



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113030166 A

(43) 申请公布日 2021.06.25

(21) 申请号 202110271004.3

(22) 申请日 2021.03.12

(71) 申请人 哈尔滨工业大学

地址 150001 黑龙江省哈尔滨市南岗区西
大直街92号

(72) 发明人 姜巨福 王迎 黄敏杰

(74) 专利代理机构 哈尔滨华夏松花江知识产权
代理有限公司 23213

代理人 侯静

(51) Int.Cl.

G01N 25/20 (2006.01)

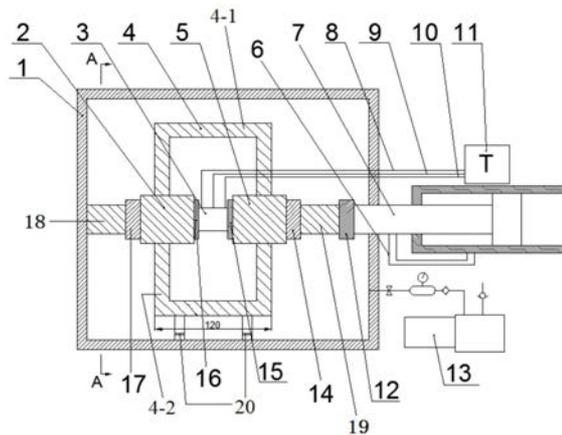
权利要求书3页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称

一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置及其使用方法

(57) 摘要

一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置及其使用方法,涉及一种合金半固态流变学行为的测量装置及其使用方法。本发明是要解决现有的流变学测量装置和方法没有针对高熵合金的技术问题。本发明提出的高熵合金流变学行为测量装置采用真空室设计思想,充分考虑了高熵合金在半固态容易氧化的技术问题,利用真空室设计流变学实验测量能充分避免氧化给实验带来的不利影响;本发明提出的高熵合金流变学行为测量装置采用液压伺服传动机构提供实验载荷施加,这样能够有效控制施加的位移精度和载荷精度,保证了高熵合金流变学实验的精度。



1. 一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置,其特征在于高熵合金半固态流变学行为的测量装置是由真空室(1)、固定压头(2)、电阻加热单元(4)、移动压头(5)、位移传感器(6)、液压伺服传动装置(7)、第一热电偶(8)、第二热电偶(9)、第三热电偶(10)、温控装置(11)、压力传感器(12)、抽真空装置(13)、第一隔热垫(14)、第一石墨垫片(15)、第二石墨垫片(16)、第二隔热垫(17)、第一支撑杆(18)、第二支撑杆(19)、支撑腿(20)、合页(21)和控制器组成;

所述的真空室(1)与抽真空装置(13)的抽气口连通,抽真空装置(13)设置在真空室(1)的外部;所述的第一支撑杆(18)的一端固定在真空室(1)的内壁上,第一支撑杆(18)水平设置,第一支撑杆(18)的另一端与第二隔热垫(17)的一端固定,第二隔热垫(17)的另一端与固定压头(2)的一端固定;

电阻加热单元(4)为空心圆柱体结构的电阻炉,电阻加热单元(4)设置在真空室(1)内,且电阻加热单元(4)的中轴线为水平方向;电阻加热单元(4)是由上半部(4-1)和下半部(4-2)组成,上半部(4-1)和下半部(4-2)的尺寸和结构完全相同,上半部(4-1)的一侧和下半部(4-2)的一侧通过合页(21)铰接在一起,下半部(4-2)的底面通过两个支撑腿(20)固定在真空室(1)的内部底面上;电阻加热单元(4)的两个端面的中心处各设置一个通孔,固定压头(2)水平固定在其中一个通孔中,移动压头(5)设置在另一个通孔中且移动压头(5)与通孔为滑动连接关系;固定压头(2)与移动压头(5)相对设置,且两个压头相对的一端均设置在电阻加热单元(4)的内部;

第二支撑杆(19)水平设置在真空室(1)内,第二支撑杆(19)的两端分别与第一隔热垫(14)的一端和压力传感器(12)的一端固定,第一隔热垫(14)的另一端与移动压头(5)的一端固定;压力传感器(12)的另一端与液压伺服传动装置(7)的动力输出端固定,位移传感器(6)设置在液压伺服传动装置(7)上,液压伺服传动装置(7)的动力输出端穿过真空室(1)的侧壁且与真空室(1)的侧壁为滑动连接且密封;位移传感器(6)设置在真空室(1)的外部;压力传感器(12)和第一隔热垫(14)均设置在真空室(1)的内部;温控装置(11)的信号输入端分别与第一热电偶(8)、第二热电偶(9)和第三热电偶(10)的信号输出端连接;第一热电偶(8)、第二热电偶(9)和第三热电偶(10)均穿过真空室(1)和电阻加热单元(4);温控装置(11)设置在真空室(1)的外部;

控制器的信号输出端分别与液压伺服传动装置(7)的信号输入端、电阻加热单元(4)的信号输入端和抽真空装置(13)的信号输入端连接;控制器的信号输入端分别与位移传感器(6)和压力传感器(12)的信号输出端连接。

2. 根据权利要求1所述的一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置,其特征在于所述的抽真空装置(13)为机械泵和扩散泵两级抽真空装置。

3. 根据权利要求1所述的一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置,其特征在于所述的液压伺服传动装置(7)采用滑阀为转化放大原件,输出为位移,输出位移控制精度为 $0.02\text{mm}\sim 0.05\text{mm}$ 。

4. 根据权利要求1所述的一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置,其特征在于所述的液压伺服传动装置(7)的速度可调范围为 $0\sim 500\text{mm/s}$ 。

5. 根据权利要求1所述的一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置,其特征在于所述的第一隔热垫(14)的材质为石棉。

6. 根据权利要求1所述的一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置,其特征在于所述的第二隔热垫(17)的材质为石棉。

7. 根据权利要求1所述的一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置,其特征在于所述的第一支撑杆(18)的材质为耐热合金钢。

8. 根据权利要求1所述的一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置,其特征在于所述的第二支撑杆(19)的材质为耐热合金钢。

9. 根据权利要求1所述的一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置,其特征在于所述的电阻加热单元(4)的长度为120mm,端面外径为200mm,加热功率为2kw。

10. 根据权利要求1所述的一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置,其特征在于所述的固定压头(2)和移动压头(5)的外径均为50mm。

11. 根据权利要求1所述的一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置,其特征在于所述的第一石墨垫片(15)和第二石墨垫片(16)的尺寸均为 $\Phi 10\text{mm} \times 0.5\text{mm}$ 。

12. 如权利要求1所述的一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置的使用方法,其特征在于高熵合金半固态流变学行为的测量装置的使用方法如下:

步骤一:将待测的高熵合金按照设计的组元元素含量进行配比,利用电磁悬浮熔炼方法熔炼成铸锭,反复熔炼5次以上,最终形成截面大尺寸圆柱形铸锭;

步骤二:将截面大尺寸圆柱形铸锭利用线切割加工成圆柱体试样(3);

步骤三:将电阻加热装置(4)的上半部(4-1)打开,将圆柱体试样(3)放入到固定压头(2)和移动压头(5)之间,圆柱体试样(3)的两端分别垫上第一石墨垫片(15)和第二石墨垫片(16);然后启动液压伺服传动装置(7)将移动压头(5)向圆柱体试样(3)行进将两端垫有石墨垫片的圆柱体试样(3)压紧;将第一热电偶(8)、第二热电偶(9)和第三热电偶(10)的测试端分别与圆柱体试样(3)的两端和中间连接;

步骤四:将上半部(4-1)关闭,启动抽真空装置(13)对真空室(1)内抽真空,然后将电阻加热单元(4)通电加热圆柱体试样(3)至需要的温度;

步骤五:当三个热电偶显示温度与所需温度一致时,开始保温,当保温时间达到所需时间时,启动液压伺服传动装置(7)将移动压头(5)向圆柱体试样(3)行进完成预定变形量 ε 的压缩;利用压力传感器(12)和位移传感器(6)分别记录压缩过程中多个压缩时间点分别对应的多个压力 F 和多个位移数值 h ,利用计时装置记录多个压缩时间 t ;

步骤六:根据采集的压力 F 和试样压缩之后的长度 h_s ,绘制出压力 F 和试样压缩之后长度 h_s 的关系曲线; $h_s = h_0 - h$, h_0 为圆柱体试样(3)未压缩时的长度;

步骤七:利用变形量 ε 除以步骤五中记录的压缩时间 t ,换算出 t 时刻对应的应变速率 $\dot{\varepsilon}$;并根据圆柱体体积公式算出圆柱体试样(3)的体积 V ; $V = \frac{\pi d^2}{4} h_0$, d 为圆柱体试样(3)的端面

$$\text{直径}; \varepsilon = \frac{h}{h_0}; \dot{\varepsilon} = \frac{\varepsilon}{t};$$

步骤八:在步骤六的 $F-h_s$ 关系曲线中找到最大压力值 F_{\max} 和其对应的圆柱体试样3压缩之后的高度 h_{\max} ,然后将二者带入到公式 $\eta_{app} = \frac{2\pi h_{\max}^4}{3V^2 \dot{\varepsilon}} F_{\max}$ 和 $\gamma_{av} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{V}{\pi h_{\max}^3}} \dot{\varepsilon}$ 计算出此次

压缩过程中多个压缩时间点对应的表观粘度 η_{app} 和平均剪切速率 $\dot{\gamma}_{av}$;

步骤九:绘制表观粘度 η_{app} 和平均剪切速率 $\dot{\gamma}_{av}$ 曲线,从而获得高熵合金此次压缩过程中的流变学行为特征。

13.根据权利要求12所述的一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置的使用方法,其特征在于步骤二中将截面大尺寸圆柱形铸锭利用线切割加工成 $\Phi 6\text{mm} \times 9\text{mm}$ 的圆柱体试样(3)。

14.根据权利要求12所述的一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置的使用方法,其特征在于步骤四中将上半部(4-1)关闭,启动抽真空装置(13)对真空室(1)内抽真空至真空度小于 $1 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 。

一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置及其使用方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种合金半固态流变学行为的测量装置及其使用方法。

背景技术

[0002] 半固态加工技术是一种金属材料精密近净成形技术,它借助具有球状晶固相和液相混合的金属半固态浆料在压力作用下成形复杂形状高性能金属构件。由于半固态浆料的层流充填特性,使得半固态成形技术在汽车、摩托车和3C领域得到广泛应用,特别是近年来随着5G通讯的快速发展,半固态加工技术在通讯散热壳体方面显示出一定的优越性。

[0003] 目前,半固态加工技术主要应用于铝合金和镁合金材料。相对于铝合金和镁合金而言,其它材料的半固态加工理论与技术的研究相对较少。但是,从半固态加工的理论上看,所有具有固液温度区间的材料都适合半固态加工。也就是说,像合金钢、碳钢、铸铁、铜合金、钛合金以及高温合金等高熔点合金也可以进行半固态加工,借助半固态浆料的流变充填或触变充填,将其成形为具体的零件。高熵合金是一种由五种以上等原子比或近等原子比的金属组元混合形成一种全新的固溶体型合金。近十几年来,大量的研究表明,高熵合金具有高强度、高韧性、高硬度、优异的热稳定性以及良好的抗氧化和抗腐蚀能力的特点。所以,高熵合金已经成为一种基于全新合金设计理念和优异性能于一身的新型金属材料。某些高熵合金也具有固液温度区间,即具有半固态温度区间。所以,从理论上讲,其也具有进行半固态加工的可能性。

[0004] 金属材料进行半固态加工的技术优势就是半固态浆料具有的特殊流变学行为-剪切变稀行为。所以如何进行金属材料半固态浆料的流变学行为研究是半固态加工技术领域内非常重要的研究方向。在研究金属半固态流变学行为的过程中,采用的半固态浆料流变学测量装置和方法是非常关键的。国内外半固态加工学术界和企业界已经在铸造流变学装置和测量方法的基础上,研究和提出了一些半固态浆料流变学测量的方法,并设计制造了专用流变学测量装置。但是,目前的流变学测量装置和方法多是针对铝合金和镁合金这些低熔点半固态浆料流变学测量设计和研制的。对于高熔点合金半固态浆料,特别是高熵合金半固态浆料的流变学测量方法和装置,国内外还未提及。开展高熵合金半固态加工技术的研究也是一项全新的科研方向,目前国内外仅有两位学者在此方向开展了一些探索性工作,已经佐证了对高熵合金开展半固态加工技术研究是可行的。所以,要想促进高熵合金半固态加工技术的研究,必须设计和研制一种适合于高熵合金半固态浆料流变学行为测量的装置和方法。

发明内容

[0005] 本发明是要解决现有的流变学测量装置和方法没有针对高熵合金的技术问题,而提供一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置及其使用方法。

[0006] 本发明的高熵合金半固态流变学行为的测量装置是由真空室1、固定压头2、电阻加热单元4、移动压头5、位移传感器6、液压伺服传动装置7、第一热电偶8、第二热电偶9、第

三热电偶10、温控装置11、压力传感器12、抽真空装置13、第一隔热垫14、第一石墨垫片15、第二石墨垫片16、第二隔热垫17、第一支撑杆18、第二支撑杆19、支撑腿20、合页21和控制器组成；

[0007] 所述的真空室1与抽真空装置13的抽气口连通，抽真空装置13设置在真空室1的外部；所述的第一支撑杆18的一端固定在真空室1的内壁上，第一支撑杆18水平设置，第一支撑杆18的另一端与第二隔热垫17的一端固定，第二隔热垫17的另一端与固定压头2的一端固定；

[0008] 电阻加热单元4为空心圆柱体结构的电阻炉，电阻加热单元4设置在真空室1内，且电阻加热单元4的中轴线为水平方向；电阻加热单元4是由上半部4-1和下半部4-2组成，上半部4-1和下半部4-2的尺寸和结构完全相同，上半部4-1的一侧和下半部4-2的一侧通过合页21铰接在一起，下半部4-2的底面通过两个支撑腿20固定在真空室1的内部底面上；电阻加热单元4的两个端面的中心处各设置一个通孔，固定压头2水平固定在其中一个通孔中，移动压头5设置在另一个通孔中且移动压头5与通孔为滑动连接关系；固定压头2与移动压头5相对设置，且两个压头相对的一端均设置在电阻加热单元4的内部；

[0009] 第二支撑杆19水平设置在真空室1内，第二支撑杆19的两端分别与第一隔热垫14的一端和压力传感器12的一端固定，第一隔热垫14的另一端与移动压头5的一端固定；压力传感器12的另一端与液压伺服传动装置7的动力输出端固定，位移传感器6设置在液压伺服传动装置7上，液压伺服传动装置7的动力输出端穿过真空室1的侧壁且与真空室1的侧壁为滑动连接且密封；位移传感器6设置在真空室1的外部；压力传感器12和第一隔热垫14均设置在真空室1的内部；温控装置11的信号输入端分别与第一热电偶8、第二热电偶9和第三热电偶10的信号输出端连接；第一热电偶8、第二热电偶9和第三热电偶10均穿过真空室1和电阻加热单元4；温控装置11设置在真空室1的外部；

[0010] 控制器的信号输出端分别与液压伺服传动装置7的信号输入端、电阻加热单元4的信号输入端和抽真空装置13的信号输入端连接；控制器的信号输入端分别与位移传感器6和压力传感器12的信号输出端连接。

[0011] 本发明的高熵合金半固态流变学行为的测量装置的使用方法如下：

[0012] 步骤一：将待测的高熵合金按照设计的组元元素含量进行配比，利用电磁悬浮熔炼方法熔炼成铸锭，反复熔炼5次以上，最终形成截面大尺寸圆柱形铸锭；

[0013] 步骤二：将截面大尺寸圆柱形铸锭利用线切割加工成圆柱体试样3；

[0014] 步骤三：将电阻加热装置4的上半部4-1打开，将圆柱体试样3放入到固定压头2和移动压头5之间，圆柱体试样3的两端分别垫上第一石墨垫片15和第二石墨垫片16；然后启动液压伺服传动装置7将移动压头5向圆柱体试样3行进将两端垫有石墨垫片的圆柱体试样3压紧；将第一热电偶8、第二热电偶9和第三热电偶10的测试端分别与圆柱体试样3的两端和中间连接；

[0015] 步骤四：将上半部4-1关闭，启动抽真空装置13对真空室1内抽真空，然后将电阻加热单元4通电加热圆柱体试样3至需要的温度；

[0016] 步骤五：当三个热电偶显示温度与所需温度一致时，开始保温，当保温时间达到所需时间时，启动液压伺服传动装置7将移动压头5向圆柱体试样3行进完成预定变形量 ε 的压缩；利用压力传感器12和位移传感器6分别记录压缩过程中多个压缩时间点分别对应的多

个压力F和多个位移数值h,利用计时装置记录多个压缩时间t;

[0017] 步骤六:根据采集的压力F和试样压缩之后的长度 h_s ,绘制出压力F和试样压缩之后长度 h_s 的关系曲线; $h_s = h_0 - h$, h_0 为圆柱体试样3未压缩时的长度;

[0018] 步骤七:利用变形量 ε 除以步骤五中记录的压缩时间t,换算出t时刻对应的应变速率 $\dot{\varepsilon}$;并根据圆柱体体积公式算出圆柱体试样3的体积V; $V = \frac{\pi d^2}{4} h_0$.d为圆柱体试样3的端面直径;

$$\varepsilon = \frac{h}{h_0}; \quad \dot{\varepsilon} = \frac{\varepsilon}{t};$$

[0019] 步骤八:在步骤六的F- h_s 关系曲线中找到最大压力值 F_{max} 和其对应的圆柱体试样3压缩之后的高度 h_{max} ,然后将二者带入到公式 $\eta_{app} = \frac{2\pi h_{max}^2}{3V^2 \dot{\varepsilon}} F_{max}$ 和 $\dot{\gamma}_{av} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{V}{\pi h_{max}^3}} \dot{\varepsilon}$ 计算出

此次压缩过程中多个压缩时间点对应的表观粘度 η_{app} 和平均剪切速率 $\dot{\gamma}_{av}$;

[0020] 步骤九:绘制表观粘度 η_{app} 和平均剪切速率 $\dot{\gamma}_{av}$ 曲线,从而获得高熵合金此次压缩过程中的流变学行为特征。

[0021] 本发明的有益效果是:

[0022] 1、本发明提出的高熵合金流变学行为测量装置利用真空室1内置电阻加热的结构设计,且利用三根直接接触试样表面的测量方式,能够充分监测和测量高熵合金试样加热过程中的温度变化,充分保证高熵合金测量试样加热均匀;

[0023] 2、本发明提出的高熵合金流变学行为测量装置采用真空室设计思想,充分考虑了高熵合金在半固态容易氧化的技术问题,利用真空室设计流变学实验测量能充分避免氧化给实验带来的不利影响;

[0024] 3、本发明提出的高熵合金流变学行为测量装置采用液压伺服传动机构7提供实验载荷施加,这样能够有效控制施加的位移精度和载荷精度,保证了高熵合金流变学实验的精度;

[0025] 4、本发明提出的高熵合金流变学行为测量方法利用平行板压缩(固定压头2和移动压头5)的流变学测量技术思想,能够有效对于高固相分数高熵合金半固态浆料的流变学行为进行测量,有效解决传统搅拌测量难以对高固相分数半固态浆料流变学行为测量的技术瓶颈问题。

附图说明

[0026] 图1为具体实施方式一的高熵合金半固态流变学行为的测量装置的示意图;

[0027] 图2为图1的A-A剖面图。

具体实施方式

[0028] 具体实施方式一:本实施方式为一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置,如图1和图2所示,具体是由真空室1、固定压头2、电阻加热单元4、移动压头5、位移传感器6、液压伺服传动装置7、第一热电偶8、第二热电偶9、第三热电偶10、温控装置11、压力传感器12、抽真空装置13、第一隔热垫14、第一石墨垫片15、第二石墨垫片16、第二隔热垫17、第一支撑杆18、第二支撑杆19、支撑腿20、合页21和控制器组成;

[0029] 所述的真空室1与抽真空装置13的抽气口连通,抽真空装置13设置在真空室1的外部;所述的第一支撑杆18的一端固定在真空室1的内壁上,第一支撑杆18水平设置,第一支撑杆18的另一端与第二隔热垫17的一端固定,第二隔热垫17的另一端与固定压头2的一端固定;

[0030] 电阻加热单元4为空心圆柱体结构的电阻炉,电阻加热单元4设置在真空室1内,且电阻加热单元4的中轴线为水平方向;电阻加热单元4是由上半部4-1和下半部4-2组成,上半部4-1和下半部4-2的尺寸和结构完全相同,上半部4-1的一侧和下半部4-2的一侧通过合页21铰接在一起,下半部4-2的底面通过两个支撑腿20固定在真空室1的内部底面上;电阻加热单元4的两个端面的中心处各设置一个通孔,固定压头2水平固定在其中一个通孔中,移动压头5设置在另一个通孔中且移动压头5与通孔为滑动连接关系;固定压头2与移动压头5相对设置,且两个压头相对的一端均设置在电阻加热单元4的内部;

[0031] 第二支撑杆19水平设置在真空室1内,第二支撑杆19的两端分别与第一隔热垫14的一端和压力传感器12的一端固定,第一隔热垫14的另一端与移动压头5的一端固定;压力传感器12的另一端与液压伺服传动装置7的动力输出端固定,位移传感器6设置在液压伺服传动装置7上,液压伺服传动装置7的动力输出端穿过真空室1的侧壁且与真空室1的侧壁为滑动连接且密封;位移传感器6设置在真空室1的外部;压力传感器12和第一隔热垫14均设置在真空室1的内部;温控装置11的信号输入端分别与第一热电偶8、第二热电偶9和第三热电偶10的信号输出端连接;第一热电偶8、第二热电偶9和第三热电偶10均穿过真空室1和电阻加热单元4;温控装置11设置在真空室1的外部;

[0032] 控制器的信号输出端分别与液压伺服传动装置7的信号输入端、电阻加热单元4的信号输入端和抽真空装置13的信号输入端连接;控制器的信号输入端分别与位移传感器6和压力传感器12的信号输出端连接。

[0033] 具体实施方式二:本实施方式与具体实施方式一不同的是:所述的抽真空装置13为机械泵和扩散泵两级抽真空装置。其他与具体实施方式一相同。

[0034] 具体实施方式三:本实施方式与具体实施方式一或二不同的是:所述的液压伺服传动装置7采用滑阀为转化放大原件,输出为位移,输出位移控制精度为0.02mm~0.05mm。其他与具体实施方式一或二相同。

[0035] 具体实施方式四:本实施方式与具体实施方式一至三之一不同的是:所述的液压伺服传动装置7的速度可调范围为0~500mm/s。其他与具体实施方式一至三之一相同。

[0036] 具体实施方式五:本实施方式与具体实施方式四不同的是:所述的第一隔热垫14的材质为石棉。其他与具体实施方式四相同。

[0037] 具体实施方式六:本实施方式与具体实施方式一不同的是:所述的第二隔热垫17的材质为石棉。其他与具体实施方式一相同。

[0038] 具体实施方式七:本实施方式与具体实施方式一不同的是:所述的第一支撑杆18的材质为耐热合金钢。其他与具体实施方式一相同。

[0039] 具体实施方式八:本实施方式与具体实施方式一不同的是:所述的第二支撑杆19的材质为耐热合金钢。其他与具体实施方式一相同。

[0040] 具体实施方式九:本实施方式与具体实施方式一不同的是:所述的电阻加热单元4的长度为120mm,端面外径为200mm,加热功率为2kw。其他与具体实施方式一相同。

[0041] 具体实施方式十:本实施方式与具体实施方式一不同的是:所述的固定压头2和移动压头5的外径均为50mm。其他与具体实施方式一相同。

[0042] 具体实施方式十一:本实施方式与具体实施方式一不同的是:所述的第一石墨垫片15和第二石墨垫片16的尺寸均为 $\Phi 10\text{mm} \times 0.5\text{mm}$ 。其他与具体实施方式一相同。

[0043] 具体实施方式十二:本实施方式为具体实施方式一的高熵合金半固态流变学行为的测量装置的使用方法,具体如下:

[0044] 步骤一:将待测的高熵合金按照设计的组元元素含量进行配比,利用电磁悬浮熔炼方法熔炼成铸锭,反复熔炼5次以上,最终形成截面大尺寸圆柱形铸锭;

[0045] 步骤二:将截面大尺寸圆柱形铸锭利用线切割加工成圆柱体试样3;

[0046] 步骤三:将电阻加热装置4的上半部4-1打开,将圆柱体试样3放入到固定压头2和移动压头5之间,圆柱体试样3的两端分别垫上第一石墨垫片15和第二石墨垫片16;然后启动液压伺服传动装置7将移动压头5向圆柱体试样3行进将两端垫有石墨垫片的圆柱体试样3压紧;将第一热电偶8、第二热电偶9和第三热电偶10的测试端分别与圆柱体试样3的两端和中间连接;

[0047] 步骤四:将上半部4-1关闭,启动抽真空装置13对真空室1内抽真空,然后将电阻加热单元4通电加热圆柱体试样3至需要的温度;

[0048] 步骤五:当三个热电偶显示温度与所需温度一致时,开始保温,当保温时间达到所需时间时,启动液压伺服传动装置7将移动压头5向圆柱体试样3行进完成预定变形量 ε 的压缩;利用压力传感器12和位移传感器6分别记录压缩过程中多个压缩时间点分别对应的多个压力F和多个位移数值h,利用计时装置记录多个压缩时间t;

[0049] 步骤六:根据采集的压力F和试样压缩之后的长度 h_s ,绘制出压力F和试样压缩之后长度 h_s 的关系曲线; $h_s = h_0 - h$, h_0 为圆柱体试样3未压缩时的长度;

[0050] 步骤七:利用变形量 ε 除以步骤五中记录的压缩时间t,换算出t时刻对应的应变速率 $\dot{\varepsilon}$;并根据圆柱体体积公式算出圆柱体试样3的体积V; $V = \frac{\pi d^2}{4} h_0$,d为圆柱体试样3的端

面直径; $\varepsilon = \frac{h}{h_0}$; $\dot{\varepsilon} = \frac{\varepsilon}{t}$;

[0051] 步骤八:在步骤六的F- h_s 关系曲线中找到最大压力值 F_{\max} 和其对应的圆柱体试样3

压缩之后的高度 h_{\max} ,然后将二者带入到公式 $\eta_{app} = \frac{2\pi h_{\max}^4}{3V^2 \dot{\varepsilon}} F_{\max}$ 和 $\dot{\gamma}_{av} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{V}{\pi h_{\max}^3}} \dot{\varepsilon}$ 计算出

此次压缩过程中多个压缩时间点对应的表观粘度 η_{app} 和平均剪切速率 $\dot{\gamma}_{av}$;

[0052] 步骤九:绘制表观粘度 η_{app} 和平均剪切速率 $\dot{\gamma}_{av}$ 曲线,从而获得高熵合金此次压缩过程中的流变学行为特征。

[0053] 具体实施方式十三:本实施方式与具体实施方式十二不同的是:步骤二中将截面大尺寸圆柱形铸锭利用线切割加工成 $\Phi 6\text{mm} \times 9\text{mm}$ 的圆柱体试样3。其他与具体实施方式十二相同。

[0054] 具体实施方式十四:本实施方式与具体实施方式十二不同的是:步骤四中将上半部4-1关闭,启动抽真空装置13对真空室1内抽真空至真空度小于 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 。其他与具体实施方式十二相同。

[0055] 用以下试验对本发明进行验证：

[0056] 试验一：本试验为一种高熵合金半固态流变学行为的测量装置，如图1和图2所示，具体是由真空室1、固定压头2、电阻加热单元4、移动压头5、位移传感器6、液压伺服传动装置7、第一热电偶8、第二热电偶9、第三热电偶10、温控装置11、压力传感器12、抽真空装置13、第一隔热垫14、第一石墨垫片15、第二石墨垫片16、第二隔热垫17、第一支撑杆18、第二支撑杆19、支撑腿20、合页21和控制器组成；所述的抽真空装置13为机械泵和扩散泵两级抽真空装置；所述的液压伺服传动装置7采用滑阀为转化放大原件，输出为位移，输出位移控制精度为0.02mm~0.05mm；所述的液压伺服传动装置7的速度可调范围为0~500mm/s；所述的第一隔热垫14的材质为石棉；所述的第二隔热垫17的材质为石棉；所述的第一支撑杆18的材质为耐热合金钢；所述的第二支撑杆19的材质为耐热合金钢；所述的固定压头2和移动压头5的外径均为50mm；所述的第一石墨垫片15和第二石墨垫片16的尺寸均为 $\Phi 10\text{mm} \times 0.5\text{mm}$ ；

[0057] 所述的真空室1与抽真空装置13的抽气口连通，抽真空装置13设置在真空室1的外部；所述的第一支撑杆18的一端固定在真空室1的内壁上，第一支撑杆18水平设置，第一支撑杆18的另一端与第二隔热垫17的一端固定，第二隔热垫17的另一端与固定压头2的一端固定；

[0058] 电阻加热单元4为空心圆柱体结构的电阻炉，所述的电阻加热单元4的长度为120mm，端面外径为200mm，加热功率为2kw；电阻加热单元4设置在真空室1内，且电阻加热单元4的中轴线为水平方向；电阻加热单元4是由上半部4-1和下半部4-2组成，上半部4-1和下半部4-2的尺寸和结构完全相同，上半部4-1的一侧和下半部4-2的一侧通过合页21铰接在一起，下半部4-2的底面通过两个支撑腿20固定在真空室1的内部底面上；电阻加热单元4的两个端面的中心处各设置一个通孔，固定压头2水平固定在其中一个通孔中，移动压头5设置在另一个通孔中且移动压头5与通孔为滑动连接关系；固定压头2与移动压头5相对设置，且两个压头相对的一端均设置在电阻加热单元4的内部；

[0059] 第二支撑杆19水平设置在真空室1内，第二支撑杆19的两端分别与第一隔热垫14的一端和压力传感器12的一端固定，第一隔热垫14的另一端与移动压头5的一端固定；压力传感器12的另一端与液压伺服传动装置7的动力输出端固定，位移传感器6设置在液压伺服传动装置7上，液压伺服传动装置7的动力输出端穿过真空室1的侧壁且与真空室1的侧壁为滑动连接且密封；位移传感器6设置在真空室1的外部；压力传感器12和第一隔热垫14均设置在真空室1的内部；温控装置11的信号输入端分别与第一热电偶8、第二热电偶9和第三热电偶10的信号输出端连接；第一热电偶8、第二热电偶9和第三热电偶10均穿过真空室1和电阻加热单元4；温控装置11设置在真空室1的外部；

[0060] 控制器的信号输出端分别与液压伺服传动装置7的信号输入端、电阻加热单元4的信号输入端和抽真空装置13的信号输入端连接；控制器的信号输入端分别与位移传感器6和压力传感器12的信号输出端连接。

[0061] 本试验的高熵合金半固态流变学行为的测量装置的使用方法，具体如下：

[0062] 步骤一：将待测的高熵合金按照设计的组元元素含量进行配比，利用电磁悬浮熔炼方法熔炼成铸锭，反复熔炼5次以上，最终形成截面大尺寸圆柱形铸锭；

[0063] 步骤二：将截面大尺寸圆柱形铸锭利用线切割加工成 $\Phi 6\text{mm} \times 9\text{mm}$ 的圆柱体试样3；

[0064] 步骤三:将电阻加热装置4的上半部4-1打开,将圆柱体试样3放入到固定压头2和移动压头5之间,圆柱体试样3的两端分别垫上第一石墨垫片15和第二石墨垫片16;然后启动液压伺服传动装置7将移动压头5向圆柱体试样3行进将两端垫有石墨垫片的圆柱体试样3压紧;将第一热电偶8、第二热电偶9和第三热电偶10的测试端分别与圆柱体试样3的两端和中间连接;

[0065] 步骤四:将上半部4-1关闭,启动抽真空装置13对真空室1内抽真空至真空度小于 $1 \times 10^{-3} \text{Pa}$,然后将电阻加热单元4通电加热圆柱体试样3至需要的温度;

[0066] 步骤五:当三个热电偶显示温度与所需温度一致时,开始保温,当保温时间达到所需时间时,启动液压伺服传动装置7将移动压头5向圆柱体试样3行进完成预定变形量 ε 的压缩;利用压力传感器12和位移传感器6分别记录压缩过程中多个压缩时间点分别对应的多个压力 F 和多个位移数值 h ,利用计时装置记录多个压缩时间 t ;

[0067] 步骤六:根据采集的压力 F 和试样压缩之后的长度 h_s ,绘制出压力 F 和试样压缩之后长度 h_s 的关系曲线; $h_s = h_0 - h$, h_0 为圆柱体试样3未压缩时的长度;

[0068] 步骤七:利用变形量 ε 除以步骤五中记录的压缩时间 t ,换算出 t 时刻对应的应变速率 $\dot{\varepsilon}$;并根据圆柱体体积公式算出圆柱体试样3的体积 V ; $V = \frac{\pi d^2}{4} h_0$, d 为圆柱体试样3的端

面直径; $\varepsilon = \frac{h}{h_0}$; $\dot{\varepsilon} = \frac{\varepsilon}{t}$;

[0069] 步骤八:在步骤六的 $F-h_s$ 关系曲线中找到最大压力值 F_{\max} 和其对应的圆柱体试样3压缩之后的高度 h_{\max} ,然后将二者带入到公式 $\eta_{\text{app}} = \frac{2\pi h_{\max}^4}{3V^2 \dot{\varepsilon}} F_{\max}$ 和 $\dot{\gamma}_{\text{av}} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{V}{\pi h_{\max}^3}} \dot{\varepsilon}$ 计算出

此次压缩过程中多个压缩时间点对应的表观粘度 η_{app} 和平均剪切速率 $\dot{\gamma}_{\text{av}}$;

[0070] 步骤九:绘制表观粘度 η_{app} 和平均剪切速率 $\dot{\gamma}_{\text{av}}$ 曲线,从而获得高熵合金此次压缩过程中的流变学行为特征。

[0071] 本试验的有益效果是:

[0072] 1、本试验提出的高熵合金流变学行为测量装置利用真空室1内置电阻加热的结构设计,且利用三根直接接触试样表面的测量方式,能够充分监测和测量高熵合金试样加热过程中的温度变化,充分保证高熵合金测量试样加热均匀;

[0073] 2、本试验提出的高熵合金流变学行为测量装置采用真空室设计思想,充分考虑了高熵合金在半固态容易氧化的技术问题,利用真空室设计流变学实验测量能充分避免氧化给实验带来的不利影响;

[0074] 3、本试验提出的高熵合金流变学行为测量装置采用液压伺服传动机构7提供实验载荷施加,这样能够有效控制施加的位移精度和载荷精度,保证了高熵合金流变学实验的精度;

[0075] 4、本试验提出的高熵合金流变学行为测量方法利用平行板压缩(固定压头2和移动压头5)的流变学测量技术思想,能够有效对于高固相分数高熵合金半固态浆料的流变学行为进行测量,有效解决传统搅拌测量难以对高固相分数半固态浆料流变学行为测量的技术瓶颈问题。

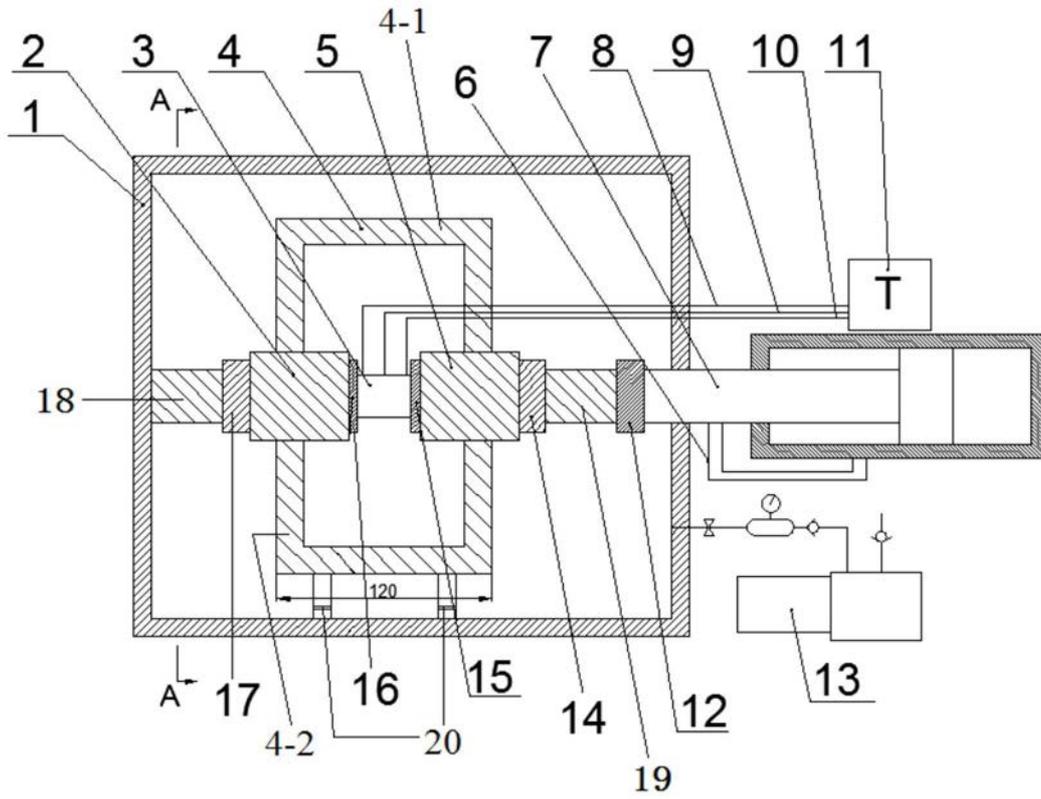


图1

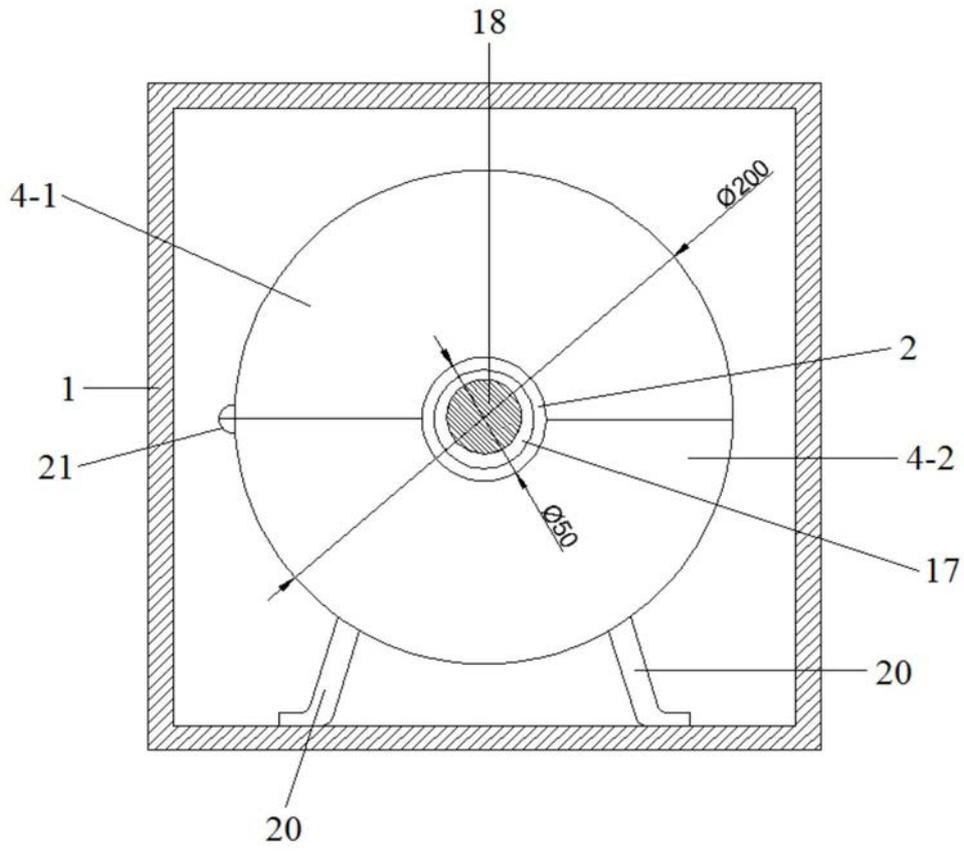


图2