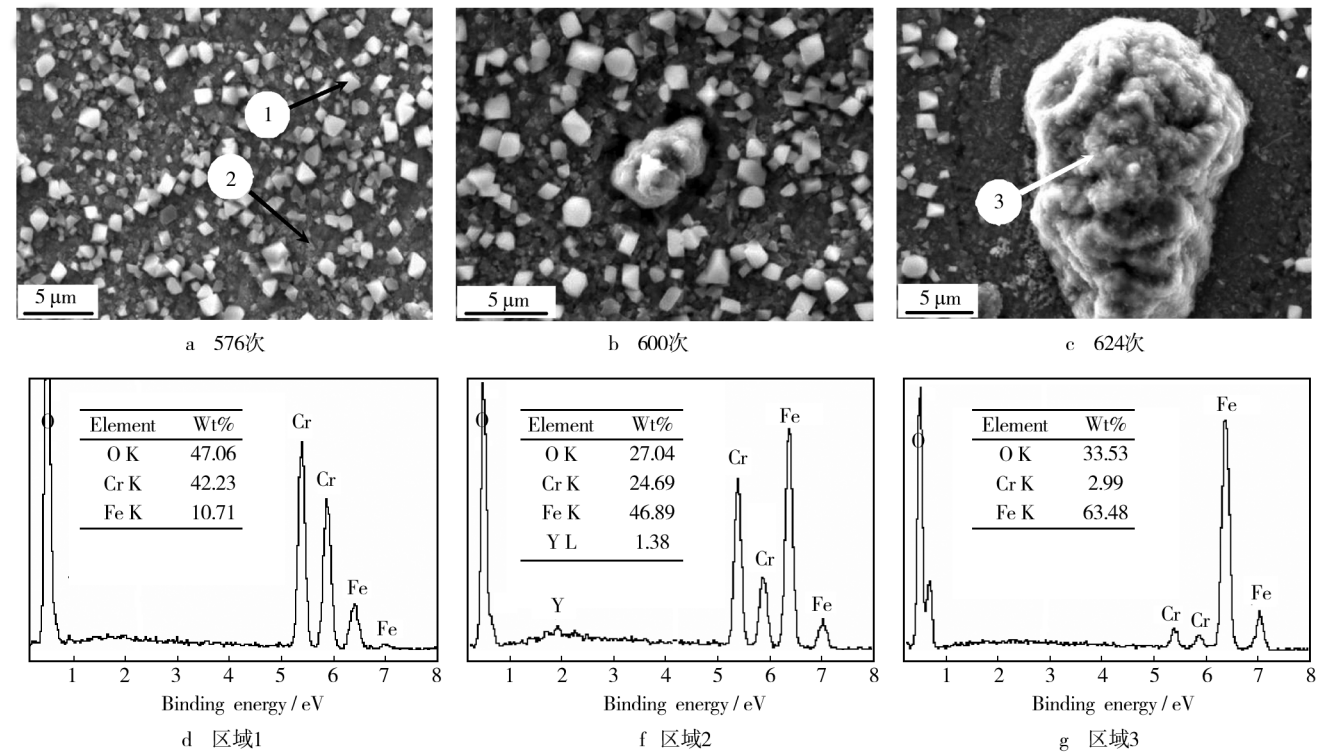


图 4 经过预处理后的 T91 钢在 90% Ar+10% H_2O 中 700 °C 循环氧化后不同时间的表面形貌图和能谱图

Fig. 4 Surface morphologies and the corresponding EDS patterns of the pretreated specimen after cyclic oxidation at 700 °C in 90% Ar+10% H_2O environment: a) 576 cycles, b) 600 cycles, c) 624 cycles, e) zone 1, f) zone 2, g) zone 3

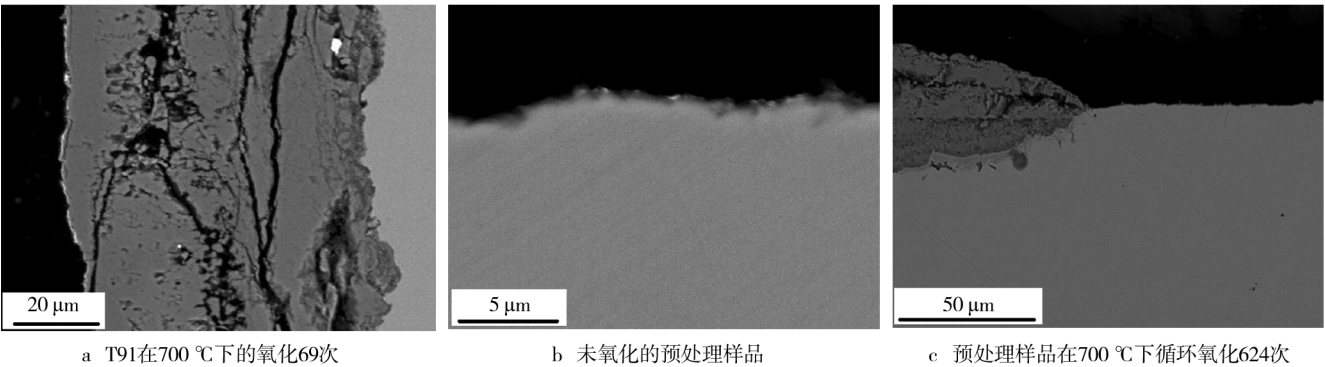


图 5 试样在不同状态下的截面形貌图

Fig. 5 Cross sections of the specimens after different treatments: a) T91 after cyclic oxidation at 700 °C for 69 times, b) Pretreatment sample without oxidation, c) Pretreated sample after cyclic oxidation at 700 °C for 624 times

间的氧化,表面处理层将逐渐退化,如图 5c 所示,在 700 °C 下经过 624 h 循环氧化后局部发生了较严重的氧化,生成了较厚的氧化膜,EDS 分析该层氧化膜成分主要为 Fe 和 O 和少量铬。在氧化铁的快速生长过程中出现了氧化膜的分层,在不同层之间出现了一些空洞,并且部分空洞连接在一起,但尚未形成如图 5a 中观察到的连续裂纹。图中其余部分几乎观察不到厚氧化膜的存在,形貌图与图 5b 的形貌相似。

3 讨论

T91 钢经稀土预处理后具有良好的抗高温水蒸汽腐蚀性能,这与稀土对 T91 钢表面氧化膜的形成机理的影响有密切关系。通常活性元素通过改变氧化膜中离子扩散行为影响合金的氧化行为。图 6 为不同状态下 T91 钢表面氧化膜生长机制及对膜/合金界面处孔洞效应影响的示意图。

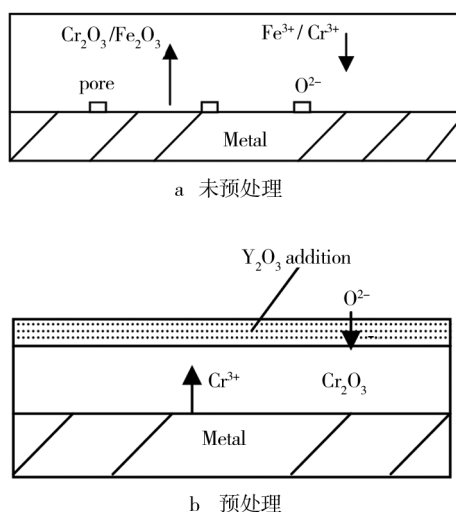


图 6 未处理样品和预处理样品在氧化过程中氧化膜内离子传输机制示意图

Fig. 6 Schematic diagram of ion transport mechanisms in the scale for bare sample and pretreated sample during oxidation: a) bare sample; b) pretreated sample

未经预处理的 T91 钢氧化过程以阳离子 $\text{Cr}^{3+}/\text{Fe}^{3+}$ 向外的扩散占优,由于 $\text{Cr}^{3+}/\text{Fe}^{3+}$ 向外扩散速度快,因此氧化增加快。而经预处理后,样品表面形成氧化膜为含纳米 Y_2O_3 的富铬氧化膜,稀土元素在氧化物/合金界面和氧化物晶界偏聚,阻挡了 $\text{Cr}^{3+}/\text{Fe}^{3+}$ 沿晶界的短路扩散,使氧化膜的生长机制发生变化^[15-19],即阳离子向外扩散受到抑制,降低了合金的氧化速率。如图 6b 所示,稀土元素改变氧化膜的

长机制,以 O^{2-} 向内扩散占优,因此表面极薄的含稀土氧化层能有效抑制该材料在水蒸气环境下的氧化。

目前对活性元素降低阳离子向外扩散的微观作用机理并不十分清楚,其作用机制可能还包括阻挡效应、陷阱效应、降低晶界的 Cr_2O_3 浓度或晶界的掺杂效应等^[20]。有研究表明:研究离子注入钇对 Co-45Cr 合金氧化行为时发现,稀土的晶界偏聚将引起生长机制的改变,从而改变氧化物的微观结构^[21]。同时由于固溶拖曳效应,氧化过程形成细晶氧化物,从而改善氧化膜的断裂强度及塑性变形能力等力学性能。

未经预处理的 T91 钢氧化时,阳离子向外传输在界面处生成阳离子空位。随着阳离子不断向外扩散,空位将在氧化膜/合金界面聚集和长大并导致空洞的生成(图 6a),这降低了氧化膜与基体间的结合强度,在应力的作用下氧化膜弱结合处出现局部剥离。稀土元素使得阳离子向外的扩散受到抑制,界面处空位数量明显减小(图 6b),同时由于预处理样品的氧化膜很薄,因此, T91 钢在经过预处理后生成的氧化膜未出现明显剥落。

根据合金注入稀土元素后的分布研究表明,稀土的最大浓度位置相当于标记实验中所设的标志位置^[22]。在本实验中,经预处理的 T91 钢其稀土初始的最大浓度位于表层薄氧化膜中。在随后的氧化过程中, $\text{Cr}^{3+}/\text{Fe}^{3+}$ 将扩散至原始预处理氧化膜下与扩散进来的氧形成新的氧化物。而在初始形成的含稀土富 Cr 氧化膜界面以上, $\text{Cr}^{3+}/\text{Fe}^{3+}$ 的扩散作用受到抑制, O^{2-} 向内的扩散占优,新生成的氧化物处于预生成氧化膜一定的深度范围内。因此在这个阶段氧化速度相当缓慢,经预处理的样品表现出良好的抗水蒸汽氧化性能。随着氧化进行,氧化物在预处理膜下形成大量 Fe_2O_3 ,而 T91 钢中 Cr 含量低,不足以形成连续的 Cr_2O_3 膜,而 Fe_2O_3 能与 Cr_2O_3 这两种氧化物可无限固溶,经长时间氧化后生成的 Fe_2O_3 将不断消耗预处理过程中形成的 Cr_2O_3 膜。表面形成的富 Cr_2O_3 膜将逐渐退化并最终失效。预处理富 Cr 的氧化膜最薄处最先被消耗,在此处将会有 Fe_2O_3 形成并快速生长,因此,预处理后的样品表现表面经长时间水蒸汽氧化后表面出现 Fe_2O_3 的氧化物突出物。

4 结论

1) 采用稀土对 T91 钢表面进行预处理后表面生成了含 Y_2O_3 富铬的氧化物薄膜。

2) 预处理样品在 90% Ar+10% H_2O 气氛中 700 °C 进行循环氧化,与未经预处理的样品相比,预处理样品由于含 Y_2O_3 富铬氧化膜的阻挡作用,预处理样品具有良好的抗高温水蒸气氧化性能。

3) 随氧化时间延长, Fe_2O_3 在富铬膜下不断生成,预处理样品表面含稀土富 Cr 膜与 Fe_2O_3 固溶而导致含 Y_2O_3 富铬氧化膜逐渐退化,最终导致样品的快速氧化。

参考文献

- [1] 翟芳婷. 锅炉用 T91 钢的高温氧化研究[D]. 西安工业大学, 2007.
ZHAI Fang-ting. The High Temperature Oxidation Behavior of T91 Boiler Steel[D]. Xi'an; Xi'an Technological University, 2007.
- [2] ZHANG Du-qing, LIU Guang-ming, ZHAO Guo-qun, et al. Cyclic Oxidation Behavior of Fe-9Cr-1Mo Steel in Water Vapor Atmosphere[J]. Journal of Central South University of Technology, 2009, 16: 535—40.
- [3] ZHANG Du-qing, LIU Guang-ming, ZHANG Guang-cheng. Pretreatment Method for Improving Antioxidation of Steel T91/P91 in High Temperature Water Vapor; US, 8367162 [P]. 2013-11-02.
- [4] 谢建文, 孙平, 杨红权, 等. 600 MW 超临界锅炉高温过热器 T23 和 T91 金属氧化膜热应力分析[J]. 动力工程学报, 2013, 33(11): 829—832.
XIE Jian-wen, SUN Ping, YANG Hong-quan, et al. Thermal Stress Analysis of Oxide Films on T23 and T91 HT Superheater Tubes of 600 MW Supercritical Boilers[J]. Journal of Chinese Society of Power Engineering, 2013, 33(11): 829—832.
- [5] 曹玉霞, 杜令忠, 张伟刚, 等. 离子喷涂 NiCoCrAlY/ Al_2O_3 高温固体润滑耐磨涂层的抗氧化性能研究[J]. 表面技术, 2015, 44(4): 48—53
CAO Yu-xia, DU Ling-zhong, ZHANG Wei-gang, et al. Study on Oxidation Resistance of Atmospheric Plasma-sprayed NiCoCrAlY/ Al_2O_3 Wear-resistant Coatings at Elevated Temperature[J]. Surface Technology, 2015, 44(4): 48—53.
- [6] 王皓, 王全胜. MCrAlY 材料成分改性研究进展[J]. 表面技术, 2014, 43(3): 152—157.
WANG Hao, WANG Quan-sheng. Research Progress on Modification in Compositions of MCrAlY Coatings[J]. Surface Technology, 2014, 43(3): 152—157.
- [7] 杨庆祥, 赵斌, 员霄, 等. 纳米 Y_2O_3 对过共晶 Fe-Cr-C 堆焊合金表面微观组织与耐磨性的影响[J]. 表面技术, 2015, 44(4): 42—47.
YANG Qing-xiang, ZHAO Bin, YUN Xiao, et al. Influence of Nano- Y_2O_3 on Microstructure and Wear Resistance of Fe-Cr-C Hardfacing Alloy Surface[J]. Surface Technology, 2015, 44(4): 42—47.
- [8] 张光耀, 王成磊, 高原. 稀土 CeO_2 含量对 Al 合金激光熔覆层组织形貌的影响[J]. 表面技术, 2015, 44(4): 1—5.
ZHANG Guang-yao, WANG Cheng-lei, GAO Yuan. Effect of Rare Earth CeO_2 Contents on the Tissue Morphology of Laser Cladding on Al Alloy Layers[J]. Surface Technology, 2015, 44(4): 1—5.
- [9] 李美栓. 金属高温腐蚀[M]. 北京: 冶金工业出版社. 2001.
LI Mei-shuan. High Temperature Corrosion of Metals[M]. Beijing: The Industry of Metallurgy Publisher, 2001.
- [10] 刘光明, 刘德强, 汪元奎, 等. T91 钢表面复合电沉积 Ni/CrAl 镀层的工艺研究[J]. 表面技术, 2012, 41(1): 61—63.
LIU Guang-ming, LIU De-qiang, WANG Yuan-Kui, et al. Preparation of Ni/CrAl Coatings on T91 Steel by Composite Electrodeposition[J]. Surface Technology, 2012, 41(1): 61—63.
- [11] 缪筱玲, 汪元奎, 刘光明, 等. P91 钢亚音速喷涂 NiCr/ Cr_3C_2 涂层的热腐蚀行为研究[J]. 东方锅炉, 2011, 40(5): 25—28.
MIAO Xiao-ling, WANG Yuan-kui, LIU Guang-ming, et al. Hot Corrosion Behavior of Subsonic Sprayed NiCr/ Cr_3C_2 Coating on P91 Steel[J]. Surface Technology, 2011, 40(5): 25—28.
- [12] 张都清, 刘光明, 赵国群, 等. T91 钢热浸镀铝及其在水蒸汽中的循环氧化行为[J]. 中南大学学报: 自然科学版, 2009, 40(4): 956—62.
ZHANG Du-qing, LIU Guang-ming, ZHAO Guo-qun, et al. Cyclic Oxidation Behavior in Water-vapour Atmosphere of Ferritic-martensitic Steel T91 Coated by Hot Dip Aluminizing[J]. Journal of Central South University (Science and Technology), 2009, 40(4): 956—962.
- [13] 刘乃勇, 张都清, 杜楠, 等. T91 钢表面 Ni 和 Ni/ CeO_2 镀层的氧化行为研究[J]. 失效分析与预防, 2010, 5(2): 70—74.
LIU Nai-yong, ZHANG Du-qing, DU Nan, et al. Oxidation Behavior of Ni and Ni/ CeO_2 Coatings on T91 Steel[J]. Failure Analysis & Prevention, 2010, 5(2): 70—74.
- [14] 刘光明, 汪海云, 黄蜜, 等. T91 钢超音速电弧喷涂 45CT 涂层在 90% Ar+10% H_2O 气氛中的循环氧化行为[J]. 表面技术, 2011, 40(3): 1—4.

(下转第 136 页)

- Tool for Assessing the Resistance of Advanced Wear-resistant Coatings to Fatigue Failure and Delamination[J]. Surface and Coatings Technology, 2004, 188: 594—598.
- [51] 王习术. 材料力学行为试验与分析[J]. 北京: 清华大学出版社, 2010.
- WANG Xi-shu. Test and Analysis on Mechanical Behavior of Materials[J]. Beijing: Tsinghua University Press, 2010.
- [52] FAISAL N H, AHMED R, GOEL S, et al. Influence of Test Methodology and Probe Geometry on Nanoscale Fatigue Failure of Diamond-like Carbon Film[J]. Surface & Coatings Technology, 2014, 242: 42—53.
- [53] LIU Jin-na, XU Bin-shi, WANG Hai-dou, et al. Measurement for Mechanical Behavior and Fatigue Property of Cu Films by Nanoscale Dynamic Load Method[J]. Materials and Design, 2015, 65: 1136—1142.
- [54] BEAKE B D, GOODES S R, SMITH J F, et al. Investigating the Fracture Resistance and Adhesion of DLC Films with Micro-impact Testing[J]. Diamond and Related Materials, 2002, 11: 1606—1609.
- [55] 鲍海飞, 李昕欣, 张波, 等. 基于原子力显微镜的微纳结构力学测试系统[J]. 机械强度, 2007, 29(2): 223—227.
- BAO Hai-fei, LI Xi-xin, ZHANG Bo, et al. Mechanical Measurement System for Micro-nano[J]. Journal of Mechanical Strength, 2007, 29(2): 223—227.
- [56] 张连翰, 孙敦陆, 钱小波, 等. 高温超导薄膜衬底材料 LaAlO_3 单晶的超光滑表面抛光研究[J]. 人工晶体学报, 2002, 31(2): 121—123.
- ZHANG Lian-han, SUN Dun-lu, QIAN Xiao-bo, et al. Study on the Super-smooth Surface Polishing of the High Temperature Superconductor Film Substrate LaAlO_3 Single Crystal[J]. Journal of Synthetic Crystals, 2002, 31(2): 121—123.
- [57] GIBSON C T, WATSON G S, MYJRA S. Determination of the Spring Constants of Probes for Force Microscopy Spectroscopy[J]. Nanotechnology, 1996, 7: 259—262.
- [58] MARCO T, MICHAEL K. Characterization of Application-specific Probes for SPMs[J]. Society of Photo-optical Instrumentation Engineers, 1997, 3009: 53—60.
- [59] 刘黎明, 曾华荣, 李国荣, 等. PMN-PT 单晶铁电畴的扫描探针显微术[J]. 人工晶体学报, 2010, 39: 85—89.
- LIU Li-ming, ZENG Hua-rong, LI Guo-rong, et al. Scanning Probe Microscopy of Ferroelectric Domains in PMN-PT Single Crystal[J]. Journal of Synthetic Crystals, 2010, 39: 85—89.

~~~~~

(上接第 109 页)

- LIU Guang-ming, WANG Hai-yun, HUANG Mi, et al. The Cyclic Oxidation Behavior of Supersonic Arc Sprayed 45CT Coating on T91 Steel in 90% Ar + 10%  $\text{H}_2\text{O}$  [J]. Surface Technology, 2011, 40(3): 1—4.
- [15] PRZYBYLSKI K, YUREK G. The Influence of Implanted Yttrium on the Mechanisms of Growth of Chromia Scales; Proceedings of the Materials Science Forum [C]//Trans Technology Form, 1991.
- [16] MA J, HE Y, WANG D, et al. The Effects of Pre-oxidation and Thin  $\text{Y}_2\text{O}_3$  Coating on the Selective Oxidation of Cr18-Ni9-Ti Steel [J]. Materials Letters, 2004, 58(5): 807—812.
- [17] BARLAK M, PIEKOSZEWSKI J, WERNER Z, et al. High-temperature Oxidation Resistance in Yttrium Implanted Stainless Steel[J]. Nukleonika, 2012, 57(4): 473—476.
- [18] SASAKI N, OUCHI H, AMANO T, et al. High-temperature Oxidation Resistance of FeCrAl Alloys with Small Amounts of Yttrium in Oxygen-water Vapor (47%) [J]. Journal of Advanced Science, 2012, 24: 8—10.
- [19] PÉREZ F J, CRISTÓBAL M J, HIERRO M P, et al. Corrosion Protection of Low-nickel Austenitic Stainless Steel by Yttrium and Erbium-ion Implantation Against Isothermal Oxidation[J]. Oxidation of Metals, 2000, 54(1/2): 87—101.
- [20] LIU H, LYON S B, STACK M M. The Partial Ionic and Electronic Conductivity of Y-Containing and Y-free Chromia Scales[J]. Oxidation of Metals, 2001, 56(1/2): 147—161(15). s
- [21] RAMANATHAN L V, PILLIS M F, FERNANDES S M C. Role of Rare Earth Oxide Coatings on Oxidation Resistance of Chromia-forming Alloys [J]. Journal of Materials Science, 2008, 43(2): 530—535.
- [22] JEDLIŃSKI J, GROSSEAU-POUSSARD J L, KOWALSKI K, et al. Development of Oxide Scale at 1100 °C on Fe20Cr5Al Alloy Non-Implanted and Yttrium-implanted [J]. Oxidation of Metals, 2013, 79(1/2): 41—51.