

2022年高能所博士后学术交流会

力热耦合原位小角中子散射实验 方法及其应用研究

报 告 人： 谢振华

中子科学部 小角散射仪

合作导师：柯于斌副研究员

2022-6-30

报告提纲

□研究背景

□研究进展

□研究总结

研究背景

大部分结构材料的失效主要是在复杂力场和温度场的耦合作用下发生的，严重影响其可用性和使用寿命。原位研究材料结构及其演化动力学与性能之间的关系非常重要。

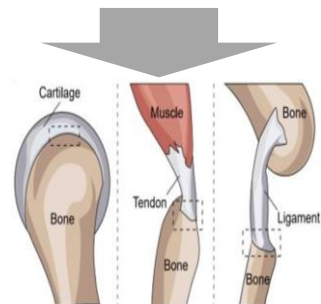
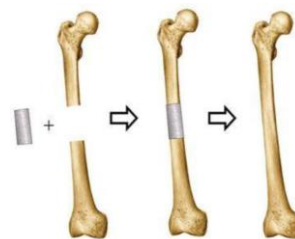


轮胎服役破损

面向国家重大需求



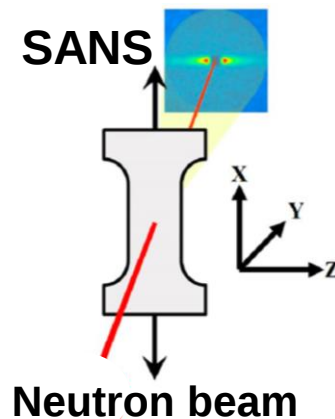
轮毂运行断裂



组织工程材料受损

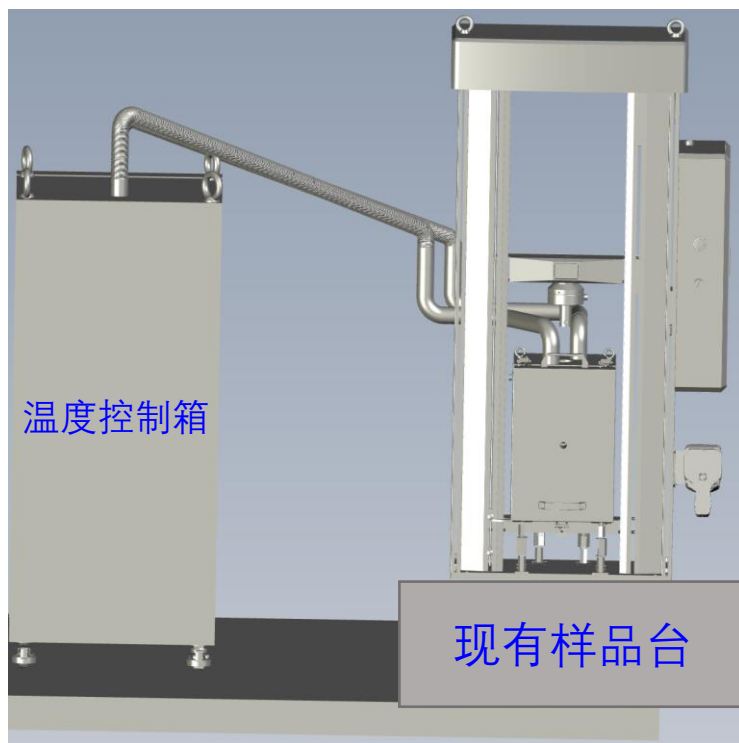
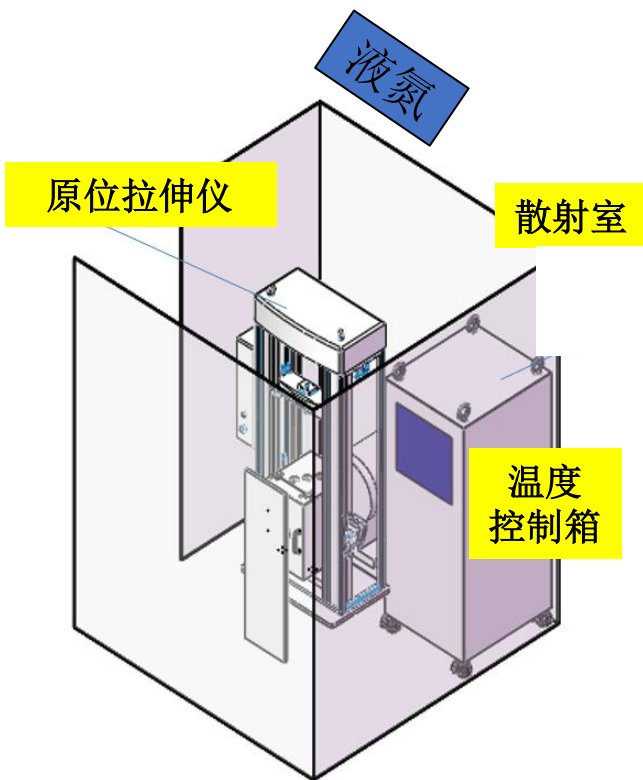
面向人民生命健康

主要研究内容：开发力热耦合条件下的原位SANS技术，并应用于在应力-温度耦合的复杂外场加载条件下，在近服役工况下原位观测结构材料在形变过程中微观结构演化动力学，研究不同学科以及不同样品种类材料“结构-性能”的构效关系。



口研究进展

2.1 力热耦合SANS-原位拉伸实验条件的建设



主要参与内容

- ✓ 技术参数
- ✓ 接口设计
- ✓ 通讯协议
- ✓ 设计细节
- ✓ 实验方案

原位拉伸仪在小角谱仪散射室的格局分布示意

参数制定

设计评审

设计细节

技术评审

生产制造

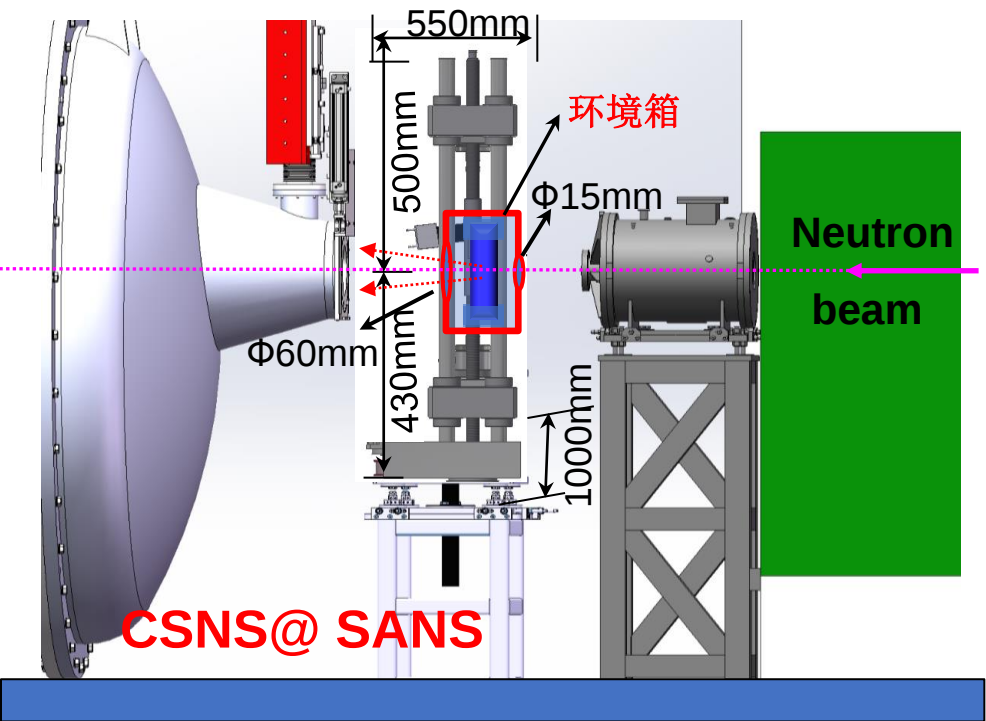
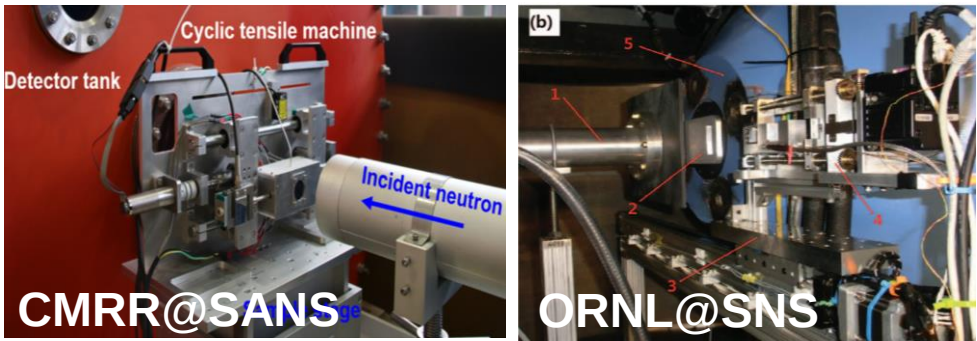
验收实验

已完成

进行中

口研究进展

2. 1力热耦合SANS-原位拉伸仪样品环境建设



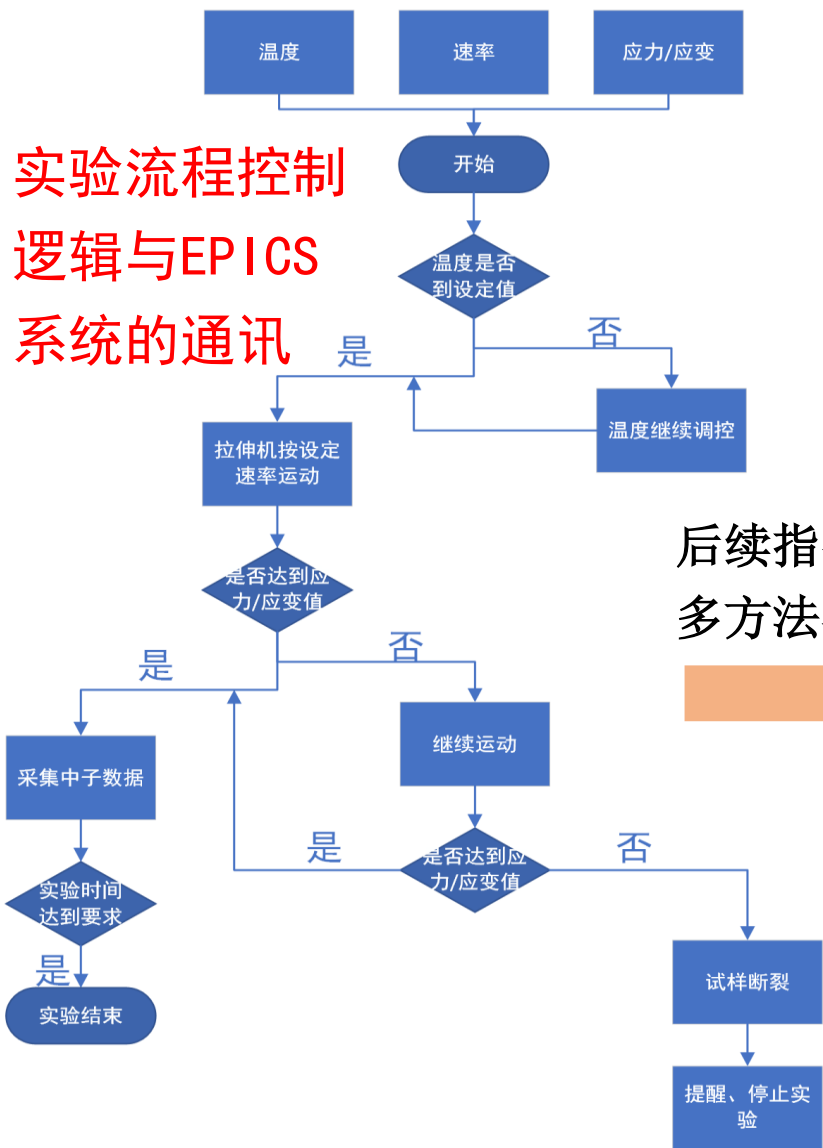
原位拉伸仪技术参数指标

参数	指标
力值范围	10 kN±0.5%
温度范围	-70~350 °C±2 °C
拉伸速率	0.1~250 mm/min
拉伸行程	120 mm
视窗大小	15 mm、60 mm
采样速率	2500 Hz
测试模式	拉伸、松弛、疲劳
应用	聚合物/软物质/合金

原位拉伸仪加载控制流程

静态力学加载测试流程

实验流程控制 逻辑与EPICS 系统的通讯

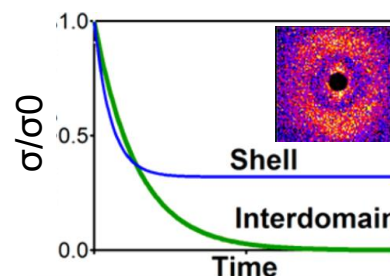


后续指导多学科
多方法学的研究

- ✓ 和控制组讨论与**EPICS**通讯并制定控制逻辑;
- ✓ 与不同用户沟通不同的测试需求与测试方案;

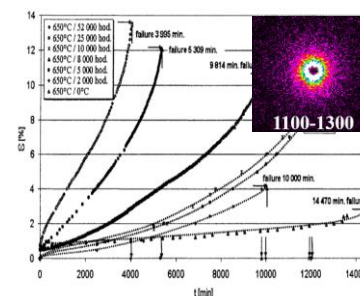
• 松弛实验

- ✓ **Time**
- ✓ **Temperature**



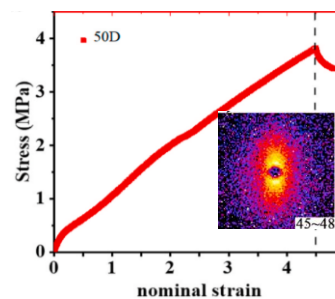
• 蠕变实验

- ✓ **Time**
- ✓ **Temperature**



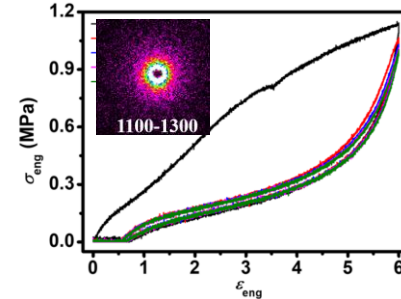
• 动态原位拉伸实验

- ✓ **Time**
- ✓ **Temperature**
- ✓ **Tensile rate**



• 动态疲劳实验

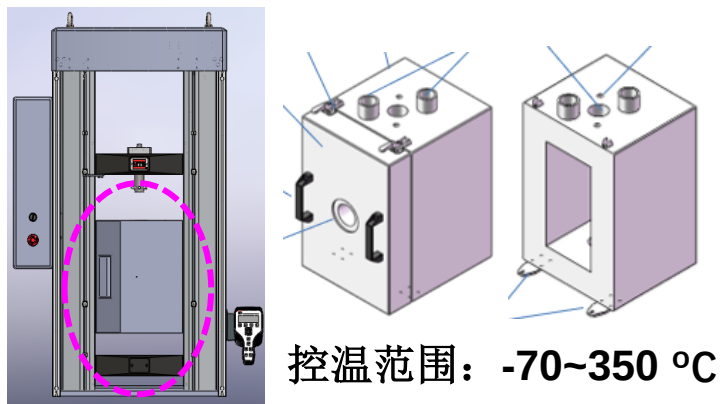
- ✓ **Time**
- ✓ **Temperature**
- ✓ **Frequency**



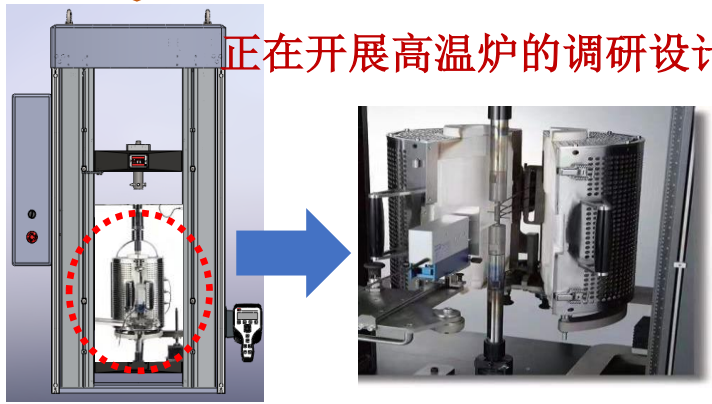
口研究进展

环境箱以及其它原位拉伸仪的调研设计

10 kN原位拉伸仪高温炉调研



预留了加装高温炉环境方案
正在开展高温炉的调研设计

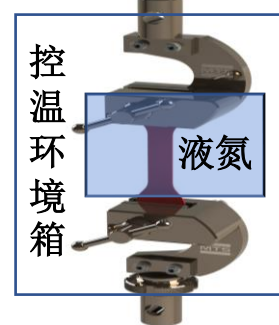


- 控温范围: 350~1100°C
- 适用于合金高温蠕变等力学实验

50 kN原位拉伸仪及环境箱的调研与设计



- 控温范围: -185~200 °C
- 力值范围: 50 kN



- ✓ 50 kN力值拉伸机的结构优化与设计
- ✓ -185 °C低温环境箱方案的优化

产品报价单

编号: CJKJ-2021-08025
收件单位: 中科院高能物理研究所
收件人: 谢振宇
电话: 15025475878
传真: 0791-88860663

日期: 2021年08月30日
发件单位: 南昌滕希科技有限公司
发件人: 付国平
电话: 18970125112
传真: 0791-88860663

地址(Add): 深圳市龙岗区坂田街道 6 号创维产业园
电话(Tel): 13602448765
电子邮箱(E-mail): hsun@mts.com.cn
网址: <http://www.mtschina.com>

MTS 美特斯工业系统(中国)有限公司

首先非常感谢您单位对我公司的信赖和支持,现将关于原位拉伸试验机的报价单发给您,请查收。如有疑问请与袁振宇(袁全斌:13602448765)联系。

报价!

报价日期: 2021年8月30日,有效期3个月;此价是直接采购价格,若需非标、增购、增加,以上价格含13%增值税、运费及保险费。

付款方式: 合同签订后三十天内预付总金额的60%,设备验收合格及收到增购发票后一个月内付清余款。

售后服务:

- 1) 安装、调试、培训、操作指导
- 2) 产品实行质保一年保修(不包括非正常操作造成的损坏),终身服务
- 3) 若有问题24小时内作出满意答复
- 4) 设备配有专用工具

序号	名称	型号	数量(套)	单价(元)	小计(元)	备注
1	原位拉伸机	MTS00000	1			

据客户要求定制,主要技术指标有:1) 高温炉安装;2) 双向拉伸能力50kN;3) 载荷精度:满量程的0.2%;4) 可实现双向加载、单向拉伸、循环疲劳拉伸试验功能。

合计人民币金额(大写): 玖拾捌万圆整(含税) 总价 980000

注1: 价格含13%增值税,含运费。

南昌滕希科技有限公司
2021年08月30日

美特斯工业系统(中国)有限公司

报价单

客户单位: 南昌滕希

报价日期: 2021年8月30日

报价人: 袁振宇

报价单

客户单位: 南昌滕希

报价日期: 2021年8月30日

报价人: 袁振宇

(国家重点研发计划项目: 高强韧金属基复合材料的跨尺度组织原位探测)

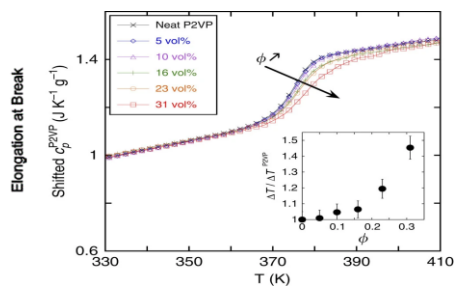
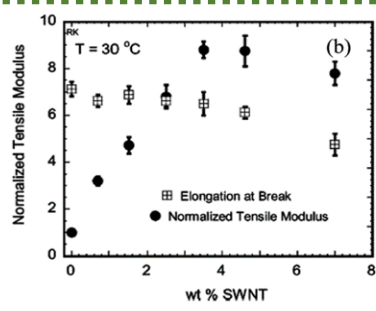
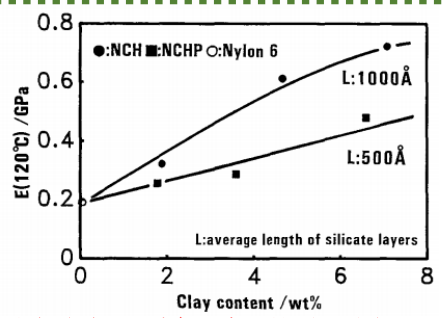
研究进展

2.2 SANS研究橡胶纳米复合材料多尺度结构



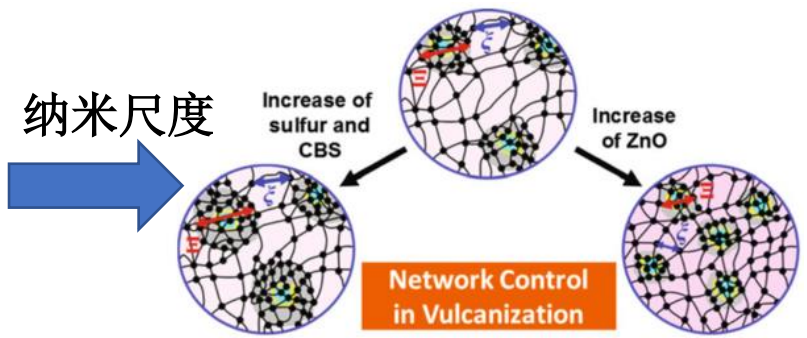
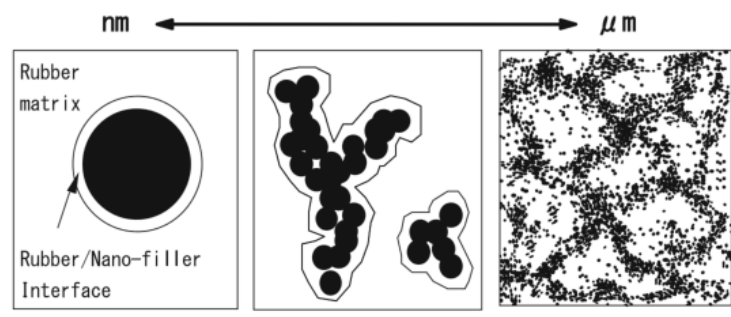
橡胶材料

- 橡胶基体
- 增强填料
- 添加助剂



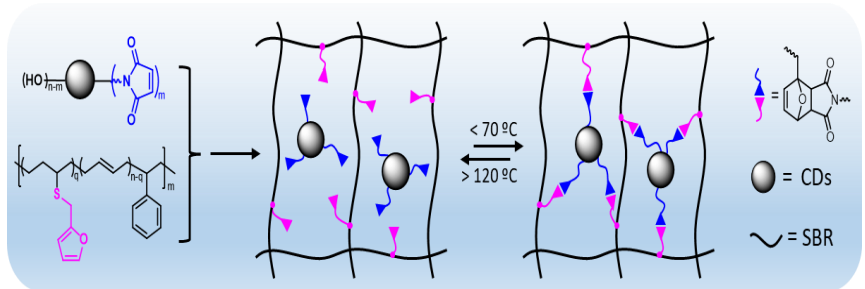
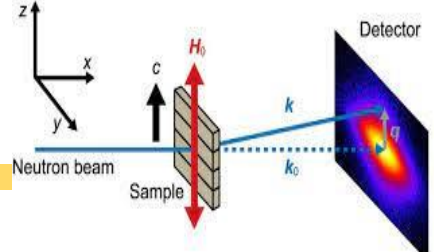
利用炭黑 / 白炭黑等填料对橡胶进行补强，可以有效改性橡胶的力学性能和热性能。

橡胶与填料形成多尺度的结构化网络

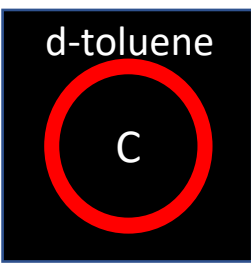
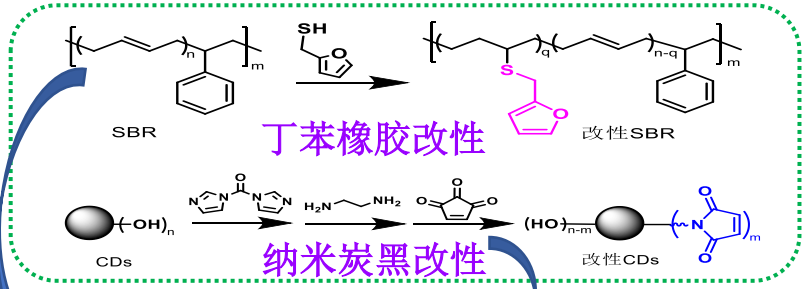


研究进展

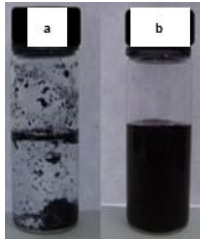
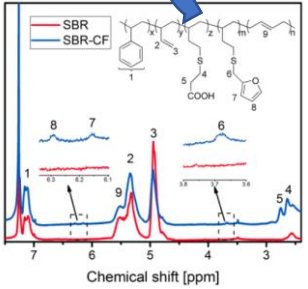
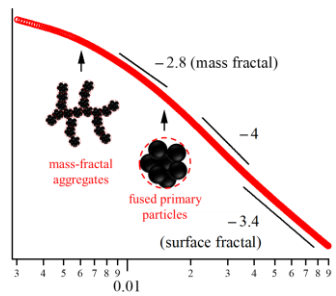
2.2 SANS研究橡胶纳米复合材料多尺度结构



改性炭黑动态交联制备自修复橡胶复合材料



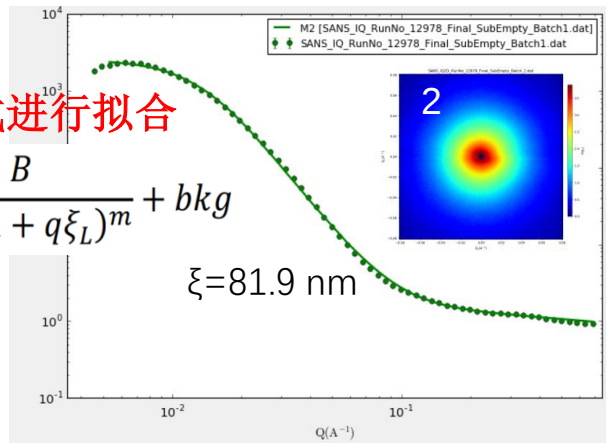
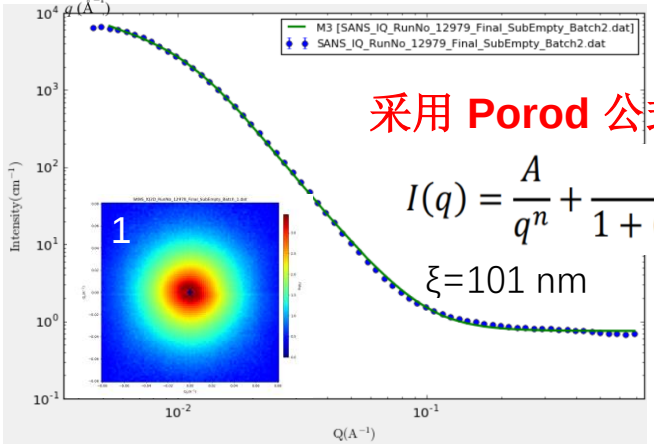
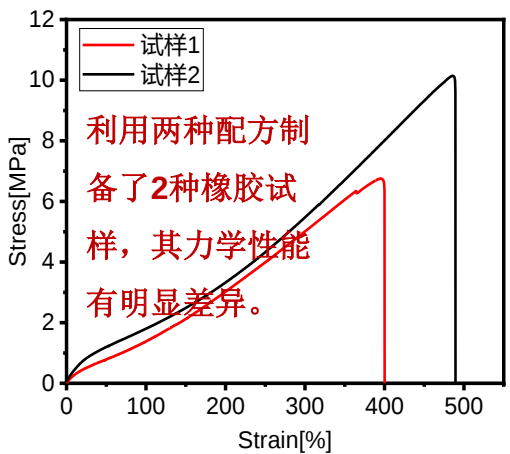
界面层



+SBR橡胶
硫化交联



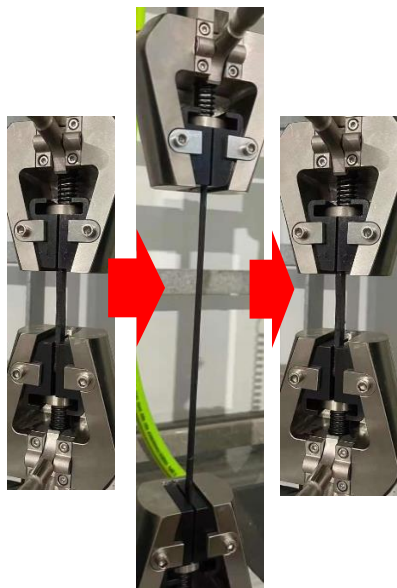
a: 纳米炭黑, b: 改性炭黑 橡胶成品材料



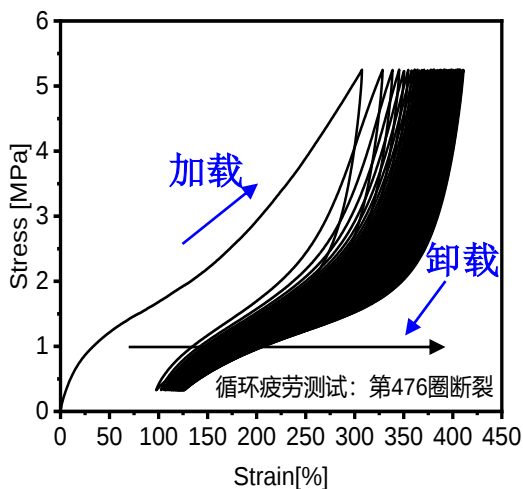
研究进展

2.2 SANS-原位拉伸研究橡胶复合材料的演变动力学

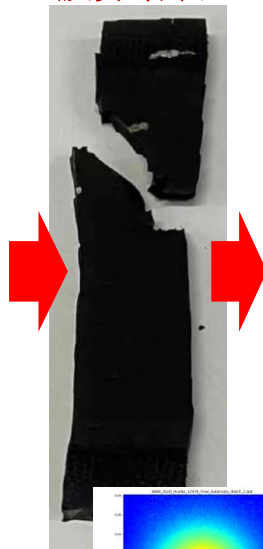
橡胶试样的拉伸
疲劳测试示意



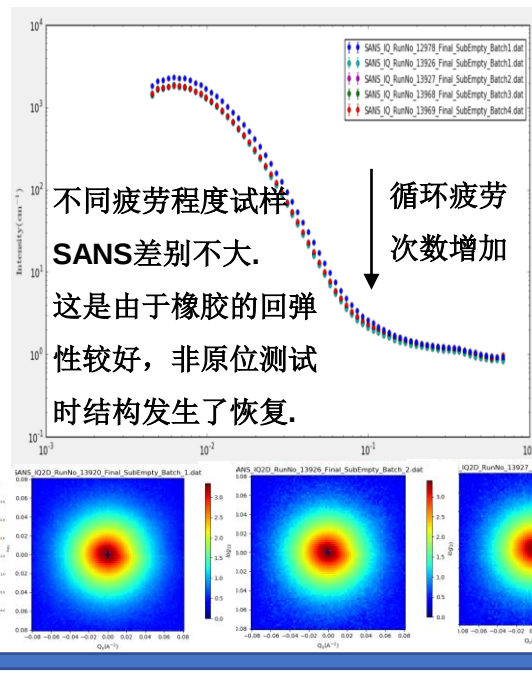
试样2的循环疲劳测试曲线



疲劳断裂



疲劳试样的SANS测试结果

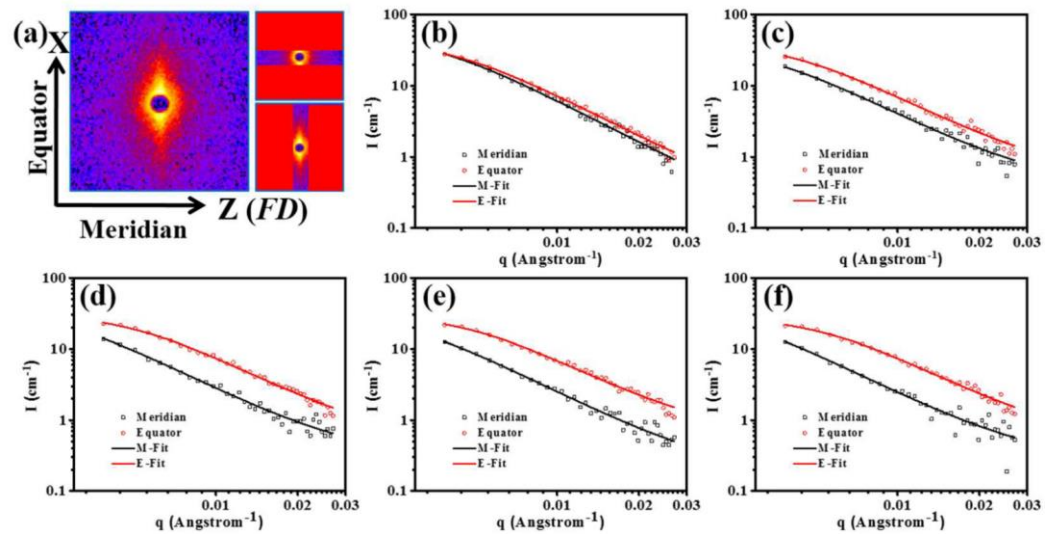
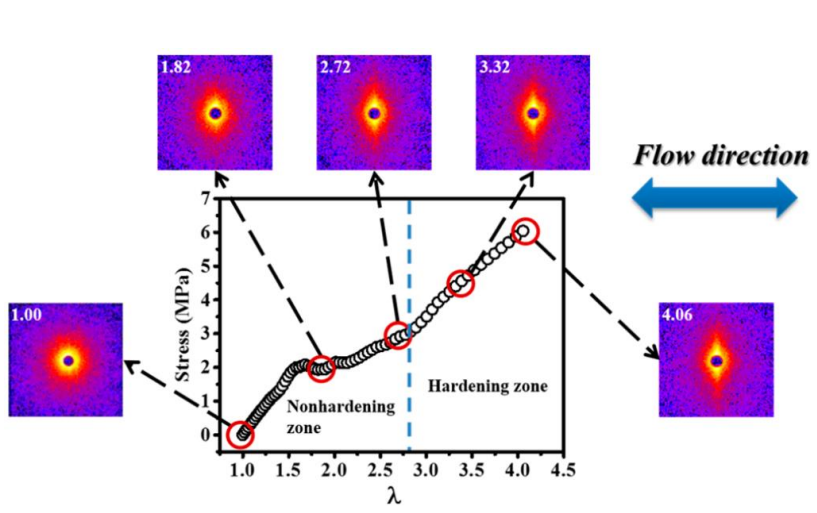
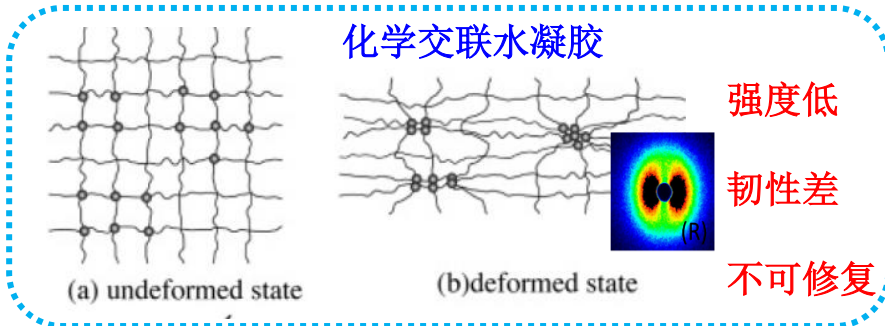


- 后续进一步利用原位拉伸仪对橡胶开展力热耦合原位SANS实验;
- 与四川大学、北科大用户开展有关橡胶材料的结构-性能方面的合作研究;

(该项目已获得粤莞联合基金-青年基金项目资助, DG2131152H)

研究进展

2.3 SANS研究软物质水凝胶交联网络结构

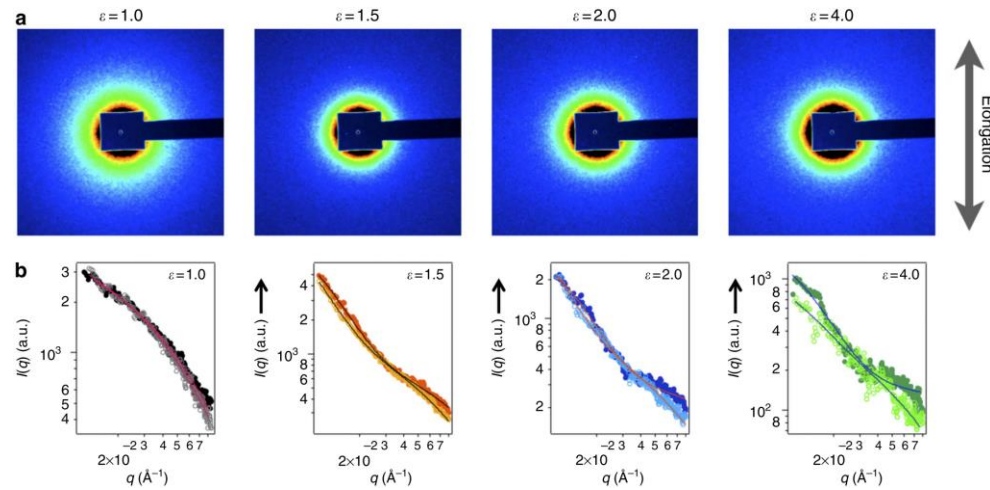
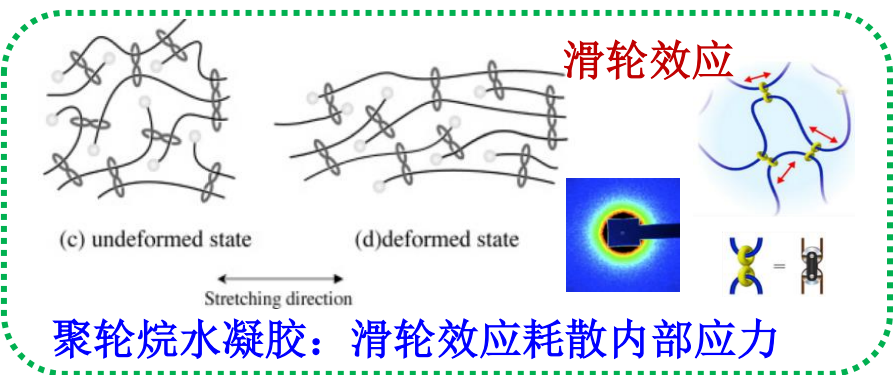


Macromolecules 2016, 49, 9080–9088

常规的交联聚合物水凝胶材料拉伸过程中呈现各向异性，降低材料的强度和韧性。

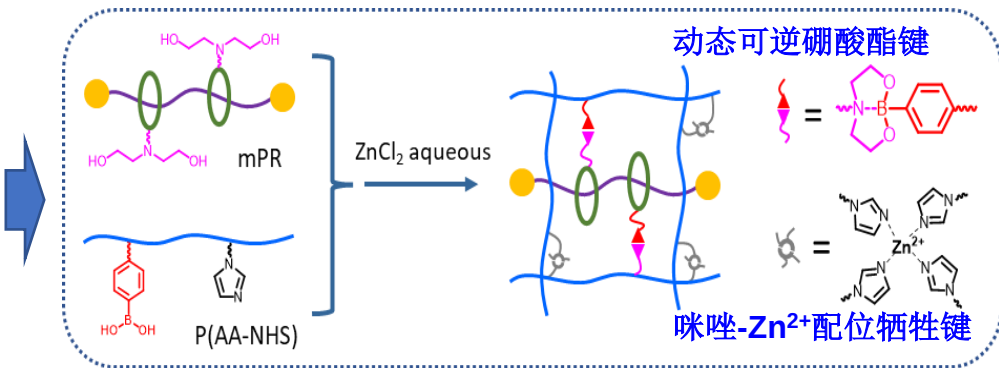
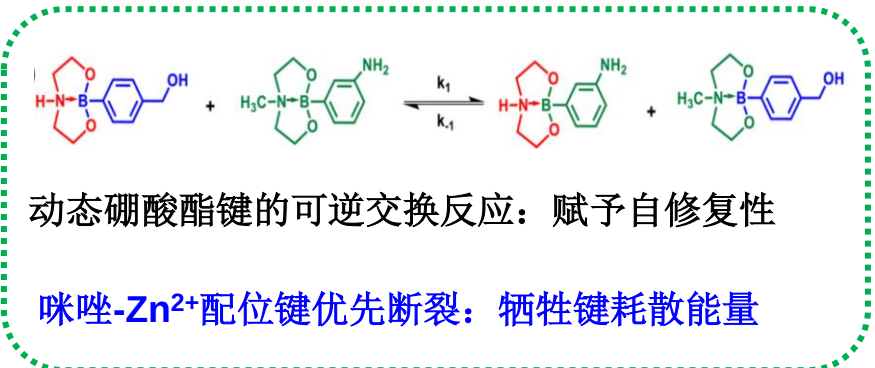
研究进展

2.3 SANS研究软物质水凝胶交联网络结构



Nature communications, 2014, 5(1): 1-8.

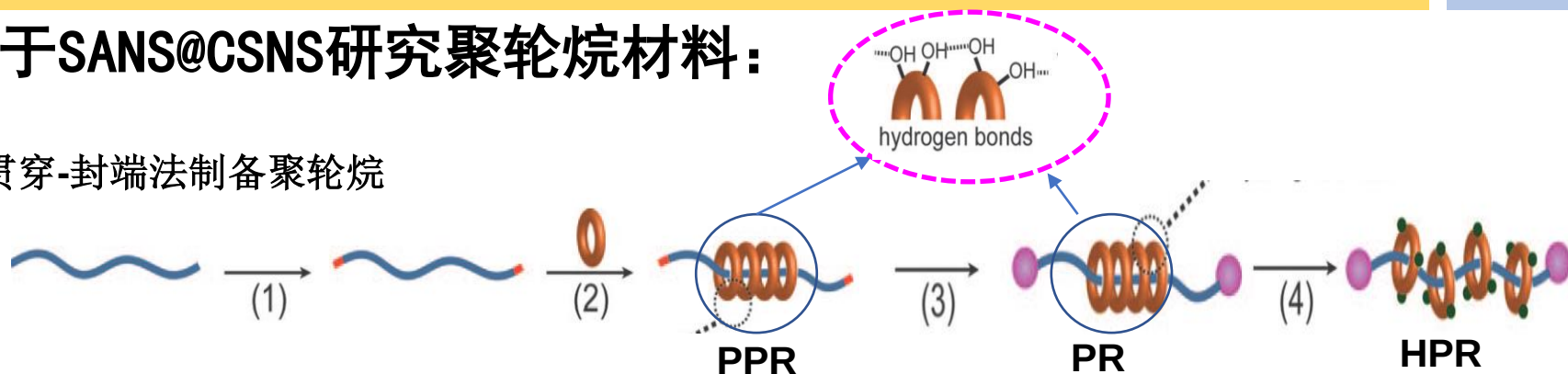
引入聚轮烷和配位牺牲键对自修复水凝胶材料进行有效地增强和增韧。



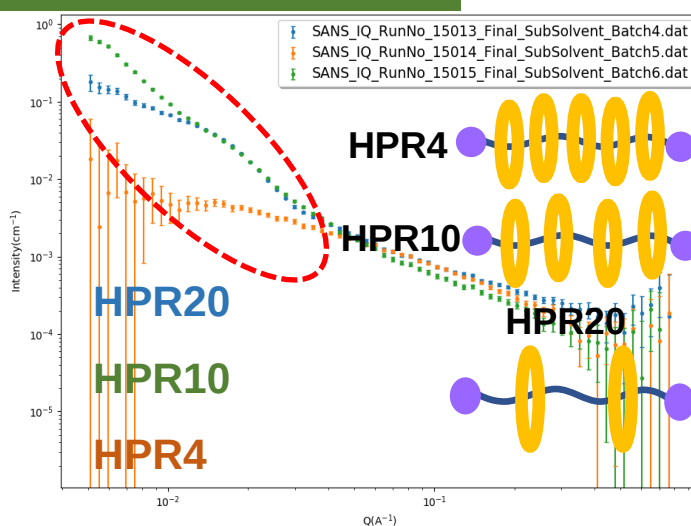
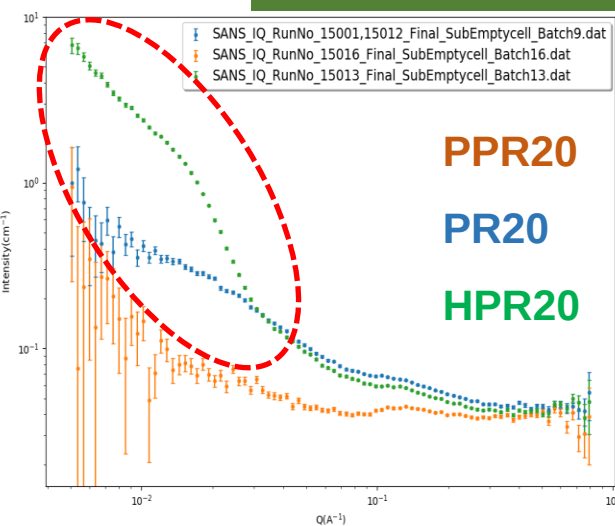
研究进展

基于SANS@CSNS研究聚轮烷材料：

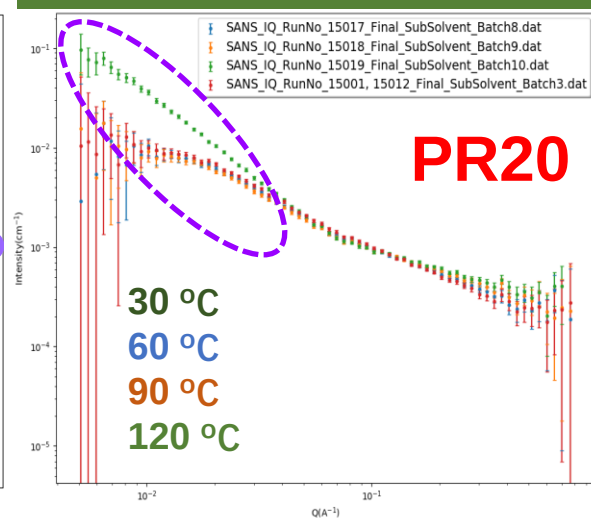
贯穿-封端法制备聚轮烷



利用SANS研究聚轮烷的自组装制备过程



聚轮烷的原位变温SANS实验



- 聚轮烷组装制备过程以及改性前后出现明显的构型变化

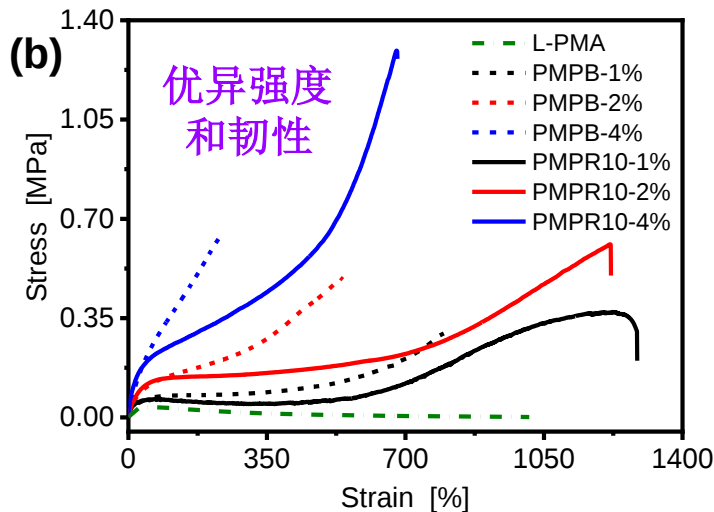
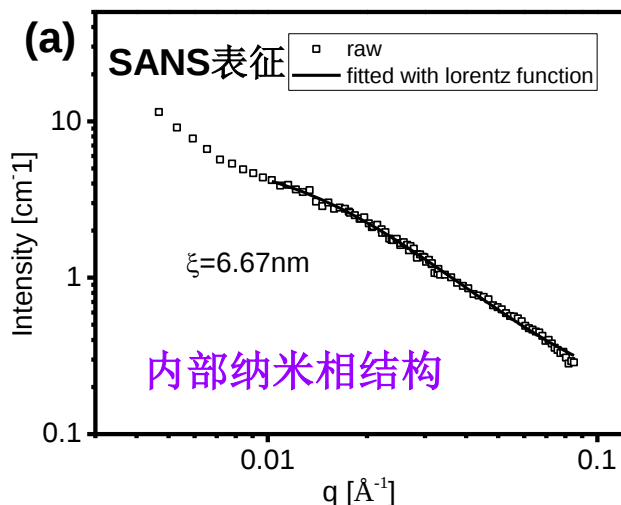
- 不同包合率的聚轮烷在改性后呈现出明显的结构差异

- 变温SANS显示聚轮烷在120°C下的有明显结构变化

2.3 SANS-原位拉伸研究水凝胶材料

已用于申请国自然青年基金

✓ 水凝胶材料的SANS与力学性能测试

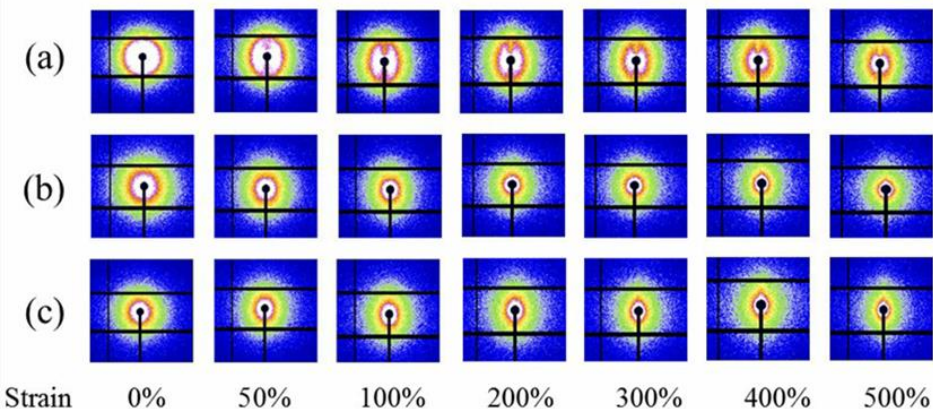


- 该水凝胶具有良好的SANS信号;
- 所制备的材料具有优异力学性能。

水凝胶材料的 (a) SANS曲线与 (b) 拉伸曲线

Stretching direction

SAXS表征

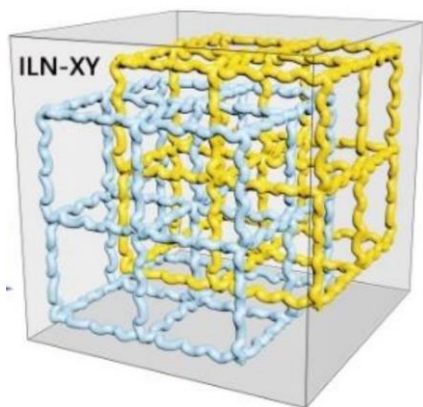


该水凝胶在
原位拉伸下呈现明显的各向同性

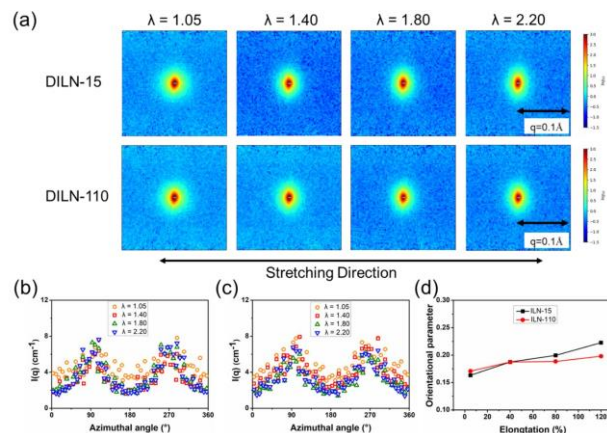
利用SANS-原位拉伸表征其破坏行为，研究各向异性数据的处理与规约。

与用户开展合作研究

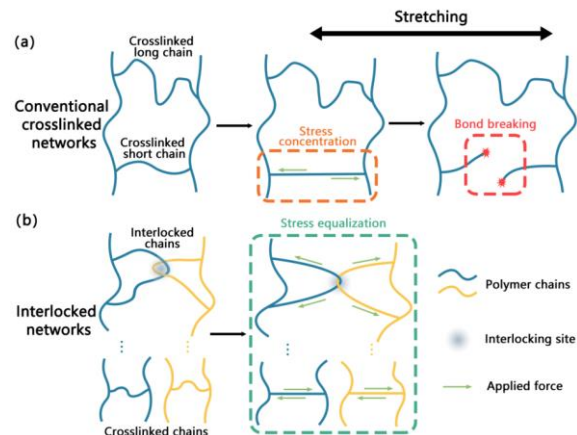
- ✓ 与中山大学章明秋教授合作：开展互锁网络在拉伸状态下的**SANS**实验，研究材料破坏机理。



聚合物互锁网络



互锁网络形变后的**SANS**表征



互锁网络形变机理

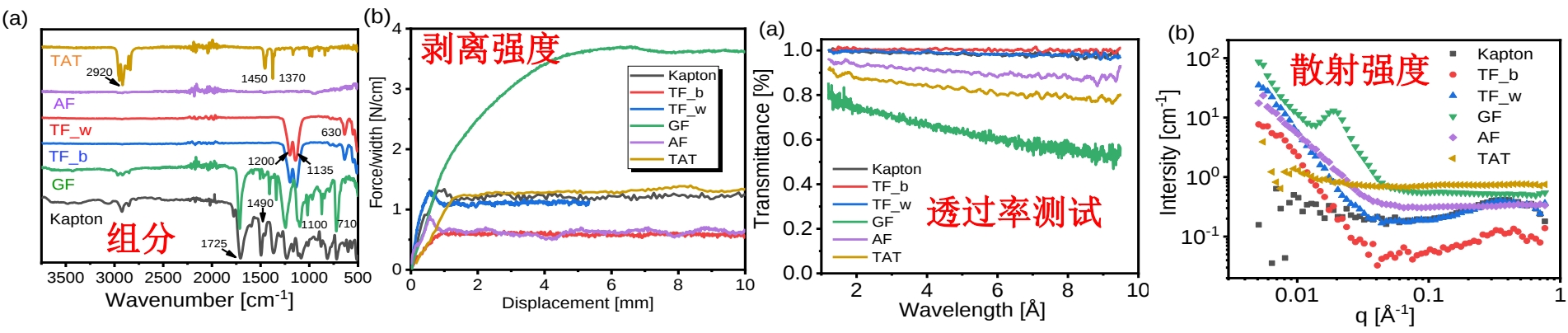
(W.T. Dai, [Z.H. Xie](#), et al., *Mater. Today Phys.*, Accepted)

- ✓ 与广东工业大学高粱教授开展水凝胶材料的合作，研究水凝胶材料的温敏性与拉伸取向。

研究进展

2.5 SANS实验背底的降低-胶带的选择使用

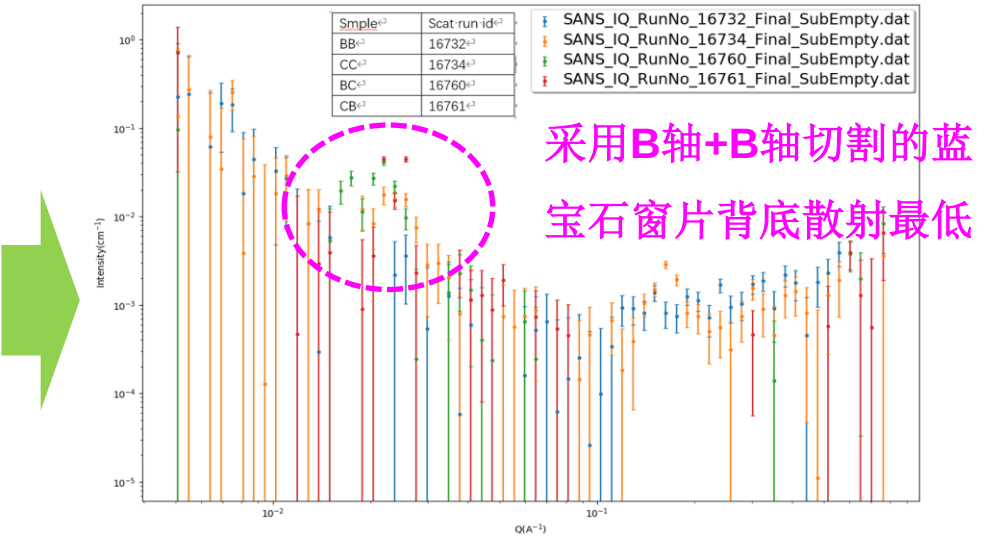
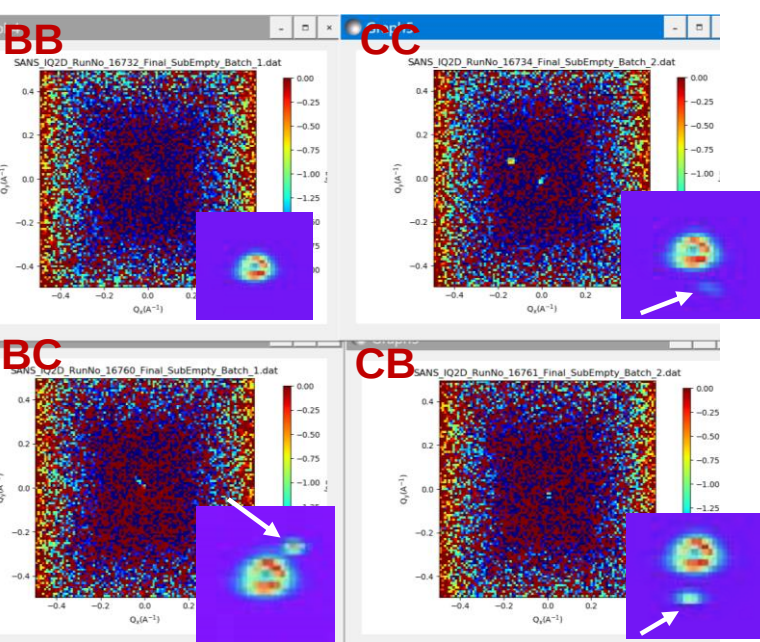
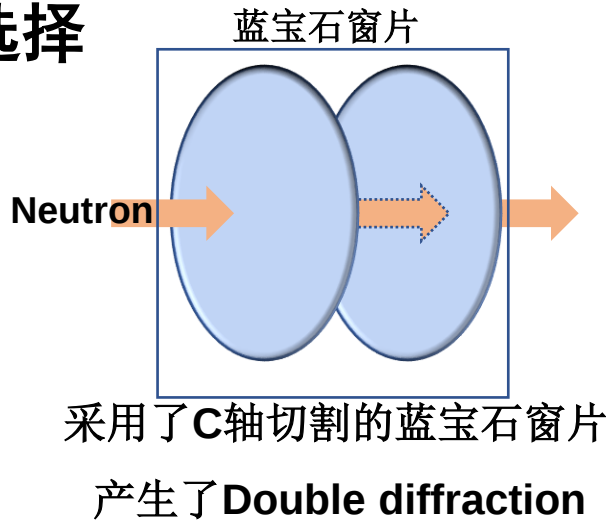
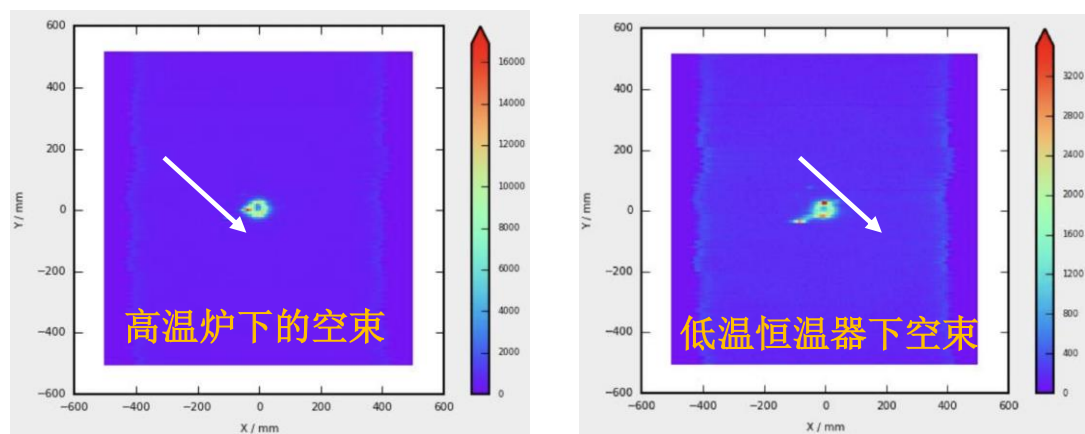
编号	胶带	基材材质	胶层材质	温度上限
1	Kapton	聚酰亚胺	压敏硅胶	~300°C
2	特氟龙_白色 (TF_w)	聚四氟乙烯	压敏硅胶	~230°C
3	特氟龙_棕色 (TF_b)	聚四氟乙烯	压敏硅胶	~300°C
4	玻璃纤维胶带 (GF)	PET+玻璃纤维	聚丙烯酸酯	~130°C
5	铝箔胶带 (AF)	铝箔	聚丙烯酸脂	~120°C
6	透明胶带 (TAT)	聚丙烯薄膜	聚丙烯酸脂	~120°C



✓ 结果表明利用**Kapton**胶带可以有效降低胶带引起的非相干散射，避免了胶带引起的信号误判，提高了用户的**SANS**数据质量。

研究进展

2.6 SANS实验背底的降低-蓝宝石束窗的选择



谢振华,《降低SANS实验背底的方法研究》文章撰写中

□研究总结

1. 力热耦合的原位拉伸仪与**SANS**联用可在近服役工况下表征多学科材料（橡胶、软物质、合金等）的微观结构演化动力学；
2. 开发原位拉伸多种测试模式（动态与准静态）、数据拟合和模型有助于深入研究材料的结构与性能之间的构效关系；
3. 后续配套原位拉伸仪用高温炉（**350~1150°C**）以及**50KN**拉伸仪，拓展原位拉伸的使用场景与适用材料。



感谢大家的指导与帮助！

请批评指正，谢谢！