文章编号:1671-4229(2023)06-0069-08

316 L不锈钢表面氧化物复合涂层的制备和阻氢性能研究

张 涛,张源齐,王济农,杜 斌,邓皓玮
(广州大学 物理与材料科学学院,广东 广州 510006)

摘 要:为提高涉氢部件在高温高压下的阻氢渗透性能,采用浆料法-高温熔烧法在316 L不锈钢表面制备不同含量的α-Al_2O_3、La_2O_3、SiO_2金属氧化物复合陶瓷涂层。选用扫描电镜(SEM)、X射线衍射(XRD),以及X射线能谱(EDS)等手段对氧化物陶瓷涂层的表面形貌、相结构、表面成分等进行表征,并采用气体驱动渗透装置对其进行氢渗透性能测试。结果表明,该涂层制备工艺简单,可涂覆于复杂结构器件内外表面,制备出的涂层均匀、致密度高;随着温度的升高,涂层对氘的渗透阻挡性能几乎没有改变,在650 ℃时,涂层中氧化物含量为20%的阻氢因子(PRF)达到295左右,或涂层中氧化物含量为15%的PRF达到512左右时,均表现出最优的阻氢性能。

关键词:不锈钢;陶瓷涂层;阻氢渗透;浆料法
中图分类号:TG142.71;TG178 **文献标志码**:A

Preparation and hydrogen barrier properties of oxide composite coatings on 316 L stainless steel surfaces

ZHANG Tao, ZHANG Yuan-qi, WANG Ji-nong, DU Bin, DENG Hao-wei
(School of Physics and Materials Science, Guangzhou University, Guangzhou 510006, China)

Abstract: In order to improve the hydrogen permeation resistance of stainless steel under high temperature and high pressure in nuclear reactors, composite ceramic coatings of different α-Al_2O_3, La_2O_3, and SiO_2 metal oxides were prepared on the surface of stainless steel using the slurry method and high-temperature melting method. The surface morphology, phase structure, and surface composition of oxide ceramic coatings were characterized by scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS). The hydrogen permeation performance of the coatings was tested using a gas-driven permeation device. The results indicate that the coating preparation process in this work is simple and can be applied to the surfaces of complex structural components. The coating has high uniformity and density. With increasing temperature, the hydrogen permeation resistance of the coatings to deuterium kept constant. At 650 ℃, the permeation resistance factor (PRF) for coatings with an oxide content of 20% was around 295, while coatings with an oxide content of 15% achieved a PRF of approximately 512, demonstrating optimal hydrogen permeation resistance.

Key words: stainless steel; ceramic coating; hydrogen permeation barrier; slurry method

收稿日期:2023-08-04;**修回日期**:2023-10-23

作者简介:张涛(1977—),男,教授,博士生导师. E-mail:zhangtao@gzhu.edu.cn.

引文格式:张涛,张源齐,王济农,等. 316 L不锈钢表面氧化物复合涂层的制备和阻氢性能研究[J]. 广州大学学报(自然科学版),2023,22(6):69-76.

氢及其同位素的原子半径很小,在高温高压环境下会对316 L不锈钢等反应堆结构部件表面产生渗透作用,造成基材发生氢脆、疲劳损伤等问题,严重时会引起材料性能恶化,增加燃料损失和放射性污染的风险。20世纪70年代末,Fowler等[1]提出了阻氢涂层的概念,通过在基材表面设置氢渗透屏障,起到减缓或阻止氢及其同位素渗透入基材的作用,从而预防氢脆等现象的发生。基于阻氢涂层不同的服役环境,在反应堆内部,阻氢涂层的性能需要满足更高的要求,包括应具备较低的氢溶解度和扩散率,在高温高压的富氢环境中保持结构稳定,具有较好的抗辐照性能,以及能够进行工程化的制备并适用涂覆于复杂结构部件表面[2-5]。相对于硅化物、钛基等涂层,氧化物陶瓷涂层因其具有较高的阻氢渗透因子(Permeation Reduction Factor, PRF)、高温热稳定性和耐腐蚀性能而受到广泛的关注,目前,氧化物陶瓷涂层材料主要以Al_2O_3、Y_2O_3、SiO_2、Cr_2O_3等及其复合氧化物为主,特别是综合性能优异的Al_2O_3,由于其熔点高、化学性质稳定、低溶解度和渗透率,常作为经典的阻氢涂层材料[6-7],稀土氧化物La_2O_3作为烧结助剂、稳定剂,可以提高陶瓷涂层的强度、韧性、耐磨性、降低烧结温度[8-9]。SiO_2除用于提升熔融温度和黏度外,与Al_2O_3分子比控制在7~10之间可得到光泽釉[10-11]。陶瓷氧化物涂层的制备工艺包括气相沉积法[12]、包埋渗铝法[13]、溶胶凝胶法[14]、浆料法[15]等,而浆料法由于制备方法简单、原料成本低,能够满足大批量工程化制备和适用于涂覆在复杂结构器件表面等优点,具有满足反应堆涉氢部件总体设计要求的潜力。

本文采用浆料法,以α-Al_2O_3、La_2O_3、SiO_2为骨料,利用无机硅胶粘剂作为粉末粘合剂,在316 L奥氏体不锈钢表面制备氧化物复合陶瓷阻氢涂层,并研究了不同氧化物含量的浆料配比对涂层阻氢性能的影响,分析了阻氢性能最优涂层微观结构、元素组成、力学性能、抗热冲击性能和耐腐蚀性能,本文制备的涂层满足涂覆于最小直径为5 mm的线管内壁表面,为可服役于反应堆复杂结构部件表面阻氢涂层的工程化应用提供了可行性。

1 实 验

1.1 试剂

α-Al_2O_3(粒径约50 nm,99.99%)、La_2O_3(粒径约50nm,99.99%)以及SiO_2(粒径约5 μm,99.99%):上海麦克林生化科技有限公司;无机硅胶粘剂(NGW800),主要成分为SiO_2、Al_2O_3;316 L不锈钢钢板与管道(300 mm×100 mm×5 mm):佛山利迅达不锈钢有限公司。

1.2 实验过程

1.2.1 基体表面预处理

为了增加涂层与基体之间的结合强度,涂层涂覆之前需要对基体表面进行预处理。采用316 L奥氏体不锈钢作为基体材料,利用电火花线切割机将不锈钢钢板切割成尺寸为Φ10×2 mm的圆片样品或Φ5×50 mm的管道样品。预处理过程中,依次使用#240和#400的砂纸进行表面打磨,去除基体表面的氧化层;将打磨好的基体浸泡入无水乙醇中超声10 min,以去除表面油污,在烘箱中干燥备用。

1.2.2 原料选择及涂层制备

根据对氧化物材料与配比的筛选,确定采用的粉体原料配比如下:α-Al_2O_3为12%,La_2O_3为16%,SiO_2为72%,粉体与无机硅胶粘剂的质量比为15%∶85%。

在配制好的混合粉体中加入少量的无水乙醇,放入行星球磨机中球磨2 h,达到均匀混合粉体的目的,然后放入70 ℃的干燥箱中干燥12 h。将混合粉体中加入无机硅胶粘剂和去离子水,在磁力搅拌器上充分搅拌后超声20 min,得到混合均匀且粘稠度合适的浆料。采用旋涂法将浆料均匀涂覆在基体表面,然后在60 ℃烘箱中干燥。将涂覆好的基体放入箱式马弗炉中,在大气环境下,以5 ℃/min的升温速率至450 ℃,保温20 min;再以5 ℃/min的升温速率至750 ℃,保温20 min;最后,随炉自然冷却至室温,取出。

1.3 性能测试

1.3.1 涂层阻氢实验

通过核工业西南物理研究院气体驱动渗透设备,在压力75 kPa,温度区间为650 ℃、550 ℃、450 ℃、350 ℃下进行氢渗透实验,对于单层涂层,通过计算各温度区间下基体材料的氘离子渗透电流和涂层材料的氘离子渗透电流的比值,测定不同温度下涂层的PRF值,其中,计算过程中所涉及的计算公式为式(1)。

$$\mathrm{PRF}=\frac{P_{基材}}{P_{涂层}}=\frac{I_{基材}}{I_{涂层}}, \tag{1}$$

式中,$P_{基材}$和$P_{涂层}$分别表示基材和涂层的氘渗透

率(mol · m^{-1} · s^{-1} · Pa^{-n});$I_{基材}$和$I_{涂层}$分别表示渗透通过基材和涂层的氘离子电流(A)。

1.3.2　涂层表面与断面形貌

观察涂层烧结后表面和边缘整体形貌,通过 Apreo 2S 场发射扫描电子显微镜(SEM)对涂层表面和断面微观形貌进行观察,在不同放大倍数下观察涂层是否存在微裂纹、气泡和孔洞,以及观察涂层厚度。

1.3.3　涂层成分分析

使用 PW3040/60X 射线衍射仪(XRD)对涂层表面物相进行分析,扫描范围为 2θ = 10° ~ 90°,扫描速率为 3°/min,使用 Jade6.5 分析软件拟合 X 射线衍射仪测得样品的 XRD 数据,并计算得到涂层的结晶度,计算过程中所涉及的计算公式为式(2)。

$$X = \frac{\sum I_c}{\sum I_c + \sum I_a} \times 100\%, \qquad (2)$$

式中,X 为结晶度(%),$\sum I_c$ 为晶体总衍射积分强度,$\sum I_a$ 为非晶体部分的散射积分强度。

1.3.4　涂层表面和截面纳米硬度

通过 TI 1980 台式纳米硬度仪,加载力值为 200 mN,载荷速率为 20 mN/S,饱载时间为 10 s,为确保准确性,在涂层表面区域随机打下 10 个点,在纳米尺度上分析涂层表面硬度。加载力值为 50 mN,载荷速率为 5 mN/S,饱载时间为 10 s,沿基体至涂层方向在界面处按照 10 μm 的间距打下一列 10 个点,分析涂层与基体界面处的纳米硬度分布。

1.3.5　涂层与基体的结合力

利用 WS-2005 涂层附着力划痕仪,采用声发射的测量方式,最大载荷 100 N,加载速率为 100 N/min,划痕长度 5 mm,静压定时 10 s,对涂层与基体之间的结合力进行分析。

1.3.6　涂层抗热冲击实验

首先采用急冷急热法对涂层的抗热冲击性能进行测试,以 10 ℃/min 的升温速率升温至 650 ℃,保温 20 min,然后置于 20 ℃的空气中冷却,此为一个循环。经过 10 次循环后,在扫描电镜下观察涂层表面是否存在脱落和缺陷,用于分析涂层的抗热冲击性能。

1.3.7　涂层耐腐蚀实验

将涂层样品浸泡于 650 ℃的液态铅铋溶液中,在惰性气体中保温 100 h 后,对涂层样品进行形貌与成分分析,观察涂层是否剥落、是否存在孔洞,以及铅铋渗透侵入深度和对基体的影响。

2　结果及讨论

2.1　涂层阻氢性能

为了考虑氧化物的含量对涂层阻氢性能的影响,本实验按照相同的氧化物配比和制备工艺,而混合氧化物粉体与无机胶粘剂,按照质量百分比分别为 10%∶90%、15%∶85% 和 20%∶80% 制备了不同氧化物含量的 3 组涂层样品,并分别测试 3 组样品在 650 ℃、550 ℃、450 ℃及 350 ℃下的 PRF(图 1)。

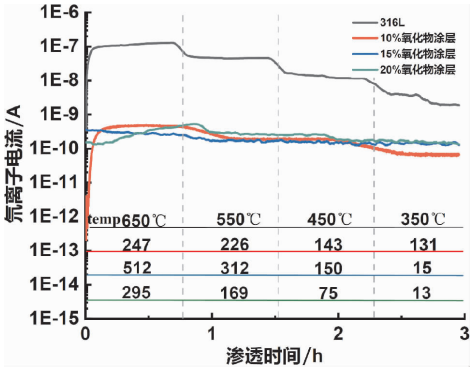


图 1　在 75 kPa,650 ℃、550 ℃、450 ℃、350 ℃下,316 L 不锈钢基体与复合涂层的氘离子电流强度与时间的曲线图

Fig. 1　At 75 kPa, 650 ℃, 550 ℃, 450 ℃, 350 ℃: deuterium ion current densitys and time curves for 316 L stainless steel substrate and composite coatings

同类型研究的 Al_2O_3 复合陶瓷涂层的阻氢性能如表 1 所示。不同制备方法所制的复合涂层的阻氢性能差异较大,大部分涂层阻氢因子在 100 以下,由图 1 可知,在 650 ℃下,氧化物占比为 10% 的涂层样品的 PRF 为 247,氧化物占比为 15% 的涂层样品的 PRF 为 512,氧化物占比为 20% 的涂层样品的 PRF 为 295,3 组样品的阻氢性能均达到了 316 L 不锈钢基体的 200 倍以上,结合表 1 可见,与同类型研究的阻氢涂层相比,本研究所制备的复合涂层具有较高的阻氢因子。

对于氢在涂层中的渗透机理而言,一方面氢以分子的形式在涂层表面进行吸附,再通过微小扩散通道和疏松结构进行扩散渗透;另一方面氢通过原子形式,H 在氢压力和浓度差的化学势梯度驱动下,在涂层中渗透扩散并与氧化物涂层内的 O 结合形成 OH^- 离子,OH^- 离子在涂层中打破周围的 Al – O、Si – O 键,H 原子从原来 OH^- 脱离,

与相临近的O重新生成OH^-,在化学势梯度驱动下,到达涂层与金属基体的界面,并转换为间隙原子的形式扩散,最终在涂层另外一侧重新结合为氢气分子溢出。在陶瓷涂层中,Al－O、Si－O、La－O键具有较高的解离[16],氢很难以原子形式在涂层当中进行扩散,主要是通过分子的形式进行扩散,而经过热处理后的涂层形成以非晶态为主的玻璃质陶瓷结构,涂层表面玻璃质黏附层中既不存在晶界,也没有连通的相界,并且陶瓷涂层由于致密的结构以及α-Al_2O_3稳定的晶型,并不会在内部产生贯穿性裂纹,使得氢失去了在涂层中的快速扩散通道,从而难以在涂层中渗透扩散[17－19]。同时,稀土氧化物La_2O_3的加入,其晶粒细化的作用使涂层可以承受剧烈的温度变化,涂层在不同温度下的阻氢渗透性能不会产生太大波动[20]。当氧化物含量占比过大时,热处理过程中无机硅胶粘剂不足以填充粉体颗粒间的空隙,从而导致涂层的致密度降低,而涂层中存在微小的孔洞和裂纹等缺陷,又致使氢在涂层中的扩散通道增加,导致阻氢性能相对较差。

相比于氧化物含量为10%及20%的涂层样品,氧化物含量为15%的涂层样品阻氢性能最为优异,因此,选择氧化物含量为15%的涂层样品进行后续性能测试。

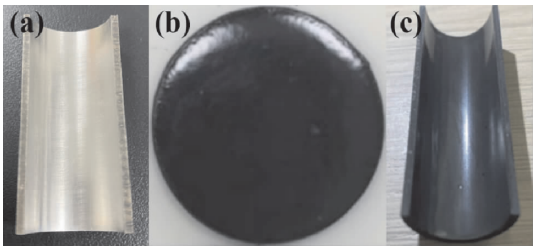
表1 同类型研究的涂层阻氢性能

Table 1 Hydrogen resistance performance of coatings in similar studies

涂层种类	制备工艺	PRF	参考文献
α-Al_2O_3/$AlPO_4$陶瓷涂层	等离子喷涂+浸渍法	64	[21]
SiO_2/α-Al_2O_3/10% Y_2O_3陶瓷涂层	浆料法	48.4	[22]
Al_2O_3/ Y_2O_3陶瓷涂层	磁控溅射	536	[23]
Al_2O_3/Cr_2O_3陶瓷涂层	包埋渗铝+溶胶凝胶法	63	[24]

2.2 涂层形貌

图2(a)为316 L不锈钢基体经过预处理后的表面形貌,由图2(b)与图2(c)可见,经过热处理后的涂层在圆片和管道基体上呈现黑色陶瓷状态,表面光滑平整,无脱落及龟裂现象出现。在750 ℃的高温烧结过程中,胶粘剂中含有的硅酸盐成分在高温下变为熔融状态,填充氧化物颗粒之间的空隙,以物理熔接和化学成键的方式与氧化物颗粒紧密结合,固化后形成致密的涂层结构,如图3所示,在高倍扫描电镜的观察下,涂层表面致密,氧化物分布均匀,表面没有微小气泡、裂纹等缺陷。



(a) 316 L管道基体;(b) 涂层在圆片基体表面形貌;(c) 涂层在管道基体表面形貌

图2 氧化物陶瓷涂层宏观形貌

Fig. 2 Macroscopic morphology of oxide ceramic coatings

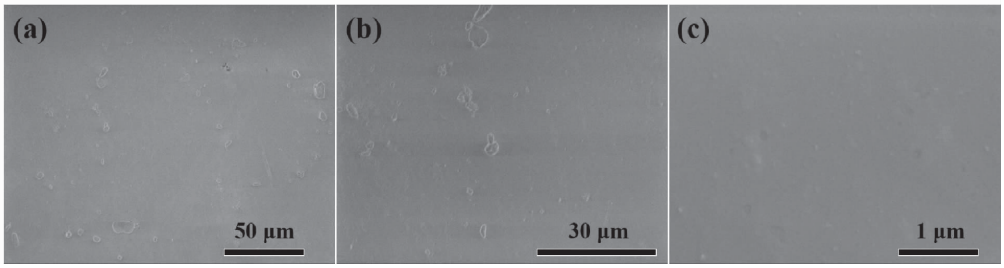


图3 氧化物陶瓷涂层表面的微观形貌

Fig. 3 Microscopic morphology of oxide ceramic coating surfaces

通过观察涂层与基体界面处的断面形貌(图4),涂层厚度为45 μm左右,涂层内部较为致密,与基体结合良好。涂层内部存在少量未贯穿涂层的气泡,气泡产生的原因与涂料的粘度存在关系,由于浆料粘度大、涂层厚,涂层中的水分无法在干燥时完全排出,在热处理过程中,热化学反应

生成的气体以及挥发形成的水蒸气存积在涂层内部并留下气泡。

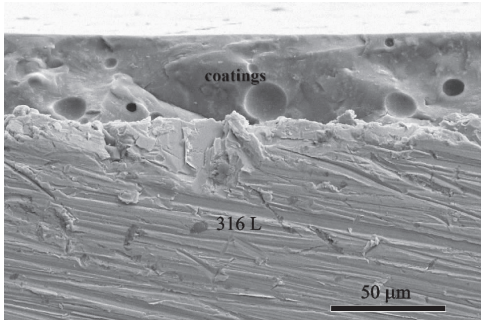


图 4　氧化物陶瓷涂层截面与基体结合处的微观形貌

Fig. 4　Microscopic morphology at the cross-section interface between oxide ceramic coatings and 316 L substrate

2.3　涂层组成

通过 XRD 分析涂层的物相组成,如图 5 所示。涂层中含有 Al_2O_3、La_2O_3、SiO_2 相,在热处理中氧化物发生反应形成了 Al_2SiO_5 硅酸铝新陶瓷相,并且 XRD 图谱中既存在弥散状衍射峰,又存在尖锐的结晶峰,表明涂层中既存在晶体结构,又存在非晶态结构,部分氧化物通过热处理过程形成了非晶态玻璃相,经过计算,涂层的结晶度为 62.95% 。

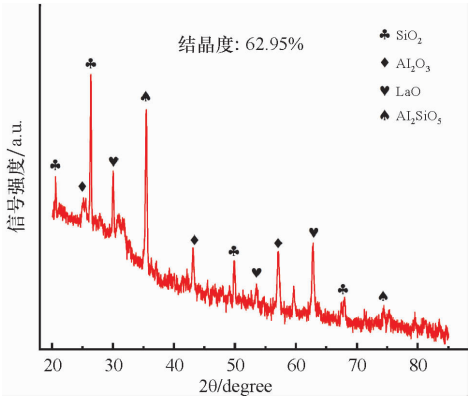


图 5　氧化物陶瓷涂层的 X 射线衍射图谱

Fig. 5　X-ray diffraction patterns of oxide ceramic coatings

2.4　涂层力学性能

通过纳米压痕测试表面纳米硬度结果如图 6 所示,经过计算截尾均值得到涂层表面的纳米硬度为 9.23 ±0.36 GPa。图 7 为涂层与基体界面处的纳米硬度分布,经过计算截尾均值得到涂层截面的纳米硬度为 7.25 ±0.24 GPa,基体的平均纳米硬度为 3.17 ±0.11 GPa。主要原因是涂层在热处理过程中能够形成网格结构的氧化物,并且形成的 Al_2SiO_5 陶瓷相大幅提升了涂层总体的硬度,而涂层表面形成的硬质玻璃态粘附层,增大了涂层表面硬度,涂层表面平均纳米硬度比基体高约 3 倍左右,涂层的表面纳米硬度比截面纳米硬度高 1.98 GPa。

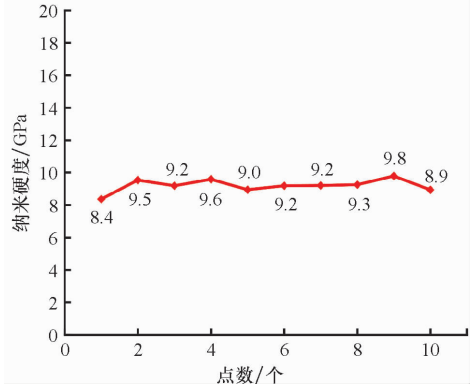


图 6　氧化物陶瓷涂层的表面纳米硬度

Fig. 6　Surface nanobardness of oxide ceramic coatings

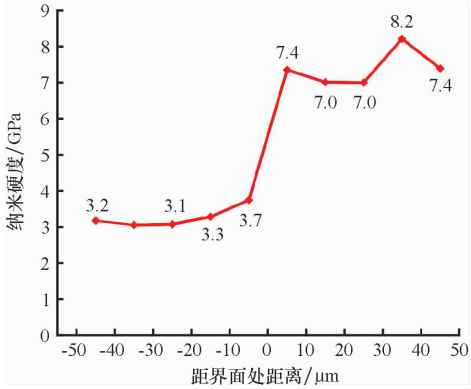


图 7　氧化物陶瓷涂层与基体界面处的纳米硬度

Fig. 7　Nanobardness at the interface between oxide ceramic coatings and 316 L substrate

陶瓷涂层的结合力与金属基体表面的粗糙度、陶瓷涂层和金属基体热膨胀系数的匹配程度、以及陶瓷涂层的结构与金属基体的晶体结构之间的亲和性等有关。经过预处理后的基体表面形成凹凸结构,增大了涂层与基体界面处的接触面积,使得涂层与基体之间以机械锚固的方式紧密结合,并且涂层浆料具有较好的表面亲和性,在界面处发生硅氧化,涂料中的硅氧键经过高温断裂与基体形成新的金属 - 硅氧键,从而提高涂层与金属基体之间的粘结强度。如图 8 所示,当加载力加载至 66 N 时,压头接触基体,涂层被完全剥落,声信号发生突变,开始连续出现信号峰,此时加载力对应涂层的临界载荷,即涂层与基体之间的结合力达到 66 N。

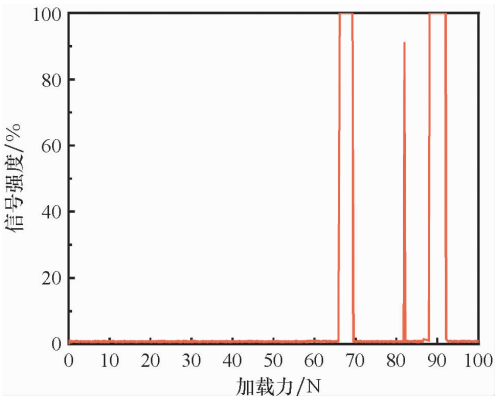


图8 氧化物陶瓷涂层与316 L不锈钢基体的声发射划痕结合力

Fig. 8 Adhesion strength through acoustic emission scratch between oxide ceramic coatings and 316 L stainless steel substrate

2.5 涂层抗热冲击性能

观察10次热冲击之后的涂层表面,如图9所示,热冲击后涂层表面未见裂纹和剥落,与基体结合完好。涂层的抗热冲击性能主要与涂层和基体的热膨胀系数的匹配有关,当涂层与金属基体的热膨胀系数相差过大时,热膨胀不匹配会导致热应力的快速积累,致使涂层产生微小裂纹及脱落。氧化物陶瓷涂层的热膨胀系数较小,316 L不锈钢基体热膨胀系数较大,而稀土氧化物 La_2O_3 的加入,有利于改善涂层的微观结构,减少涂层与基体之间的热失配,从而提高了涂层的热稳定性。结果表明,涂层具有良好的热稳定性和耐久性,同时在一定程度上也反应出涂层与基体具有不错的结合强度。

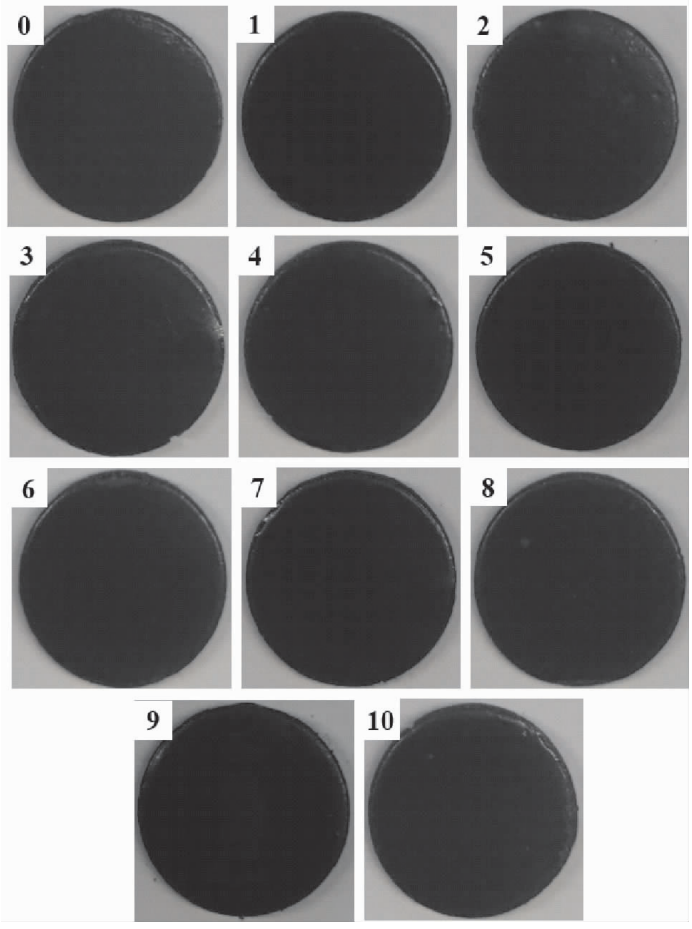


图9 不同循环次数下氧化物陶瓷涂层表面的形貌

Fig. 9 Surface morphology of oxide ceramic coatings under different thermal cycling cycles

2.6 涂层耐腐蚀性能

如图10所示,经过在550 ℃的液态铅铋中浸泡100 h之后,未在涂层保护下的316 L不锈钢基体发生了明显的腐蚀,最大腐蚀深度约为9.54 μm,而处于涂层保护下的基体没有受到腐蚀的影响,如图11所示,涂层保持完整,液态铅铋在涂层中

发生了最大 6.62 μm 的腐蚀侵入。可见,涂层没有产生剥落、裂纹等破坏,并且减缓了液态铅铋向基体材料的渗透,这是由于,α-Al_2O_3、La_2O_3 本身具有优异的耐蚀性和化学稳定性,La_2O_3 又可以起到细晶强化作用,改善涂层成分的偏析,使涂层组织得到净化以降低杂质含量,延缓晶界的腐蚀速率,并使涂层的微观结构在高温下保持不变;另外,涂层的致密结构降低了液态重金属元素铅铋在涂层中的扩散速率,从而起到了有效保护基体的效果。

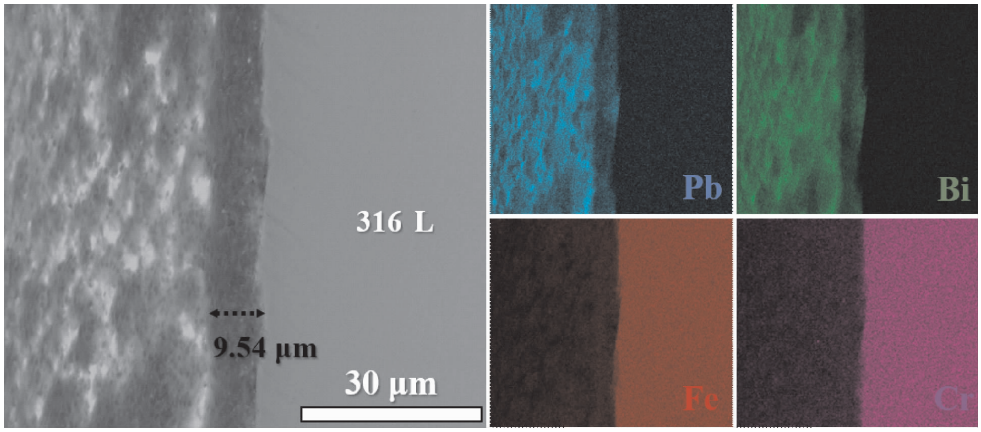


图 10　经过在 550 ℃液态铅铋中腐蚀 100 h 后 316 L 不锈钢基体的截面形貌以及能谱图

Fig. 10　After 100 h corrosion in 550 ℃ molten lead-bismuth, cross-sectional morphology and energy spectrum of 316 L stainless steel substrate

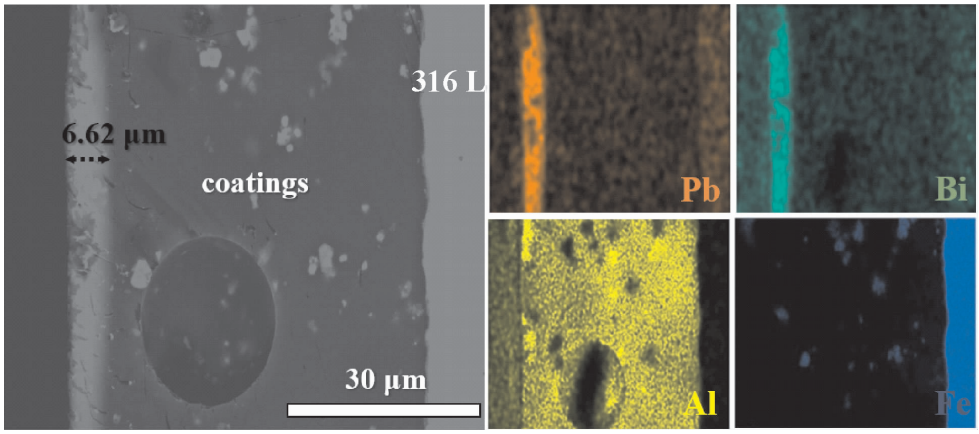


图 11　经过在 550 ℃液态铅铋中腐蚀 100 h 后氧化物陶瓷涂层的截面形貌以及能谱图

Fig. 11　After 100 h corrosion in 550 ℃ molten lead-bismuth, cross-sectional morphology and energy spectrum of oxide ceramic coatings

3　结　论

(1)采用浆料法在 316 L 不锈钢表面制备了 α-Al_2O_3、La_2O_3、SiO_2 氧化物复合陶瓷阻氢涂层,可满足涂覆于最小直径为 5 mm 线管内壁表面,解决了气相沉积、包埋渗铝等方法制备的涂层无法进行批量制备和涂覆于复杂结构器件表面的问题,该涂层结构均匀致密、表面质量较好,涂层中既存在晶体结构又存在非晶态结构。

(2)涂层的阻氢性能优异,阻氢性能与加入涂层中复合氧化物含量有关,当氧化物含量过高时,由于致密度下降导致其阻氢性能降低,在氧化物含量占比为 15% 时,涂层在 650 ℃下阻氢性能最优,PRF 达到 512。

(3)涂层与基体的结合力和硬度较高,涂层与不锈钢基体通过机械锚固和在界面处形成新金属 - 硅氧键的方式紧密结合,结合力达到 66 N,且陶瓷涂层的表面和截面硬度分别达到了 9.23 GPa 和 7.25 GPa,是不锈钢基体表面硬度的 3 倍。

(4)涂层具有良好的热稳定性和耐久性,经过10次热冲击之后,涂层仍保持结构稳定,并且涂层在一定程度上能够减缓铅铋腐蚀速率,防止腐蚀介质对基体的侵蚀。

参考文献:

[1] Fowler J D, Chandra D, Elleman T S, et al. Tritium diffusion in Al_2O_3 and BeO[J]. Journal of the American Ceramic Society, 1977, 60(3/4): 155-161.

[2] Nemanic V. Hydrogen permeation barriers: Basic requirements, materials selection, deposition methods, and quality evaluation[J]. Nuclear Materials and Energy, 2019, 19: 451-457.

[3] Konys J, Krauss W, Holstein N. Aluminum-based barrier development for nuclear fusion applications[J]. Corrosion, 2011, 67(2): 1-6.

[4] Vala L, Kordac M, Utili M, et al. Numerical analyses for conceptual design of an irradiation PbLi capsule for testing of protective coatings for the European DEMO breeding blanket project[J]. Fusion Engineering and Design, 2018, 136: 797-802.

[5] 张桂凯, 向鑫, 杨飞龙, 等. 我国聚变堆结构材料表面阻氚涂层的研究进展[J]. 核化学与放射化学, 2015, 37(5): 310-320.

[6] Wang T S, Pu J, Bo C, et al. Sol-gel prepared Al_2O_3 coatings for the application as tritium permeation barrier[J]. Fusion Engineering and Design, 2010, 85: 1068-1072.

[7] Zhang G K, Dou S P, Wang X L, et al. Mechanism for adsorption, dissociation and diffusion of hydrogen in hydrogen permeation barrier of a-Al_2O_3: A density functional theory study[J]. International Journal of Hydrogen Energy, 2013, 38(2): 1157-1165.

[8] 唐志阳. 稀土氧化物在陶瓷中的应用[J]. 山东陶瓷, 2005, 28(2): 16-19.

[9] 颜建辉, 张厚安, 唐思文. 氧化镧掺杂对等离子喷涂 Al_2O_3-40% TiO_2 涂层组织和耐磨性能的影响[J]. 润滑与密封, 2008, 33(4): 81-84.

[10] 刘建, 不锈钢基体表面陶瓷涂层的制备及性能表征[D]. 北京: 北京化工大学, 2011.

[11] 刘属兴, 孙再清. 陶瓷釉料配方及应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2007.

[12] He D, Li S, Liu X, et al. Preparation of Cr_2O_3 film by MOCVD as hydrogen permeation barrier[J]. Fusion Engineering and Design, 2014, 89(1): 35-39.

[13] Aiello A, Ciampichetti A, Benamati G. An overview on tritium permeation barrier development for WCLL blanket concept[J]. Journal of Nuclear Materials, 2004, 329: 1398-1402.

[14] 刘磊. 溶胶-凝胶法制备陶瓷涂层[D]. 石家庄: 河北科技大学, 2020.

[15] Liu P, Wei L Q, Ye S F. Preparation and property of ceramic matrix coating of anti-oxidation for stainless steel at high temperature by slurry method[J]. Advanced Materials Research, 2010, 105/106: 448-450.

[16] Luo Y R, Kerr J A. Bond dissociation energies[M]. Boca Raton: CRC Handbook of Chemistry and Physics, 2012.

[17] Samiee L L, Sarpoolaky H, Mirhabibi A. Microstructure and adherence of cobalt containing and cobalt free enamels to low carbon steel[J]. Materials Science and Engineering A, 2007, 458: 88-95.

[18] Rodtsevich S P, Eliseev S Y, Tavgen V V. Low-melting chemically resistant enamel for steel kitchenware[J]. Glass and Ceramics, 2003, 60(1/2): 25-27.

[19] 黄镇东. 阻氢和氢同位素渗透玻璃质陶瓷壁垒层的制备及性能研究[D]. 南京: 南京航空航天大学, 2008.

[20] Liu Y, Gou G Q, Wang X M, et al. Effects of rare earth elements on the microstructure and mechanical properties of HVOF-sprayed WC-Co coatings[J]. Journal of Thermal Spray Technology, 2014, 23: 1225-1231.

[21] Li H P, Ke Z Q, Li J, et al. An effective low-temperature strategy for sealing plasma sprayed Al_2O_3-based coatings[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2018, 38(4): 1871-1877.

[22] 刘玉兰. 未来聚变堆用钢表面陶瓷阻氢涂层[D]. 合肥: 合肥工业大学, 2022.

[23] 王维静. 复合陶瓷涂层界面结构研究及阻氢性能评价[D]. 西安: 西安石油大学, 2019.

[24] Feng S J, Wang Y, Zhang C, et al. Preparation of Al_2O_3/Cr_2O_3 tritium permeation barrier with combination of pack cementation and sol-gel methods[J]. Fusion Engineering and Design, 2018, 131: 1-7.

【责任编辑: 陈 钢】