

分类号: TG406

密 级: 公开

学校代码: 10363

学 号: 2210120115



安徽工程大学

Anhui Polytechnic University

硕士学位论文

题 目

搅拌摩擦制备纯铜氧化镧工艺

及性能分析

论 文 作 者

韩侯

校 内 导 师

宋娓娓 副教授

校 外 导 师

俞伟峰 高工

专业学位类别

机 械

研究方向 (领域)

先进制造技术

论文提交日期: 2024 年 6 月 1 日

分类号：TG406

单位代码：10363

密 级：公开

学 号：2210120115

搅拌摩擦制备纯铜氧化镧工艺及性能分析

PREPARATION PROCESS AND PERFORMANCE

ANALYSIS OF PURE COPPER LANTHANUM OXIDE BY

STIRRING FRICTION

学生姓名：_____韩俣_____

校内教师：_____宋妮妮（副教授）_____

校外教师：_____俞伟峰（高工）_____

专 业：_____机械_____

研究方向：_____先进制造技术_____

论文答辩日期：_____2024 年 5 月 29 日_____

安徽工程大学学位论文原创性声明

本人郑重声明：我恪守学术道德，崇尚严谨学风。所呈交的学位论文，是本人在导师的指导下，独立进行研究工作所取得的成果。除文中已明确注明和引用的内容外，本论文不包含任何其他个人或集体已经发表或撰写过的作品及成果的内容。论文为本人亲自撰写，我对所写的内容负责，并完全意识到本声明的法律后果由本人承担。

学位论文作者签名：



日期：2024 年 5 月 29 日

安徽工程大学学位论文版权使用授权书

学位论文作者完全了解学校有关保留、使用学位论文的规定，同意学校保留并向国家有关部门或机构送交论文的复印件和电子版，允许论文被查阅或借阅。本人授权安徽工程大学可以将本学位论文的全部或部分内容编入有关数据库进行检索，可以采用影印、缩印或扫描等复制手段保存和汇编本学位论文。

保密 ☐，在 ____ 年解密后适用本版权书。

本学位论文属于

不保密 ☒。

学位论文作者签名：

韩侯

指导教师签名：

宋明

日期：2024 年 6 月 1 日

日期：2024 年 6 月 1 日

搅拌摩擦制备纯铜氧化镧改性层工艺及性能分析

摘 要

搅拌摩擦加工（FSF）是一种固相加工与制备技术，它是基于搅拌摩擦连接（FSW）思路发展、创新而来的，其拥有和 FSW 相似的工作原理，使用搅拌摩擦焊接设备将带有搅拌针的高速旋转的搅拌头扎入到材料内部，带动材料流动，在机械搅拌和顶锻的共同作用下，使搅拌区材料晶粒细化、组织均匀致密。这种加工技术，具有快速便捷、可实施性强等优势。本论文采用无针搅拌头和有针搅拌头组合加工的方式，将纳米级氧化镧植入纯铜中，获得了颗粒分散均匀的改性层，同时对改性层进行电化学、硬度、耐磨性和耐腐蚀性等性能测试和相关机理分析。本论文主要的研究内容如下：

（1）确定并优化了搅拌摩擦制备纯铜-氧化镧（Cu-La₂O₃）改性层的工艺参数。

确定出制备改性表层的工艺参数范围，将前进速度选在 250mm/min 至 350mm/min 之间，搅拌头旋转速度选在 300rpm 到 500rpm 之间，搅拌头轴肩下压量为 0.1mm 到 0.3mm。确定了制备改性表层的最优工艺参数，通过对各参数制备的试样进行性能综合分析发现在搅拌头前进速度为 300mm/min，搅拌头转速为 500rpm，搅拌头下压量为 0.2mm 时得到的试样，性能最优。

（2）使用五种不同填粉方式对纯铜-氧化镧进行改性并研究其性能的差异。

采用了五种不同的填粉方法，主要体现在挖槽，钻孔的方式上，分别为平行钻孔、交错钻孔、两种不同尺寸的孔混合排列、槽和孔混合排列以及仅开槽。分别利用这五种方法处理纯铜板材并填粉后进行 FSF，获得相应的改性表层，通过对这 5 种方式制备改性层进行硬度、耐磨性测试，发现采用平行钻孔法制备的试样具有最佳的性能。

（3）分析研究了纯铜-氧化镧改性层的微观组织硬度及耐磨性。

分析各参数下 FSF 加工区的微观组织，在工艺参数范围内加工区中心晶粒均得到细化，加工区中心晶粒尺寸在合适的热输入下明显减小，热机影响区晶粒

呈现弯曲而拉长状，在较为边缘的参数下，会出现孔洞、粉末团聚等缺陷；通过观察微观组织，发现在经过 FSP 后，氧化镧粉末已经和纯铜母材充分混合；分析了各参数试样显微硬度，经测试，所有加工后的试样显微硬度都得到了一定程度的提高，加工区显微硬度整体成“W”形分布，在搅拌头旋转速度 500rpm 前进速度为 300mm/min 时，得到的硬度值最高，加工区最大硬度出现在了加工区中心，达到了 122.82HV_{0.2}，相较于母材提升了约 42.8%；分析各参数试样的耐磨性，进行高温摩擦磨损试验，发现经过 FSP 的试样磨损量明显降低，同时在高温环境下进行摩擦磨损测试的结果表明，氧化镧的加入能很好地提高材料的高温综合性能和稳定性，能够抑制其在高温下基体强度下降的趋势，起到提高高温摩擦磨损性能的作用；通过扫描电镜观察磨痕，判断磨损机理主要为磨粒磨损和着磨损；

（4）分析各参数试样的耐腐蚀性。

通过 12h 和 24h 盐雾腐蚀，发现部分参数的试样腐蚀程度相对于母材减轻；对各参数试样进行电化学腐蚀试验，结果表明，相对于母材，经过 FSP 的试样腐蚀电位更低，更容易达到腐蚀条件，但腐蚀电流密度更低，腐蚀速率更慢，在耐腐蚀性能方面，氧化镧的加入对性能影响有限，材料的性能提升主要来源于 FSP 过程中的组织细化。

关键词：搅拌摩擦加工；微观组织；显微硬度；耐腐蚀性；耐磨性

PREPARATION PROCESS AND PERFORMANCE ANALYSIS OF PURE COPPER LANTHANUM OXIDE MODIFIED LAYER BY FRICTION STIR PROCESSING

ABSTRACT

Friction stir processing (FSP) is a solid-state processing and fabrication technology developed and innovated based on the principles of friction stir welding (FSW). It operates on a similar principle as FSW, where a high-speed rotating tool with a stirring pin penetrates the material, inducing material flow. Under the combined effects of mechanical stirring and forging, the grain structure within the stirred zone becomes refined, and the microstructure is homogenized and densified. This processing technique offers advantages such as speed, convenience, and strong feasibility. In this study, a combination of pinless and pinned stirring tools was used to implant nano-scale lanthanum oxide into pure copper, resulting in a modified layer with uniformly dispersed particles. The modified layer was then tested for electrochemical properties, hardness, wear resistance, and corrosion resistance, along with an analysis of the underlying mechanisms. The main research contents of this paper are as follows:

(1) Optimization of Process Parameters for Cu-La₂O₃ Modified Layer

The process parameters for preparing the Cu-La₂O₃ modified layer were determined and optimized. The range of process parameters for surface modification was established with a traverse speed between 250 mm/min and 350 mm/min, a tool rotational speed between 300 rpm and 500 rpm, and a tool plunge depth of 0.1 mm to

0.3 mm. The optimal process parameters were identified through comprehensive performance analyses of the samples prepared under various conditions. It was found that the sample exhibited optimal performance at a traverse speed of 300 mm/min, a tool rotational speed of 500 rpm, and a plunge depth of 0.2 mm.

(2) Modification and Performance Analysis using Five Different Powder Filling Methods

five different powder-filling methods were employed, mainly involving grooving and drilling techniques, which included parallel drilling, staggered drilling, mixed arrangement of two different hole sizes, a combination of grooves and holes, and grooving only. Pure copper plates were treated and filled with powder using these five methods, followed by friction stir processing (FSP) to obtain modified surface layers. Hardness and wear resistance tests were conducted on the modified layers prepared by these methods. The results revealed that the specimens prepared using the parallel drilling method exhibited the best performance.

(3) Microstructure and Performance Analysis of Cu-La₂O₃ Modified Layer

The microstructure of the FSP region under various parameters was analyzed. Within the process parameter range, the grain size in the central processing area was refined significantly with appropriate heat input. The grains in the thermo-mechanically affected zone appeared bent and elongated. Under suboptimal parameters, defects such as holes and powder agglomeration were observed. Microstructural observation revealed that after FSP, lanthanum oxide powder was thoroughly mixed with the pure copper matrix. Microhardness tests showed that all processed samples experienced a degree of hardness increase, with the overall hardness distribution in the processing zone forming a "W" shape. The highest hardness value, 122.82 HV_{0.2}, approximately 141.2% of the base material, was achieved at a tool rotational speed of 500 rpm and a traverse speed of 300 mm/min. Wear resistance tests, including high-temperature friction and wear tests, indicated a significant reduction in wear volume for FSP samples. High-temperature friction and wear test results demonstrated that the addition of lanthanum oxide effectively enhanced the material's comprehensive high-temperature performance and stability,

suppressing the decline in matrix strength at high temperatures and improving high-temperature wear resistance. Scanning electron microscope observations of wear scars suggested that the wear mechanism was primarily abrasive wear and adhesive wear.

(4) Analyze the corrosion resistance of each parameters

Corrosion resistance analysis, including 12-hour and 24-hour salt spray tests, showed that some samples had reduced corrosion severity compared to the base material. Electrochemical corrosion tests revealed that, compared to the base material, FSP samples had lower corrosion potentials, indicating easier onset of corrosion, but lower corrosion current densities, indicating slower corrosion rates. The addition of lanthanum oxide had a limited impact on corrosion resistance, with performance improvements mainly attributed to grain refinement during the FSP process.

KEY WORDS:Stirring friction machining; Microscopic organization; Microhardness; Corrosion resistance; Wear resistance.

目 录

摘 要	I
ABSTRACT	III
第 1 章 绪论	1
1.1 研究背景	1
1.2 FSP 的国内外研究现状	2
1.3 研究目的、意义和研究内容	6
1.3.1 研究目的及意义	6
1.3.2 研究内容	6
第 2 章 实验材料、设备与方法	8
2.1 引言	8
2.2 实验过程和材料	8
2.2.1 实验过程	8
2.2.2 实验材料	9
2.3 实验设备及测试方法	9
2.3.1 搅拌摩擦加工（FSP）	9
2.3.2 微观组织结构分析方法	11
2.3.3 硬度与摩擦性能测试方法	12
2.3.4 耐腐蚀性测试方法	14
第 3 章 加工及填粉工艺确定	16
3.1 引言	16
3.2 搅拌头的外形设计及轴肩下压量对加工区的影响	16
3.2.1 轴肩下压量对加工区的影响	16
3.2.2 搅拌头外形对加工区的影响	17
3.3 确定填粉工艺	18
3.3.1 确定开槽钻孔方式	18

3.3.2 不同处理方式的加工区显微硬度	20
3.3.3 不同处理方式的加工区摩擦磨损性能	20
3.4 确定 FSP 制备纯铜-氧化镧工艺参数范围	23
3.5 本章小结	24
第 4 章 纯铜-氧化镧改性层形貌及微观组织分析	25
4.1 引言	25
4.2 加工区域宏观形貌	25
4.3 加工区域微观形貌	26
4.3.1 母材金相	26
4.3.2 加工区域金相	27
4.4 加工参数对加工区微观组织的影响	28
4.5 本章小结	31
第 5 章 纯铜-氧化镧改性层硬度及摩擦磨损性能分析	32
5.1 引言	32
5.2 加工区硬度分析	32
5.2.1 加工区横截面硬度分析	32
5.2.2 不同工艺参数下的加工区显微硬度	34
5.3 加工区摩擦磨损性能分析	35
5.3.1 常温 (25℃) 条件下摩擦系数及磨损量	35
5.3.2 100℃条件下摩擦系数及磨损量	38
5.3.3 200℃条件下摩擦系数及磨损量	40
5.3.4 300℃条件下摩擦系数及磨损量	42
5.3.5 400℃条件下摩擦系数及磨损量	44
5.4 加工区磨损机理分析	47
5.5 本章小结	48
第 6 章 纯铜-氧化镧改性层耐腐蚀性能分析	50
6.1 引言	50
6.2 加工区域盐雾腐蚀分析	50
6.2.1 盐雾腐蚀测试前后质量变化	50
6.2.2 加工区盐雾腐蚀表面微观形貌	51

6.2.3 腐蚀产物成分分析	53
6.2.4 腐蚀机理分析	54
6.3 加工区域电化学腐蚀分析	55
6.3.1 极化曲线分析	55
6.3.2 加工区域电化学腐蚀微观形貌	57
6.4 本章小结	58
第 7 章 结论与展望	60
7.1 总结	60
7.2 展望	61
参考文献	63
攻读硕士学位期间的论文目录	71
致谢	72

第 1 章 绪论

1.1 研究背景

纯铜（紫铜）具有很好导电与导热性能，在电力、能源、交通运输、轻工、化工等领域的应用非常广泛。但是纯铜也存在其薄弱的一面，其硬度和抗拉强度较低，高温抗软化能力较差，并且冷加工获得的较高强度，在冷加工之后的退火过程中很快丧失，这些薄弱性能制约了它在轨道交通、核电建设以及电子工业等领域的发展^[1-3]。

氧化镧是稀土镧元素的一种氧化物，镧元素具有独特的 4f 电子结构，氧化镧具备六方晶系结构，使得其化合物氧化镧具有良好的摩擦磨损性能，尤其在高温、高载和高速下仍能保持良好的稳定性，且能在高温下发挥优良的耐磨减摩性能^[4]。同时，作为稀土氧化物的氧化镧，在摩擦磨损过程中能促进表面氧化膜的产生，从而起到减少摩擦副之间粘着的作用，降低磨损。添加氧化镧对复合材料的耐磨性有较大的作用，特别是在高温环境下对耐磨性的提高尤为明显^[5-7]。

搅拌摩擦连接是一种固相连接技术，由 Thomas 等人在英国焊接研究所（The Welding Institute, TWI）于 1991 年发明^[8]。它是一种创新的焊接技术，其显著特点在于无需熔化金属。该技术依赖高速旋转的焊具与工件之间摩擦产生的热量，使待焊接材料在局部范围内达到塑性状态。随着焊具沿预定焊接路径向前推进，塑性化的材料在焊具的旋转摩擦作用下，由焊具前部流动至后部，并在焊具的挤压之下，形成坚固的固相焊缝，这一流程实现了高效且精密的焊接效果。搅拌摩擦加工（FSP）技术由美国密苏里大学的 Mishra 等人首次提出，它是源自搅拌摩擦焊（FSW）的一种先进加工技术。该技术同样利用搅拌头产生的强烈搅拌效应，使得加工区域材料经历塑性变形、混合，从而得到细化、均匀化和致密化的微观结构。目前，FSP 已在金属微观组织细化、超塑性材料制备、表面复合材料以及纳米相增强金属基复合材料等方面取得了应用。例如，在航空航天领域，FSP 已经被广泛应用于飞机翼盒、机身等；在汽车领域，FSP 被用于汽车车身的制造；在铁路上，FSP 可被用于铁路车辆的制造^[9-11]。

本论文研究的主要内容是：通过搅拌摩擦加工（FSP）的方式将纳米级氧化

钨颗粒植入纯铜中，得到纯铜-氧化钨改性表层，研究不同氧化钨粉末添加方式，对性能和微观组织的影响，挑选最合适的填粉方式。再在此基础上调整加工参数，分别对各组实验的铜合金进行摩擦磨损性能测试，硬度测试，电化学性能测试，耐腐蚀性测试，比较其性能差异，并对其作用机理进行了相关分析。

1.2 FSP 的国内外研究现状

搅拌摩擦加工是一种从搅拌摩擦焊基础衍生的新型加工技术，与搅拌摩擦焊相似，搅拌摩擦加工通过搅拌头对工件局部强烈搅拌，使经过搅拌区域的金属发生塑性变形，搅拌中心区域金属动态再结晶，最终实现材料的晶粒细化、均匀化及致密化。与搅拌摩擦焊的加工焊痕相似，FSP 的加工区域由于温度场和应力场的分布不均匀，整个加工区可分为搅拌区、热机影响区和热影响区^[12]，图 1-1 为 FSP 工作原理图。

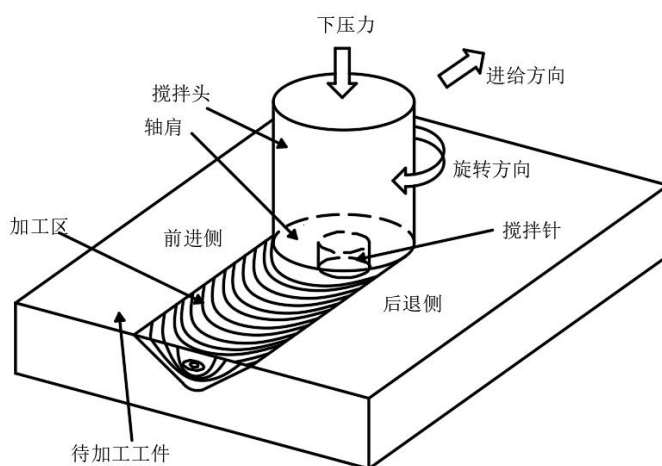


图 1-1 FSP 工作原理图

Fig.1-1 Working principle diagram of FSP

在国内相关研究中：在研究 FSP 对晶粒细化的作用方面，瞿皎^[13]等人选用 5mm 厚的工业纯钛板材作为实验材料，设计了轴肩直径、搅拌针根部、端部直径分别为 10mm，5mm，3mm，长度为 2mm 的搅拌头进行加工，经过次多道次加工后，得到搅拌区塑性变形剧烈、晶粒细化的板材，进行性能测试发现硬度提高、摩擦系数减小、磨损率降低；金玉花^[14]等人研究了固溶处理对 7050 铝合金搅拌摩擦加工组织的影响，发现在低转速下焊核区组织稳定，而在高转速下接头焊核区部分晶粒出现异常长大的现象；柴方^[15]等人采用轴肩直径为 20mm，搅拌针直径为 4mm，长度为 5mm 的待螺纹锥形搅拌头对 6mm 厚的铸态 AZ91 镁合金进行加工，然后加工后的材料进行热处理分析，结果时效处理可有效提高合金

的硬度；Li 等人^[16]研究了铜和牌号为 AA1350 铝板的异种搅拌摩擦焊，在整个焊接过程中，通过销断技术将大部分旋转销插入铝合金侧，在 1000r/min 的旋转速度和 80mm/min 的焊接速度下获得了良好的焊缝，观察微观组织发现较为复杂结构，有涡旋状图案和片层结构，异种焊缝的极限抗拉强度和伸长率分别为 152MPa 和 6.3%。断口观察表明，在拉伸试验中，异种接头以延性-脆性混合断裂模式失效；在研究在添加其他元素强化表面方面，金玉花^[17]等人采用有针搅拌头，将 SiC 颗粒植入铝中，制成复合材料，结果表示在 4 次加工道次后 SiC 颗粒在母材中分布均匀，且材料硬度提高；曹鹏飞^[18]等人通过 FSP 技术制备了复合材料，采用开槽的方式将 FeCoNiCrMn HEA 粉末填入 5083 铝合金，结果表明，加工后的组织显著细化，同时，随加工道次的增加，材料的硬度得到提升，达到母材的 1.8 倍。Gao 等人^[19]通过 FSP 技术制备 FeCoNiCrAl HEA 颗粒增强 5083 铝基复合材料，结果表明与不含 FeCoNiCrAl 高熵合金颗粒的 5083 铝合金和 FSP 样品相比，该复合材料具有更高的显微硬度和耐磨性，并且在所有复合材料中，5 道次制备的样品显示出最高的显微硬度、最佳的耐磨性和最低的摩擦系数。李艳苗^[20]以提高铜材的耐磨性能为目的，在铜基体上，通过激光熔覆的方法，添加纯 Ni、Ni-20Cu、Ni-20Cu-10Mo 及 Ni-20Cu-15Mo(at.%) 四种覆层，经过实验，发现加工后的材料平均摩擦系数分别改善 29.67%、40.66%、82.42%、53.85%；Yang 等人^[21]用水下搅拌摩擦加工的方式制备 AlCoCrFeNi 增强 AA5083 铝合金。观结构观察表明，HEA 颗粒均匀分布在基体中，晶粒细化，经测试，显微硬度比铝基体高 68.8%，磨损率比铝基体降低了 48.6%；刘志浩等人^[22]采用搅拌摩擦加工（FSP）对冷喷涂(CS)6061 铝合金涂层进行表面改性，研究微观组织变化与其在静态和动态载荷下断裂行为的关系，结果表明，加工后的试样消除了母材的缺陷，抑制了断裂的产生，晶粒细化提供了更多晶界，阻碍了裂纹扩展，提高了抗拉强度。王军等人^[23]，采用搅拌摩擦法制备了铜-石墨烯复合材料，并研究了复合材料的强化机理，结果表明，石墨烯对铜基体的影响主要体现在载荷传递和阻碍铜基体中位错运动和晶界生长。随着石墨烯的引入，中心区的晶粒得到了显著细化，材料性能得到提高；在研究在研究 FSP 过程中的材料流动性方面，金玉花^[24]等人使用 FSP 制备 SiCp/铝基复合材料，通过在铝合金材料表面开槽的方法进入 SiCp 颗粒，通过对不同开槽位置的截面成分进行分析，发现前进侧开槽

最有利于材料均匀分布；吴志林^[25]等人研究了分散剂对复合材料均匀性的影响。实验结果证实，添加分散剂对镍粉的团聚现象具有显著的抑制作用，并且有效促进了铝和镍之间的原位反应。通过引入分散剂，试样的力学性能得到显著提升，其最大抗拉强度达到 171MPa，相较于未添加分散剂制备的复合材料，提高了 15.5%。这一改进对于提高复合材料的综合性能具有重要意义；徐卫平^[26]等人采用 FSP 法制备了多壁碳纳米管（MWCNTs）增强的铝基复合材料，并对其硬度及均匀性进行了系统的研究。实验结果表明，经过 5 道次 FSP 处理后的多壁碳纳米复合材料的平均显微硬度显著提高，达到了母材的 1.68 倍。此外还通过开尔文探针试验进一步验证了 MWCNTs 在铝基复合材料中的均匀分布；毛育青^[27]使用形状为三角平面圆锥形的搅拌针，焊接 20mm 厚的铝板，研究工艺参数对流动性的影响，研究发现在较高的旋转速度增加，金属迁移量增大，会出现较大面积的疏松区，焊接速度过小易导致焊缝上部受热过多，疏松区及内部孔洞变大；李鹏等人^[28]采用搅拌摩擦加工制备了以 AlCoCrFeNi_{2.1} 高熵合金为增强相的 6061 铝合金复合材料，发现随搅拌摩擦加工道次的增加，材料的均匀性及力学性能均得到明显改善，复合材料中基体与增强相界面结合良好，随加工道次的增加，界面处扩散层厚度增大；龙玲等人^[29]研究了搅拌头倾角对搅拌摩擦焊接过程的影响机理，使用有限元模型模拟了焊接过程，结果表明，前进侧材料绕搅拌针旋转后大部分沉积于搅拌头后方前进侧区域，返回侧的材料大部分被搅拌头旋推至后方而沉积；采用倾角可以改善搅拌头后方材料从返回侧运动至前进侧区间的流动性。

在国外相关领域的研究中：在研究 FSP 对晶粒细化的作用方面，Morteza Shamaia^[30]采用搅拌摩擦法对 7075 铝合金钨极气体保护焊的组织进行了改性。对焊接接头的抗拉强度的评估表明，在搅拌摩擦处理后，焊接接头的拉伸强度（228MPa）增加到 320MPa，还利用电子背散射衍射仪（EBSD）研究了电弧焊和搅拌摩擦过程中的微观组织和晶界特征演变。结果表明，气体钨极电弧焊接头在搅拌摩擦过程中铸态枝晶组织完全消失，形成了细小的等轴晶粒；Davood^[31]等人采用不同道次的摩擦搅拌对植入 SiC 颗粒的 Al-Cu 合金进行处理，制备复合材料，并进行进行了补充热处理，结果表明，热处理后试样硬度和耐磨性的提高与 S 相沉淀物在微观组织中的尺寸和分布的变化有关；Kwon^[32]等人通过研究 1050 铝合金经过搅拌摩擦焊加工后的组织发现，在相同的进给速度的前提下，

改变旋转速度,使得焊核区再结晶的晶粒尺寸有着不同程度的细化;Bauri R^[33]等人对复合材料进行单道和双道 FSP 处理,并评估其对微观结构和性能的影响。结果表明单次 FSP 就足以打破颗粒从晶界的偏析并改善分布,两次 FSP 道次实现了完全均匀化并消除了铸造缺陷,每次 FSP 通过后晶粒尺寸也会细化,使机械性能显着提高;在添加其他元素强化表面方面,Nie 等^[34]采用超声振动法制备了 SiC 纳米粒子增强镁基纳米复合材料。研究结果显示,SiC 体积分数为 0.5vol.% 和 1vol.% 的试样抗拉强度、屈服强度和断裂伸长率得到提升,而 2vol.% 的试样中存在团聚,材料性能下降;Aruri D^[35]等人研究了工具转速对通过搅拌摩擦加工 (FSP) 制备的铝合金基表面混合复合材料的磨损和力学性能的影响,结果表明 SiC 和氧化铝颗粒的存在和钉扎效应,复合材料表现出高耐磨性;M. Raaf^[36]采用搅拌摩擦加工 (FSP) 制备了 A390/石墨和 A390/Al₂O₃ 表面复合材料(SC) 层。研究了工具旋转和移动速度对表面层的微观结构、力学和磨损特性的影响。结果表明,增加工具旋转速度会增加复合材料层的硬度;在研究 FSP 过程中,材料流动性方面,P.Asadi^[37]等人使用基于拉格朗日隐式法的 DEFORM 软件对搅拌摩擦加工 (FSP) 进行了热机械模拟,结果发现,大部分材料流动发生在前进侧,因此搅拌区 (SZ) 向前进侧延伸,同时计算了搅拌工具周围材料的有效应变和温度。Tutunchilar S^[38]等人利用 DEFORM-3D 软件开发搅拌摩擦加工 (FSP) 的 3D 拉格朗日增量有限元法 (FEM) 模拟,预测焊接区域的缺陷类型、温度分布、有效塑性应变,及材料流动,结果表明,材料流动的主要部分发生在顶面附近和前进侧 (AS);Mirzaei M H^[39]等人基于欧拉法,利用 ABAQUS 软件对 AZ91 镁合金双肩搅拌摩擦焊进行了数值模拟。研究了销钉外形对温度和应变分布、材料流动、材料融合、晶粒尺寸和拉伸性能的影响。结果表明,轴肩搅拌区和搅拌针搅拌区的材料流动模式不同。在搅拌针搅拌区,材料从前进侧向后退侧移动,而在轴肩搅拌区则相反,采用六角形的搅拌头产生的材料运动最均匀,材料融合效果最好;Zolghadr P^[40]等人研究了不同搅拌摩擦焊接和加工材料中热机械影响区 (TMAZ) 的形成及其形貌,结果表明,该区域的形成严重取决于母材类型。在 AZ91 镁合金中,由于晶粒边界周围存在硬质金属间沉淀物,TMAZ 呈现为一个明显的区域,其变形晶粒沿特殊方向排列。在 5083 铝合金中,TMAZ 不如 AZ91 镁合金中出现的那么清晰,但可以稍微难以找到,并且微观结构纹理有些

错位；Pashazadeh H^[41]开发了一个数值模型，用于预测铜板搅拌摩擦焊中的温度分布、有效塑性应变分布工具后方顶表面附近的材料从后退侧向前进侧延伸，导致搅拌区形状不对称。通过 DEFORM-3D 软件模拟预测的铜合金 FSW 中的搅拌区形状并不完全偏向焊线的任何一侧。

通过研究以上国内外文献发现，目前国内外学者关于将稀土氧化物植入铜基材料的研究较少，或是通过较为传统方式植入，加工过程破坏了基材原本的性能。因此本论文使用搅拌摩擦加工的方式将氧化镧粉末植入纯铜板材，研究填粉方式及加工参数对改性层性能的影响，为实际工业应用提供技术支持。

1.3 研究目的、意义和研究内容

1.3.1 研究目的及意义

材料的复合化是材料科学领域的重要趋势。传统单一材料难以兼顾复杂性能，而复合材料提供了解决方案。复合材料能设计成为具有特定物理和力学性能，以满足各种产品需求，不仅拓宽了材料的应用领域，也提高了产品的综合性能。

通过搅拌摩擦加工的手段制备纯铜-氧化镧改性层，旨在提升纯铜的强度和表面耐磨性能，同时确保纯铜原有的韧性和延展性得以保留，使得复合材料的综合性能得到了显著提升。此外，采用搅拌摩擦加工（FSP）在铜基复合材料的制备过程中具有多方面优势。首先，采用 FSP 的方式来加工材料，过程无需经历熔化和凝固阶段，因此可避免与熔化相关的潜在冶金缺陷。其次，该过程在界面反应方面表现优异，几乎不受外界气氛的干扰，从而显著降低了材料内部氧化及夹杂等问题的发生概率。此外，FSP 过程中引发的剧烈塑性变形和摩擦热，能够使再结晶晶粒尺寸显著减小，达到仅数个微米甚至更小的尺度，相较于传统表面复合材料技术经过熔化和凝固后形成的晶粒组织，其尺寸显著减小。在铜基体中，加工温度较低，热应力和变形也相对较小。

综上所述，搅拌摩擦加工在制备金属材料改性层方面具有巨大的潜力，有望成为一种制备复合材料的新方式，因此有必要对其进行系统化研究。

1.3.2 研究内容

本论文选取纯铜作为基材，采用搅拌摩擦加工的方式制备纯铜-氧化镧复合材料，具体研究内容如下：

（1）设计适用于搅拌摩擦加工制备纯铜-氧化镧的搅拌头，研究轴肩下压量

对加工质量的影响，并选取合适的轴肩下压量。

(2) 探究将粉末填入板材的最优方法，在前期实验中，采用了多种钻孔挖槽方式对板材进行加工，并将氧化镧粉末填入其中，随后进行搅拌摩擦加工。通过对加工后的材料进行简单的性能测试，研究孔槽排列对材料性能的影响，从而为后续实验挑选出最优的填粉方式。以得到的最优方式为基础选择不同的加工参数进行搅拌摩擦加工，并对加工后的材料进行性能检测。

(3) 研究搅拌摩擦制备纯铜-氧化镧的的宏观形貌和微观组织特征，分析工艺参数对加工区域组织的影响规律。

(4) 通过显微硬度试验和高温摩擦磨损试验，研究加工区域的力学性能和耐磨性，通过扫描电镜（SEM）的手段观察表面磨痕形貌，分析工艺参数对性能的影响、显微硬度和摩擦磨损性能之间的关系，以及氧化镧的加入对摩擦磨损性能的影响。

(5) 通过电化学腐蚀和盐雾腐蚀试验，研究加工区域的耐腐蚀性能，利用扫描电镜对表面腐蚀相貌进行观察，探究工艺参数对加工区域耐腐蚀性能的影响。

第 2 章 实验材料、设备与方法

2.1 引言

通过搅拌摩擦焊技术制备纯铜氧化镧改性层，相较于其他加工方式，既能将粉末植入铜基体中，又避免了加工过程中过多的热输入导致晶粒长大。同时 FSP 的过程中不会产生污染物，符合现代绿色生产的理念^[42-44]。

本章将详细介绍以 FSP 制备纯铜-氧化镧改性表层的实验方法，以及改性表层相关性能测试方法。

2.2 实验过程 and 材料

2.2.1 实验过程

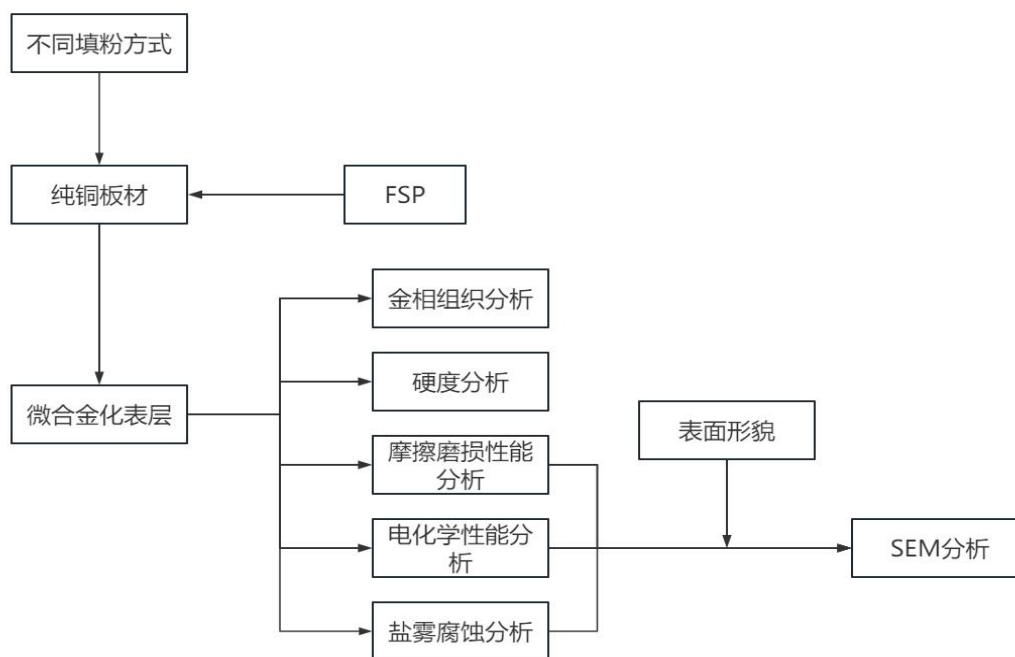


图 2-1 实验方案流程图

Fig.2-1 Experimental Plan Flow Chart

本文主要利用 FSP 技术制备纯铜-氧化镧的复合材料，旨在提高纯铜的性能和拓宽其应用领域，具体过程主要分为两个部分，首先通过各种不同的钻孔与开槽方式，在纯铜中添加氧化镧，然后盖板后利用无搅拌针的搅拌头以一定的转速和一定的前进速度加工，压实材料，再使用有针搅拌头以相同的转速和相同的前进速度加工纯铜表面，并使氧化镧与纯铜均匀混合，最终在材料表面形成一层改

性表层。随后，运用适当的实验分析手段，对材料的改性表面特性进行检测与分析；之后在这几种加粉方式中选取性能较优的工艺，调整搅拌头的转速与进给速度，对不同的加工参数加工的材料再次进行性能分析测试，找到最优的加工参数，具体实验方案流程如图 2-1 所示。

2.2.2 实验材料

本研究选用尺寸为 $200\text{mm} \times 50\text{mm} \times 10\text{mm}$ 的 T2 纯铜板。主要化学成分如表 2-1 所示，力学性能如表 2-2 所示。

表 2-1 T2 纯铜的主要化学成分（质量分数，%）

Tab.2-1 The main chemical components of T2 copper (mass fraction,%)

Cu	Fe	Sb	SI	Bi	Pb	S
99.90	0.005	0.002	0.002	0.001	0.005	0.005

表 2-2 T2 纯铜的力学性能

Tab.2-2 The mechanical properties of T2 purple copper

状态	抗拉强度 σ_b (Mpa)	伸长率 δ (%)	硬度(HV _{0.2})
Y2	312	16	86

实验过程中植入纯铜的氧化镧颗粒平均尺寸为 10nm 颗粒。

2.3 实验设备及测试方法

2.3.1 搅拌摩擦加工（FSP）



图 2-2 搅拌摩擦加工设备照片

Fig.2-2 Photos of Stirring Friction Processing Equipment

本次实验使用的 FSP 设备是由中航工业北京赛福斯特技术有限公司生产的 FSW-LS-A10 型搅拌摩擦连接设备，如图 2-2 所示，其具有三个自由度，能加工 4 至 12mm 的板材。

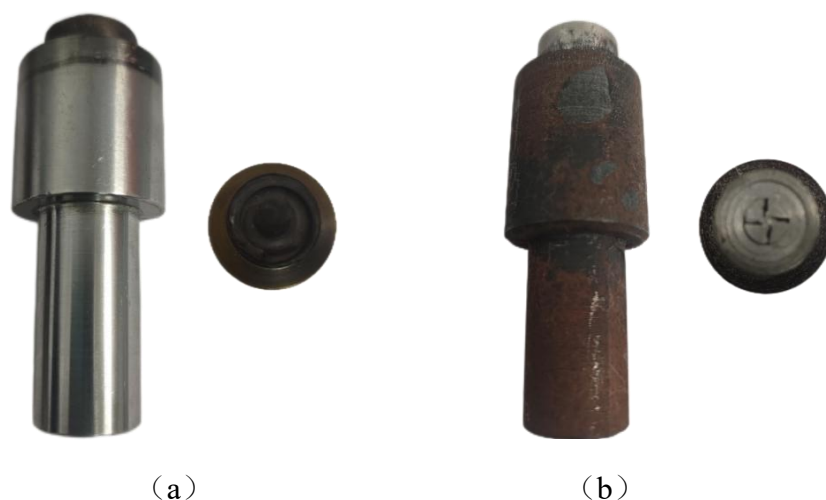


图 2-3 搅拌头照片及尺寸

(a) 有针搅拌头照片; (b) 无针搅拌头照片;

Fig.2-3 photos and dimensions of the mixing head

(a) Photo of the needle stirring head; (b) Photos of needle free stirring head;

本次实验中使用两种不同的搅拌头，分别为有针搅拌头和无针搅拌头，其外形分别如图 2-3 (a) 和 (b) 所示；其中有针搅拌头针长为 3mm，针尾部直径为 7mm，头部为 4mm，轴肩直径为 18mm，无倾角，轴肩上开有螺纹槽。无针搅拌头轴肩直径为 18mm。

实验用的 T2 纯铜板使用线切割机加工成尺寸统一的试样块 (200mm×50mm×10mm)，在机床上使用铣刀铣出凹槽，如图 2-4 所示，再在凹槽内开槽或钻孔。在实验前，为确保加工质量，首先需使用砂纸精细打磨机床加工产生的毛刺。随后，采用丙酮对纯铜表面附着的油污进行彻底清洗，紧接着用清水冲洗以去除残留的丙酮和其他污垢，并用吹风机将纯铜板材彻底吹干。之后，利用磨抛机对纯铜表面进行精细处理，以去除氧化层。同样，处理完成后需用清水冲洗以清除磨抛过程中产生的杂质，并用吹风机吹干，确保纯铜表面清洁，最后利用无水乙醇酒精对纯铜表面再次进行清洗，保证表面无磨抛残渣，并吹干；再在孔或槽内装填氧化镧粉末，用细毛刷轻轻扫去多余粉末，最后，在凹槽的位置盖上一层 1mm 铜板。

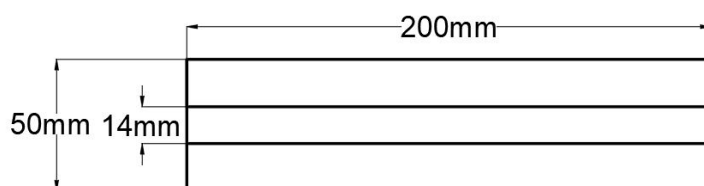




图 2-4 铣削尺寸示意图

Fig.2-4 Schematic diagram of milling dimensions



图 2-5 试样装夹照片

Fig.2-5 Photos of sample clamping

2.3.2 微观组织结构分析方法

利用线切割机切割加工后的铜合金，切割试样尺寸为 $30\text{mm} \times 10\text{mm} \times 10\text{mm}$ ，横跨 FSP 区域；经过 400#、800#、1000#、2000# 碳化硅砂纸磨光后，采用 $0.1\mu\text{m}$ 粒径的金刚石抛光液进行机械抛光，使用超声波清洗后，使用无水乙醇洗净；使用氯化铁-HCL 水溶液腐蚀 2 至 8 秒；后使用上海蔡康光学仪器有限公司生产的型号为 4XB 的金相显微镜观察铜合金 FSP 改性层的侧面，在 10 倍、20 倍和 50 倍下拍摄金相局部放大图片。

图 2-6 展示了本文所使用的扫描电镜照片，该设备由日本日立有限公司生产，型号为 S-3400N。扫描电镜（SEM）在材料科学研究中发挥着重要作用，尤其适用于观察铜合金 FSP 不同区域的晶粒变化。此外还用于观察材料中 FSP 不同区域因磨损而产生的划痕，以及材料在不同区域腐蚀的表面形貌等微观细节。这些观察结果对于深入了解材料的性能、优化工艺参数以及提高产品质量具有重要意义。



图 2-6 扫描电镜设备

Fig.2-6 Scanning Electron Microscope Photos

2.3.3 硬度与摩擦性能测试方法

本实验使用的摩擦磨损试验机器为兰州中科凯华科技有限公司生产的高温 HT-1000 型高温摩擦磨损试验机,如图 2-7 所示。取尺寸为 $30\text{mm} \times 10\text{mm} \times 10\text{mm}$ 的试样,使用砂纸打磨材料表面加工纹路,实验采用球—试样对磨的形式,将试样用夹具固定在工作台上,工作台以一定速度旋转,对磨小球固定不动,两者产生相对运动,使试样的对磨表面受到滑动摩擦力作用;实验过程钢球材料为 Cr15, 小球直径为 6mm , 摩擦半径为 2mm , 加载为 7.5N 。图 2-9 实验工作原理图。



图 2-7 摩擦磨损试验机

Fig.2-7 Friction and Wear Testing Machine

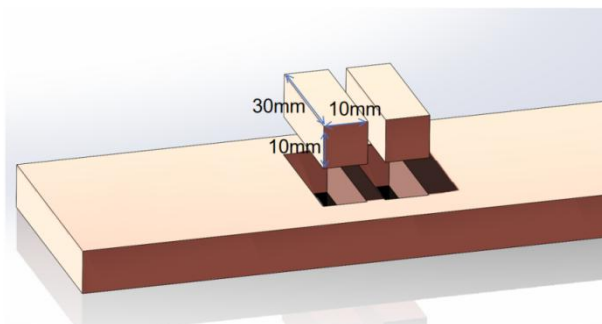


图 2-8 摩擦磨损试样取样位置

Fig.2-8 Sampling locations for friction and wear specimens

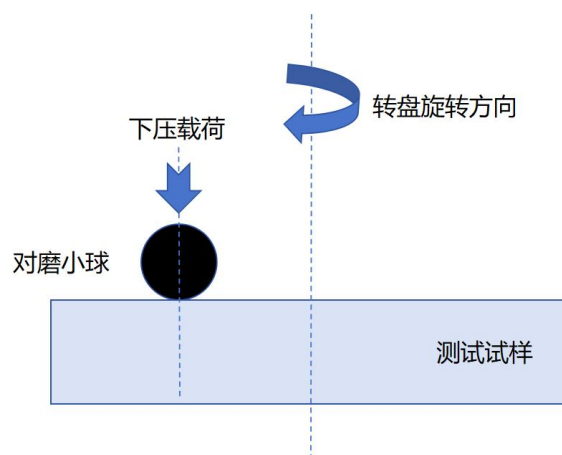


图 2-9 摩擦磨损工作原理图

Fig.2-9 Working principle diagram of friction and wear

实验所用的数显维氏硬度计采用莱州市恒仪试验仪器有限公司生产的 WHVS-1000AT 的半自动维氏硬度计。图 2-11 为硬度计的照片。实验使用 0.2kgf 的加载力，加载和卸载时间为 10 秒，实验的试样尺寸为 30mm×8mm×10mm，以加工区域为中心打点，共 25 个点，每个点间距 1mm，测试位置示意图见图 2-11 所示。记录数据，使用 origin 软件绘制硬度变化曲线图，分析不同加工参数下的硬度差异。



图 2-10 维氏硬度测试仪照片

Fig.2-10 Photo of Vickers hardness tester

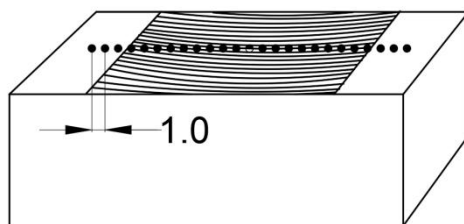


图 2-11 维氏硬度测试点及相应位置

Fig.2-11 Vickers hardness test points and corresponding positions

2.3.4 耐腐蚀性测试方法

(1) 盐雾腐蚀实验

使用线切割仪器在连接区取两个尺寸为 $30\text{mm} \times 10\text{mm} \times 10\text{mm}$ 的试样，分别进行 12h 和 24h 的盐雾腐蚀实验。使用质量分数为 5% 的 NaCl 溶液作为盐雾腐蚀试剂，具体实验参数见表 2-3。

表 2-3 盐雾腐蚀实验参数

Table 2-3 Salt Spray Corrosion Experimental Parameters

参数	配置时	试验中	备注
氯化钠溶液浓度 (g/L)	50	40~60	试验开始前标定一次
PH	6.5	6.5 - 7.2	试验中溶液的 pH 值
气压 (kgf/cm^2)		1.00 ± 0.1	试验中气压不可间断
喷雾量 ($\text{ml}/80\text{cm}^2/\text{h}$)		1.0~2.0	对试验中 24h 求平均值
压力桶水温 ($^{\circ}\text{C}$)		47 ± 1	
盐水桶水温 ($^{\circ}\text{C}$)		35 ± 1	
室内温度 ($^{\circ}\text{C}$)		35 ± 1	
相对湿度 (RH)		85%以上	
试验时间			12h 以及 24h

试验后试样用扫描电镜对腐蚀产物形貌进行观察，并用 EDX 对腐蚀产物进行扫描以得到其元素种类与元素含量。

(2) 电化学腐蚀

使用线切割仪器在连接区取直径 10mm，厚度为 10mm 的圆柱形试样，试样用树脂镶嵌，依次用 400#、600#、1000#、2000# 的砂纸逐个打磨测试表面，再用抛光机打磨成镜面，使用超声波清洗器洗净后，用无水乙醇清洗备用。

电化学实验使用 CHI66E 型电化学工作站完成, 采用三电极体系, 工作电极为测试表面, 辅助电极为铂片电极, 参比电极为饱和甘汞电极, 实验介质为 3.5wt.%NaCl 溶液。极化曲线测定的电位范围为 0.4V 至-1.0V, 扫描速度为 10mV。通过电化学工作站分析不同工艺下, 自腐电位及腐蚀电流密度 $i_{\text{corr}}(\text{mA}/\text{cm}^2)$ 的差异。从而评定加工区域的电化学腐蚀性能差异。

第 3 章 加工及填粉工艺确定

3.1 引言

为实现使用 FSP 在纯铜中植入氧化镧颗粒，需进行前期的工艺探索，具体可以分为两个步骤，首先是选择合适形状的搅拌头，探索合适的下压量，保证 FSP 能顺利完成，能得到无缺陷的材料；然后是探索氧化镧最优的填入方式，具体做法是在保证体积相同的前提下，分别使用打平行孔、交错孔、大小不同的孔、开槽、开槽钻孔混合五种不同的方式加工，经过相同加工参数的 FSP 后测试各组材料的力学性能，从中选取性能最优的填粉方式后确定加工参数。

3.2 搅拌头的外形设计及轴肩下压量对加工区的影响

3.2.1 轴肩下压量对加工区的影响

轴肩下压量是影响改性区质量的重要因素，当轴肩下压量过小时，会导致热输入量不足，加工区域热塑化程度不够，导致加工区域出现孔洞、隧道缺陷；轴肩下压量过大时，会导致热输入量过大，加工区域表面氧化严重，同时由于过度塑化，材料被搅拌头压出，形成飞边。

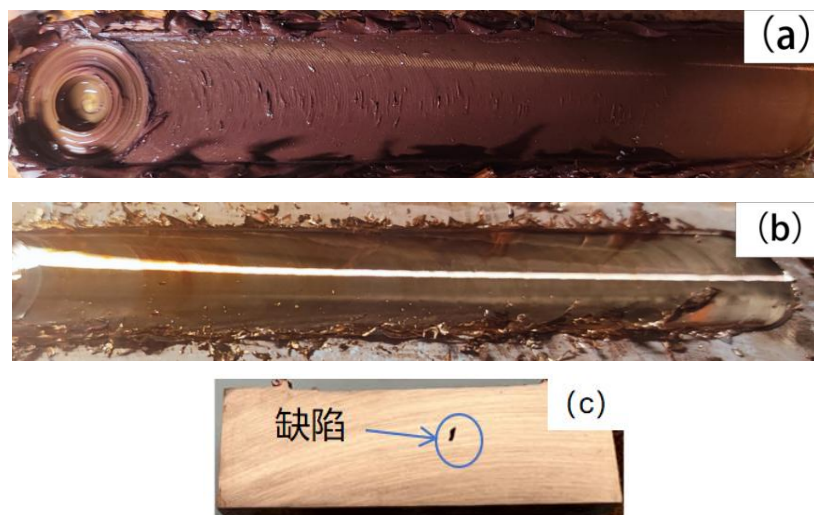


图 3-3 下压量过大和过小的加工区域宏观形貌及隧道缺陷

(a) 下压量过大的加工表面；(b) 下压量过小的加工表面；(c) 加工区域隧道缺陷

Fig 3-3 Macro morphology and tunnel defects in the processing area with excessive and insufficient downward pressure

(a) Processing surfaces with excessive downward pressure; (b) Processing surfaces with too little downward pressure; (c) Processing area tunnel defects

3.2.2 搅拌头外形对加工区的影响

搅拌头作为 FSP 过程中的核心部件，它的外形参数，如搅拌针长度、针头直径、针尾直径、轴肩直径等，这些参数决定了 FSP 过程中的热输入、母材的流动性及被顶锻的方式对 FSP 的可行性以及加工成型的质量有着直接影响^[45-46]。



图 3-1 断针搅拌头及加工表面

(a) 断针搅拌头; (b) 加工表面

Fig.3-1 Broken Needle Stirring Head and Processing Surface

(a) Broken needle stirring head; (b) Machined surface

图 3-1 (a) 为早期实验设计的搅拌头，针头直径为 4mm，针尾直径为 6mm，经过实验发现，搅拌针过细，强度不够，在加工铜基材料过程中，前进受到的阻力很大，易断针导致加工失败，同时，轴肩螺旋凹槽过浅，导致材料流动性不够，导致加工表面粗糙。因此在正式试验中，对搅拌头重新进行了设计，将针尾直径增加到 7mm，并加深了轴肩的螺旋凹槽。



图 3-2 使用改良后搅拌头加工得到的加工表面

Fig.3-2 The processed surface obtained by using the improved stirring head

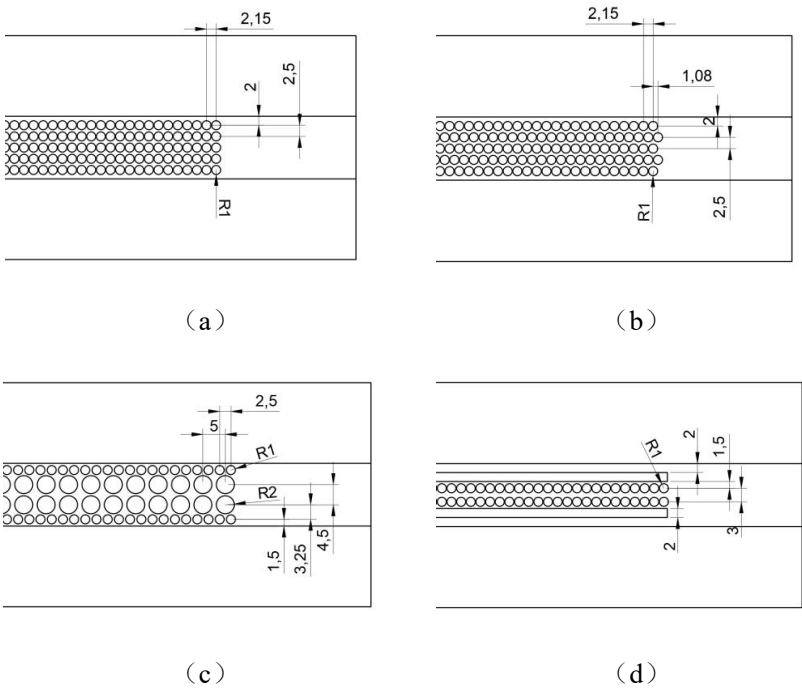
3.3 确定填粉工艺

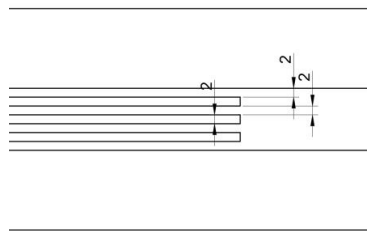
3.3.1 确定开槽钻孔方式

先通过相关文献和经验初步确定 FSP 的加工参数，使用同种加工参数，先对纯铜板材进行不同方式的加工，在表面开槽或钻孔，在孔中填入氧化镧粉末并压实，之后对不同填粉方式的纯铜进行 FSP，并对加工后的样品进行性能测试，分析测试结果，从而推断出最优加粉方式，试样具体选用的填粉方式如表 3-1 所示，具体钻孔开槽方法示意图见图 3-1，具体实验流程如图 3-3。

表 3-1 加工工艺参数表
Table 3-1 Processing Process Parameters Table

试样编号	处理方式	备注
1	平行钻孔	1 至 5 组，添加的氧化镧粉末体积相同
2	交错钻孔	
3	中间钻大孔两侧钻小孔	
4	中间钻孔两侧开槽	
5	开槽	
6	只进行 FSP 不做填粉处理	
7	母材	





(e)

图 3-3 不同组板材处理方式示意图

(a)试样 1; (b)试样 2; (c)试样 3; (d)试样 4; (e)试样 5

Fig.3-3 Schematic diagram of processing methods for different groups of boards

(a) Sample 1; (b) Sample 2; (c) Sample 3; (d) Sample 4; (e) Sample 5

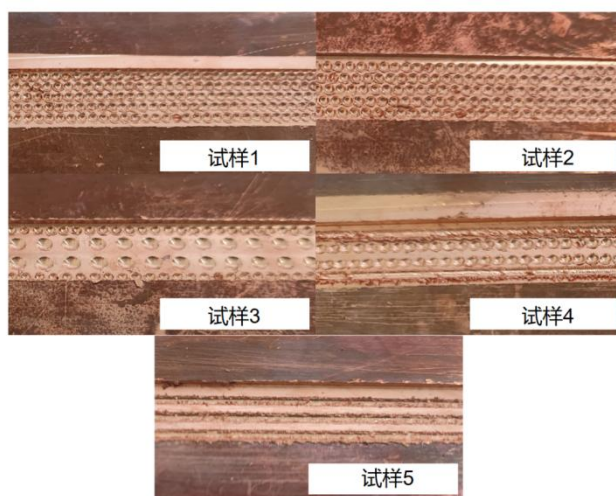


图 3-4 不同处理方式板材实物图

Fig.3-4 Physical images of boards with different processing methods

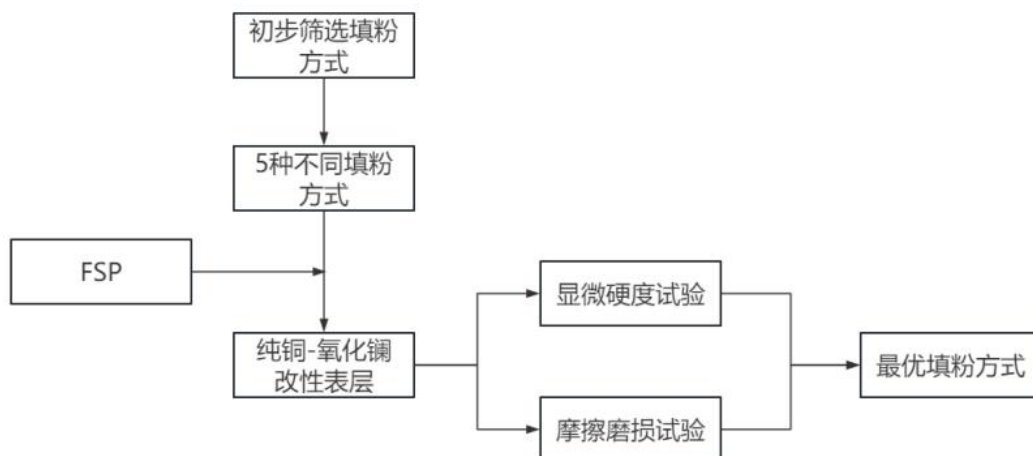


图 3-5 实验方案流程图

Fig.3-5 Experimental Plan Flow Chart

本实验中，开槽，钻孔深度均为 0.5mm，槽宽 2mm，长 140mm，大孔直径 4mm，小孔直径 2mm，填粉后盖板压实，再进行 FSP 加工。

3.3.2 不同处理方式的加工区显微硬度

对使用不同方式开槽钻孔后进行 FSP 的试样的加工区域进行显微硬度测试，结果如图 3-6 所示。

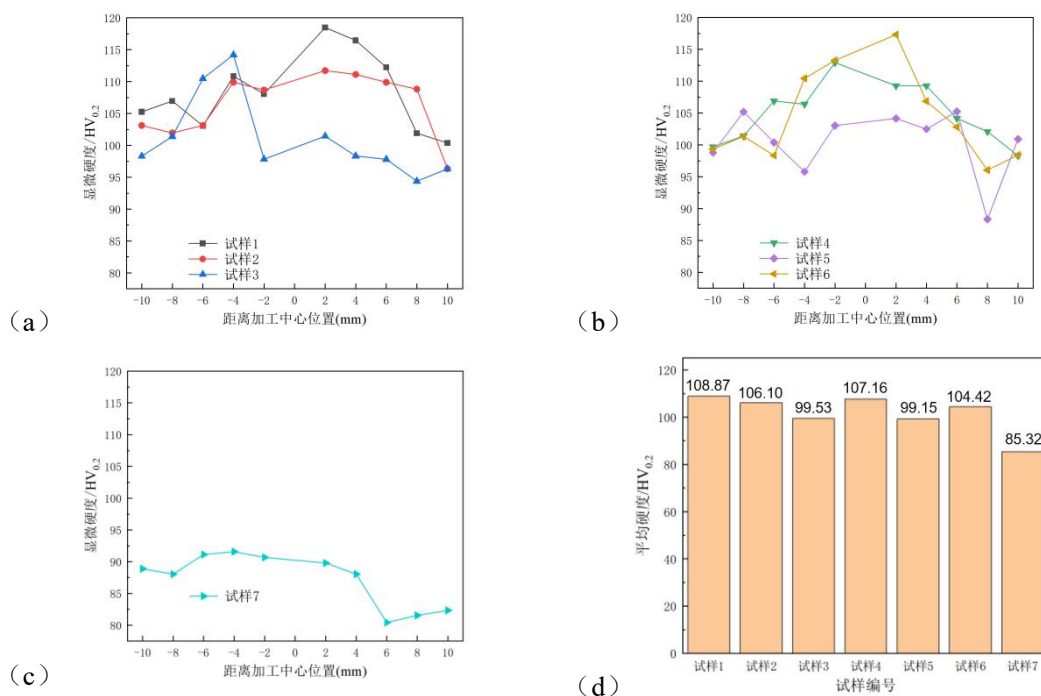


图 3-6 不同加粉方式下材料加工区域横向显微硬度分布及平均硬度

(a) 试样 1、试样 2 与试样 3; (b) 试样 4、试样 5 与试样 6; (c) 母材试样; (d) 各试样的平均硬度

Fig 3-6 Horizontal microhardness distribution and average hardness in the material processing area under different powder addition methods

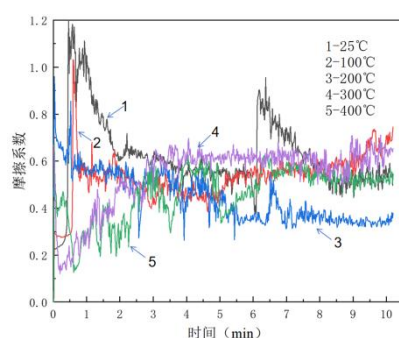
(a) Sample 1, Sample 2, and Sample 3; (b) Sample 4, Sample 5, and Sample 6 (c) Base material sample (d) Average hardness of each sample

从图 3-6 可以看出，不同加粉方式的硬度值有一定差异，但都优于母材；加工后的材料在同一行测试点的硬度值基本体现为先上升，后下降的趋势；由霍尔佩奇公式可知^[48]，显微硬度与晶粒尺寸有关，晶粒尺寸越小，显微硬度越大^[49]。在各加粉方式中，平行钻孔法的平均硬度最高，性能相对较好，其原因是因为采用平行钻孔的方式，铜板材损失的体积分布较为均匀，在加工过程中搅拌头带动材料流动，不容易产生内部缺陷，加工过后的材料均匀性更好。

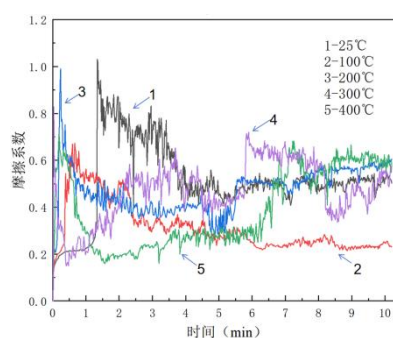
3.3.3 不同处理方式的加工区摩擦磨损性能

磨损是机械构件中常见的一种损伤形式，材料的摩擦磨损性能是评价材料使用寿命的一项重要指标，因此，提高耐磨性对提高工程应用中的金属材料的可靠性和寿命有着至关重要的作用。

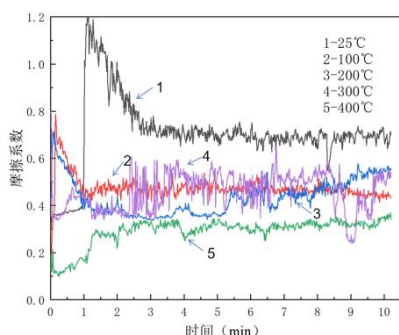
图 3-7 为不同温度下不同加粉方式及对照组的摩擦系数变化曲线，各曲线的变化规律相似，在实验开始时，摩擦系数较大波动，这是因为摩擦接触面积不足及表面氧化层的影响；随后，摩擦系数曲线呈现上升趋势。这是由于表面膜尚未充分形成，导致试样与对磨小球之间存在较多的凸峰，使得接触面变得较为粗糙。在这种情况下，试样与对磨小球之间容易发生粘着或咬合现象，因此测量到的摩擦系数相对较高。同时，这种接触状态也加剧了试样的磨损程度；之后曲线进入到一个相对稳定的波动状态，这是因为表面润滑膜逐渐形成，表面氧化膜可以降低摩擦系数，此时摩擦副接触面为“金属至表面润滑膜至金属”之间的接触，当润滑膜的生成与损耗达到平衡时，摩擦系数趋于稳定。



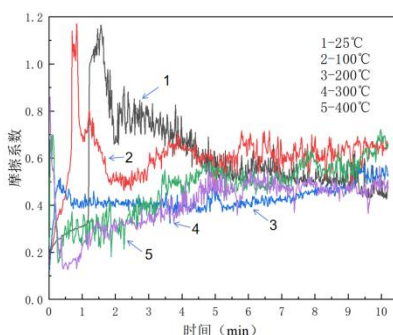
(a)



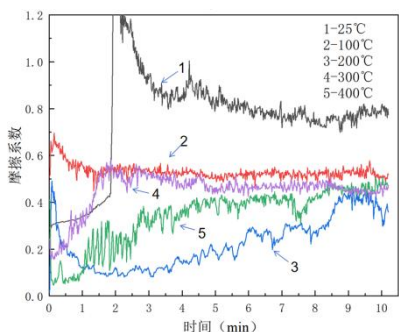
(b)



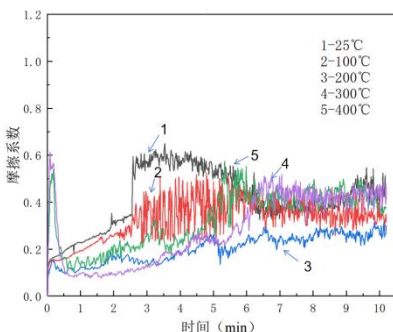
(c)



(d)



(e)



(f)

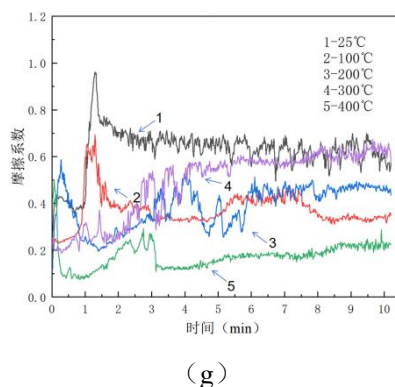


图 3-7 不同加粉方式下制备的试样在不同温度下的摩擦系数

(a) 试样 1; (b) 试样 2; (c) 试样 3; (d) 试样 4; (e) 试样 5; (f) 试样 6; (g) 试样 7

Fig 3-7 Friction coefficients of samples prepared under different powder addition methods at different temperatures

(a) Sample 1;(b) Sample 2;(c) Sample 3;(d) Sample 4;(e) Sample 5;(f) Sample 6;(g) Sample 7

从图 3-7 中可以看出，母材的摩擦系数较高，这是因为实验所用的纯铜为轧制板材，组织大小分布不均，硬度相对降低，使得对磨小球压入试样表面较深，与材料接触面积大，受到更大的前进阻力，摩擦系数也就相对较大。在常温条件下添加 La_2O_3 粉末的试样摩擦系数高于不添加 La_2O_3 粉末的试样，出现这种现象的原因可能是因为复合材料中的氧化镧颗粒的障碍作用导致了表面滑动的阻力增大。而在高温（300℃以上）时，加粉的试样摩擦系数低于不添加粉末的对照组试样，这是由于加入的 La_2O_3 粉末它作为稀土氧化物， La_2O_3 的加入能很好地提高材料的高温综合性能和稳定性，能够抑制其在高温下基体强度下降的趋势。此外 La_2O_3 的存在能使氧化膜在高温下更稳定，提高其高温摩擦磨损性能^[50]。

表 3-2 不同温度下各试样的磨损量

Table 3-2 Wear Amount of Each Sample at Different Temperatures

序号	填粉方式	磨损量 (mg)				
		25℃	100℃	200℃	300℃	400℃
1	试样 1	0.79	0.67	0.36	0.35	1.07
2	试样 2	1.72	0.73	1.59	1.14	0.98
3	试样 3	0.86	0.58	0.41	0.62	1.83
4	试样 4	1.35	1.34	1.17	1.10	1.43
5	试样 5	0.82	1.06	1.29	0.59	0.42
6	试样 6	0.94	2.42	0.80	1.02	1.84
7	试样 7	4.50	2.78	4.19	2.42	5.27

表 3-2 为各试样在不同温度下的磨损量，可以看出经过加工在所有温度下的耐磨性均优于母材，在添加粉末进行 FSP 后材料耐磨性得到提升的原因一方面是因为经过 FSP 的材料在加工过程中受到摩擦热和塑性变形的影响，材料内部晶粒发生再结晶，从而使得晶粒发生明显细化，表面硬度提升，使其耐磨损性能达到显著提高；另一方面是因为 La_2O_3 在高温下非常稳定，且能够提高复合材料的高温综合性能和稳定性^[51-52]，从而降低磨损量；在不同的开槽钻孔方式中，由于采用平行钻孔方式的试样，在加工后内部不易出现缺陷，表面硬度相较于其他试样较高，故在摩擦磨损试验中，其磨损量也相对较小。综合考虑各温度下磨损率，试样 1（即平行钻孔法）性能最优，与前面硬度分析的结果相一致。

3.4 确定 FSP 制备纯铜-氧化镧工艺参数范围

为进一步探究不同的搅拌头转速和搅拌头进给速度对加工材料的表面质量及材料内部流动产生影响，在确定使用平行钻孔法填缝的前提下，通过实验探索明确了 FSP 制备纯铜-氧化镧工艺的参数范围，将进给速度选在 250mm/min 至 350mm/min 之间，搅拌头旋转速度选在 300rpm 到 500rpm 之间，并组合成如表 3-3 所示的 9 组工艺参数。

表 3-3 纯铜-氧化镧 FSP 工艺参数
Table 3-3 Process parameters of pure copper lanthanum oxide FSP

试验序号	搅拌头旋转速度 $\omega/(\text{rpm})$	搅拌头进给速度 $v/(\text{mm}/\text{min})$	备注
A1	300	250	
A2	300	300	
A3	300	350	
A4	400	250	加工区长度 140mm， 宽度 20mm；母材不 做处理
A5	400	300	
A6	400	350	
A7	500	250	
A8	500	300	
A9	500	350	

3.5 本章小结

(1) 本章通过试验, 选定了合适的搅拌头形状, 研究了加工过程中下压量对加工表面质量的影响, 并选定了合适的下压量。

(2) 本章对比了各加粉方式的摩擦磨损性能、硬度性能。得出了在各加粉方式中, 平行钻孔法摩擦磨损性能最优的结论

(3) 本章通过文献及实验探索明确了 FSP 制备纯铜-氧化镧工艺的参数范围, 确定了后续试验使用的搅拌头进给速度和搅拌头旋转速度的组合。

第 4 章 纯铜-氧化镧改性层形貌及微观组织分析

4.1 引言

加工区域的性能与其微观组织密切相关，为更好的研究 FSP 制备纯铜-氧化镧加工区域微观组织与性能之间的联系，以及宏观相貌与微观形貌直接的关系，为后续的试验分析提供理论依据，需要对各加工参数制备的试样进行宏观和微观形貌分析。本章节选取了部分 FSP 加工后的试样，对其加工区域宏观相貌和微观组织进行分析，探寻其规律。

4.2 加工区域宏观形貌

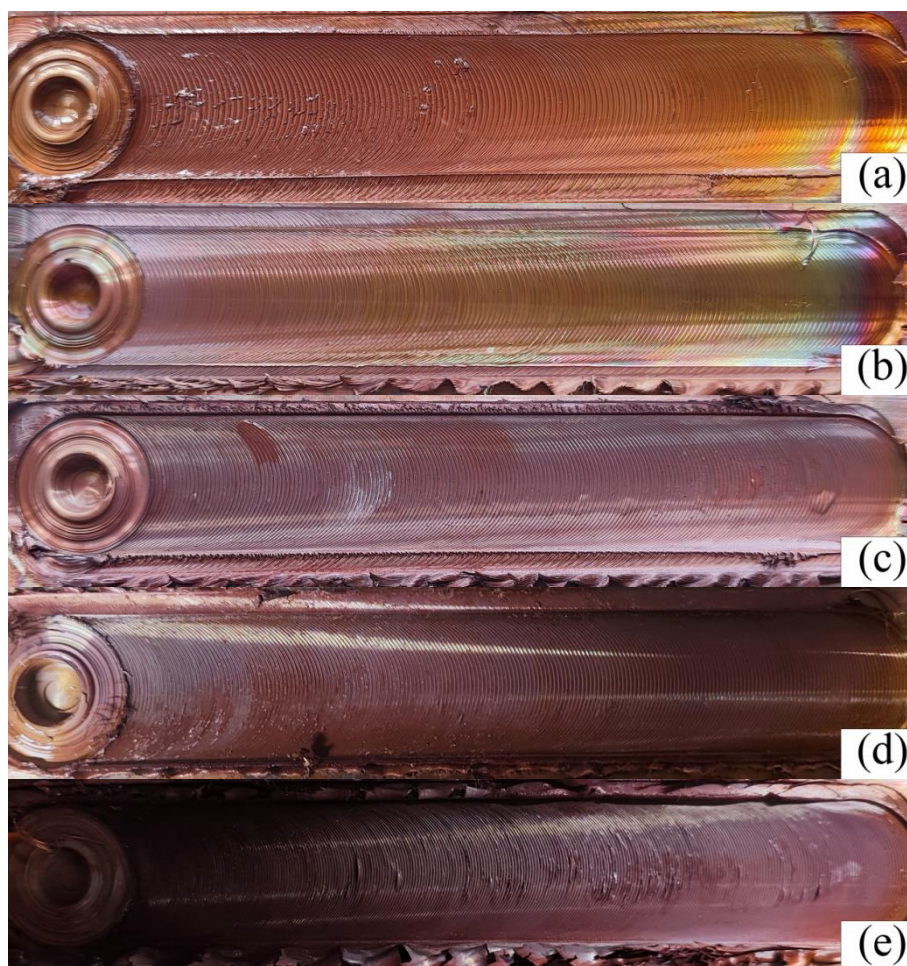


图 4-1 部分加工参数下 FSP 加工表层宏观结构

(a) 试样 A3; (b) 试样 A2; (c) 试样 A1; (d) 试样 A6; (e) 试样 A9

Fig.4-1 Macro structure of FSP machining surface under partial machining parameters

(a) Sample A3;(b) Sample A2;(c) Sample A1;(d) Sample A6;(e) Sample A9

图 4-1 是不同工艺参数下 FSP 区域的表面形貌图,从图中可以看出,虽然表面加工质量不同,但未观察到粉末溢出,绝大多数氧化镧粉末均被挤压到母材内部。其中 4-1 (a)、(b)、(c) 为同一进给速度 ($v=250\text{mm/min}$), 不同搅拌头转速下的加工表面形貌,可以看出,在转速为 300rpm 时,加工表面的前进侧和后退侧均无明显飞边;随着转速的提高,在 400rpm 时,前进侧出现少量飞边,在转速达到 500rpm 时,前进侧和后退侧均有明显飞边,且金属表面过度塑化导致加工表面质量下降,出现这种现象的原因是因为随着搅拌头转速提高,搅拌头与金属摩擦产生的摩擦热会增加,过高的热量输入会导致金属的过度塑化,在搅拌头高速旋转所带来的抽吸作用下,过度塑化的金属会被挤压溢出,形成飞边,影响加工区域质量;同时随着加工过程中热输入增加,会加剧纯铜表面的氧化速度,因此随着转速提高,加工区域颜色会加深。

图 4-1 (c)、(d)、(e) 为相同转速 ($\omega=500\text{rpm}$) 时不同搅拌头进给速度下的加工表面形貌,随着前进速度的降低,焊痕变密,同时加工表面质量下降,飞边加大,这是因为进给速度降低后,单位时间内的热输入增加,同时因为搅拌头在同一位置的停留时间更长,被塑化的金属与搅拌头粘连的机会更大,不利于塑化金属向加工区域空腔填充,故使得加工区表面质量下降,飞边增多,焊痕模糊。

4.3 加工区域微观形貌

4.3.1 母材金相

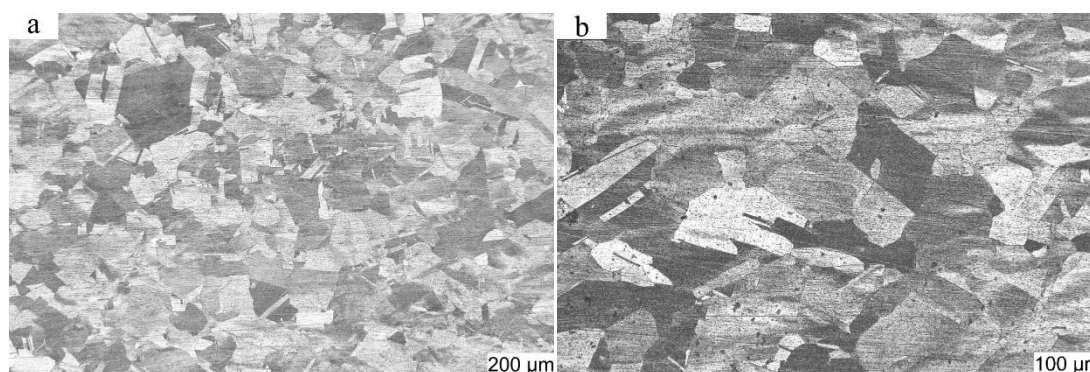


图 4-2 纯铜母材金相图

(a) 5 倍; (b) 10 倍

Fig.4-2 Metallographic diagram of pure copper base material

(a) 5x; (b) 10x

纯铜的微观组织如图 4-2 所示，实验材料为冷轧制板材，故纯铜晶粒沿着轧制方向拉长由原来的等轴状变为纤维状并且晶粒发生了分裂，在图 4-2 (b) 中可以看到灰色的小点，这是板材中混入的氧化铜杂质。

4.3.2 加工区域金相

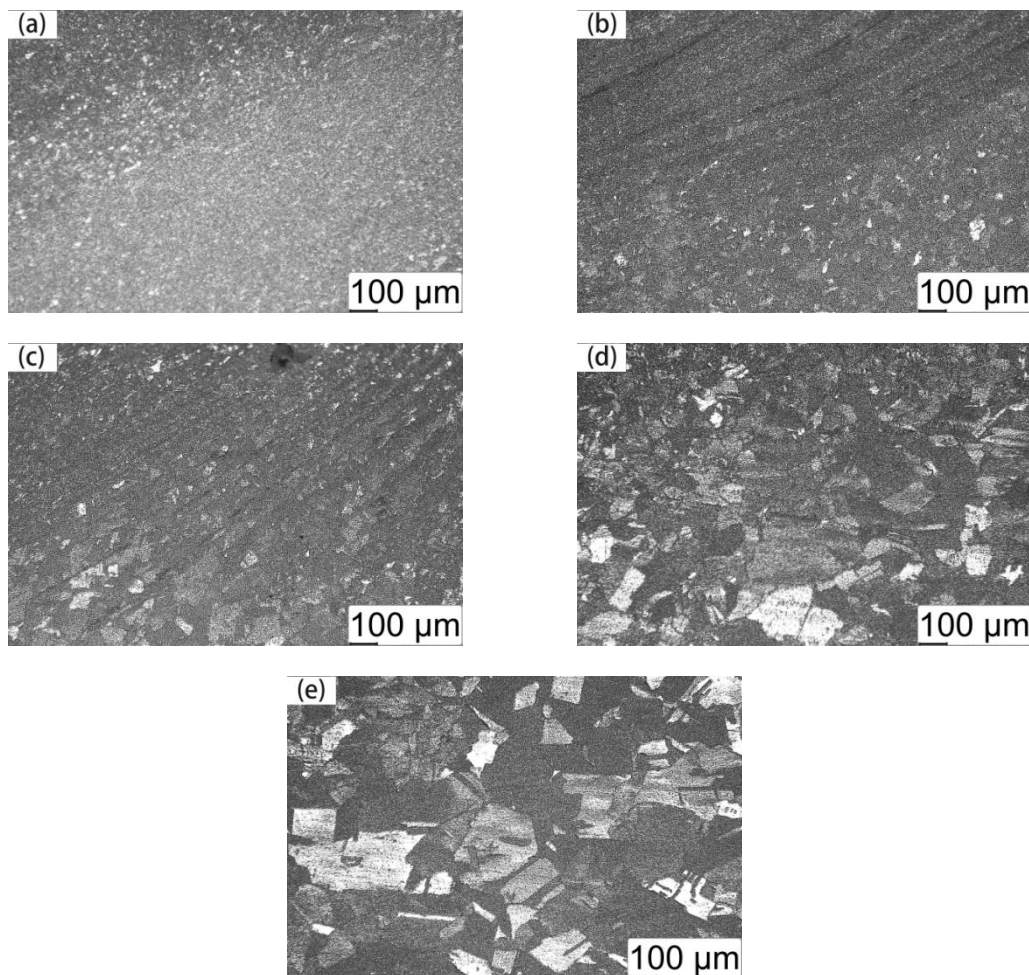


图 4-3 纯铜-氧化镧 FSP 加工区微观组织

(a) 加工中心区; (b) 热机影响区; (c) 交界区金相; (d) 热影响区; (e) 母材区

Fig.4-3 Microstructure of Pure Copper Lanthanum Oxide FSP Processing Zone

(a) Processing center area; (b) Heat affected zone; (c) Metallography of the junction area; (d) Heat affected zone; (e) Base material area

(1) 加工中心微观组织

如图 4-3 (a) 所示为加工中心区，该位置的组织均匀性较好，组织发生明显的细化现象，且组织分布更加均匀，使得力学性能得到提升^[54-55]。出现这种变化的原因是随着搅拌头转速的提升，顶部热输入提高，同时搅拌头轴肩和搅拌针共同作用下纯铜与氧化镧的混合效果提升，加工区中心可见均匀的混合；随着离表面距离增加，受到轴肩作用力的影响逐渐减小，晶粒细化效果会逐渐变差。

(2) 热机影响区微观组织

如图 4-3 (b) 所示为热机影响区, 其位置邻近加工区中心, 从图中可以观察到, 晶粒被拉伸成长条状, 且伸长方向均为沿加工区中心边界法向。在这个区域, 纯铜受到搅拌头的机械力作用, 和摩擦产生的热输入的双重影响, 经受了不同程度的塑性变形, 同时由于热输入低于中心区, 未能产生完全的动态再结晶, 因此形成由弯曲而拉长的晶粒组成的微观结构;

(3) 交界区微观组织

图 4-3 (c) 中的分界线, 相较于前文中使用初始加工参数得到的试样要更加模糊, 这是因为随着搅拌头转速的提高, 机械力的作用提高, 金属的流动性增强, 使得加工区域更均匀。

(4) 热影响区微观组织

从图 4-3 (d) 中可以看出, 位于热影响区的晶粒尺寸较大, 这是因为这部分材料距离加工区中心较远没有受到焊具的机械搅拌作用, 但这部分的晶粒受到了摩擦热作用, 因此晶粒在该区域内逐渐长大, 形成较为粗大的微观组织^[56]。

(5) 母材区微观组织

这部分区域未受到加工过程直接影响的, 因此保持了原始铜材料的微观结构和性质。母材区的晶粒结构、硬度和化学成分基本保持不变, 由于纯铜母材是轧制而成的, 故晶粒呈现压长条形状。

4.4 加工参数对加工区微观组织的影响

在 FSP 过程中, 搅拌头通过高速旋转与工件材料摩擦, 产生摩擦热和塑性变形热, 从而实现焊接。热输入的大小对 FSP 质量和工艺效率有重要影响, 因此在实际应用中需要合理控制加工参数来控制热输入; 在加工过程中, 热输入的来源主要有两部分, 一部分来自于搅拌头轴肩与材料表面及搅拌针与材料组织间相对运动产生的摩擦热, 另一部分是材料在搅拌头旋转作用下发生流动, 组织剧烈变形所产生的形变热^[57-58]。为了简化热输入的描述, 只考虑摩擦热, 可用以下公式表示加工过程中的摩擦热:

$$P = \frac{\pi \omega \mu F r (r_0^2 + r_i^2 + r_i^2)}{45(r_0 + r_i)} \quad (4-1)$$

公式中:

P ——摩擦热的输入功率 (W) ;

r_0 ——搅拌头轴肩半径 (mm) ;

r_i ——搅拌针半径 (mm) ;

F ——轴肩压力 (N) ;

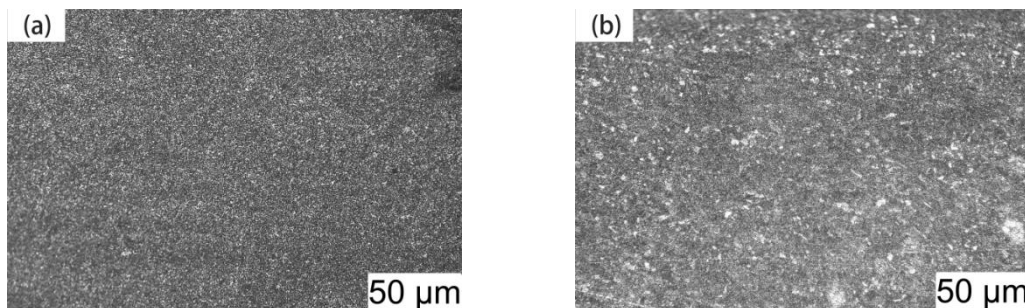
ω ——搅拌头转速 (rpm) ;

μ ——搅拌头轴肩与材料之间的摩擦系数。

由公式 4-1 可知, FSP 加工区域的热输入受到搅拌头结构、搅拌头尺寸, 轴肩下压力, 搅拌头转速和前进速度等因素影响^[59], 通过观察 FSP 加工区域的金相组织, 在其他条件不变的情况下, 寻找搅拌头转速与前进速度的一个合适加工参数。

实验表明, 在各组试样中, 试样 A2 ($v=250\text{mm/min}$ 、 $\omega=300\text{rpm}$) 和试样 A8 ($v=300\text{mm/min}$ 、 $\omega=500\text{rpm}$), 表现出较好的细化效果, 加工区域未发现缺陷; 而较为极限的加工参数如试样 A3 ($v=350\text{mm/min}$ 、 $\omega=300\text{rpm}$) 与试样 A7 ($v=250\text{mm/min}$ 、 $\omega=500\text{rpm}$) 则在其内部发现了缺陷。

以加工中心的微观组织为例, 比较前进速度同为 250mm/min 的几组试样, 如图 4-4 所示, 在较慢的前进速度下, 过快的搅拌头转速会导致在同一位置的热输入过高, 随着搅拌头旋转速度提高, 晶粒融合生长, 平均晶粒尺寸增大, 同时加工区域的某些部分可能会过热, 导致那里的材料发生过度软化或晶粒粗化, 而相邻区域则可能因为热量较少而保持较小的晶粒尺寸, 导致晶粒尺寸不均匀。因此, 在图 4-4 (b) 与 (c) 中的晶粒尺寸要明显大于图 4-4 (a) 中的, 且可以观察到一些在高温下融合生长的较大的组织。



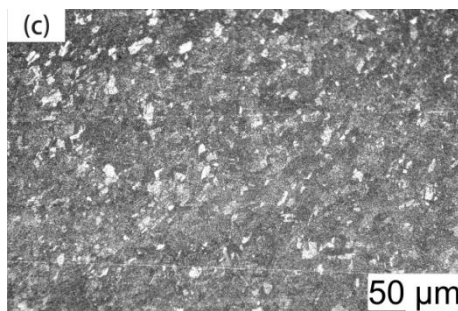


图 4-4 部分 FSP 加工区域中心区微观组织

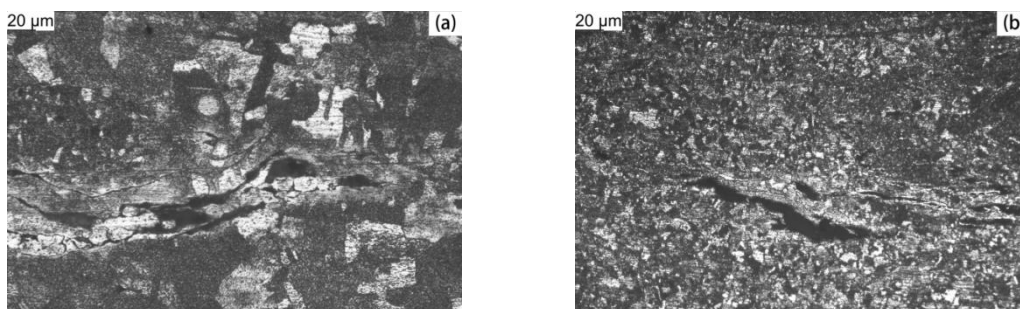
(a) $v=250\text{mm/min}$, $\omega=300\text{rpm}$; (b) $v=250\text{mm/min}$, $\omega=400\text{rpm}$;
(c) $v=250\text{mm/min}$, $\omega=500\text{rpm}$

Fig.4-4 Microscopic Structure of the Central Area of FSP Processing Area

(a) $v=250\text{mm/min}$, $\omega=300\text{rpm}$; (b) $v=250\text{mm/min}$, $\omega=400\text{rpm}$;
(c) $v=250\text{mm/min}$, $\omega=500\text{rpm}$

当加工参数不合适时,不仅会影响晶粒细化效果,还有可能产生缺陷,这些缺陷十分微小,需要在高倍显微镜下才能清晰观察到,但其对材料性能影响巨大^[60-61],图 4-5 (a) 所示为 $v=350\text{mm/min}$ 、 $\omega=300\text{rpm}$ 加工参数下得到的材料的热机影响区,从图到中可以观察该位置出现了通道缺陷,这因为低搅拌头旋转速度搭配高进给速度会导致热输入过低导致材料塑化程度不足,流动不充分,使得材料的流动能力没有充分形成,因而导致了在焊缝内部出现材料不能完全闭合的情况发生,产生通道缺陷;图 4-5 (b) 为相同工艺参数下,在加工中心区附近出现的粉末团聚缺陷,这是因为在此工艺参数下,搅拌头产生的搅拌作用较小,且在同一位置的停留时间较短,导致材料流动不充分,粉末分散效果差,产生粉末团聚;

图 4-5 (c) 为 $v=250\text{mm/min}$ 、 $\omega=500\text{rpm}$ 加工参数下得到的材料的热机影响区,在该参数下热输入过高,使材料过度塑化,不仅在宏观层面上出现飞边,在微观层面上也因为材料被挤出,出现通道缺陷^[61]。



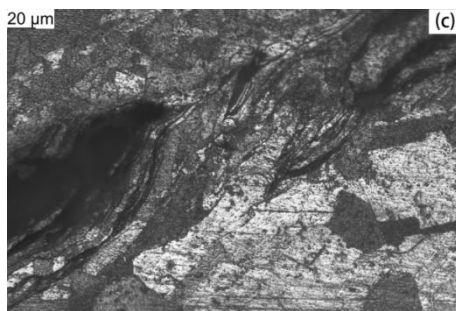


图 4-5 部分缺陷位置显微图像

(a)通道缺陷 1; (b)团聚缺陷; (c)通道缺陷 2

Fig.4-5 Microscopic images of partial defect locations

(a) Channel defect 1;(b) Agglomeration defect;(c) Channel defect 2

4.5 本章小结

(1) 实验采用平行钻孔法填充氧化镧粉末并进行 FSP 加工。在宏观层面上观察,加工后的铜合金表面无明显缺陷,表明氧化镧粉末成功被挤压到母材内部。不同的搅拌头转速和进给速度对加工区域表面质量有显著影响,过高或过低的转速和进给速度会导致加工表面出现飞边和其他缺陷。

(2) 通过光学显微镜对微观组织进行观察发现, FSP 区域的铜材与氧化镧混合效果均匀,晶粒细化明显。加工区中心晶粒均匀细化,而在热机影响区晶粒拉长。此外,加工参数对金相组织的影响显著,在一些不当的加工参数的试样中能观察到粉末团聚和通道缺陷。

(3) 合适的搅拌头转速和进给速度是获得优良微观组织的关键。实验表明,在一定的搅拌头转速和进给速度下,可以获得无缺陷的细化组织。不适当的加工参数会导致热输入不足或过量,进而影响材料流动、晶粒大小和产生缺陷。

第 5 章 纯铜-氧化镧改性层硬度及摩擦磨损性能分析

5.1 引言

在上文中，发现通过平行钻孔并盖板的处理方式，在合适的工艺参数下能在 FSP 加工后得到表面完整，内部无缺陷的加工区域，并整理了工艺参数对加工区宏观相貌和微观组织的影响规律。研究发现，在搅拌头下压量和搅拌头形状固定的前提下，主要通过改变搅拌头进给速度和搅拌头旋转速度的方式来调整热输入，从而使加工区微观组织各不相同；材料的微观组织对其性能具有直接影响，加工区的部分性能可由其微观组织直接反映；本章节使用对应实验仪器测试并分析了不同工艺参数对加工后材料的性能的影响。

本章主要通过对材料进行硬度测试及高温摩擦磨损测试，分析了在不同工艺参数下获得的 FSP 试样的性能，并结合扫描电镜辅助分析磨损分析搅拌头旋转速度和搅拌头进给速度对加工区性能的影响规律，为纯铜 FSP 工艺参数提供数据参考。

5.2 加工区硬度分析

5.2.1 加工区横截面硬度分析

由于在 FSP 过程中，不同区域受到的机械搅拌作用不同，导致热输入量不同，晶粒尺寸，晶粒内部位错密度以及晶粒的均匀程度都会存在差异，对加工区域造成影响。由 Hall-Patch 公式可知，影响加工区硬度的主要因素有以下几点：

$$H_v = H_0 + k_H d^{\frac{1}{2}} \quad (5-1)$$

式中：

H_v ——显微硬度；

H_0 、 k_H ——与材料相关的常数；

d ——晶粒尺寸。

由公式 (5-1) 可知，晶粒尺寸对显微硬度有着关键影响，晶粒尺寸越小，显微硬度越高；在本实验中，细小的氧化镧颗粒在加工过程中会弥散到纯铜晶体之中，在一定程度上可以起到扎钉的作用，阻碍铜晶界的迁移抑制铜晶粒的生长，

从而达到细化晶粒的作用、提高加工区域硬度；此外，晶粒细化提高硬度的原因还有晶界的影响，根据焦子腾等人^[62]的研究，得出了位错密度对金属塑性变形抗力影响的关系式：

$$\Delta\sigma = \alpha G^b \rho^{1/2} \quad (5-2)$$

式中：

α ——强化系数；

ρ ——位错密度；

随着晶粒细化，晶界数量增多，晶界阻碍位错滑移，导致位错在晶界处堆积形成应力场，进而提升材料强度和硬度。一方面晶粒的细化使得塑性变形可以更加均匀的分散在更多的晶粒内进行，变形产生的应力集中较小，同时晶界面积的增大使其曲折程度增加，能够较好地阻止裂纹的扩展，从而表现为材料塑性的提升，材料的强度越高^[63-64]。

图 5-1 为 $v=300\text{mm/min}$ 、 $\omega=500\text{rpm}$ 参数下侧面硬度分布图，硬度曲线表示的是距离加工表面 2mm 的横截面上的硬度值，整体硬度值由边缘到加工中心呈现先略微下降，后上升的“W”型走势^[67]，在最外围的母材区，由于几乎不受到 FSP 影响，晶粒大小与母材接近，因此显微硬度也和母材相近，在 90HV_{0.2} 附近波动；在热影响区硬度会有所下降，这是因为晶粒在受热后生长，尺寸增加；由上一章中显微组织可知，加工之后，中心区晶粒细化显著，故加工中心区硬度提升明显。

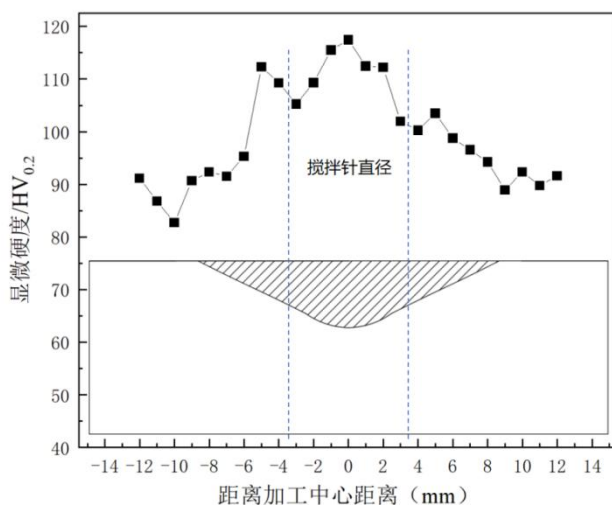


图 5-1 FSP 加工区横截面硬度分布图

Fig.5-1 Cross section hardness distribution map of FSP processing area

5.2.2 不同工艺参数下的加工区显微硬度

如图 5-2 所示为不同加工参数下 Cu-La₂O₃ 搅拌摩擦加工中心区表面显微硬度分布图。

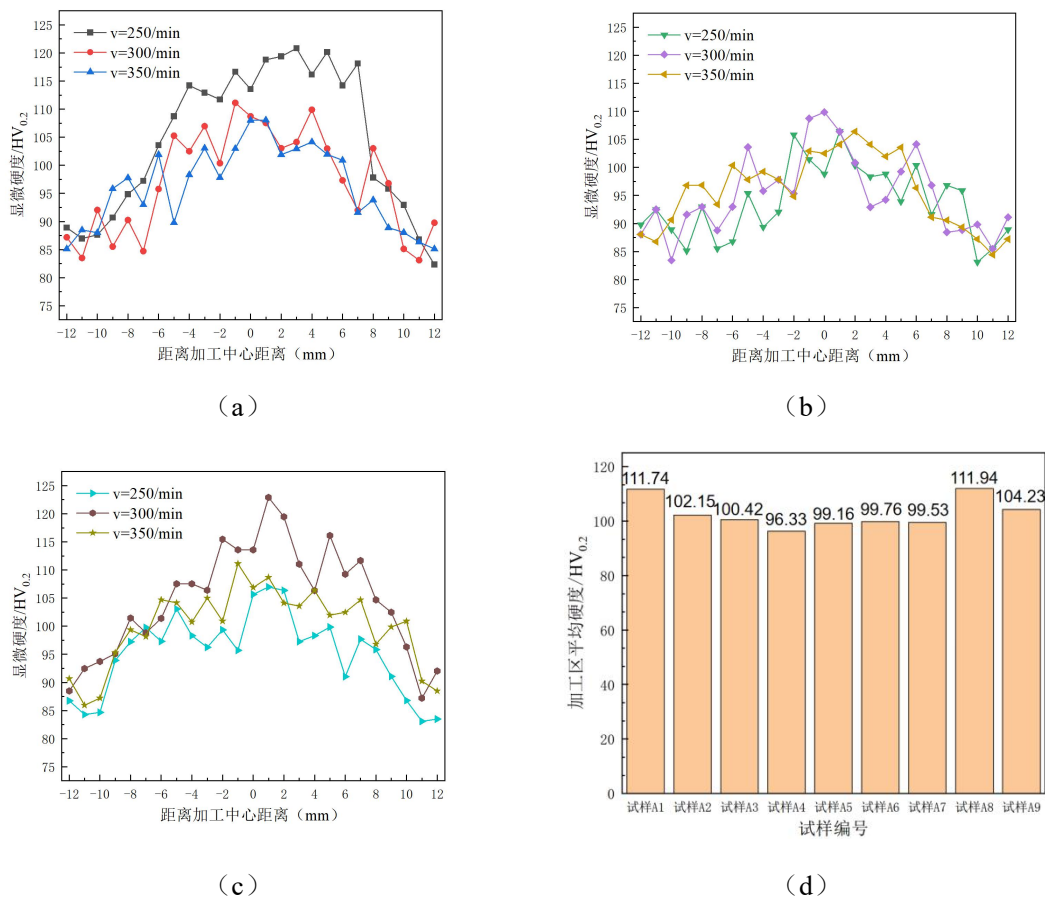


图 5-2 不同 FSP 工艺参数下纯铜-氧化镧加工区显微硬度分布及平均显微硬度

(a) $\omega=300\text{rpm}$; (b) $\omega=400\text{rpm}$; (c) $\omega=500\text{rpm}$; (d) 平均硬度;

Fig.5-2 Microhardness distribution and average microhardness of Cu-La₂O₃ processing zone under 5-2 different FSP process parameters

(a) $\omega=300\text{rpm}$; (b) $\omega=400\text{rpm}$; (c) $\omega=500\text{rpm}$; (d) Average hardness

从图中可以看出，加工区硬度在 81HV_{0.2} 到 123HV_{0.2} 之间波动，表面硬度分布和侧面硬度相似，加工区域的硬度最大值均出现在加工中心区中，且显微硬度值呈现出从搅拌区向两侧逐渐降低再逐渐升高的现象，计算加工区附近的点的平均硬度（不包含母材区和热影响区）发现材料加工后表面硬度相对于母材得到显著提升。同种参数的加工中心区硬度相近；在搅拌头转速在 300rpm 时，加工区硬度随搅拌头进给速度，平均硬度呈现先降低在小幅上升的趋势，中心区最大硬度出现在前进速度为 250mm/min 的加工参数下，为 120.83HV_{0.2}；在搅拌头转速在 400rpm 时，加工区硬度随着搅拌头旋转速度的增加，略微提高，最大硬度出

现在前进速度为 300mm/min 的试样的加工中心区, 为 113.36HV_{0.2}; 在搅拌头转速在 500rpm 时, 加工区硬度随着搅拌头旋转速度的增加呈现先增加后减小的趋势, 最大硬度出现在前进速度为 300mm/min 的试样的加工中心区, 为 122.82HV_{0.2}。产生这种规律的原因是, 在搅拌摩擦加工过程中, 随着旋转速度的提升, 加工区域的热输入量相应增加, 导致加工区域的晶粒尺寸逐渐增大。在搅拌区内, 微观组织呈现出均匀的状态而在热机影响区, 晶粒尺寸表现出明显的不均匀性。热影响区由于受热作用, 晶粒尺寸生长成为较为粗大的形态。因此, 在硬度值方面, 搅拌区表现出最大的显微硬度值, 热机影响区则呈现出最小的硬度值。而热影响区的硬度值则介于两者之间。在旋转速度为 300rpm 时, 随进给速度的增加, 加工区域热输入不足, 材料塑化不完全, 使得加工不充分; 在旋转速度 500rpm 时, 在低前进速度下, 材料受到过多的热输入, 晶粒受热生长, 使得加工强化程度有限, 硬度值提升有限, 随着旋进给速度的增加, 在同一位置热输入量减少, 改善了加工质量, 提高了加工区域强度。

相对于前期实验中所使用的 $v=300\text{mm/min}$ 、 $\omega=400\text{rpm}$ 工艺参数, 部分调整后的工艺参数, 如 $v=250\text{mm/min}$ 、 $\omega=300\text{rpm}$, $v=300\text{mm/min}$ 、 $\omega=500\text{rpm}$, 平均硬度及最大硬度得到了显著提升。但也有一些调整后的工艺参数, 加工后的强度不如前期实验的样品, 这表明工艺参数的微调对材料性能有着直接且显著的影响, 对未来的材料设计和加工工艺提供了重要的参考依据。

5.3 加工区摩擦磨损性能分析

摩擦系数是衡量材料摩擦磨损性能的重要指标之一受到材料自身的性能和周围环境试验条件等一系列因素的影响^[70-72]。本节对不同加工参数下 FSP 加工的样品在不同温度下的摩擦系数及磨损量进行对比分析, 探讨加工参数对试样的耐磨性影响。

5.3.1 常温 (25℃) 条件下摩擦系数及磨损量

如图 5-3 所示为不同 FSP 工艺参数制备的纯铜-氧化镧试样在常温 (25℃) 条件下测试所得到的摩擦系数曲线, 及平均摩擦系数, 在图 5-3 (a) 和图 (b) 中可以看到, 在 300rpm 的搅拌头旋转速度下随着前进速度的提高, 摩擦系数降低, 这是因为, 表面硬度降低, 导致对磨小球可以更容易压入磨损表面, 而磨损产生的磨屑可以充当润滑作用, 致使小球前进的阻力减小^[74], 摩擦系数降低; 在

转速为 400rpm 时摩擦系数随着前进速度的提升先提高后降低；在转速为 500rpm 时平均摩擦系数随着前进速度的提升降低，但变化幅度不明显。

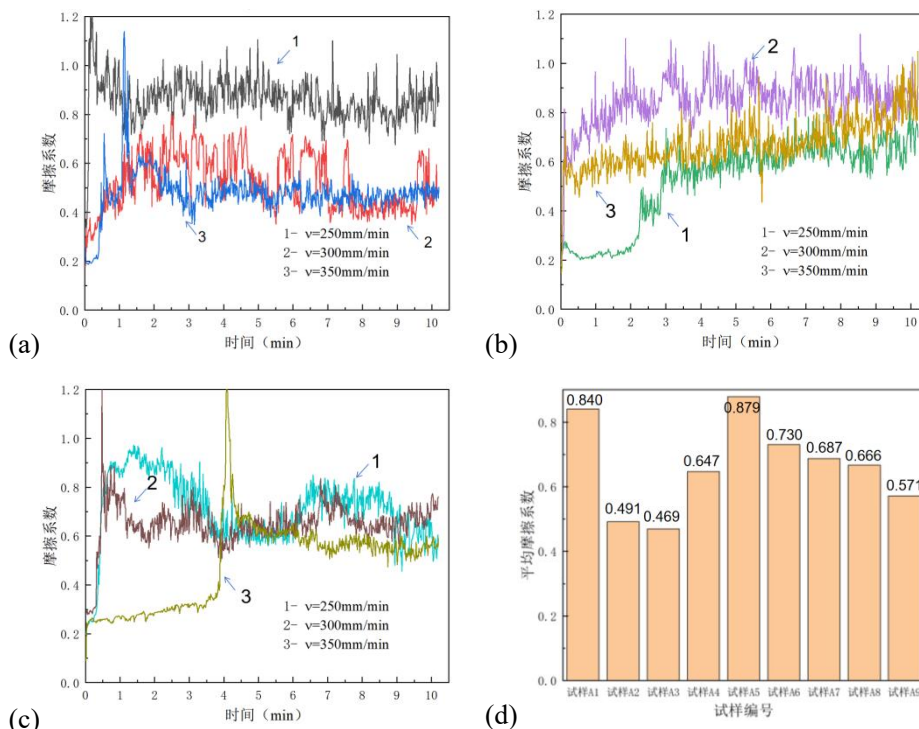


图 5-3 常温 (25℃) 下各式样加工区摩擦系数及平均摩擦系数

(a) $\omega=300\text{rpm}$; (b) $\omega=400\text{rpm}$; (c) $\omega=500\text{rpm}$; (d) 平均摩擦系数

Fig.5-3 Friction coefficient and average friction coefficient of each processing area at room temperature (25℃)

(a) $\omega=300\text{rpm}$; (b) $\omega=400\text{rpm}$; (c) $\omega=500\text{rpm}$; (d) Average friction coefficient

表 5-1 为在常温 (25℃) 环境下，采用不同 FSP 工艺参数加工后的试样在摩擦磨损实验前后的质量变化情况。通过对比分析，可以观察到，经过 FSP 处理后的试样磨损性能相较于母材有了明显改善。这一结果与硬度测试所得数据相吻合，进一步验证了表面硬度提升与磨损量减少之间的正相关关系。此外，通过调整加工参数，部分试样的磨损量相较于前期实验中的试样有了进一步的降低。

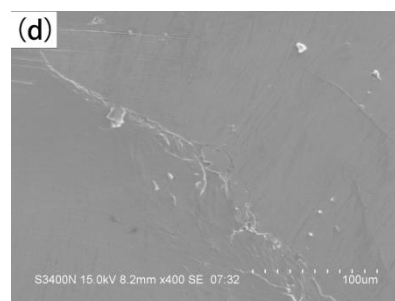
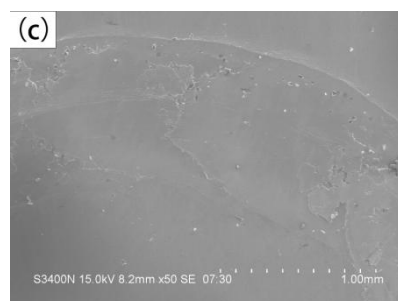
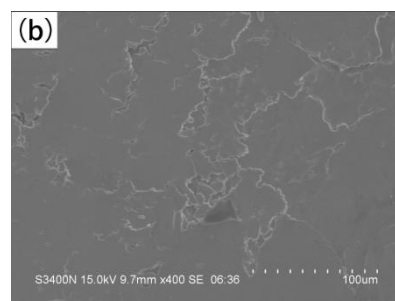
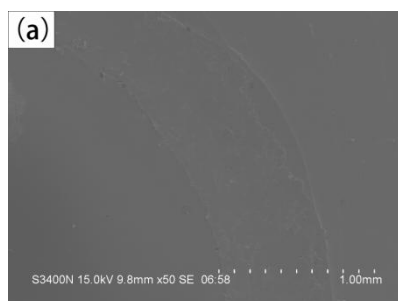
图 5-4 为部分 FSP 试样的磨痕 SEM 图像，从图 5-4 (e-f) 中可以看出，母材的磨损状况尤为显著，其磨痕相较于其他试样明显更为深重。不仅如此，母材还出现了大块碎片的层片状脱落，犁沟深邃，甚至在表面产生了少量裂纹和塑性变形，这些现象均表明母材的磨损程度较为严重。从图 5-4 (a-b) 中可以观察到，经过加工的试样，磨痕较浅，表面变形程度较低，表面剥落的现象好于母材试样，仅有小面积的剥落，表面的裂痕也比较小，磨损程度有所改善；从图 5-2 (c-d)

中可以观察到，试样 A8 的磨痕深度相较试样 a 更深，剥落程度更高，但相较于母材磨损程度较低。

表 5-1 常温（25℃）下各试样实验前后质量变化

Table 5-1 Quality changes of each sample before and after the experiment at room temperature

试样序号	测试前/mg	测试后/mg	减少量/mg
母材	27378.34	27373.84	4.50
试样 A1	22933.31	22932.89	0.62
试样 A2	23967.13	23966.44	0.97
试样 A3	23875.92	23875.01	0.98
试样 A4	23424.55	23423.28	1.27
试样 A5	26025.36	26024.05	1.31
试样 A6	25285.88	25284.13	1.75
试样 A7	23826.52	23824.53	1.99
试样 A8	23466.74	23465.93	0.81
试样 A9	25174.65	25173.67	0.98



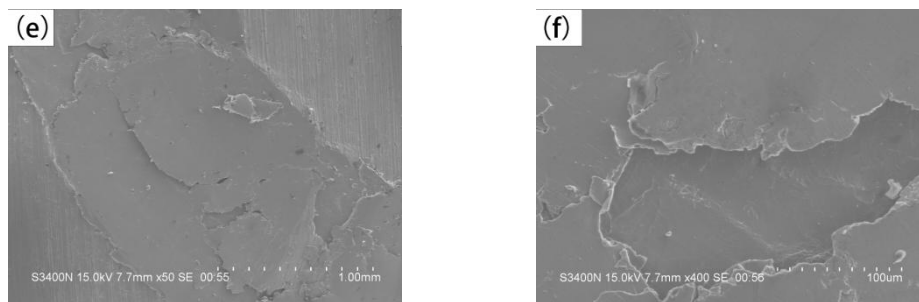


图 5-4 常温下纯铜母材与部分 FSP 试样的磨痕 SEM 图像

(a-b) 试样 A1; (c-d) 试样 A8; (e-f) 母材

Fig 5-4 SEM images of wear marks on pure copper base material and some FSP samples at room temperature

(a-b) Sample A1; (c-d) Sample A8; (e-f) Base material

5.3.2 100℃条件下摩擦系数及磨损量

如图 5-5 所示为各试样在 100℃条件下测试所得到的摩擦系数曲线，从图中可以看出，随着温度提升到 100℃，平均摩擦系数随搅拌头进给速度的变化规律与常温条件下相似，但整体的摩擦系数要小于常温条件下的摩擦系数，这是因为升温后，金属发生高温软化，试样表面硬度降低，更容易发生变形，对磨小球与材料表面之间的润滑磨更易生成，降低了对磨小球前进的阻力^[76]。

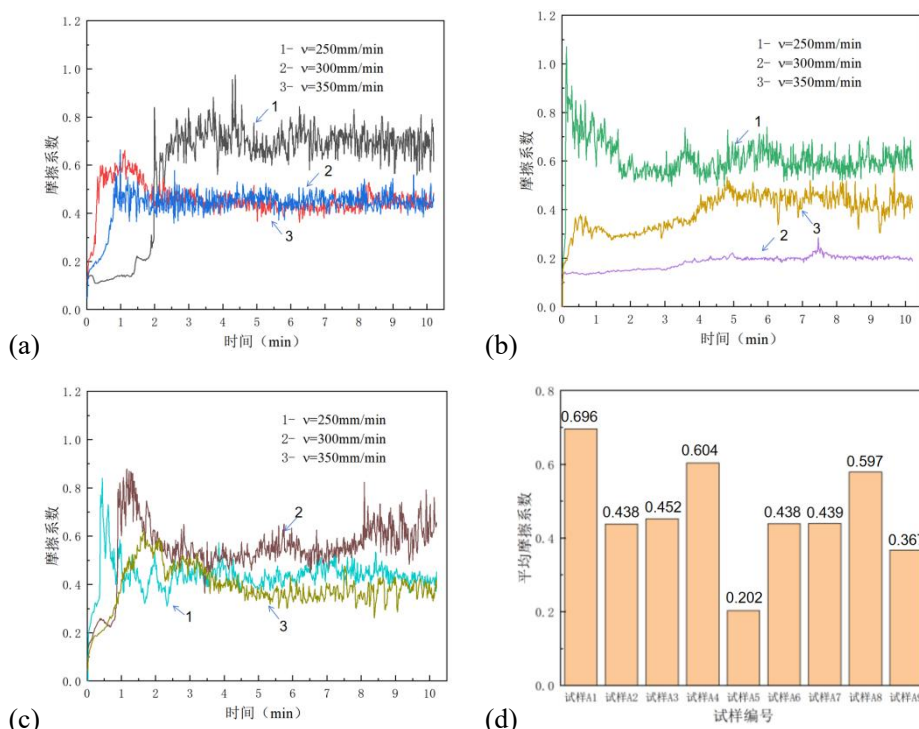


图 5-5 100℃下各式样加工区摩擦系数及平均摩擦系数

(a) $\omega=300\text{rpm}$; (b) $\omega=400\text{rpm}$; (c) $\omega=500\text{rpm}$; (d) 平均摩擦系数

Fig.5-5 Friction coefficient and average friction coefficient of each processing area at 100 °C

(a) $\omega=300\text{rpm}$; (b) $\omega=400\text{rpm}$; (c) $\omega=500\text{rpm}$; (d) Average friction coefficient

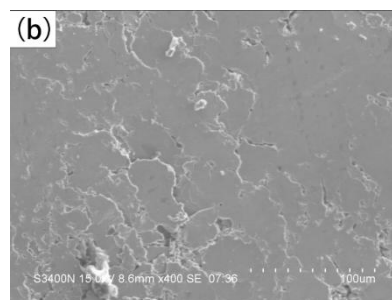
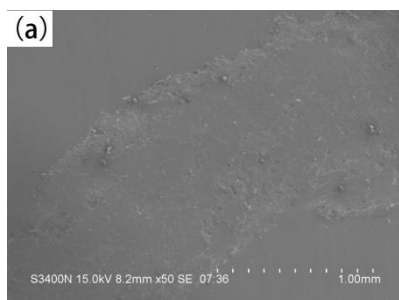
表 5-2 为 100℃ 测试环境下不同 FSP 工艺参数获得的试样实验前后的质量变化,可以看出,随着温度提高,磨痕的宽度和深度都有所增加,因此,磨损的测试前后的磨损量要大于常温时。在对各试样进行比较时,我们发现除了搅拌头旋转速度为 400rpm 的三个试样外,其余试样的磨损量相差不大。并且,这些试样的耐磨性能普遍优于母材。此外,试样 A5 和试样 A8 在此高温环境下展现出了卓越的耐磨性,表现优于其他试样。

表 5-2 100℃ 下各试样实验前后质量变化

Table 5-2 Quality changes of each sample before and after the experiment at 100 °C

试样序号	测试前/mg	测试后/mg	减少量/mg
母材	27317.08	27314.30	2.78
试样 A1	24690.14	24689.13	1.01
试样 A2	24072.32	24071.21	1.11
试样 A3	23958.17	23956.98	1.19
试样 A4	23387.96	23386.78	1.18
试样 A5	23589.50	23588.62	0.88
试样 A6	25144.42	25142.52	1.90
试样 A7	22813.65	22812.44	1.21
试样 A8	23753.20	23752.36	0.84
试样 A9	25196.36	25195.42	0.94

如图 5-6 所示为各试样在 100℃ 条件下测试后拍摄的 SEM 图像,从图中可以看出,随着温度的升高,磨痕变宽,且出现表面开裂、剥落的位置更多,这是因为温度上升后,铜基体的强度下降,表面一定程度软化,对磨小球压入的深度更深,因此磨痕更宽,磨损量更大;



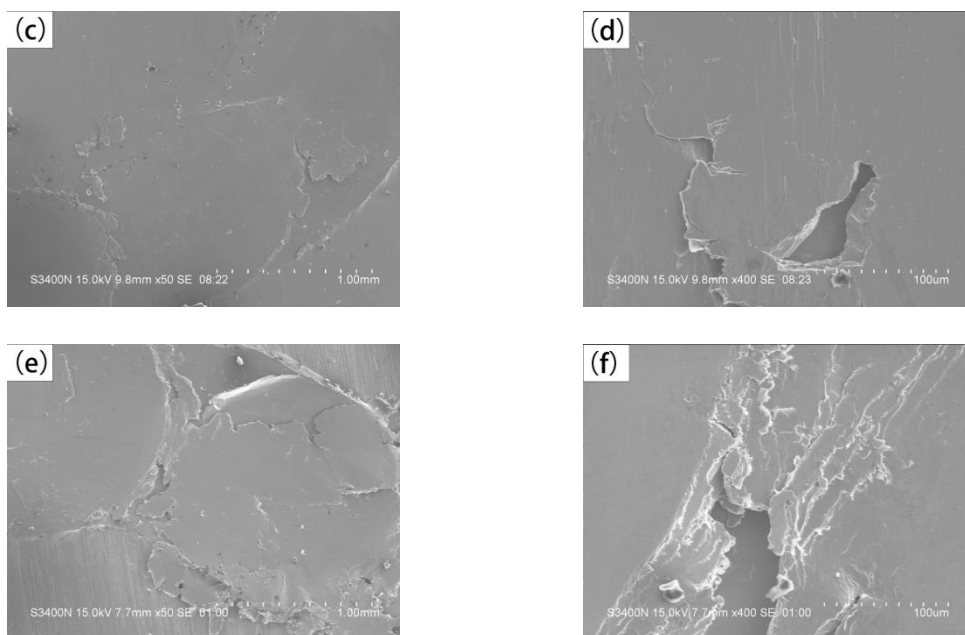


图 5-6 100℃下纯铜母材与部分 FSP 试样的磨痕 SEM 图像

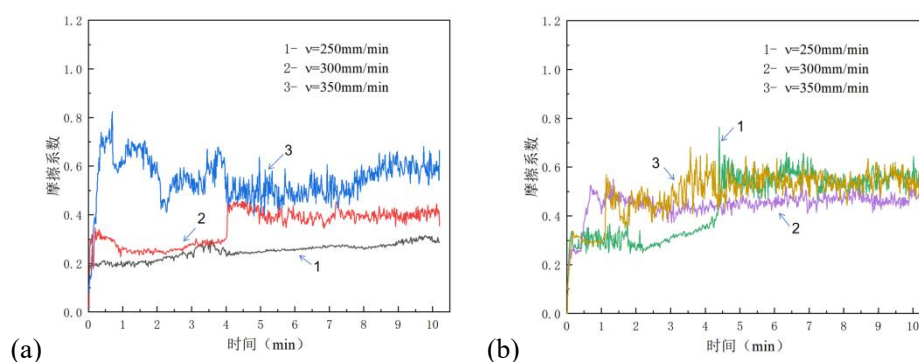
(a-b)试样 A1; (c-d)试样 A8; (e-f)母材

Fig.5-6 SEM images of wear marks on pure copper base material and some FSP samples at 100 °C

(a-b) Sample A1; (c-d) Sample A8; (e-f) Base material

5.3.3 200℃条件下摩擦系数及磨损量

如图 5-7 所示为各试样在 200℃条件下测试所得到的摩擦系数曲线，从图中可以看出，随着温度提高，由于铜基体软化，在磨损过程中会掉落更多的磨屑，落入磨痕中起到润滑作用，因此摩擦系数继续下降^[77]，各旋转速度试样的平均摩擦系数随转速的变化规律与常温时相似。



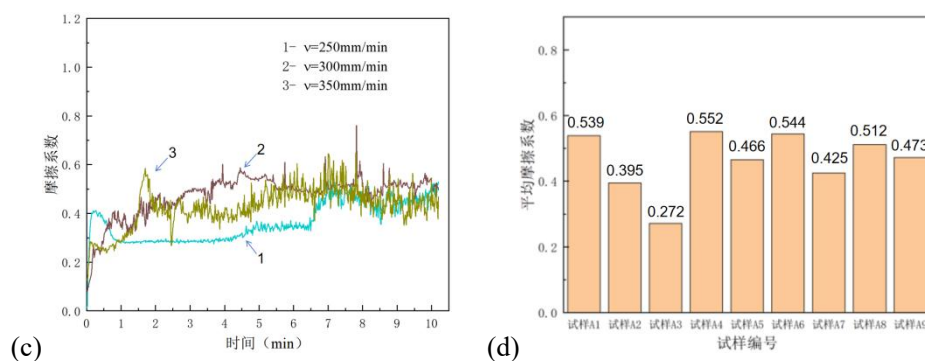


图 5-7 200℃下各式样加工区摩擦系数及平均摩擦系数

(a) $\omega=300\text{rpm}$; (b) $\omega=400\text{rpm}$; (c) $\omega=500\text{rpm}$; (d) 平均摩擦系数

Fig 5-7 Friction coefficient and average friction coefficient of each processing area at 200 °C

(a-b) $\omega=300\text{rpm}$; (c-d) $\omega=400\text{rpm}$; (e-f) $\omega=500\text{rpm}$; (d) Average friction coefficient

表 5-3 为 200℃测试环境下各试样实验前后的质量变化，在该温度下，试样 A1，试样 A5，试样 A6 的磨损量较小，好于前期实验所用的 $v=300\text{mm/min}$ 、 $\omega=300\text{rpm}$ 加工参数所得的试样。此外在此温度下整体磨损量大于在常温下的测试结果，主要原因是温度上升导致材料软化，对磨小球压入更深，磨损面积更大。

表 5-3 200℃下各试样实验前后质量变化

Table 5-3 Quality changes of each sample before and after the experiment at 200 °C

试样序号	测试前/mg	测试后/mg	减少量/mg
母材	27460.88	27456.69	4.19
试样 A1	24757.77	24756.88	0.89
试样 A2	25077.24	25076.15	1.09
试样 A3	24063.34	24062.21	1.13
试样 A4	23379.49	23378.18	1.31
试样 A5	23537.99	23537.32	0.67
试样 A6	24629.37	24628.02	1.35
试样 A7	22943.33	22942.49	0.84
试样 A8	23746.87	23746.14	0.73
试样 A9	25046.68	25045.53	1.15

如图 5-8 所示为各试样在 200℃条件下测试后拍摄的 SEM 图像，随着温度继续上升，磨痕加深，宽度增加，如 5-8 (c) 所示，部分 FSP 后的试样也开始出现明显的粘连剥落，表面破损加剧。而如 5-8 (a) 所示的试样 A1 受到的影响较小，其磨痕和磨损量都与在常温时相近，表现出较好的稳定性。

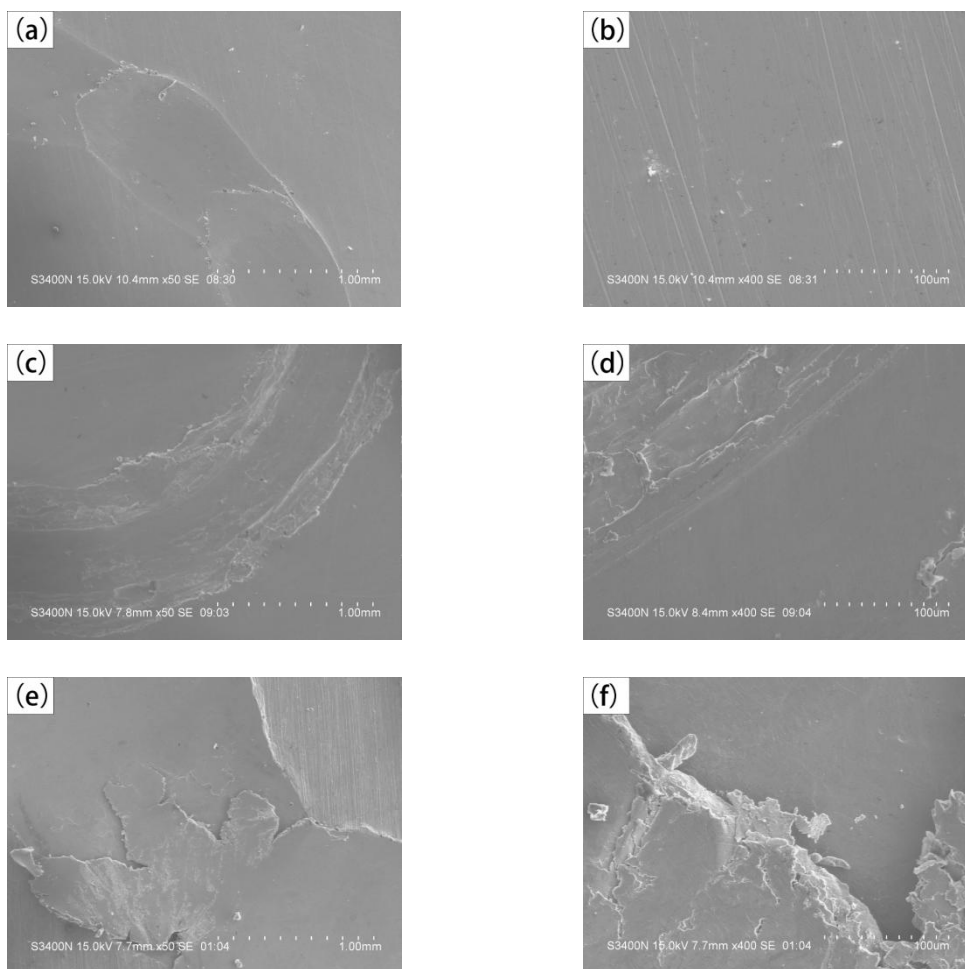


图 5-8 200℃下纯铜母材与部分 FSP 试样的磨痕 SEM 图像

(a-b)试样 A1; (c-d)试样 A8; (e-f)母材

Fig.5-8 SEM images of wear marks on pure copper base material and some FSP samples at 200 °C

(a-b) Sample A1; (c-d) Sample A8; (e-f) Base material

5.3.4 300℃条件下摩擦系数及磨损量

如图 5-9 所示为各试样在 300℃条件下测试所得到的摩擦系数曲线，从图中可以看出，在搅拌头旋转速度为 300rpm 的三个试样中，前进速度较慢的 A1、A2 两个试样的摩擦系数曲线小于常温时，且较为平稳，而前进速度较快的试样 A3 摩擦系数曲线波动明显，出现这种现象的原因是因为在前进速度和旋转速度的比例不合理，热输入过低，内部存在较多的缺陷，当对磨小球触碰到团聚时，因为材质的变化较大，摩擦系数会出现突变，造成较大的波动；同理，在旋转速度为 500rpm 的三个试样中，前进速度较慢的试样 A7，由于过多的热输入，导致加工区域细化效果差，内部有缺陷，不仅表面硬度差，热稳定性也受到影响，因此，相当于其他试样，其摩擦系数曲线不稳定。

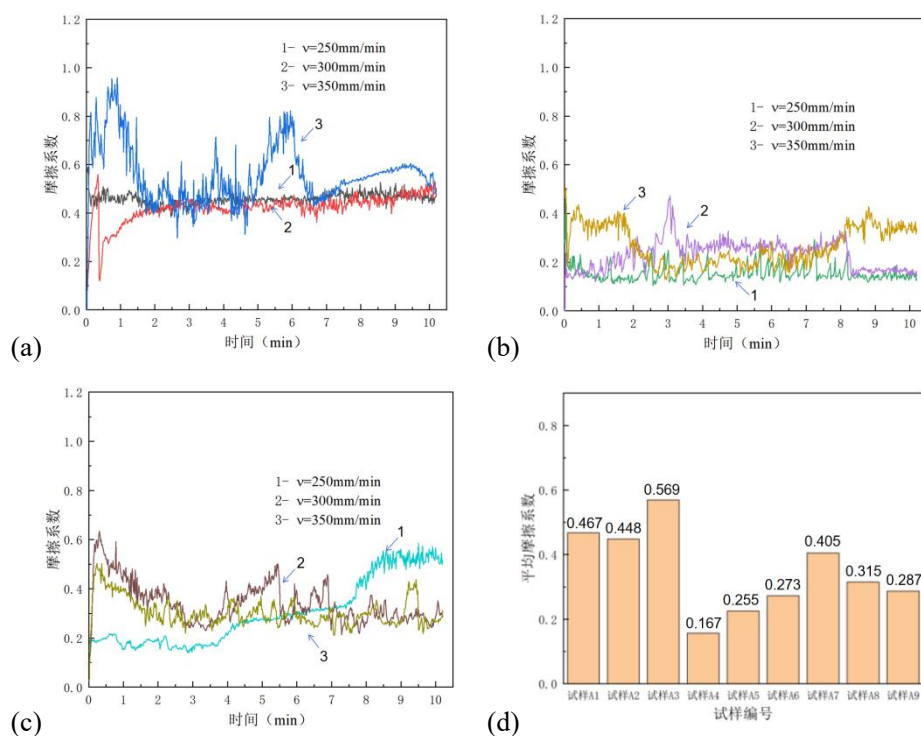


图 5-9 300℃下各式样加工区摩擦系数及平均摩擦系数

(a) $\omega=300\text{rpm}$; (b) $\omega=400\text{rpm}$; (c) $\omega=500\text{rpm}$; (d)平均摩擦系数

Fig5-9 Friction coefficient and average friction coefficient of each processing area at 300 °C

(a) $\omega=300\text{rpm}$; (b) $\omega=400\text{rpm}$; (c) $\omega=500\text{rpm}$ (d)Average friction coefficient

表 5-4 300℃下各试样实验前后质量变化

Table 5-4 Quality changes of each sample before and after the experiment at 300 °C

试样序号	测试前/mg	测试后/mg	减少量/mg
母材	27351.21	27348.79	2.42
试样 A1	24757.77	24756.98	0.79
试样 A2	25077.24	25076.15	1.09
试样 A3	24063.34	24062.21	1.13
试样 A4	23379.49	23378.58	0.91
试样 A5	23537.99	23537.02	0.97
试样 A6	24629.37	24628.02	1.35
试样 A7	22943.33	22942.49	0.84
试样 A8	23746.87	23746.14	0.73
试样 A9	25046.68	25045.53	1.15

表 5-4 为 300℃测试环境下各试样实验前后的质量变化，在该温度下母材的磨损量有所下降，可能的原因是在此温度下，摩擦表面迅速氧化，形成较厚的氧

化膜，有效减少磨损和摩擦，降低的磨损量；在此测试条件下，试样 A1 和试样 A7 的磨损量最少。

如图 5-10 所示为各试样在 300℃条件下测试所得磨痕的 SEM 图像，从图 5-10 (e) 和 (f) 可以看出，在此温度下，母材磨痕宽度和深度相对于 200℃增加了，但表面并未出现明显的脱落和破损，表面分布着均匀的氧化产物，因此程度降低；图 5-10 (a) 和 (c) 中的 FSP 试样，同样也出现了宽但较为平整的磨痕，未出现之前 SEM 图像观察到的成片剥离、脱落，磨损量未增加。

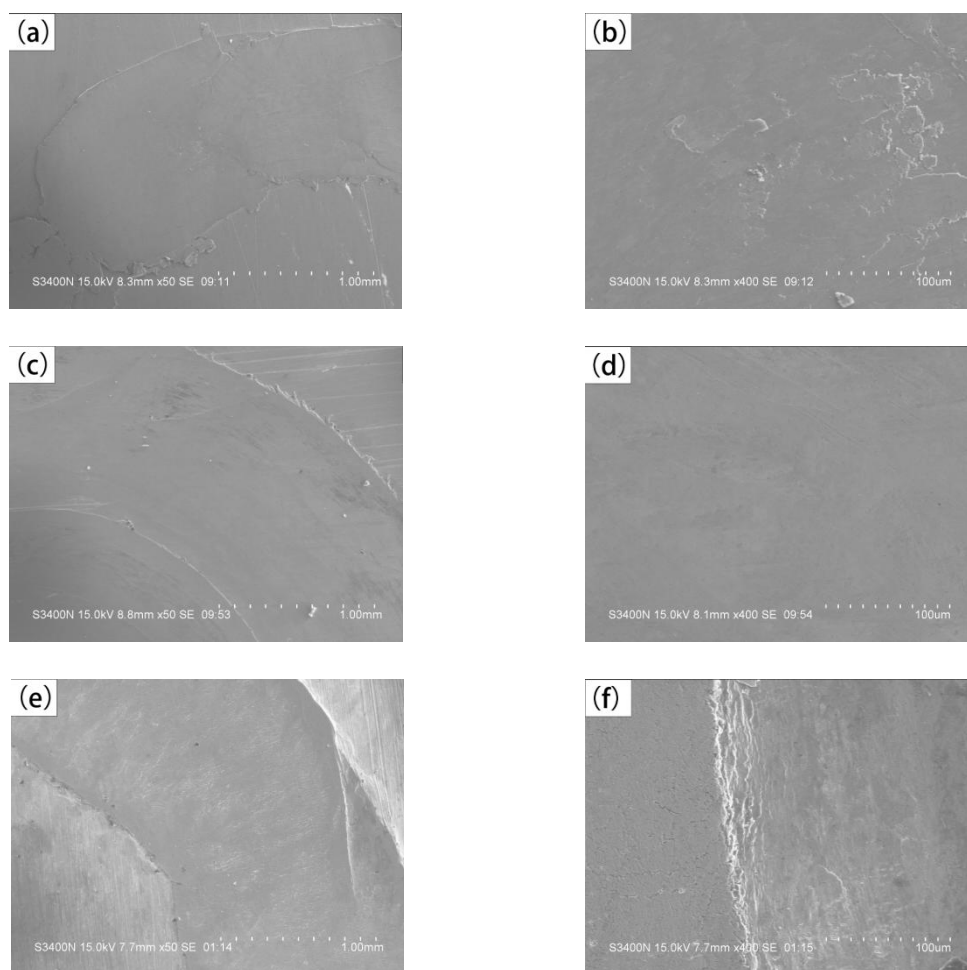


图 5-10 300℃下纯铜母材与部分 FSP 试样的磨痕 SEM 图像

(a-b)试样 A1；(c-d)试样 A8；(e-f)母材

Fig.5-10 SEM images of wear marks on pure copper base material and some FSP samples at 300 °C

(a-b) Sample A1; (c-d) Sample A8; (e-f) Base material

5.3.5 400℃条件下摩擦系数及磨损量

如图 5-11 所示为各试样在 400℃条件下试样的摩擦系数曲线，在 400℃的环境中，铜基体的强度明显下降，表面更容易发生剪切滑移，导致摩擦副自身能耗

降低, 因此摩擦系数大幅下降, 在九种不同加工参数的试样中, 摩擦系数曲线的走势与 300°C 时大致相同, 除内部发现明显缺陷的试样 A3 和试样 A7 外均较为稳定, 在搅拌头旋转速度为 400rpm 和 500rpm 的试样, 其平均摩擦系数均随搅拌头前进速度的增加而降低。

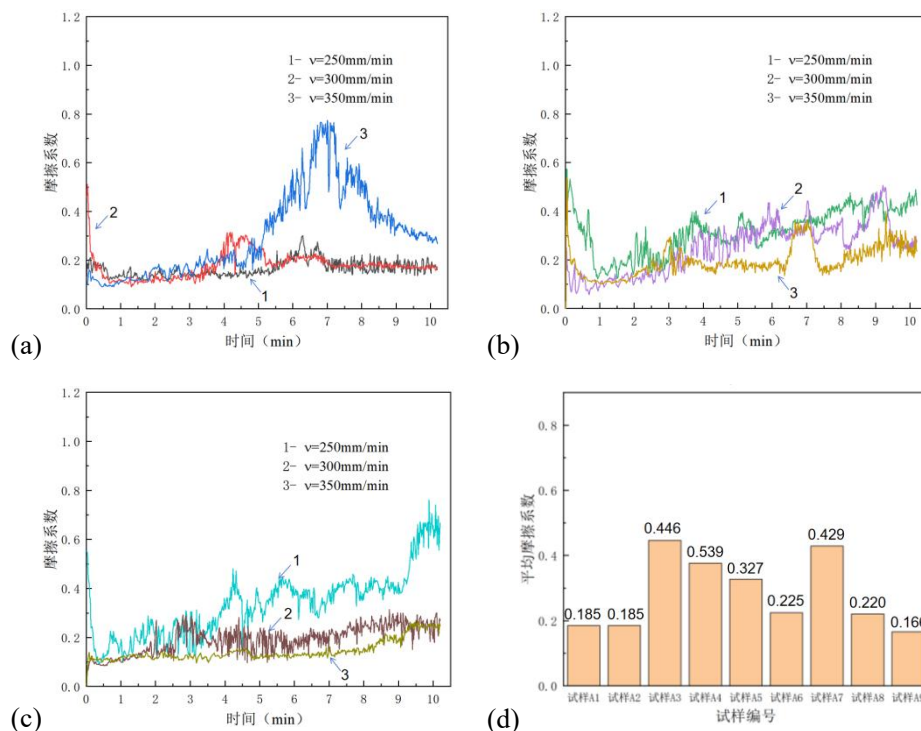


图 5-11 400°C 下各式样加工区摩擦系数及平均摩擦系数

(a) $\omega=300\text{rpm}$; (b) $\omega=400\text{rpm}$; (c) $\omega=500\text{rpm}$; (d) 平均摩擦系数

Fig.5-11 Friction coefficient and average friction coefficient of each processing area at 400°C

(a) $\omega=300\text{rpm}$; (b) $\omega=400\text{rpm}$; (c) $\omega=500\text{rpm}$ (d) Average friction coefficient

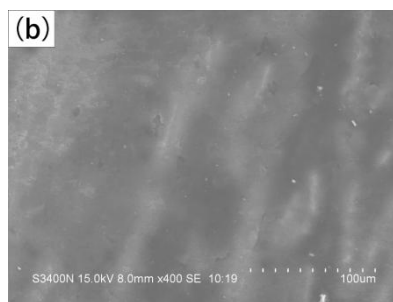
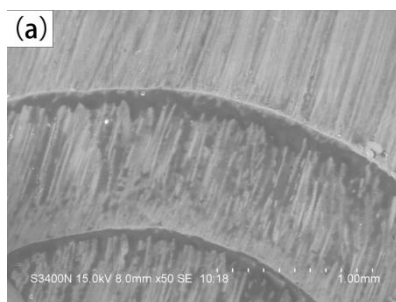
如表 5-5 所示为 400°C 测试环境下各试样实验前后的质量变化, 随着温度上升到 400°C , 铜基体软化严重, 硬度降低明显, 摩擦过程对磨小球压入深度较深, 摩擦过程中产生的氧化膜破损迅速, 材料基体与对磨小球粘连严重, 故母材试样测试后重量减小量较先前大幅提高; 但添加了 La_2O_3 的试样受到高温的影响要远小于母材, 这是因为 La_2O_3 的加入能很好地提高材料的高温综合性能和稳定性, 能够抑制其在高温下基体强度下降的趋势。此外 La_2O_3 的存在能使氧化膜在高温下更稳定, 提高其高温摩擦磨损性能^[78], 故在测试后, 经过 FSP 完成植入氧化镧的改性层, 受温度影响较小; 在 400°C 的摩擦磨损试验中, 试样 A1 表现出优异的耐磨性。

表 5-5 400℃ 下各试样实验前后质量变化

Table 5-5 Quality changes of each sample before and after the experiment at 400 °C

试样序号	测试前/mg	测试后/mg	减少量/mg
母材	27453.96	27448.69	5.27
试样 A1	24889.83	24889.15	0.68
试样 A2	23893.64	23892.77	0.87
试样 A3	23859.63	23858.49	1.14
试样 A4	23289.85	23289.03	0.82
试样 A5	23640.76	23639.95	0.81
试样 A6	25111.02	25109.87	1.15
试样 A7	22668.89	22667.81	1.08
试样 A8	23793.82	23792.78	0.84
试样 A9	25102.97	25101.67	1.30

利用扫描电镜对实验后的磨痕进行观察，磨痕形貌如图 5-12 所示。从图中可以看到，随着温度的上升，铜材软化严重，由于测试施加的载荷较高，一些材料在摩擦磨损测试过程中被小球压出，形成微小的飞边；观察图 5-12 (e) 和 (f) 发现母材试样表面磨痕宽度明显增加，且表面凹凸不平，表面破损明显，有大块的材料剥落，磨损严重；而通过 FSP 添加了氧化镧的试样，如图 5-12 (a) 和 (b) 所示的试样 A1 在实验后磨痕虽然略微变宽，但未出现明显的破损，磨痕边缘光滑，底部较为平整，磨损程度较低；如图 5-12 (c) 和 (d) 为试样 A8 的磨痕，在该试样的边缘能看到一些破损，但磨痕底部较为平整，能看到均匀分布的氧化产物；



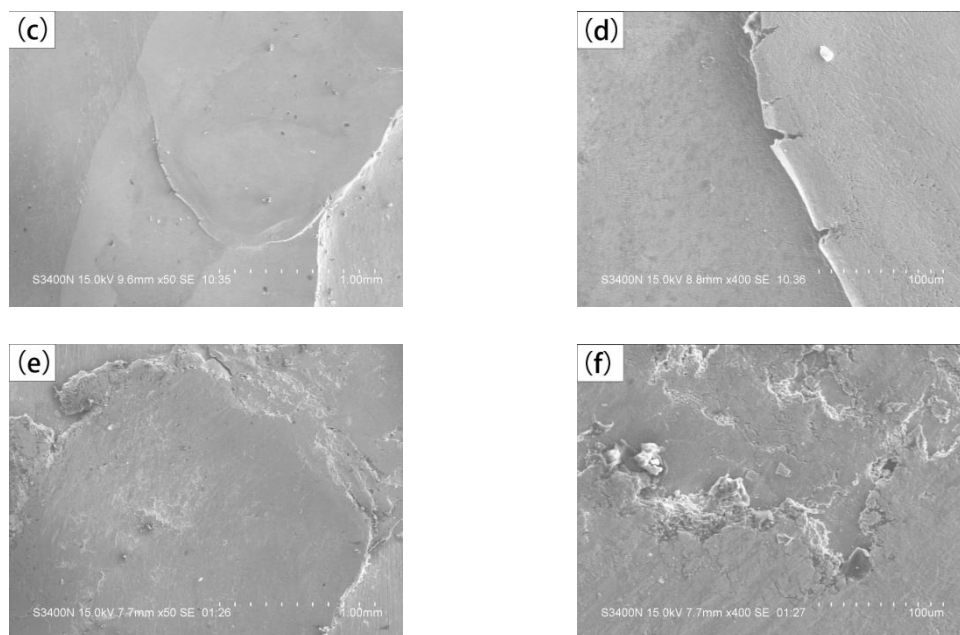


图 5-12 400℃下纯铜母材与部分 FSP 试样的磨痕 SEM 图像

(a-b) 试样 A1; (c-d) 试样 A8; (e-f) 母材

Fig.5-12 SEM images of wear marks on pure copper base material and some FSP samples at 400 °C

(a-b) Sample A1; (c-d) Sample A8; (e-f) Base material

5.4 加工区磨损机理分析

磨痕形貌的诞生是由于材料表面受循环应力的影响而不断产生塑性变形。这些塑性变形的累积导致表面出现了与摩擦方向同向的犁沟，这些犁沟的增多，导致摩擦副在滑动过程中产生剪切应力，使其发生变形。变形的累积，最终使得材料表层形成位错堆积，进而引发裂纹或孔洞的产生。在材料表面硬度不够的时候，摩擦副的作用同时会直接导致材料表面的磨屑产生，从而出现少许剥落坑，剥落坑的出现导致应力集中更加剧了剥落坑的出现与剥落坑面积的增加，在这种循环影响下，剥落坑不断增大并相互连接，形成了较为严重的磨痕形貌^[79]。纯铜材料的主要磨损形式为剥层磨损和磨粒磨损，指的是在磨损过程中，接触面的磨粒或者硬质相在移动过程中割裂物体表面，从而使材料表面破坏或损耗的现象，其产生的体积损耗随着磨损距离和载荷的增大而增大，随硬度的增大而减少；粘着磨损指的是当接触面发生相对移动时，局部发生粘着，且在随后的运动过程中粘着处损坏，使物质从一个面向另一个面发生转移而形成的磨损现象。

从图 5-6 中可以看出经过磨损试验后，母材出现了严重的塑性变形，而 FSP 试样中，表面塑性变形的程度较轻。且各个试样的磨损形貌中均有明显并占据主

要磨损形貌的犁沟痕迹,且在部分位置上有少许剥落坑的存在,说明剥层磨损为主要磨损形式。因此,在常温下母材及 FSP 强化区域的表面磨损形式主要以剥层磨损为主,磨粒磨损为辅;而在升温后,材料的表面在与小球的对磨过程中更易生成氧化膜,但母材的氧化膜在高载荷的作用下,极易破损,因此剥层磨损依然占主导地位;而 FSP 试样中植入的 La_2O_3 能提高材料的高温综合性能和稳定性,改善高温下基体强度下降的问题、提高氧化膜在高温下的稳定性,因此图 5-10 及图 5-12 中的磨痕表面平整,无明显剥落痕迹,因此可以推断出在高温下的 FSP 试样的磨损过程中,剥层磨损的比值下降。

除植入的氧化镧粉末外,经过 FSP 处理,材料的各项性能相较于母材也有所变化。结合之前的硬度测试结果,我们在摩擦磨损测试中主要关注了加工区的中心表面。同时在 FSP 过程中,该区域的晶粒经历了破碎和再结晶的过程,减小晶粒尺寸,从而有效地提高了表面硬度。这种改变对于提高材料的耐磨性具有积极的影响。但同时,连接区中心晶粒在经历不完全再结晶、再结晶、晶粒变形与动态恢复等变化后,也可能会出现位错线和位错墙等缺陷^[80-81],或由于加工参数不合适产生通道、孔洞、粉末团聚等缺陷,会一定程度影响材料表面的耐磨性。

经过加工处理,该区域的硬度得到了显著提升,从而显著增强了材料对塑性变形的抗性以及材料在摩擦副作用下的表面微切削性能。同时,有效控制了摩擦过程中产生的犁沟的深度和宽度,从而减少了材料的磨损损失。此外,随着材料强度的不断提升,其抵抗滑移变形的临界压力也相应增高,增强了材料对塑性变形的抵抗力。同时加工后的材料表面晶粒细化,使得相同表面积内晶粒数量增多,提升了材料表面对裂纹扩展的抗性。

5.5 本章小结

(1) FSP 加工区的硬度测试显示,加工区域的显微硬度明显提高,这主要归因于晶粒细化和位错密度增加,测试结果从加工区中心向两侧逐渐降低后再逐渐升高的“W”型分布。不同的搅拌头转速和进给速度对加工区域硬度有显著影响。

(2) 在常温条件下进行摩擦磨损试验, FSP 试样的摩擦系数和磨损量相较于母材有所降低,表明 FSP 加工改善了材料的摩擦磨损性能。加工参数的调整对表面硬度有所影响,故影响了试样在常温下的摩擦系数和磨损量。

(3) 在高温条件下进行摩擦磨损试验, FSP 试样的摩擦系数通常低于常温

条件，这可能是由于高温导致的金属软化和氧化膜的形成。FSP 加工区的高温摩擦磨损性能依然受组织细化的影响，同时，通过 SEM 观察磨痕，添加氧化镧的试样表面质量明显得到改善，磨损量降低，这是由于氧化镧的加入能提高复合材料的高温强度和稳定性，延缓其在高温下强度下降的趋势，从而提高耐磨性。

第6章 纯铜-氧化镧改性层耐腐蚀性能分析

6.1 引言

目前,国内关于铜 FSP 试样表面抗腐蚀性能的研究相对较少,因此在评估连接区表面抗腐蚀性能变化时,可参考的依据有限。为了更深入地了解 FSP 制备纯铜-氧化镧试样的抗腐蚀性能,本章对其进行了盐雾腐蚀试验和电化学腐蚀试验,以期对其抗腐蚀性能进行全面的分析。同时,通过扫描电镜观察腐蚀表面形貌,进一步探讨了加工参数对 FSP 制备纯铜-氧化镧试样的抗腐蚀性能的影响。

6.2 加工区域盐雾腐蚀分析

为评估不同工艺参数下的加工区试样以及母材的耐腐蚀性能,对其进行了盐雾腐蚀试验。试验前后分别用超声波清洗烘干,使用扫描电镜拍摄腐蚀表面,之后清除腐蚀产物,并测量其重量,计算试验前后重量差距。试验溶液为 5wt.%NaCl 溶液,在保证其他条件相同的前提下,分别进行了 12h 和 24h 的试验。

6.2.1 盐雾腐蚀测试前后质量变化

试样经盐雾腐蚀后,表面形貌发生了改变,由于腐蚀产物的原因导致其质量发生了改变,因此,我们用试样的质量的变化率来衡量盐雾腐蚀的速率,常用的计算方法是静态失重法^[82],该方法是通过单位时间内单位面积上所损失的质量来衡量试样的腐蚀程度;本试验所用腐蚀溶液为 5wt.%的 NaCl,由资料可知铜材的腐蚀产物主要为 CuO 和 CuCl₂,该产物可用硫酸溶液洗去,洗去腐蚀产物后再次称重,所得差值,可用于计算腐蚀速率,失重法计算公式如下:

$$v = \frac{m_1 - m_2}{st} \quad (6-1)$$

其中:

v 为腐蚀速率 ($\text{mg}/\text{m}^2 \cdot \text{h}$);

m_1 为试验后的质量 (mg);

m_2 为清洗腐蚀产物后的质量 (mg);

s 为试验腐蚀表面的面积 (m^2);

t 为试样腐蚀的时间 (h)。

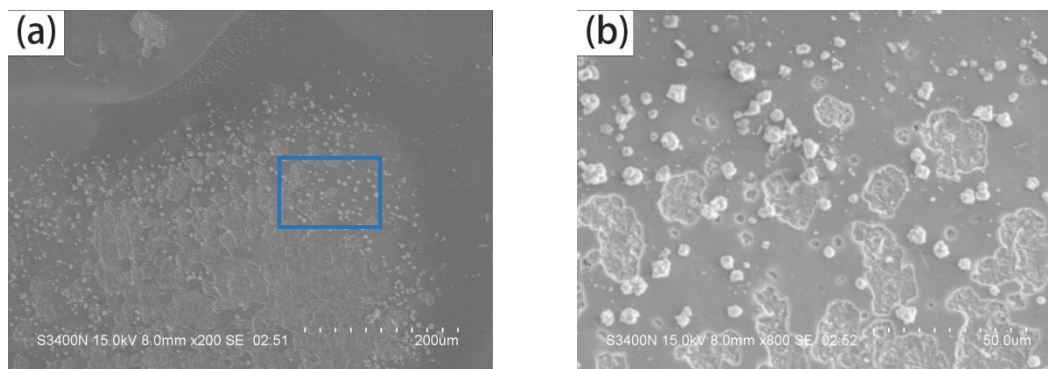
表 6-1 盐雾腐蚀前后质量变化

Table 6-1 Quality changes before and after salt spray corrosion

试样序号	12h 减重/mg	12h 腐蚀速率 $\nu /(\text{mg}/\text{m}^2\cdot\text{h})$	24h 减重/mg	24h 腐蚀速率 $\nu /(\text{mg}/\text{m}^2\cdot\text{h})$
试样 A1	12.04	3.344	40.01	5.557
试样 A2	20.99	5.831	73.60	10.222
试样 A3	54.63	15.175	57.08	7.928
试样 A4	24.75	6.875	37.72	5.239
试样 A5	39.26	10.906	68.60	9.528
试样 A6	25.91	7.197	71.57	9.940
试样 A7	40.57	11.269	92.75	12.882
试样 A8	20.83	5.786	36.46	5.064
试样 A9	33.58	9.323	36.77	5.107
母材	33.23	9.236	53.83	7.476
对照	16.19	4.497	31.27	4.343

通过应用公式（6-1）可以计算出表 6-1 所列出的腐蚀速率。从表 6-1 可以看出 24h 腐蚀速率较 12h 腐蚀速率并未发生显著变化，其中试样 A3 和试样 A7 在 12h 和 24h 内的腐蚀速率均显著超过母材和其他组试样，推测可能是因为在这些参数下加工的表面存在缺陷，这些缺陷使得试样更容易受到盐雾腐蚀的影响，从而导致其腐蚀程度相对较高；其余添加氧化镧的试样腐蚀速率小于母材，但与没有添加粉末只进行 FSP 加工的试样相差不大，说明降低腐蚀速率的因素主要是 FSP 过程对表面的强化效果，氧化镧对试样耐盐雾腐蚀的影响不大。

6.2.2 加工区盐雾腐蚀表面微观形貌



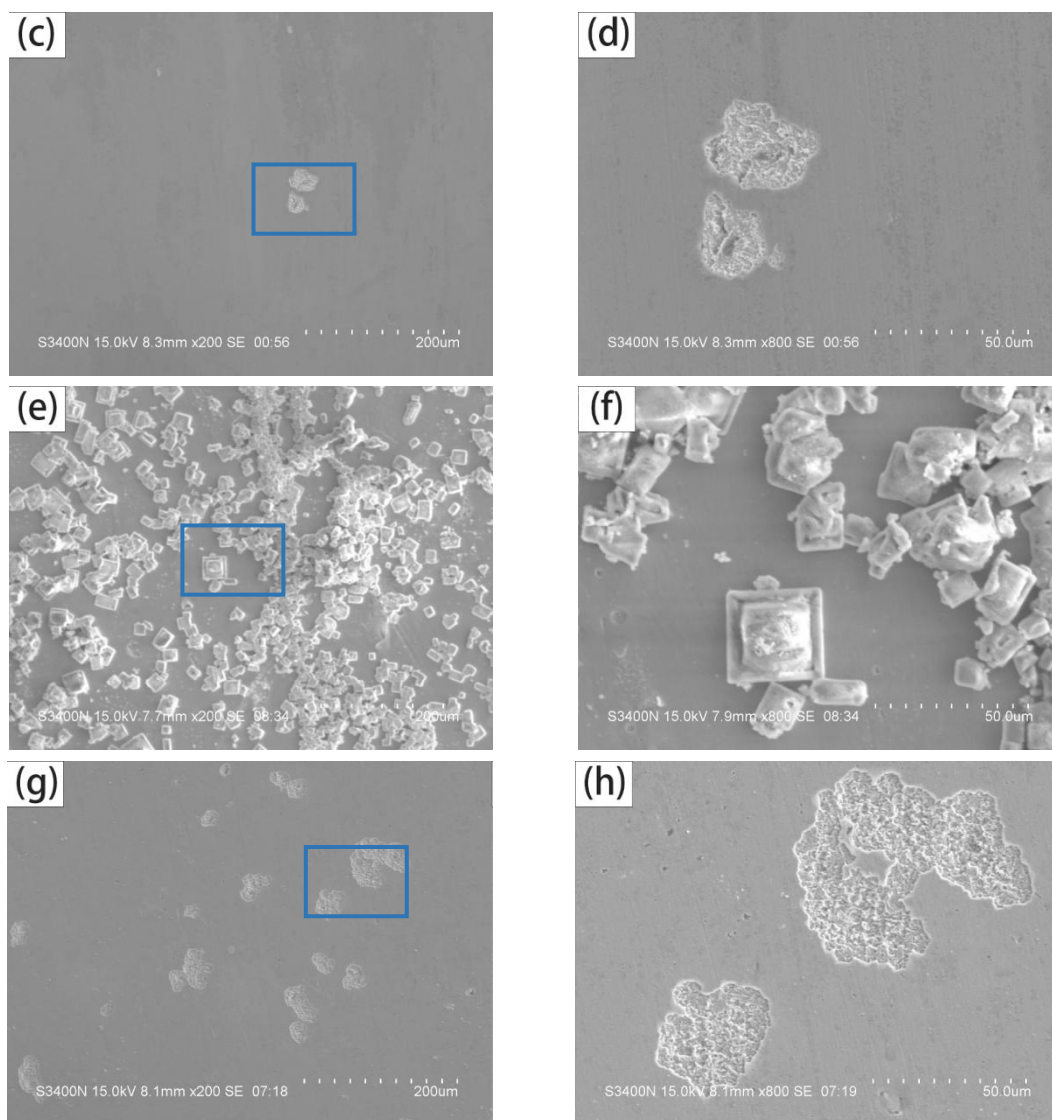


图 6-1 FSP 加工区表面盐雾腐蚀微观形貌

(a-b) 母材 12h; (c-d) FSP 试样 12h; (e-f) 母材 24h; (g-h) FSP 试样 24h

Fig.6-1 Microscopic morphology of salt spray corrosion on the surface of FSP processing area
(a-b) Base material 12h;(c-d) FSP sample 12h;(e-f) Base material 24h;(g-h) FSP sample 24h

选取 FSP 试样中减重较少的试样 A1 和母材试样，通过扫描电镜观察其 12h 和 24h 试样的腐蚀表面，得到的图像如图 6-1 所示，图 6-2 (a) 与 6-2 (e) 展示了母材表面盐雾腐蚀的微观形貌。从图中可以观察到，经过 12h 时的盐雾腐蚀，表面主要以局部腐蚀为主，腐蚀坑密集且伴有氧化亮点。腐蚀产物较少，部分区域有少量聚集同时出现少量的腐蚀裂纹。而在 24h 的盐雾腐蚀后，腐蚀形态开始由局部向全面过渡。腐蚀产物数量显著增加，各种腐蚀形貌开始集聚。在电镜下观察，加工区表面布满了各种腐蚀产物的微观形貌，其厚度与密度均有明显提升。图 6-2 (c) 和 6-2 (g) 为 FSP 试样的表面盐雾腐蚀微观形貌，其腐蚀形貌较少，在 12h 时表面经有少量白色腐蚀产物，形态与 12h 母材试样表面的产物相似，当

腐蚀时间达到 24h 时，表面腐蚀产物有所增加，但形态依然保持不变，表面出现黑色的氧化产物。对比母材和 FSP 试样的 SEM 图像，可以得出试样 A1 腐蚀程度小于母材的结论。

6.2.3 腐蚀产物成分分析

在低倍下对 FSP 加工区盐雾腐蚀表面的区域进行元素分布如图 6-2 和图 6-3 所示，得到的 EDX 图谱见图 6-4，具体数值见表 6-2。

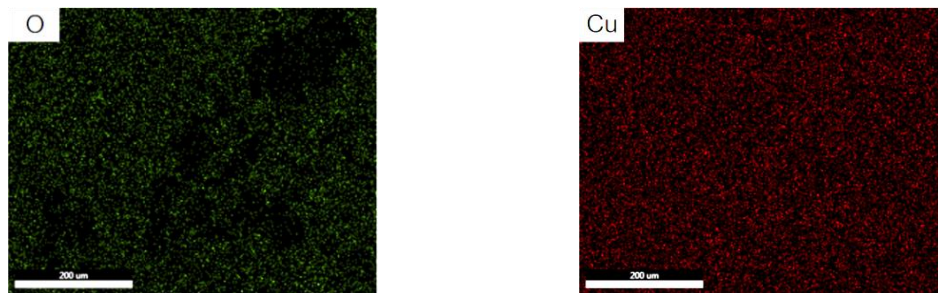


图 6-2 FSP 加工区表面 12h 盐雾腐蚀的截面元素分布

Fig 6-2 Distribution of cross-sectional elements on the surface of FSP processing area after 12 hours of salt spray corrosion

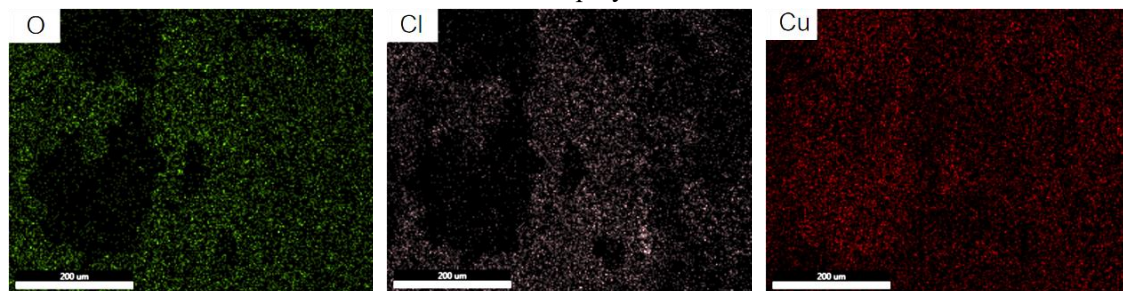
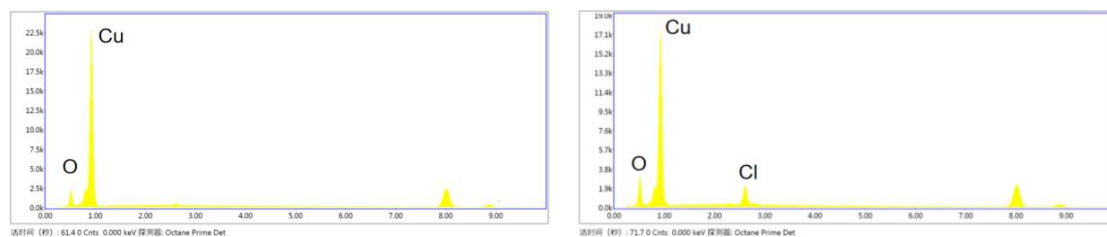


图 6-3 FSP 加工区表面 24h 盐雾腐蚀的截面元素分布

Fig 6-3 Distribution of cross-sectional elements on the surface of FSP processing area subjected to 24-hour salt spray corrosion



(a)

(b)

图 6-4 盐雾腐蚀 EDX 图谱

(a)12h; (b)24h

Fig 6-4 Salt spray corrosion EDX spectrum

(a) 12h; (b) 24h

表 6-2 低倍下 FSP 加工区表面盐雾腐蚀的截面元素分布 (wt.%)

Table 6-2 Distribution of cross-sectional elements of salt spray corrosion on the surface of FSP processing area at low magnification (wt.%)

元素	12h 连接区表面	24h 连接区表面
O	21.75	29.33
Cl	-	8.01
Cu	78.25	62.66

从图 6-2 中及表 6-2 可知, FSP 试样 12h 盐雾腐蚀后的试样表面铜元素含量降低, 且新出现了氧元素, 氯元素极少。铜元素大量参与了腐蚀产物的生成, 腐蚀产物中主要是铜元素与氧组成的化合物。FSP 试样 24h 盐雾腐蚀后的试样表面腐蚀产物更加密集, 使铜元素含量进一步降低, 氧元素含量明显增加, 同时, 表面氯元素的占比大幅提高, 从图 6-3 中可以看出, 氧元素和氯元素的聚集区域高度一致, 说明可能存在氧化铜与氯离子进一步反应的现象。

6.2.4 腐蚀机理分析

纯铜在盐雾中的腐蚀机理是一个复杂的电化学过程, 涉及多个步骤和化学反应, 具体可分为以下几个关键过程, 第一阶段是当纯铜暴露于含有氯化钠 (盐) 的雾化环境时, 其表面首先与氯离子和水分子接触。这些氯离子和水分子渗透到铜的表面, 开始与铜原子发生反应形成氯化铜, 这个反应是电化学过程的一部分, 铜原子失去电子变成铜离子 (Cu^+ 或 Cu^{2+}), 而氯离子获得这些电子。其离子式为:



在这之后是氧化和氢氧化物的形成在氧气的作用下, 失去电子的铜离子可以进一步氧化, 形成铜的氧化物 (CuO 或 Cu_2O)。此外, 氯化铜也可能与水反应, 形成氢氧化铜 ($\text{Cu}(\text{OH})_2$)。这些反应会导致铜表面出现绿色或蓝绿色的锈层, 但是在腐蚀过程中, 氢氧化铜和氧化铜的层可能不完全保护铜基材, 允许更多的氯离子和水分子渗透并继续与铜反应。这种持续的反应导致更多腐蚀产物的形成, 并可能导致铜材料的进一步破坏。

结合图 6-1 和表 6-1 可知, 材料在合适的 FSP 加工参数下进行加工, 其耐盐雾腐蚀性能是有所提升的, 性能提升的原因主要归咎于组织细化, 微观结构细化

意味着晶粒尺寸的减小。较小的晶粒增加了晶界的总面积，这些晶界可以作为屏障，抑制腐蚀过程中的裂纹扩展和离子渗透。晶界的增加也意味着腐蚀作用更加分散，不易在特定区域集中，从而降低了快速穿透腐蚀的风险。

6.3 加工区域电化学腐蚀分析

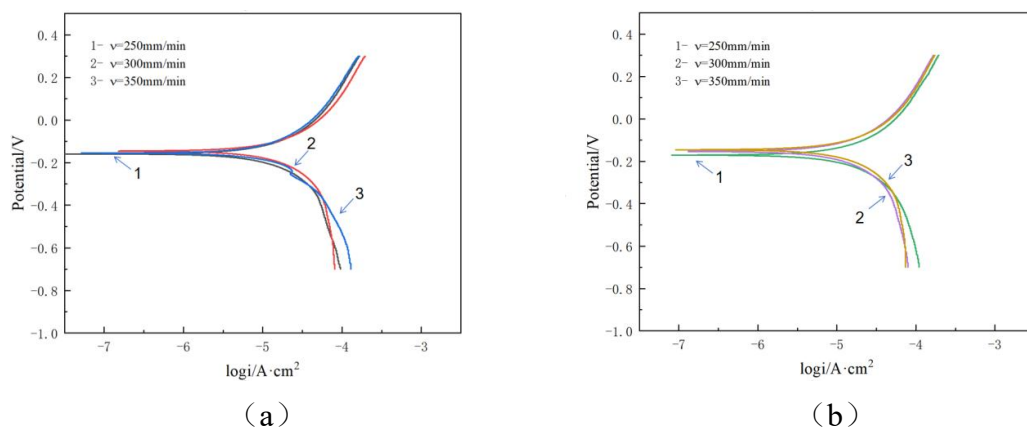
通过电化学工作站测量了电极电位与极化曲线之间的关系，通过分析极化曲线，对 FSP 试样表面的耐腐蚀性能做进一步的研究^[83-84]。

本实验所用的电解液为 3.5% NaCl 溶液，当纯铜样品浸入溶液中时，铜表面开始与溶液中的氯离子（Cl⁻）和水分子（H₂O）接触。氯离子是腐蚀过程中的关键物质，因为它可以穿透氧化物层并与铜反应。在阳极发生的反应为铜原子失去电子，形成铜离子（Cu²⁺）。这个过程是电化学腐蚀的主要反应是铜的溶解，化学式如式 6-4 所示；在阴极上发生的还原反应，溶液中的氧气和水分子通过获取电子进行还原。这个过程涉及氧气的还原或水的还原，化学式如式 6-5 和式 6-6 所示。形成的铜离子（Cu²⁺）可以与溶液中的氯离子结合，形成氯化铜。这些铜离子也可能与溶液中的羟基离子（OH⁻）反应，形成氢氧化铜，这是一种常见的腐蚀产物。



6.3.1 极化曲线分析

如图 6-7 所示为不同 FSP 加工参数 Cu-La₂O₃ 试样及母材的极化曲线，通过电化学软件拟合得出极化曲线数据如表 6-3 所示。



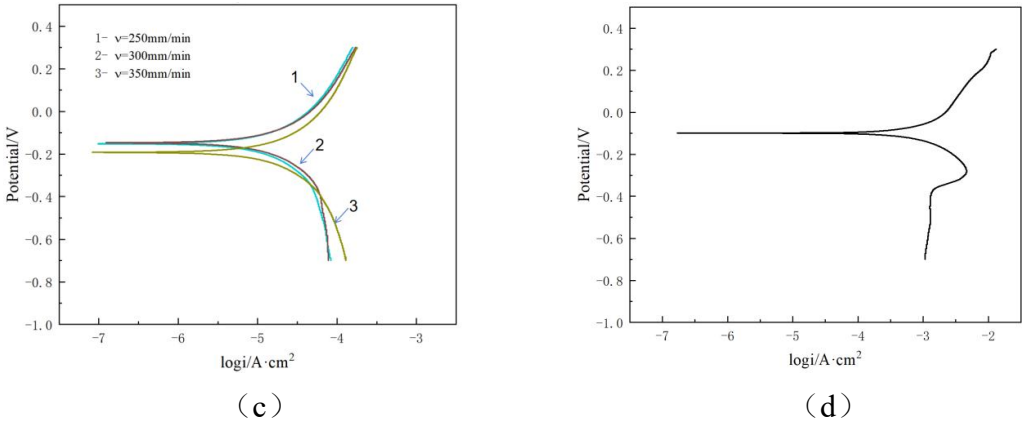


图 6-7 不同加工参数 FSP 试样及母材的极化曲线

(a) $\omega = 300\text{rpm}$; (b) $\omega = 400\text{rpm}$; (c) $\omega = 500\text{rpm}$; (c)母材

Fig 6-7 Polarization curves of FSP samples and base metal with different processing parameters

(a) $\omega = 300\text{rpm}$; (b) $\omega = 400\text{rpm}$; (c) $\omega = 500\text{rpm}$; (d) Base material

表 6-3 极化曲线拟合结果

Table 6-3 Polarization Curve Fitting Results

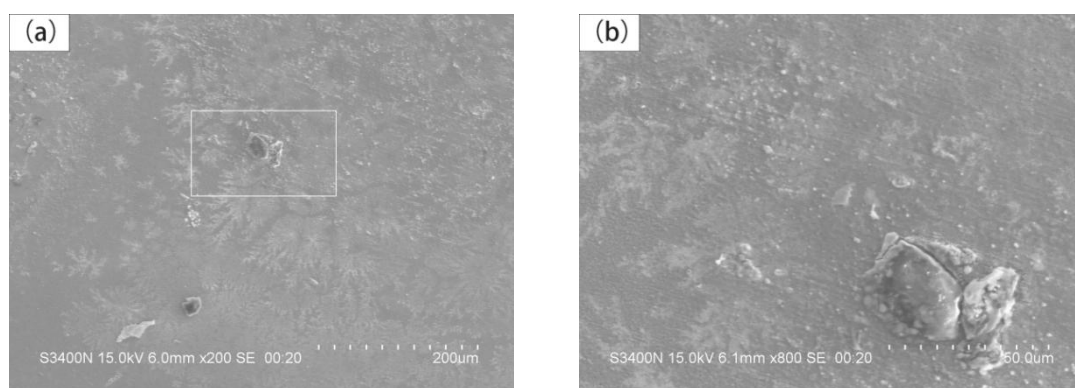
试样序号	自腐电位 (E_{corr} 单位: V)	腐蚀电流密度 (I_{corr} 单位: $\mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$)
试样 A1	-0.159	11.11
试样 A2	-0.146	14.11
试样 A3	-0.155	19.53
试样 A4	-0.171	12.90
试样 A5	-0.154	11.15
试样 A6	-0.146	13.27
试样 A7	-0.152	11.69
试样 A8	-0.147	12.54
试样 A9	-0.192	13.42
母材	-0.099	111.6
对照	-0.149	19.38

从表 6-3 和图 6-7 中可以看出, 不同 FSP 加工参数下的试样的自腐蚀电位有一定差异, 其中最小的为-0.146V, 最大的为-0.192V, 高于母材的-0.099V, 说明加工后的试样更易达到腐蚀条件, 更容易发生腐蚀; 但高的自腐蚀电位未必意味着高的腐蚀速率, 腐蚀电位是一个热力学参数, 可以评价材料受腐蚀的难易程度, 它代表发生腐蚀所需要的最小两相电位差, 腐蚀电位越大, 意味着产生腐蚀所需

要的电位差越大，材料越难发生腐蚀^[85-86]。而腐蚀电流密度是动力学参数，他决定材料在腐蚀电位下的腐蚀速率，自腐蚀电流越小，材料越耐腐蚀，在评价金属耐腐蚀上的权重更高^[87]。故可以用腐蚀电流密度来评判腐蚀速率，从表 6-3 中的数据可以看出经过 FSP 后的试样的腐蚀电流密度是要小于母材的，说明这些试样的腐蚀速度要慢于母材，在这些试样中，添加粉末的九组试样与前期实验所使用的未添加氧化镧粉末的对照组试样相比，自腐电位与腐蚀电流密度均极为相近，说明氧化镧粉末的加入对材料电化学性能影响微弱；FSP 后的试样腐蚀速率降低的原因主要是因为组织细化，在 FSP 的过程中，加工中心区晶粒发生动态再结晶，组织得到细化，细化微观结构意味着晶粒尺寸减小，从而增加了晶界的密度。晶界作为物理和化学性质上的屏障，可以阻碍腐蚀介质（如氯离子）的渗透和扩散，以及限制腐蚀过程中的电子传递^[88]。同时细化的晶粒结构减少了由于晶粒大小不均引起的应力集中，从而降低了腐蚀过程中裂纹形成和扩展的可能性，此外细化的微观结构使得腐蚀过程更加均匀，减少了局部腐蚀的严重性，这对于减缓整体腐蚀进程非常重要。在各组工艺参数中，试样 A1 和试样 A5 的耐腐蚀性能相较于其他参数更好，腐蚀速率较慢，这是因为在合适的加工参数下进行加工有效地提升的材料表面质量，提升了材料的耐电化学腐蚀性能。

6.3.2 加工区域电化学腐蚀微观形貌

根据上一小节数据，选取部分有代表性的试样，使用扫描电镜观察其腐蚀表面相貌，得到的图像如图 6-8 所示。



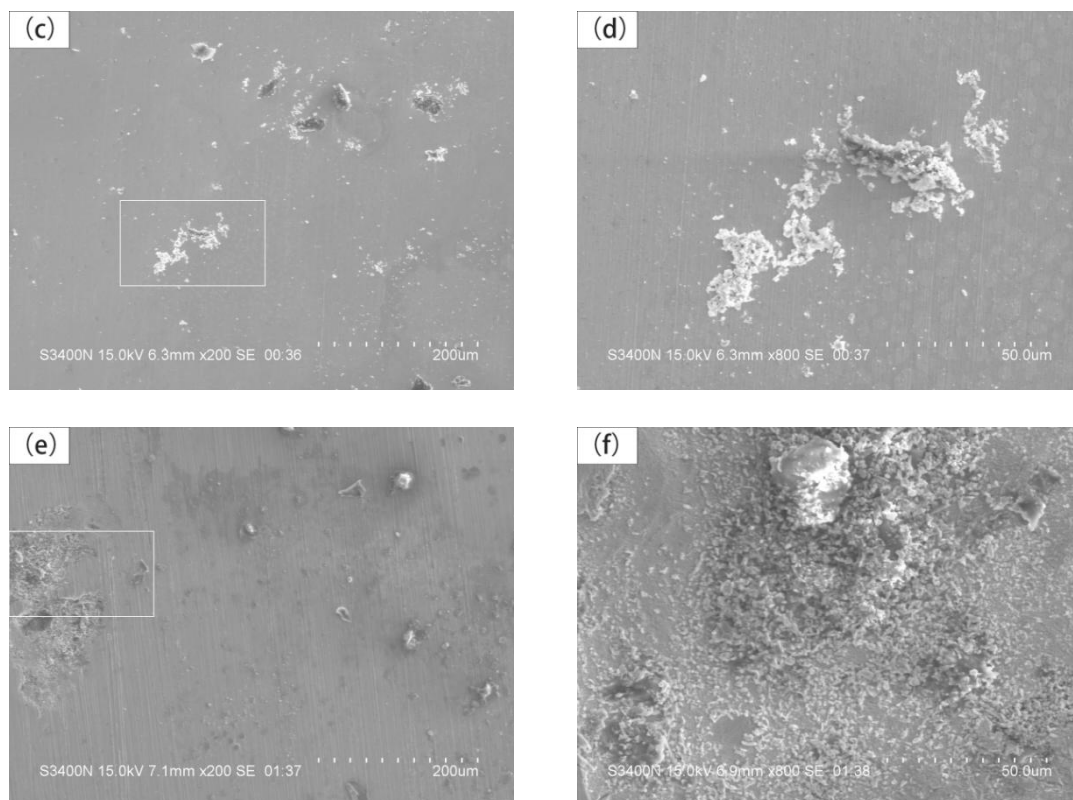


图 6-8 扫描电镜下纯铜母材与部分 FSP 试样的表面电化学腐蚀相貌

(a-b) 试样 A1; (c-d) 试样 A3; (f-e) 纯铜母材

Fig.6-8 Electrochemical corrosion appearance of pure copper base material and some FSP samples under SEM

(a-b) Sample A1; (c-d) Sample A3; (f-e) Pure copper base material

从图中可以看出，所有试样表面均受到了不同程度的腐蚀作用，且腐蚀的形态各异。其中，母材试样的表面大体保持平整，但在局部区域出现了显著的腐蚀现象。部分表面区域已发生脱落，且脱落位置的腐蚀程度较为严重，有大量腐蚀产物；试样 A3 腐蚀程度明显低于母材，表面分布着均匀的腐蚀产物，腐蚀坑较浅，表面粗糙度增加；试样 A1 的腐蚀产物多于 A3，腐蚀产物有多处团聚但规模小于母材试样，除此之外，还能观察到分散的蚀坑，腐蚀坑深度较浅。

6.4 本章小结

本章节主要围绕对 $\text{Cu-La}_2\text{O}_3$ 的 FSP (Friction Stir Processing) 试样进行盐雾腐蚀试验及电化学腐蚀试验，以分析其耐蚀性能。通过使用扫描电镜观察腐蚀表面形貌，讨论了加工参数对 $\text{Cu-La}_2\text{O}_3$ 的 FSP 试样的耐腐蚀性的影响。

(1) 进行了 12 小时和 24 小时盐雾腐蚀试验，试验结果显示，试样经过盐雾腐蚀后，表面形貌发生了显著变化。使用静态失重法计算腐蚀速率，各试样不

同的腐蚀速率。部分试样的腐蚀速率高于母材，表明在某些加工参数下，表面可能存在易于腐蚀的缺陷；通过对比发现氧化镧的加入对试样耐盐雾腐蚀的影响不大。扫描电镜观察显示，母材表面出现了密集的腐蚀坑和氧化亮点，而 FSP 试样表面腐蚀产物较少，表明合适的 FSP 参数可以提高材料耐蚀性。

（2）使用 3.5% NaCl 溶液进行了电化学腐蚀试验。分析极化曲线，发现不同 FSP 加工参数下的试样显示出不同的自腐蚀电位和腐蚀电流密度。FSP 后的试样腐蚀电流密度普遍小于母材，表明 FSP 过程减缓了材料的腐蚀速率。这主要归因于组织细化，晶粒尺寸减小，增加了晶界密度。晶界作为物理和化学性质上的屏障，有效阻碍了腐蚀介质的渗透和扩散。扫描电镜观察显示，FSP 试样的腐蚀程度普遍低于母材，表面分布着均匀的腐蚀产物，腐蚀坑较浅，说明了 FSP 提高铜材料耐电化学腐蚀性能。

第 7 章 结论与展望

7.1 总结

本论文主要探讨了搅拌摩擦加工（FSP）技术在材料制备与改性中的应用。通过 FSP 技术对纯铜进行处理，将氧化镧粉末植入纯铜板材，制备纯铜-氧化镧改性表层，并利用显微硬度计、高温摩擦磨损试验机、盐雾试验机、电化学工作站、SEM 等试验设备对 FSP 试样的微观形貌、力学性能、耐磨性能、耐蚀性能等进行分析，我们还对 FSP 试样的表面宏观形貌、飞边成型情况以及内部缺陷进行了详细的研究，以期揭示搅拌摩擦加工的成型机理。现将本研究的主要成果总结如下：

（1）不同填粉工艺试样的性能对比

本论文对搅拌摩擦加工制备纯铜-氧化镧改性层的工艺进行了实验探索。挑选了多种可行的填粉方式，通过实验对比不同填粉方式下材料加工区域的显微硬度与摩擦磨损性能，发现采用表面平行钻孔后填粉再进行 FSP 的方式所制成的样品，其综合性能相较于母材提升最大。故在后续实验探究加工参数对性能的影响时，统一使用这种填粉方法。

（2）各工艺参数下的宏观与微观形貌对比

本论文通过不同的搅拌头前进速度和搅拌头旋转速度对预先采用平行钻孔法填充氧化镧粉末的试样进行 FSP 加工，探讨了不同工艺参数对加工区宏观相貌和微观组织的影响。研究发现，合适的搅拌头转速和进给速度能得到无缺陷的加工表面，热影响区晶粒尺寸一定程度长大；热机影响区晶粒形状被拉长；加工区中心晶粒分布均匀且尺寸较小。

（3）各工艺参数下的显微硬度对比

本论文研究了不同工艺参数下搅拌摩擦加工（FSP）对 $\text{Cu-La}_2\text{O}_3$ 材料性能的影响。由于 FSP 加工中心区的晶粒尺寸显著减小，晶界增加对位错的滑移起阻碍作用，使得各参数下的试样显微硬度不同程度提高。加工区的硬度整体呈现“W”形分布，最大硬度出现在搅拌头进给速度 300mm/min ，旋转速度为 500rpm 试样的加工中心区，相对于母材提高了约 42.8% 。

(4) 各工艺参数下的耐磨性对比

本论文对不同加工参数的试样进行常温 and 高温摩擦磨损试验, 实验结果表明, 在常温条件下, 不同工艺参数 FSP 获得的试样的磨损量均好于母材, 由于硬度提高, 表面产生有润滑作用的磨屑较少, 材料摩擦系数提高; 在高温条件下, 由于铜基材料的强度下降显著从而其在高温下的摩擦系数降低, 磨损率提高, 而添加了氧化镧的试样受到高温的影响较小, 磨损量远远小于母材, 主要是由于 La_2O_3 能提高复合材料的高温强度和稳定性, 延缓其在高温下强度下降的趋势, 同时提高氧化膜在高温下的稳定性, 从而提高耐磨性。在各组参数的试样中, 前进速度为 250mm/min, 旋转速度为 300rpm 的试样磨损率最低; 通过扫描电镜观察磨痕, 得出 FSP 试样主要以剥层磨损为主, 磨粒磨损为辅的结论。

(5) 各工艺参数下的耐蚀性对比

本论文对各工艺参数的试样和母材进行电化学腐蚀试验, 发现 FSP 试样的自腐蚀电位与母材自腐蚀电位均为负值, 经过 FSP 加工处理后的试样自腐蚀电位相较于母材试样有所降低, 说明相较于母材更易发生腐蚀, 但腐蚀电流密度远远小于母材, 说明相较于母材腐蚀速度更慢; 对试样进行 12h 和 24h 的盐雾腐蚀实验, 以各试样腐蚀前后的减少重量来评判腐蚀速率, 发现大多数加工后的试样的腐蚀速度慢于母材, 但部分参数的试样耐盐雾腐蚀性能比母材差; 性能改变的主要原因是组织细化导致晶粒尺寸减小, 腐蚀作用更加分散且均匀, 同时晶界增多使得腐蚀受到阻碍; 通过扫描电镜观察腐蚀表面, 发现出现表面脱落和腐蚀产物堆叠, 通过腐蚀产物成分分析显示, 腐蚀产物可能为氧化铜、氯化铜及氢氧化铜; 此外还发现, 在腐蚀性能方面, 性能的提升主要来源于 FSP 所带来的晶粒细化, La_2O_3 的加入对腐蚀性能的影响微弱。

7.2 展望

搅拌摩擦加工技术历经多年的演进, 已由最初的单一材料与工艺, 拓展至涵盖多种金属材料的广泛应用。此外, 该技术还衍生出通过搅拌摩擦加工植入陶瓷、石墨烯、稀土粉末等以实现表面改性的创新应用, 充分展现了其活力与创新性。本论文开拓了搅拌摩擦加工制备纯铜与稀土氧化物的应用领域, 并对 FSP 试样的性能与母材进行了对比分析。然而, 由于时间、实验条件以及个人能力等因素的限制, 本论文研究仍存在一定不足, 需在以下几个方面进行完善:

(1) 相关的疲劳试验、冲击韧性试验、残余应力试验等未开展，因此在此方向上的研究不够完善。

(2) 在本文关于盐雾腐蚀产物的探讨中，由于 XRD 分析结果未能达到预期效果，因此未进一步深入探讨腐蚀产物的具体组成。此外，在依据 IOS 8407 标准进行腐蚀失重分析时，发现表面腐蚀产物难以彻底清除，导致腐蚀失重分析的结果可能不够准确和严谨。因此，在未来的研究中，需要进一步优化分析方法，以提高分析结果的准确性和可靠性。

参考文献

- [1] 万於辉. 铜/铝搅拌摩擦焊工艺研究[D]. 南昌: 南昌航空大学, 2014.
- [2] 张秋征, 宫文彪, 刘威. 铝-铜异种金属搅拌摩擦焊接头组织及力学性能 (英文) [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2015,25(06): 1779-1786.
- [3] 毛亚芬. 铜及铜合金(H62)搅拌摩擦焊接头组织与性能研究[D]. 长春: 长春工业大学, 2014.
- [4] 江威, 何福善, 郑开魁, 等. 氧化镧改性树脂基复合材料摩擦学性能研究[J]. 润滑与密封, 2019,44(01): 58-63.
- [5] Zhang H, Siyong G U, Nengping X. Effect of La₂O₃ on the wear behavior of MoSi₂ at high temperature[J]. Journal of Rare Earths, 2011, 29(4): 370-373.
- [6] Xingwei M A, Zhuji J, Shi Y A N, et al. Effect of La₂O₃ on microstructure and high-temperature wear property of hot-press sintering FeAl intermetallic compound[J]. Journal of Rare Earths, 2009, 27(6): 1031-1036.
- [7] Li J, Xiong D, Huang Z, et al. Effect of Ag and CeO₂ on friction and wear properties of Ni-base composite at high temperature[J]. Wear, 2009, 267(1-4): 576-584.
- [8] John D C, George M M, Christopher N J, et al. Improvements relating to friction welding: EP, EP0653265 A3[P]. 1992.
- [9] 王永健. 铜与铝异质搅拌摩擦焊的工艺研究[J]. 热加工工艺, 2014, 43(19):39-41.
- [10] Saeid T, Abdollah-zadeh A, Sazgari B. Weldability and mechanical properties of dissimilar aluminum-copper lap joints made by friction stir welding[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2010, 490(1-2): 652-655.
- [11] 曲文卿, 董峰, 齐志刚, 等. 异种材料的先进连接技术[J]. 航空制造技术, 2006(12): 32-34.
- [12] Mishra R S, Ma Z Y. Friction stir welding and processing[J]. Materials Science

- and Engineering: R: Reports, 2005, 50(1-2): 1-78.
- [13] 翟皎, 陈靛瑜, 孟强, 等. 工业纯钛板多道次搅拌摩擦加工区的组织及摩擦磨损性能[J]. 机械工程材料, 2016, 40(5): 92-95+100.
- [14] 金玉花, 王希靖, 李常锋, 等. 7050 铝合金搅拌摩擦焊接头的热稳定性[J]. 兰州理工大学学报, 2010,(02):18-20.
- [15] 柴方, 张大童, 李元元. 热处理对搅拌摩擦加工 AZ91 镁合金显微组织和力学性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2014, 24(12): 2951-2960.
- [16] Li X, Zhang D Z, Qi C, Zhang W. Dissimilar pure copper / 1350 aluminum alloy butt joints with microstructure and mechanical properties are friction stir welded. J. Trans nonferrous metals. 2012, 22 : 1298-1306.
- [17] 金玉花, 温雨, 李常锋, 等. 搅拌摩擦加工制备铝基复合材料的组织和力学性能[J]. 兰州理工大学学报, 2014, 40(3): 20-24.
- [18] 曹鹏飞, 郝炳睿, 孙振富, 等. 高熵合金增强铝基复合材料组织与显微硬度研究[J]. 机械工程与自动化, 2020,(01): 128-129.
- [19] Gao J, Wang X, Zhang S, et al. Producing of FeCoNiCrAl high-entropy alloy reinforced Al composites via friction stir processing technology[J]. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2020, 110(6): 1-12.
- [20] 李艳苗, 肖来荣, 翟鹏远, 等. 铜表面激光熔覆制备 Ni-Cu-Mo 覆层的显微组织及其摩擦磨损性能[J]. 中国有色金属学报, 2023, 33(05): 1502-1513.
- [21] Yang X, Yan Z F, Dong P, et al. Surface modification of aluminum alloy by incorporation of AlCoCrFeNi high entropy alloy particles via underwater friction stir processing[J]. Surface & Coatings Technology, 2020, 385: 125438.
- [22] 刘志浩, 王文, 韩鹏, 等. 搅拌摩擦加工改性冷喷涂 6061 铝合金涂层的断裂行为[J]. 塑性工程学报, 2023, 30(3): 190- 196.
- [23] 王军, 李林聪, 王天顺, 等. 石墨烯增强铜基复合材料强度及机理研究[J]. 河北科技大学学报, 2023, 44(01): 58-66.
- [24] 金玉花, 赵敬彬, 张忠科. 开槽位置对搅拌摩擦加工制备 SiCp/铝基复合材料均匀性的影响[J]. 兰州理工大学学报, 2015, 41(3): 10-14.
- [25] 吴志林, 黄春平, 王承剑, 黄硕文. 分散剂对 FSP 制备 IMC/Al 复合材料组织

- 与拉伸性能的影响[J]. 机械工程材料, 2017, 41(9): 88-92.
- [26]徐卫平, 席利欢, 邢丽, 等. 搅拌摩擦加工制备 MWCNTs/Al 复合材料的均匀性研究[J]. 南昌航空大学学报 (自然科学版), 2011, 25(04): 19-23,47.
- [27]毛育青, 柯黎明, 刘奋成, 等. 铝合金厚板 FSW 焊缝成形及金属流动行为分析[J]. 航空学报, 2016, 37(11): 3546-3553.
- [28]李鹏, 廉润康, 马超群, 等. 加工道次对 FSP 制备高熵合金增强铝基复合材料组织和性能的影响[J]. 焊接学报, 2022, 43(6): 11-19.
- [29]龙玲, 史清宇, 刘铁, 等. 搅拌摩擦焊接材料流动模型及在缺陷预测中的应用[J]. 焊接学报, 2019, 40(1): 84-88.
- [30]Shamanian M, Mostaan H, Safari M, et al. Friction stir modification of GTA 7075-T6 Al alloy weld joints: EBSD study and microstructural evolutions[J]. Archives of Civil and Mechanical Engineering, 2017,17(3): 574-585.
- [31]Ghanbari D, Kasiri Asgarani M, Amini K, et al. Influence of heat treatment on mechanical properties and microstructure of the Al2024/SiC composite produced by multi-pass friction stir processing[J]. Measurement, 2017,104: 151-158.
- [32]Kwon Y J, Shigematsu I, Saito N. Mechanical properties of fine-grained aluminum alloy produced by friction stir process[J]. Scripta Materialia, 2003,49(8): 785-789.
- [33]Bauri R, Yadav D, Suhas G. Effect of friction stir processing (FSP) on microstructure and properties of Al-TiC in situ composite[J]. Materials Science and Engineering: A, 2011, 528(13-14): 4732-4739.
- [34]Nie K B, Wang X J, Wu K, et al. Development of SiCp/AZ91 magnesium matrix nanocomposites using ultrasonic vibration[J]. Materials Science & Engineering A, 2012, 540(4): 123-129.
- [35]Aruri D, Adepu K, Adepu K, et al. Wear and mechanical properties of 6061-T6 aluminum alloy surface hybrid composites [(SiC+ Gr) and (SiC+ Al₂O₃)] fabricated by friction stir processing[J]. journal of materials research and technology, 2013, 2(4): 362-369.
- [36]Raafi M, Mahmoud T S, Zakaria H M, et al. Microstructural, mechanical and wear behavior of A390/graphite and A390/Al₂O₃ surface composites fabricated

- using FSP[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2011, 528(18): 5741-5746.
- [37] Asadi P, Mahdavinejad R A, Tutunchilar S. Simulation and experimental investigation of FSP of AZ91 magnesium alloy[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2011, 528(21): 6469-6477.
- [38] Tutunchilar S, Haghpanahi M, Givi M K B, et al. Simulation of material flow in friction stir processing of a cast Al–Si alloy[J]. *Materials & Design*, 2012, 40: 415-426.
- [39] Mirzaei M H, Asadi P, Fazli A. Effect of tool pin profile on material flow in double shoulder friction stir welding of AZ91 magnesium alloy[J]. *International Journal of Mechanical Sciences*, 2020, 183: 105775.
- [40] Zolghadr P, Akbari M, Asadi P. Formation of thermo-mechanically affected zone in friction stir welding[J]. *Materials Research Express*, 2019, 6(8): 086558.
- [41] Pashazadeh H, Teimournezhad J, Masoumi A. Numerical investigation on the mechanical, thermal, metallurgical and material flow characteristics in friction stir welding of copper sheets with experimental verification[J]. *Materials & Design*, 2014, 55: 619-632.
- [42] 郭菲菲. 摩擦搅拌焊的原理和特点及铝合金摩擦搅拌焊的研究现状[J]. *有色金属与稀土应用*, 2016,(1): 30-37.
- [43] Threadgill P L, Leonard A J, Shercliff H R, et al. Friction stir welding of aluminum alloys[J]. *International Materials Reviews*, 2009, 54(2): 49-93.
- [44] Franchim A S, Fernandez F F, Travessa D N. Microstructural aspects and mechanical properties of friction stir welded AA2024-T3 aluminium alloy sheet[J]. *Materials and Design*, 2011, 32(10): 4684–4688
- [45] 谢广明, 骆宗安, 崔洪波. 搅拌摩擦焊接技术的研究[M]. 冶金工业出版社, 2016: 10-25.
- [46] Mehta K P, Badheka V J. Influence of tool pin design on properties of dissimilar copper to aluminum friction stir welding[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2017, 27(1): 36-54.
- [47] Rathee S, Maheshwari S, Siddiquee A N, et al. Process parameters optimization for enhanced microhardness of AA 6061/SiC surface composites fabricated via

- Friction Stir Processing (FSP)[J]. *Materials Today: Proceedings*, 2016, 3(10): 4151-4156.
- [48]赵国丹. AZ31 镁合金热变形力学行为和动态再结晶的研究[D]. 重庆:重庆大学, 2005.
- [49]周健. 关于金属学中细晶强化教学内容的思考[J].*教育教学论坛*, 2017,292(02): 192-193.
- [50]Qi Q J .Friction and wear characteristics of rare earth-containing magnesium alloy[J].*Zhongguo Youse Jinshu Xuebao/Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2006, 16(7): 1219-1226.
- [51]陈许. 稀土氧化镧增强树脂基汽车摩擦片的摩擦磨损性能研究[D].安徽:安徽工程大学, 2020.
- [52]汪云海, 黄春平, 夏春, 等. 添加 La2O3 对搅拌摩擦加工制备 Ni/Al 复合材料组织和性能的影响[J].*复合材料学报*, 2016, 33(9): 2067-2073
- [53]郑小茂, 张大童, 张文, 等. 焊接参数对 7A04 铝合金搅拌摩擦焊接头组织与力学性能的影响[J]. *焊接学报*, 2016, 37(1): 76-80.
- [54]Jazaeri H ,Humphreys F J . The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminium alloys I - The deformed state[J]. *Acta Materialia*, 2004,52(11) : 3239-3250.
- [55]Prangnell P B , Heason C P . Grain structure formation during friction stir welding observed by the 'stop action technique'[J]. *Acta Materialia*, 2005, 53(11) : 3179-3192.
- [56]王建华. 2A12-T42 铝合金搅拌摩擦搭接焊工艺与接头组织性能研究[D]. 吉林: 长春工业大学, 2022.
- [57]韩世伟, 周长征, 彭小洋等. 搅拌头结构对铝/钢搅拌摩擦焊接头组织及性能的影响[J].*重庆理工大学学报(自然科学)*,2023,37(04):151-156.
- [58]鞠川. 搅拌头结构对搅拌摩擦焊接头组织性能及塑性金属流动的影响研究[D]. 长春工业大学.
- [59]Kumar R, Singh K, Pandey S. Process forces and heat input as function of process parameters in AA5083 friction stir welds[J] *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*,2012,22(2): 288-298.

- [60]Chen HB,Yan K,Lin T,et al. The investigation of typical welding defects for 5456 aluminum alloy friction stir welds[J]. Materials Science & Engineering A, 2006,433(1-2) : 64-69.
- [61]吴庆祝, 许鸿吉, 蔺博等.隧道型缺陷对 6082-T6 铝合金 FSW 焊接接头力学性能和疲劳性能的影响[J]. 焊接技术,2022,51(05) : 26-31
- [62]焦子腾. 7A85 铝合金热加工过程位错密度及组织演变规律研究[D]. 秦皇岛: 燕山大学, 2019.
- [63]赵鹏程,沈以赴,黄国强,等.外加热源对铝-铜搅拌摩擦焊对接的影响[J].焊接学报, 2017,38(06): 69-72+109+132.
- [64]Xu W F, Wu X K, Ma J, et al. Abnormal fracture of 7085 high strength aluminum alloy thick plate joint via friction stir welding[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2019, 8(6): 6029-6040.
- [65]湛永钟. 铜基复合材料及其摩擦磨损行为的研究[D]. 上海: 上海交通大学, 2003,
- [66]何奖爱, 王玉玮. 材料磨损与耐磨材料[M]大连:东北大学出版社, 2001.
- [67]韩世伟, 周长征, 彭小洋. 搅拌头结构对铝/钢搅拌摩擦焊接头组织及性能的影响[J]. 重庆理工大学学报 (自然科学), 2023, 37(4): 151-156.
- [68]Kumar R, Singh K, Pandey S. Process forces and heat input as function of process parameters in AA5083 friction stir welds[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2012, 22(2): 288-298
- [69]叶树茂, 齐芃芃, 金文福等. 7055-T6 铝合金搅拌摩擦焊组织与性能分析[J]. 上海电气技术, 2023, 16(04): 64-67.
- [70]B.布尚著, 葛世荣译. 摩擦学导论[M]. 北京: 机械工业出版社, 2006.
- [71]Jacobs O, Jaskulka R, Yang F, et al. Sliding wear of epoxy compounds against different counterparts under dry and aqueous conditions[J]. Wear, 2004, 256(1-2): 9-15.
- [72]樊江磊, 王娇娇, 王霄等. 石墨类型对铜基粉末冶金摩擦材料摩擦磨损性能的影响[J].粉末冶金工业, 2024, 34(01): 51-59.
- [73]赵运才, 刘存宇, 王慧鹏等. Al₂O₃ 增强粉末冶金铜基摩擦材料摩擦磨损

- 性能研究[J]. 润滑与密封, 2023, 48(09):55-62.
- [74]Rigney D A, Hirth J P. Plastic deformation and sliding friction of metals[J]. Wear, 1979, 53(2): 345-370.
- [75]钟金杉, 鲁金忠, 罗开玉, 齐晗, 王志龙, 韩彬, 刘娟. 激光冲击对 AISI304 不锈钢拉伸性能和摩擦磨损性能的影响[J]. 中国激光, 2013,40(05) : 67-73.
- [76]段海峰. 激光冲击纳米化 H62 黄铜工艺及拉伸磨损性能研究[D]. 江苏镇江: 江苏大学, 2018.
- [77]湛永钟. 铜基复合材料及其摩擦磨损行为的研究[D]. 上海: 上海交通大学, 2003.
- [78]Qi Q J .Friction and wear characteristics of rare earth-containing magnesium alloy[J].Zhongguo Youse Jinshu Xuebao/Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2006, 16(7): 1219-1226.
- [79]李玉琴, 王学德, 杨竹芳, 等. 激光冲击强化提高纯铜耐磨性能的研究[J]. 强激光与粒子束, 2016, 28(02): 202-206.
- [80]Zhang D, Zhan Z. Preparation of graphene nanoplatelets-copper composites by a modified semi-powder method and their mechanical properties[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2016, 658:663-671.
- [81]Li X, Yan S, Chen X, et al. Microstructure and mechanical properties of graphene-reinforced copper matrix composites prepared by in-situ CVD, ball-milling, and spark plasma sintering[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 834: 155182.
- [82]王枢沁. 新型镁合金真空压铸组织和性能研究[D].上海:上海交通大学,2014.
- [83]蔡达, 王立世, 胡心彬. AA5052 铝合金/AZ31B 镁合金搅拌摩擦焊接头的腐蚀行为研究[J]. 材料导报, 2023,37(04): 151-157.
- [84]刘未来, 刘一伟. 铝合金搅拌摩擦焊焊缝的电化学腐蚀行为[J]. 化工管理, 2017, (28) : 147+156.
- [85]Zhang T, Chen C, Shao Y, et al. Corrosion of pure magnesium under thin electrolyte layers[J]. Electrochimica Acta, 2008, 53(27): 7921-7931.
- [86]贾庆贤, 刘晓雄, 余海存等. 稀土 Y 改性 6063 铝合金阳极氧化及耐蚀性研究

- [J]. 有色金属工程, 2024, 14(02): 32-40.
- [87]沈长斌, 杨野, 陈影. AZ31 镁合金搅拌摩擦焊焊缝电化学性能的分析[J]. 焊接学报, 2014, 35(09): 101-104+6.
- [88]Zhang T, Chen C, Shao Y, et al. Corrosion of pure magnesium under thin electrolyte layers[J]. *Electrochimica Acta*, 2008, 53(27): 7921-7931.

攻读硕士学位期间的论文目录

发表论文:

[1]韩侯, 宋娓娓, 汪洪峰, 等. FSP 制备 Cu-La₂O₃ 表层性能分析[J].佳木斯大学学报(自然科学版), 2024, 42(03): 72-75.

参与的科研项目:

[1]安徽省重点研发项目(批准号:202004a05020025, 批准号:202104b11020011),参与者

[2]安徽省高校自然科学研究重点项目(KJ2021A1042), 参与者

[3]安徽省优秀青年人才支持一般项目(gxyq2019086), 参与者

致谢

时光荏苒，三年的研究生生活在不知不觉中已经接近尾声。在这段充实而有意义的时光里，我不仅收获了知识与技能，更得到了来自许多师长和朋友们的支持和帮助。首先，我要向我的导师宋娓娓副教授致以最诚挚的感谢！她在我的论文选题、撰写以及修改过程中，给予了我无微不至的指导和众多宝贵的意见，使我能够顺利完成论文的写作。在整个硕士生涯中，使我受益匪浅；感谢我的校外导师俞伟峰老师，使我学会了如何去理性思考，提高了我分析问题和解决问题的能力，使我顺利完成了实践。

此外，我要感谢课题组的汪洪峰老师、葛小乐老师、蒲家飞老师、姜迪老师、董旗老师以及曹守臻老师。在我实验遇到困难的时候，是你们的耐心指导和无私帮助，使我能够顺利完成各项实验，并确保实验数据的准确性。你们的支持是我前行的重要动力。

感谢我的同门好友，在这三年里对我的无私帮助和陪伴。你们的友谊让我在研究生生活中倍感温暖，也让我在面对挑战时更加坚定。

感谢学校机械工程学院的全体老师，是你们的悉心教导和培养，让我在学术道路上不断进步。感谢 2021 级全体同学的关心和帮助，你们的陪伴使我的研究生生活丰富多彩。

特别感谢我的父母，二十余年来的鼓励和帮助，是你们的关怀和支持让我在学业上不断向前。没有你们，就没有今天的我。

最后，谨向所有参与论文评审和答辩的老师们致以诚挚的谢意！你们的宝贵意见和建议将是我未来研究工作的宝贵财富。

再一次感谢所有在这段旅程中给予我帮助和支持的人！

尚德敏学 唯实惟新

