

# 锻造态 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金的纳米颗粒相分析

许志强, 沈寅忠, 崔凯, 季波, 郭新秋

(上海交通大学, 上海 200240)

**摘要:** 利用透射电子显微镜对锻造状态 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金的相, 特别是纳米尺度颗粒相, 进行了分析。共发现 8 种颗粒相, 包括: 3 种类型的 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相; 2 种类型的 WO<sub>3</sub> 相; W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> 相; La<sub>0.14</sub>WO<sub>3</sub> 相以及 (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>5</sub>WO<sub>3</sub> 相。其中 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、WO<sub>3</sub> 和 W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> 为合金中主要的纳米颗粒相, 这些颗粒的尺寸主要集中在 20~100 nm 范围内。同时讨论了 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金颗粒相的可能形成过程。

**关键词:** W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金; 锻造态; 纳米颗粒; 透射电子显微镜

中图分类号: TG146.4711

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)10-2573-05

金属钨具有很高的抗物理溅射阈值, 且不形成氢化物, 不与氦共沉积, 同时它还具有金属中最高的熔点, 最低的蒸汽压力, 以及热导性好, 高温强度高等特点<sup>[1]</sup>。因此, 目前钨在国际热核聚变实验堆 (ITER) 中被认为是最有前景的面向等离子体的候选材料<sup>[1-4]</sup>, 可用于保护聚变堆第一壁、孔栏和偏滤器部件免于等离子体逃逸粒子的溅射作用<sup>[5]</sup>。但是, 钨具有相对较高的韧脆转变温度 (DBTT) 和低温脆性<sup>[6]</sup>, 严重影响了它的性能。低温脆性决定了其加工性能差, 而体心立方金属的再结晶脆化同时要求其提高再结晶温度<sup>[5]</sup>。由于在金属钨中添加 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 可以细化晶粒<sup>[7]</sup>, 提高钨的再结晶温度和机械性能, 显著改善钨的性能。因此, W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金也被推荐为未来聚变堆的面向等离子体的候选材料<sup>[1,6]</sup>。

目前, 针对 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金的制备工艺、微观组织和力学性能, 国内外已经有了一些相关报道<sup>[8-13]</sup>, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 以及一些富钨颗粒已经在退火或轧制态 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金中发现<sup>[8-12]</sup>。在轧制态钨钨合金中, 除了 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的析出相之外, 一系列弥散的氧化物析出相如 La<sub>2</sub>(WO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>、WO<sub>2</sub>、WO<sub>3</sub> 和 W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> 也均被发现<sup>[13]</sup>。锻造态的钨钨合金中也发现了一系列的氧化物颗粒相<sup>[14]</sup>, 但是其研究主要是针对于大尺度的颗粒相, 颗粒相的研究不是很全面。为了更深入的了解 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金的性能, 微观组织的研究就显得至关重要了, 其对钨合金最终能否成为聚变堆面向等离子体材料具有重要意义。

本工作作为对前期锻造态钨合金大尺度颗粒相研究<sup>[14]</sup>的补充, 主要是针对锻造态钨合金中小尺寸颗粒

相进行研究分析, 颗粒相尺寸基本上在 100 nm 以下。通过对钨合金纳米尺度颗粒相的研究, 可加深对钨合金微观组织的认识, 对钨合金性能的全面研究具有重要意义。

## 1 实验

本实验采用牌号为 WL10 商用钨钨合金, 含公称质量分数 1.01% 的氧化钨 (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 和一些杂质, 其主要杂质包括约 0.0035% O、0.0015% Fe、0.0015% Al、0.0015% C 和 0.0013% Mo (质量分数), 其余杂质如 Mg、Ni、Ca 和 Si 等均小于 0.001% (质量分数)。此 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的制备过程如下: 第 1 步, 在水中均匀混合醋酸钨和 WO<sub>3</sub> 制备出钨钨包覆粉; 第 2 步, 在氢气气氛中对钨钨包覆粉中的钨盐进行两步还原反应, 一次还原温度为 873~973 K (600~700 °C), 二次还原温度为 1073~1243 K (800~970 °C); 第 3 步, 在温度为 1323~1673 K (1050~1400 °C)、压力为 60~80 MPa 的环境下进行压型烧结; 最后, 在温度为 2873~3273 K (2600~3000 °C) 下垂熔<sup>[15]</sup>。值得注意的是: 钨钨包覆粉中钨盐的分解是在氢气气氛中与还原过程同步进行的。最终的加工状态为锻造态。

制备碳复型样品过程中采用的侵蚀液是氨水和少量双氧水组成的混合溶液。碳复型样品的制备过程依次为: 样品表面过侵蚀、喷碳和碳膜分离。样品表面的碳膜分离下来后放置在铜网上, 利用 JEOL JEM-2010HT 和 JEM-2100 透射电子显微镜 (TEM) 对其上附着的颗粒相进行观察和分析, 工作电压为

收稿日期: 2015-09-28

基金项目: 国家自然科学基金 (51034011); 国家磁约束核聚变能研究专项 (2011GB113001); 国家科技重大专项 (2011ZX06004-009)

作者简介: 许志强, 男, 1991 年生, 硕士, 上海交通大学机械与动力工程学院, 上海 200240, 电话: 021-34207117, E-mail: shenyz@sjtu.edu.cn

200 kV。利用透射电镜附带的能量色散 X 射线光谱仪 (EDX) 对颗粒成分进行测定。颗粒相最终通过选区电子衍射 (SAED) 花样、EDX 成分测定结果和粉末衍射标准联合委员会 (JCPDS) 卡片综合确定。颗粒相尺寸的分布范围可借助粒径分析软件 Nano Measurer 对大量透射电镜照片中的小颗粒进行尺寸测量并统计而得到。

## 2 结果及讨论

根据前期的研究<sup>[14]</sup>, 利用碳复型样品, 已经在锻造态 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 中发现 6 种不同类型的相, 分别为: La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (JCPDS 22-0641, 简单单斜晶格); La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (JCPDS 83-1345, 简单六方晶格); WO<sub>3</sub> (JCPDS 75-2072, 简单单斜晶格); W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> (JCPDS 81-2262, 底心斜方晶格); WO<sub>2</sub> (JCPDS 82-0728, 简单斜方晶格); La<sub>6</sub>W<sub>2</sub>O<sub>15</sub> (JCPDS 31-0674, 底心斜方晶格)。但是这些颗粒相尺寸普遍较大, 特别是条状的 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>。本实验的主要研究对象是纳米颗粒相。

图 1 所示的是锻造态 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金碳复型的透射电镜照片。图 1a 和图 1b 为前期已进行研究的部分颗粒相, 分别是长条状的 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相和椭圆形的 WO<sub>2</sub> 相; 图 1c 和图 1d 为本实验所研究的纳米尺度颗粒相, 可以看出其尺寸上差距明显, 颗粒相的尺寸要小的多, 而且多为球形, 其在碳膜中数量较多且分布广泛, 它们的尺寸分布结果如图 2 所示。从图 2 中可以看出,

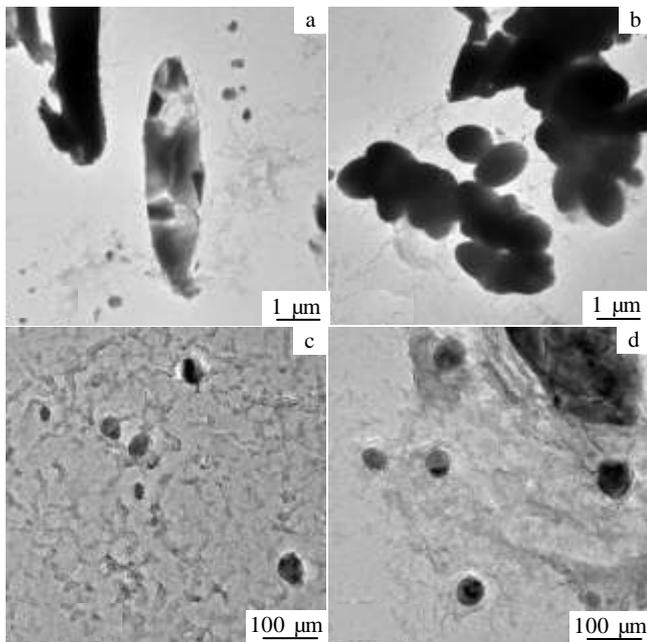


图 1 典型锻造态 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金的透射电镜照片

Fig.1 Typical TEM images of as-forged W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> alloy: (a, b) normal-sized precipitates and (c, d) nano-sized particles

这些颗粒的尺寸主要集中在 20~100 nm 范围内, 小于 20 nm 的颗粒很少。此外, 前期研究表明, 不同的大尺寸析出相其形貌也各异, 如长条状的 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、椭圆形的 WO<sub>2</sub>、梭形的 WO<sub>3</sub> 和球形大颗粒 La<sub>6</sub>W<sub>2</sub>O<sub>15</sub> 等<sup>[14]</sup>。但由于小颗粒的形貌一般均近似为球形, 故不能简单利用形貌上的特点来对其进行分类。本实验主要通过大量小颗粒进行 EDX 及衍射花样的分析来判断其为何种析出相。

图 3a 中 P1 为锻造态 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金的碳复型样品中的小颗粒相, EDX 结果约为 70.44at% O、23.9at% La 和 5.67at% W, 表明这种小颗粒富含镧和氧。这种成分与氧化镧 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 比较接近, 即 60at% O 和 40at% La, 故推测这种小颗粒可能为 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>。图 3b 为小颗粒 P1 的衍射花样, 通过分析, 其符合 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (JCPDS 22-0641, 简单单斜晶格, 晶格常数: *a, b, c* 为 1.46, 0.3717, 0.9278 nm,  $\beta=99.85^\circ$ ) 在  $[4\bar{4}\bar{1}]$  晶带轴的衍射花样。所以小颗粒 P1 被确定为一种简单单斜晶格的 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相。

图 3c 中的小颗粒 P2 的 EDX 结果约为 72.15at% O 和 27.85at% La, 其尺寸很小, 与 P1 的成分相近, 说明这种相也可能为氧化镧。图 3d 为小颗粒 P2 的衍射花样, 通过分析, 其符合 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (JCPDS 83-1345, 简单六方晶格, 晶格常数: *a, c* 为 0.4039, 0.6403 nm) 在  $[001]$  晶带轴的衍射花样。故小颗粒 P2 可被确定为一种简单六方晶格的 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相。同理, 图 3e 中的小颗粒 P3 的 EDX 结果约为 72.15at% O 和 27.82at% La, 通过分析图 3e 中对应的衍射花样, 可知其只符合 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (JCPDS 65-3185, 体心立方晶格, 晶格常数: *a*=1.142 nm) 在  $[113]$  晶带轴的衍射花样。因此, 小颗粒 P3 被确定为具有体心立方晶格的氧化镧 (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 相。

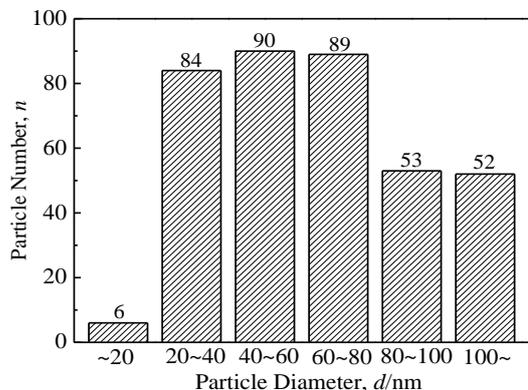


图 2 锻造态 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金的纳米颗粒尺寸分布

Fig.2 Size distribution of nano-sized particles in as-forged W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> alloy

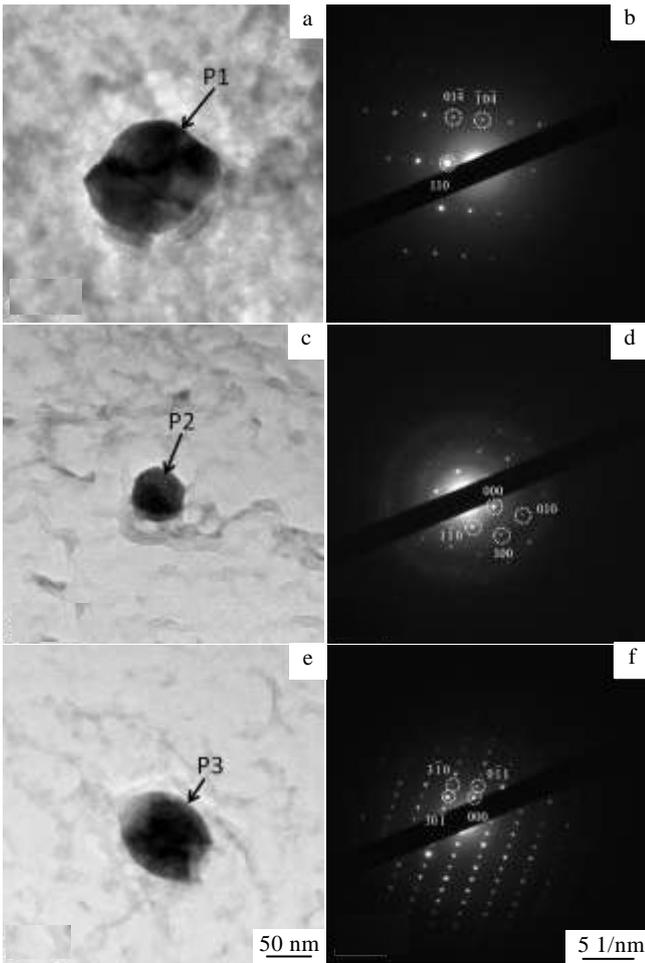


图3 3类La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>颗粒的TEM形貌及其选区电子衍射花样  
Fig.3 TEM micrographs of 3 kinds of La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles (a, c, e) and their SAED patterns (b, d, f)

本次研究发现了 88 个与小颗粒 P1、P2 和 P3 类似的 EDX 结果, 平均成分约为 81.17at% O、16.94at% La 和 1.89at% W, 其总体 O 和 La 的原子比例并不是 3:2, O 含量明显偏高些, 究其原因, 可能是碳复型样品在存放过程中吸附氧, 出现 O 含量过高的现象。这种小颗粒数量相对较多, 但是在碳膜中分布的比较孤立, 说明纳米尺度 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 在合金内部的分布是比较弥散均匀的。

前期的研究表明: 大尺寸 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相的主要形貌为长条状, 其晶体结构为简单单斜结构, 在复型样品中分布广泛, 如图 1a 中颗粒所示; 此外, 还发现了 1 种相对较小的棒状 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相, 晶体结构为简单六方结构, 分布较少<sup>[13]</sup>。本次对小颗粒相的研究表明, 除了上述 2 种已发现的晶体结构的颗粒相之外, 还有 1 种新类型(体心立方结构)的 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相被发现。

图 4a 中的小颗粒 P4 为一种类似梭形的颗粒相, 其 EDX 结果约为 85.31at% O、2.2at% La 和 12.49at% W,

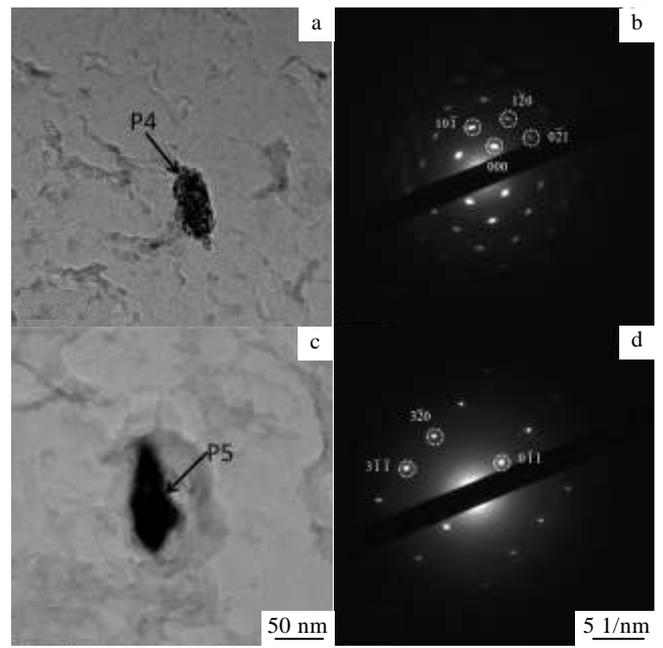


图4 两类WO<sub>3</sub>颗粒的TEM形貌及其选区电子衍射花样  
Fig.4 TEM micrographs of two kinds of WO<sub>3</sub> particles (a, c) and their SAED patterns (b, d)

表明这种小颗粒富含钨和氧元素。根据图 4b 中的衍射花样可知其符合 WO<sub>3</sub> (JCPDS 75-2072, 简单单斜晶格, 晶格常数: *a*, *b*, *c* 分别为 0.7274, 0.7501, 0.3824 nm,  $\beta=89.93^\circ$ ) 在[212]晶轴带的衍射花样。所以小颗粒 P4 为一种简单单斜晶格的 WO<sub>3</sub> 相。图 4c 中的小颗粒 P5 的 EDX 结果约为 51.03at% O、2.18at% La 和 46.79at% W, 其花样见图 4d。经过分析, 小颗粒 P5 符合 WO<sub>3</sub> (JCPDS 02-0414, 简单正方晶格, 晶格常数: *a*, *b* 分别为 0.486, 0.277 nm) 在[233]晶带轴的衍射花样。由此可知, 小颗粒 P5 是一种简单正方晶格的 WO<sub>3</sub> 相。

在前期研究中, WO<sub>3</sub> 被发现主要以梭形的颗粒出现, 为简单单斜晶格, 其数量很多但分布不一致, 有的以团簇的形式聚集存在, 有的则单独存在<sup>[13]</sup>。本次研究发现的 WO<sub>3</sub> 小颗粒不仅有简单单斜晶格的相, 而且还发现了简单正方晶格的相, 其形貌也近似为梭形, 但数量较少。

图 5a 中的小颗粒 P6 的 EDX 结果约为 19.32at% O、3.88at% La 和 76.8at% W, 所以推测这种小颗粒也是一种钨氧化物。通过分析图 5b 中颗粒 P6 的衍射花样可知其符合 W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> (JCPDS 81-2262, 底心斜方晶格, 晶格常数: *a*, *b*, *c* 分别为 0.6386, 0.1043, 0.38 nm) 在[144]晶轴带的衍射花样。所以, 小颗粒 P6 为一种底心斜方晶格的 W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> 相。

已报道的大颗粒 W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> 相的尺寸主要集中在 100~300 nm, 为六边形冰糖状颗粒, 晶体结构为底心

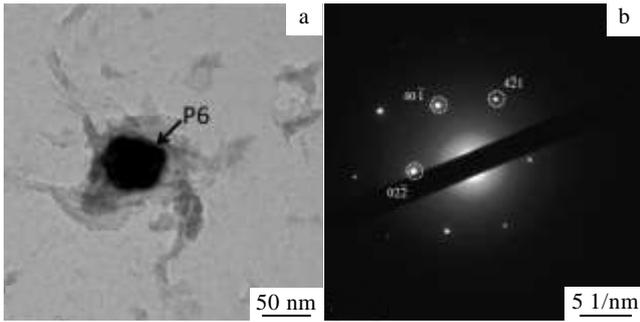


图 5 W<sub>3</sub>O<sub>8</sub>颗粒的TEM形貌及其选区电子衍射花样

Fig.5 TEM micrograph of W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> particle (a) and its SAED pattern (b)

斜方, 其分布主要聚集在一起, 但在复型样品上出现区域并不多<sup>[14]</sup>。本次发现的小颗粒 W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> 相形貌为近似球形颗粒, 其晶体结构与大颗粒相同。

图 6a 中的小颗粒 P7 的化学成分通过 EDX 分析后, 其结果约为 55.11at% O、21.77at% La 和 23.11at% W, 推测这种小颗粒为一种富含钨钪氧的化合物。根据图 6b 中颗粒 P7 的衍射花样, 可知其符合 La<sub>0.14</sub>WO<sub>3</sub> (JCPDF 70-0151, 简单立方晶格, 晶格常数: a=0.3383 nm) 在[113]晶轴带的衍射花样。所以, 颗粒 P7 为一种简单立方晶格的 La<sub>0.14</sub>WO<sub>3</sub> 相。这是一种新发现的颗粒相, 在之前锻造态的钨钪合金中并没有发现这种颗粒相。

图 7a 和 7b 中所示的是锻造态钨钪合金的碳复型中观察到的一种短棒状析出相, 和前面提到的颗粒不同, 这种短棒状颗粒分布很不均匀, 数量较少, 且多以团簇状聚集存在。图 7b 中的颗粒 P8 的 EDX 结果为 84.24at% O、2.69at% La 和 13.07at% W。图 7c 和 7d 为颗粒 P8 的 2 套衍射花样, 通过分析, 其分别符合 (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>5</sub>WO<sub>3</sub> (JCPDF 30-0687, 面心立方晶格,

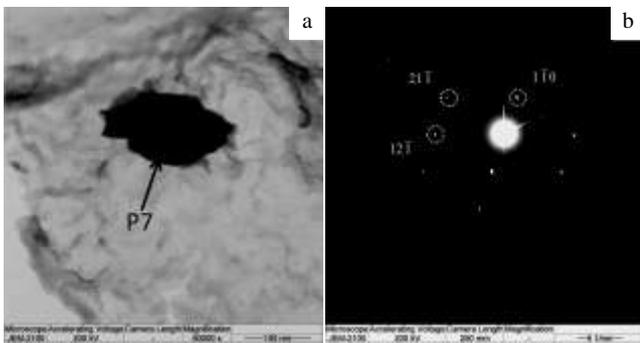


图 6 La<sub>0.14</sub>WO<sub>3</sub>颗粒的TEM形貌及其选区电子衍射花样

Fig.6 TEM micrograph of La<sub>0.14</sub>WO<sub>3</sub> particle (a) and its SAED pattern (b)

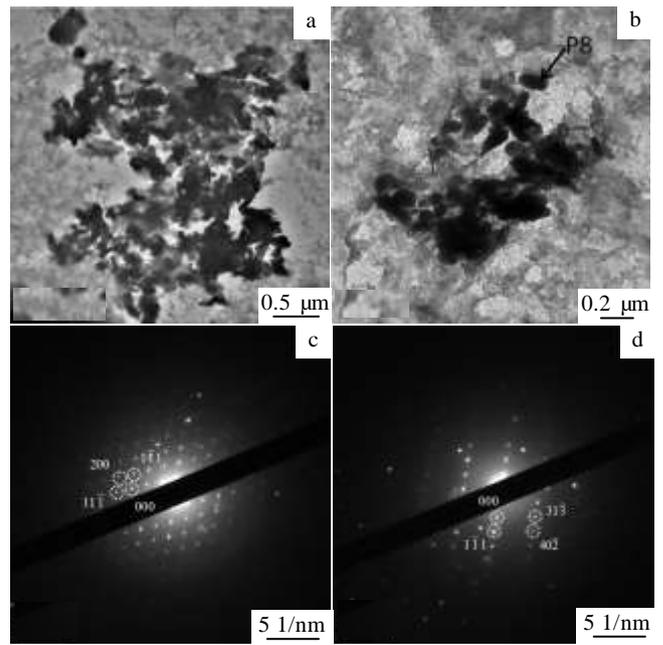


图 7 (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>5</sub>WO<sub>3</sub>颗粒的TEM形貌及颗粒P8的选区电子衍射花样

Fig.7 TEM micrographs (a, b) of (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>5</sub>WO<sub>3</sub> particles and SAED patterns (c, d) taken from particle P8

晶格常数: a=1.116 nm) 在[011]和[132]晶带轴的衍射花样。故小颗粒 P8 为一种面心立方晶格的(La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>5</sub>-WO<sub>3</sub> 相。在之前的研究中也并没有发现这种相。

本研究主要针对的是纳米颗粒相, 从结果来看, 发现了几种新的相, 如体心立方晶格的 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相、简单正方晶格的 WO<sub>3</sub> 相、简单立方晶格的 La<sub>0.14</sub>WO<sub>3</sub> 相和面心立方晶格的 (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>5</sub>WO<sub>3</sub> 相。但是, 也有些在前期研究中发现的大尺寸颗粒相在小颗粒中却并未发现, 如晶体结构为简单斜方的椭球状颗粒相 WO<sub>2</sub> 相、底心斜方结构的球形大颗粒 La<sub>6</sub>W<sub>2</sub>O<sub>15</sub> 相等。

根据商业 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金的制备过程<sup>[15]</sup>, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 是由醋酸镧分解而产生的。WO<sub>3</sub> 是钨钪合金制备的原料之一, 所以 WO<sub>3</sub> 小颗粒是原料 WO<sub>3</sub> 粉末还原不完全的残留物。W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> 的产生则被认为是由于一定压力及高温下 W 与 WO<sub>3</sub> 粉末的化合反应, 很可能产生于 2600~3000 °C 下的垂熔过程<sup>[16]</sup>。在温度高于 800 °C 时, W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> 可被分解为 WO<sub>2.72</sub> 和 WO<sub>2</sub><sup>[16]</sup>, 所以前期观察到的椭球状 WO<sub>2</sub> 很可能是在合金制备过程中 W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> 相分解而产生的。球形大颗粒 La<sub>6</sub>W<sub>2</sub>O<sub>15</sub> 相则可能是在 1050~1400 °C 下压型烧结时由残余的 WO<sub>3</sub> 粉末和 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 反应生成<sup>[17]</sup>。一般认为, 除了 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒, 其他颗粒均是 WO<sub>3</sub> 还原不完全产生的<sup>[5]</sup>。本实验发现的存在于锻造态 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金中的 La<sub>0.14</sub>WO<sub>3</sub> 和

(La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>5</sub>WO<sub>3</sub> 颗粒相的形成机理有待进一步研究。

一般来说, 微观组织对于材料的性能具有很重要的影响, 大尺寸颗粒相对于材料来说会带来不利影响。锻造态 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金中存在大量的长条状 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 析出相, 其对合金的延展性等方面会带来负面影响; 相反的是, 纳米级小颗粒被认为能够增加合金的强度和延展性, 即使其分布是不均匀的<sup>[14]</sup>。本次试验发现在钨钼合金中存在很多纳米尺度颗粒, 尤其是 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 小颗粒, 这些微小颗粒对改善 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金性能可能会起到有益的作用。

### 3 结 论

商用 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金经过锻造后, 被发现有 8 种纳米尺度颗粒相。这些颗粒相包括: 简单单斜、简单六方和体心立方晶格的 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相; 简单单斜和简单正方晶格的 WO<sub>3</sub> 相; 底心斜方晶格的 W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> 相; 简单立方晶格的 La<sub>0.14</sub>WO<sub>3</sub> 相; 面心立方晶格的 (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>5</sub>WO<sub>3</sub> 相。其中, 首次在 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金中发现体心立方晶格的 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相、简单正方晶格的 WO<sub>3</sub> 相、简单立方晶格的 La<sub>0.14</sub>WO<sub>3</sub> 相和面心立方晶格的 (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>5</sub>WO<sub>3</sub> 相。纳米尺度的 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、WO<sub>3</sub> 和 W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> 为锻造态 W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金中的主要纳米颗粒相, 其尺寸主要集中在 20~100 nm 范围内。

#### 参考文献 References

- [1] Davis J W, Barabash V R, Makhankov A *et al.* *J Nucl Mater*[J], 1998, 258-263: 308
- [2] Roedig M, Kuehnlein W, Linke J *et al.* *Fusion Eng Des*[J], 2002, 61-62: 135
- [3] Tavassoli A A F. *J Nucl Mater*[J], 2002, 302(2-3): 73
- [4] Barabash V, The ITER International Team, Peacock A *et al.* *J Nucl Mater*[J], 2007, 367-370: 21
- [5] Cui Kai(崔 凯), Shen Yinzong(沈寅忠), Yu Jie(俞 杰) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(2): 386
- [6] Barabash V, Akiba M, Mazul I *et al.* *J Nucl Mater*[J], 1996, 233-237: 718
- [7] Chen Yong(陈 勇), Wu Yucheng(吴玉程), Yu Fuwen(于福文) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程) [J], 2007, 36(5): 822
- [8] Mabuchi M, Okamoto K, Saito N *et al.* *Mater Sci Eng A*[J], 1996, 214(1-2): 174
- [9] Mabuchi M, Okamoto K, Saito N *et al.* *Mater Sci Eng A*[J], 1997, 237(2): 241
- [10] Rieth M, Dafferner B. *J Nucl Mater*[J], 2005, 342(1-3): 20
- [11] Muñoz A, Monge M A, Savoini B *et al.* *J Nucl Mater*[J], 2011, 417(1-3): 508
- [12] Muñoz A, Martínez J, Monge M A *et al.* *Int J Refract Met Hard Mater*[J], 2012, 33: 6
- [13] Cui K, Shen Y Z, Yu J *et al.* *Int J Refract Met Hard Mater*[J], 2013, 41: 143
- [14] Shen Yinzong, Xu Zhiqiang, Cui Kai *et al.* *J Nucl Mater*[J], 2014, 455: 234
- [15] Zhang Wenlu(张文禄), Zhao Guangli(赵广利). *China Patent* (中国专利), CN 97100727.6[P], 1997
- [16] Sundberg M, Zakharov N D, Zibrov I P *et al.* *Acta Crystallogr B*[J], 1993, 49: 951
- [17] Chambrier M H, Ibberson R M, Goutenoire F. *J Solid State Chem*[J], 2010, 183: 1297

## Phase Analysis of Nano-sized Particles in As-forged W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Alloy

Xu Zhiqiang, Shen Yinzong, Cui Kai, Ji Bo, Guo Xinqiu  
(Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200240, China)

**Abstract:** The phases of as-forged W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> alloy, especially the nano-sized particle phases, have been investigated using transmission electron microscopes. We find 8 kinds of particle phases in the alloy, which are 3 kinds of La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> phases, 2 kinds of WO<sub>3</sub> phases, W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> phase, La<sub>0.14</sub>WO<sub>3</sub> phase and (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>5</sub>WO<sub>3</sub> phase. La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, WO<sub>3</sub> and W<sub>3</sub>O<sub>8</sub> are dominant nano-sized phases in the alloy. These particle sizes range from 20 nm to 100 nm. The possible formation processes of these particle phases were also discussed.

**Key words:** W-1%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> alloy; as-forged state; nano-sized particles; transmission electron microscope

Corresponding author: Shen Yinzong, Professor, School of Mechanical Engineering, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200240, P. R. China, Tel: 0086-21-34207117, E-mail: shenyiz@sjtu.edu.cn