

镍钨合金镀层对 QT-900 油管耐 CO₂ 腐蚀的影响

孙福洋¹, 赵国仙¹, 郭清超², 李丹平³

(1. 西安石油大学 材料科学与工程学院, 西安 710065; 2. 河北工业大学 材料科学与工程学院, 天津 300131; 3. 西安摩尔石油工程实验室有限公司, 西安 710065)

摘要: 目的 对镍钨合金镀层在连续油管上的应用进行初步探索。方法 通过直流电沉积法,在 QT-900 连续油管表面沉积镍钨合金层。模拟某油田腐蚀环境,通过高温高压腐蚀实验,采用金相显微镜、SEM 和 EDS 等分析手段,对比镀镍钨合金连续油管和普通连续油管的耐蚀性能,研究在 CO₂ 介质中镍钨合金镀层对油管耐蚀性的影响。结果 镍钨合金镀层中主要含 Ni 和 W 元素,Fe 和 Mn 元素含量较少,镀层平均厚度在 55 μm 左右。在温度 60 ℃,CO₂ 分压 1.07 MPa,拉应力 439 MPa 的条件下,镍钨合金镀层的平均腐蚀速率为 0.0160 mm/a,约为普通连续油管的 1/40,属于轻度腐蚀。结论 镍钨合金镀层具有良好的耐 CO₂ 腐蚀性能。

关键词: 镍钨合金镀层; QT-900 连续油管; 耐蚀性

中图分类号: TG172.8; TQ153.2

文献标识码: A

文章编号: 1001-3660(2014)06-0006-05

Effect of Ni-W Alloy Coating on the Corrosion Resistance of QT-900 Coiled Tubing

SUN Fu-yang¹, ZHAO Guo-xian¹, GUO Qing-chao², LI Dan-ping³

(1. School of Material Science and Engineering, Xi'an Shiyou University, Xi'an 710065, China;
2. School of Material Science and Engineering, Hebei University of Technology, Tianjin 300131, China;
3. Xi'an Maurer Petroleum Engineering Laboratory Co., Ltd, Xi'an 710065, China)

ABSTRACT: **Objective** To preliminarily explore the application of Ni-W alloy coating in QT-900 coiled tubing. **Methods** Ni-W alloy coating was deposited on the surface of QT-900 coiled tubing by DC electrodeposition. An oilfield corrosion environment was simulated by high temperature and high pressure corrosion tests. The effect of Ni-W alloy coating on coiled tubing was studied by comparing the corrosion resistance of Ni-W alloy coating and coiled tubing using analysis methods such as microscopy, SEM and EDS. The effect of Ni-W alloy coating on the corrosion resistance of oil tubing in CO₂ medium was studied. **Results** Ni-W alloy coating mainly consisted of Ni and W elements, and the Fe and Mn contents were low. The average thickness of the coating was 55 μm. The uniform corrosion rate of Ni-W alloy coating was 0.0160 mm/a at 60 ℃, with a CO₂ partial pressure of 1.07 MPa and a tensile stress of 439 MPa, which was 1/40 of that of the ordinary coiled tubing. The corrosion rate belonged to slight corrosion. **Conclusion** Ni-W alloy coating had a good resistance to CO₂ corrosion.

KEY WORDS: Ni-W alloy coating; QT-900 coiled tubing; corrosion resistance

收稿日期: 2014-06-30; 修订日期: 2014-07-17

Received: 2014-06-30; Revised: 2014-07-17

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51271146)

Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China (51271146)

作者简介: 孙福洋(1989—),男,硕士研究生,主要研究油气田腐蚀与防护。

Biography: SUN Fu-yang (1989—), Male, Master student, Research focus: corrosion and protection of oil and gas field.

通讯作者: 赵国仙(1968—),女,博士,教授,主要研究石油专用管的腐蚀与防护。

Corresponding author: ZHAO Guo-xian (1968—), Female, Ph. D., Professor, Research focus: corrosion and protection of special oil tubing.

近年来,连续油管不但广泛应用于钻井、完井等作业,而且还应用于气举、电潜泵、酸化作业、油井防砂、井下工具打捞、水平井施工、洗井、稠油开采等诸多方面。美国能源部国家能源技术实验室的报告指出,近 10 年来,全球连续油管使用的年平均增长率超过 10%^[1]。但是,随着油气田开发条件的愈加苛刻,连续油管在井下受到力和腐蚀介质的共同作用^[2],失效越来越严重。根据 Maldonado 公布的调查结果显示,连续油管常见的失效类型与点蚀和张力过载有关,该类失效占总失效比例的 50%^[3]。常用的连续油管材料主要为碳钢、调制钢和钛合金等。QT-900 连续油管具有良好的机械性能,但耐蚀性不足。为了保证油管安全高效地作业,防止腐蚀的发生,可采用直流电沉积法将 Ni-W 合金电镀到连续油管表面,形成一层致密的镍钨合金镀层,以提高油管的耐蚀性能^[4-6]。镍钨合金镀层具有强度高,密度高,导电和导热性良好,热膨胀系数小,抗氧化、耐腐蚀性强,耐磨性好等诸多优点^[7-8]。在国内,一系列镀镍钨合金防腐耐磨管柱已在胜利油田多个采油厂推广应用,取得了较好的应用效果^[9]。文中主要模拟连续油管“入

井—空气中放置—入井”的实际作业过程,通过比较普通连续油管和镀镍钨连续油管二次入井后的腐蚀状况,研究镍钨合金镀层对连续油管耐 CO₂ 腐蚀性能的影响,期望对镍钨合金镀层在连续油管上的应用研究进行初步探索^[10-11]。

1 实验

1.1 电镀镍钨合金

基材采用 $\phi 38\text{ mm}\times 5\text{ mm}$ 的 QT-900 连续油管,其化学成分见表 1。将连续油管机加工成尺寸 $67\text{ mm}\times 5\text{ mm}\times 3\text{ mm}$ 的标准四点弯曲试样,试样形状见图 1。电镀前,在常温条件下,先采用 50 g/L 的 PA30-IA 脱脂剂对基材进行 10 min 脱脂处理;再将除锈添加剂(主要成分:有机酸、烷基硫酸钠、六次甲基四氨、聚乙二醇和水等)和 8% (质量分数)的盐酸按质量比 1:3 配制成混合酸液,对试样进行去锈蚀处理;然后在 25% (质量分数)的氨水中侵蚀 20 min,进行镀前活化处理;最后清洗吹干。

表 1 连续油管基体化学成分
Tab.1 Chemical composition of the matrix of coiled tubing

项目	质量分数/%										
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu	Mo	Ti	Fe
基体成分	0.14	0.35	0.77	0.013	0.002	0.58	0.18	0.27	0.10	0.02	余量
API Spec ST—2010 标准	≤0.16	≤0.50	≤1.20	≤0.020	≤0.005	—	—	—	—	—	余量



图 1 四点弯曲原始试样

Fig.1 Original samples for four-point bending testing

通过直流电沉积法将镍钨合金电镀在 QT-900 连续油管表面^[12-13],所用电源为 XJL-7232 型稳定直流电源。镀液采用柠檬酸体系,具体成分为: $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (以 Ni 计) 5 g/L, $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (以 W 计) 28 g/L, NH_4OH 10 g/L, 苯磺酰胺 1.6 g/L, 柠檬酸 70 g/L。电流密度为 6 A/dm², 温度为 50 ℃ (恒温水浴锅控制), pH 值为 7~8, 时间 5 min。镀层厚度控制在 55 μm

左右。

1.2 测试及表征

1.2.1 化学成分及基本性能

采用 JSM-6390 型扫描电子显微镜对镀镍钨连续油管的横截面进行线扫描,分析镀层和基体的化学成分。采用 Olympus GX-51 型金相显微镜观察镀层形貌,并测量镀层厚度。

将 200 mm×10 mm×5 mm 的长条状镀镍钨连续油管试样在 WDW-300 型弯曲实验机上进行弯曲实验,测试镀层与基体的结合强度^[14]。实验根据 GB/T 5270—2005 标准进行,在常温条件下,弯曲角度设定为 60°,上下反复弯曲,直至断裂。

1.2.2 耐蚀性能

在镀镍钨 QT-900 连续油管和普通 QT-900 连续油管上分别取标准四点弯曲试样各三个。先对普通

连续油管试样进行 320[#], 600[#], 800[#], 1200[#] 金相砂纸逐级打磨处理, 然后将所有试样清洗干净, 并吹干、称量。称量后, 将两组试样固定在四点弯曲夹具上, 加载拉应力。试样上表面均匀受力区域暴露于腐蚀环境中, 其余各区域用 704 硅胶密封并烘干, 试样装配如图 2 所示。弯曲挠度根据式(1)计算^[15]:

$$\sigma = 12Ety \cdot (3H^2 - 4A^2)^{-2} \quad (1)$$

式中: σ 为最大张应力, Pa; E 为弹性模量, Pa; t 为试样厚度, m; y 为外支点间的最大挠度, m; H 为外支点间的距离, m; A 为内外支点间的距离, m。通常选择尺寸使 $A = H/4$ 。

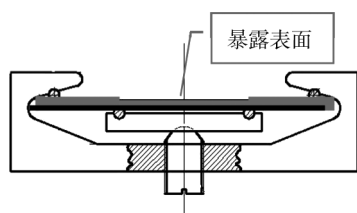


图2 拉应力作用下试样的夹持状态

Fig. 2 Holding status of the sample under tensile stress

将夹具与试样整体放入 TFCZ-25/250 型高温高压磁力驱动反应釜中, 进行动态腐蚀实验。腐蚀介质的组成为: Cl^- 800 mg/L, SO_4^{2-} 139.40 mg/L, HCO_3^- 950.20 mg/L, Mg^{2+} 2.17 mg/L, Ca^{2+} 8.96 mg/L, Na^+ + K^+ 763 mg/L, Ba^{2+} 0.09 mg/L, Sr^{2+} 0.50 mg/L。实验前先通入高纯氮气 4 h, 以充分除氧, 再按实验步骤装载, 设定实验条件如下: 温度 60 °C, $P_{\text{CO}_2} = 1.07$ MPa, $\sigma = 439$ MPa (拉应力), 转速为 0, 时间 240 h。实验结束后, 将夹具取出, 对试样不做任何处理, 放置于空气中 240 h。然后将试样二次入釜, 实验条件及时间同第一次入釜。二次入釜实验结束后, 取出试样, 在不破坏表面腐蚀产物的情况下清洗吹干。

每组取出一个试样, 采用扫描电镜分析对比镀镍钨连续油管和普通连续油管表面的微观形貌和腐蚀产物元素成分。另外两个试样利用盐酸腐蚀液去除表面腐蚀产物, 并清洗吹干, 采用 FR-300MKII 型电子天平 (精度 1 mg) 称量, 通过失重法计算平均腐蚀速率, 采用金相显微镜利用聚焦法测量点蚀深度。

2 结果与讨论

2.1 化学成分与金相分析

图3为镀镍钨连续油管横截面的镀层和基体成

分分布图。由图3可知, 镀层中 Ni 和 W 的含量较高, Fe 含量极低, C 和 Mn 在基体和镀层中的含量都很少, 基本无变化。

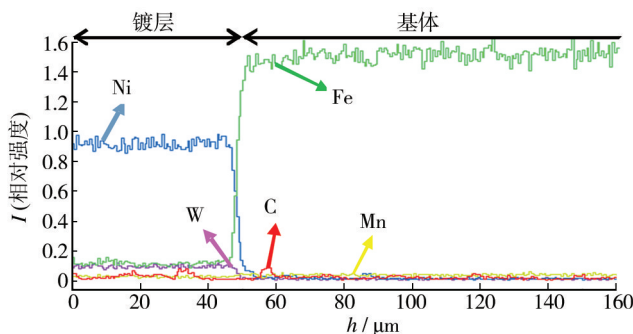
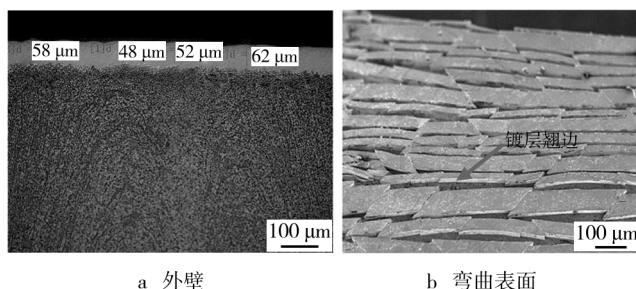


图3 镍钨合金镀层化学成分

Fig. 3 Chemical composition of Ni-W alloy coating

图4给出了镍钨合金镀层及镀层附近基体的微观形貌。图4a中, 连续油管外壁存在的白亮层为镍钨合金镀层。在金相显微镜下观察, 镀层表面光滑平整, 无起泡、脱皮和污渍等缺陷, 色调均匀, 平均厚度为 55 μm。在常温下针对镀层进行弯曲实验。弯曲实验是在外力作用下使试样弯曲, 由于镀层与基体金属受力程度不同, 两者间产生应力, 当该应力大于其结合强度时, 镀层即从基体上剥离, 任何剥离或碎裂的现象均认为是镀层结合力不好。实验结束后, 将断裂弯曲部位在金相显微镜下观察, 如图4b所示, 镀层虽然有翘边, 但未有脱落现象。这证明镀层与基体结合强度较高。



a 外壁

b 弯曲表面

图4 镍钨合金镀层微观形貌

Fig. 4 Microstructure of Ni-W alloy coating

2.2 镍钨合金镀层对耐蚀性能的影响

腐蚀实验后, 材料的平均腐蚀速率见表2。表中, S 为暴露面积, m_1 和 m_2 分别为腐蚀前后的质量, Δm 为质量损失, u 为腐蚀速率, \bar{u} 为平均腐蚀速率。由表2可见, 镀镍钨连续油管的平均腐蚀速率远低于普通连续油管, 说明镍钨合金镀层具有良好的耐 CO_2 腐蚀性能。根据 NACE RP-0775—2005 标准判断, 在

表 2 平均腐蚀速率计算结果

Tab.2 Calculation results of the uniform corrosion rate

试样	S/mm^2	m_1/g	m_2/g	$\Delta m/\text{g}$	$u/(\text{mm}\cdot\text{a}^{-1})$	$\bar{u}/(\text{mm}\cdot\text{a}^{-1})$
普通连续油管	165.98	3.3127	3.2701	0.0426	0.6005	0.6253
	171.83	3.2423	3.1945	0.0478	0.6502	
镀镍钨连续油管	226.94	4.0114	4.0096	0.0018	0.0186	0.0160
	229.36	3.9150	3.9137	0.0013	0.0133	

CO₂ 分压为 1.07 MPa,温度为 60 ℃,加载拉应力为 439 MPa 的条件下,镍钨合金镀层平均腐蚀速率属于轻度腐蚀,普通连续油管的平均腐蚀速率约为镀层的 40 倍,属于极严重腐蚀。

图 5 为实验后未去除腐蚀产物试样的表面宏观形貌。由图 5 可见,镍钨合金镀层表面覆盖了一层较薄的腐蚀产物,无明显局部腐蚀形貌。而普通连续油管表面腐蚀严重,腐蚀产物呈红褐色,说明试样在腐蚀介质和表面张力的共同作用下,腐蚀加剧。

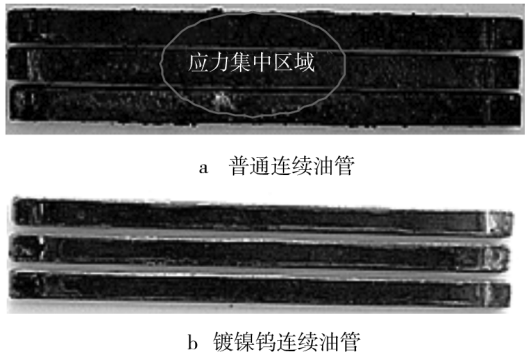


图 5 未去除腐蚀产物的试样表面宏观腐蚀形貌

Fig. 5 Macroscopic morphologies of specimen surface without cleaning of the corrosion products

图 6 为未去除腐蚀产物试样的表面 SEM 形貌。由图 6 可见,镍钨合金镀层基本没有发生局部腐蚀,腐蚀产物很少,镀层表面较干净。普通连续油管腐蚀极其严重,表面局部出现了明显裂纹。原因有二:一是腐蚀产物可能出现脱水状况;二是腐蚀产物膜受到

表面张力的作用。腐蚀产物膜较疏松,在腐蚀介质与表面张力共同作用下,局部发生腐蚀产物膜脱落现象,介质穿透腐蚀产物膜与基体继续反应,且暴露出的基体与周边腐蚀产物构成微电池致使局部腐蚀继续发生,加剧了腐蚀。

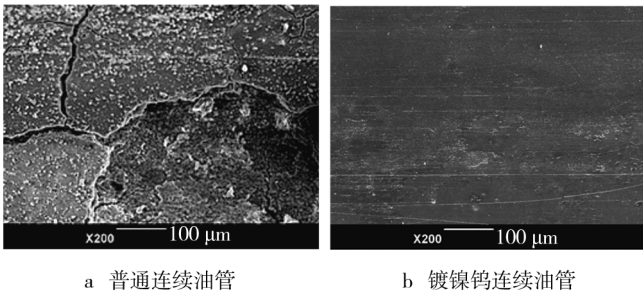


图 6 未去除腐蚀产物的试样表面 SEM 形貌

Fig.6 SEM micrographs of specimen surface without cleaning of the corrosion products

腐蚀产物 EDS 能谱分析结果见表 3。由于镀层油管腐蚀产物很少,测得表面成分主要为镀层中的 Ni 和 W,同时含有少量 S。由于 W 元素的存在,使得原子间结合力增强,热稳定性增加,空隙率降低,致密度提高。此外,W 元素质量分数大于 21%,说明此时镀层为非晶态合金。非晶态镀层在腐蚀过程中会形成含 W 的致密稳定钝化膜,从而抑制合金的溶解活性。Ni 元素的存在会使表面形成 Ni₂S₃ 腐蚀产物膜,起到很好的隔离缓蚀作用。因此,镍钨合金镀层的耐蚀性能良好。普通连续油管表面的腐蚀产物主要含有 C, O, Fe 和 Mo 等元素,腐蚀产物主要是 FeO/FeCO₃ 的混

表 3 腐蚀产物的能谱分析结果

Tab.3 Results of EDS analysis of the corrosion products

试样	百分比	C	O	Fe	S	Ca	Cr	Ni	W	Mo	Total
普通连续油管	质量分数/%	10.96	35.59	31.24	0.50	1.46	4.10	5.66	—	10.49	100.00
	原子数分数/%	22.81	54.88	13.90	0.39	0.91	1.97	2.41	—	2.73	100.00
镀镍钨连续油管	质量分数/%	4.98	9.67	—	2.05	—	—	61.39	21.91	—	100.00
	原子数分数/%	19.09	25.31	—	2.01	—	—	48.11	5.48	—	100.00

合物,呈红褐色。腐蚀产物膜覆盖在基体表面对耐蚀起到一定的作用,但是由于表面张力的作用,腐蚀产物膜脱落,暴露出的基体在空气中被氧化形成 FeO 。

图7给出了用盐酸腐蚀液去除腐蚀产物后,试样表面的SEM形貌。如图7所示,镍钨合金镀层表面平滑,基本无局部腐蚀,在金相显微镜下观察,无明显的点蚀。普通连续油管表面则腐蚀严重,有明显的点蚀坑。通过金相显微镜观察局部腐蚀坑形貌,测得最大点蚀坑深度为 $213\text{ }\mu\text{m}$,从而算得局部腐蚀速率达到 4.5126 mm/a ,如图8所示。

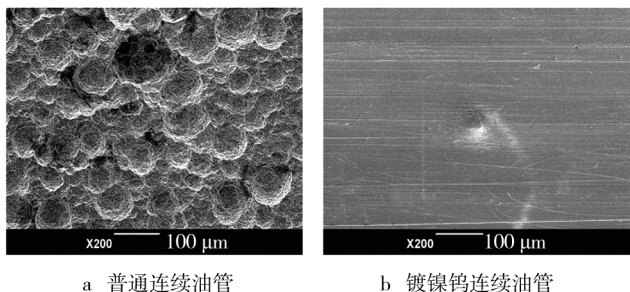


图7 去除腐蚀产物后试样表面的SEM形貌

Fig.7 SEM micrographs of specimen surface after cleaning of the corrosion products

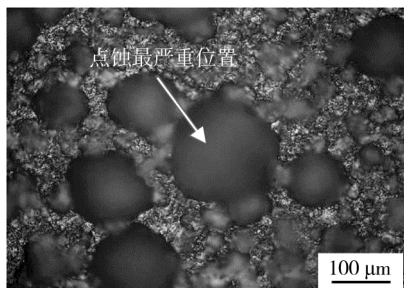


图8 普通连续油管表面局部腐蚀坑微观形貌

Fig.8 Morphology of corrosion pits on the surface of ordinary coiled tubing

3 结论

1) 与普通QT-900连续油管相比,镍钨合金镀层主要含Ni和W两种元素,Fe和Mn元素含量较低。金相分析表明,镀层平均厚度为 $55\text{ }\mu\text{m}$,与基体结合强度较高。

2) 镍钨合金镀层具有良好的耐 CO_2 腐蚀性能,在腐蚀与表面张力共同作用下,镀层平均腐蚀速率为 0.0160 mm/a 。普通连续油管腐蚀极其严重,平均腐蚀速率约为镀层油管的40倍,局部腐蚀速率最高达到 4.5126 mm/a ,属于极严重腐蚀。

参考文献

- [1] 王优强,张嗣伟,方爱国.连续油管的失效形式与原因概述[J].石油矿场机械,1999,28(4):17—18.
WANG You-qiang, ZHANG Si-wei, FANG Ai-guo. Failure Modes and Reason Outlines of Coiled Tubing[J]. Oil Field Equipment, 1999, 28(4): 17—18.
- [2] 朱世东,刘会,白真全,等. CO_2 腐蚀机理及其预测防护[J].热处理技术与装备,2008,29(6):38—40.
ZHU Shi-dong, LIU Hui, BAI Zhen-quan, et al. CO_2 Corrosion Mechanism and Its Forecast Protection[J]. Heat Treatment Technology and Equipment, 2008, 29(6): 38—40.
- [3] ADRICHEM W P. Coiled-tubing Failure Statistics Used to Develop CT Performance Indicators[J]. SPE Drilling & Completion, 2002, 17(3): 159—163.
- [4] LIMA-NETO P D, CORREIA A N. A Comparative Study of the Physicochemical and Electrochemical Properties of Cr and Ni-W-P Amorphous Electrocoatings[J]. Electrochimica Acta, 2006, 12(8): 28—33.
- [5] 詹厚芹,何凤娇,鞠辉,等.电沉积铁镍钨合金性能研究[J].材料保护,2008,41(12):31—33.
ZHAN Hou-qin, HE Feng-jiao, JU Hui, et al. Study of the Properties of Electrodeposited Fe-Ni-W Alloy Coating[J]. Materials Protection, 2008, 41(12): 31—33.
- [6] 万小波,张林,周兰,等.电镀非晶态镍钨合金工艺研究[J].材料保护,2006,39(12):23—25.
WAN Xiao-bo, ZHANG Lin, ZHOU Lan, et al. Electroplating Process of Amorphous Nickel-Tungsten Alloy Coating[J]. Materials Protection, 2006, 39(12): 23—25.
- [7] SANTANA R A C, PRASAD S. Electrodeposition and Corrosion Behaviour of a Ni-W-B Amorphous Alloy[J]. Journal of Applied Electrochemistry, 2006, 13(6): 34—38.
- [8] 苏志俊,袁庆龙,曹晶晶.电刷镀镍钨合金层的抗高温软化性能[J].材料保护,2010,43(1):71—73.
SU Zhi-jun, YUAN Qing-long, CAO Jing-jing. Resistance to Softening at Elevated Temperature of Brush Electroplated Nickel-Tungsten Alloy Coating[J]. Materials Protection, 2010, 43(1): 71—73.
- [9] 周智鹏,赵国鹏,胡耀红,等.镍钨合金电镀工艺的初步研究[J].电镀与涂饰,2010,29(4):5—7.
ZHOU Zhi-peng, ZHAO Guo-peng, HU Yao-hong, et al. Preliminary Study of Nickel-Tungsten Alloy Plating Process[J]. Electroplating and Finishing, 2010, 29(4): 5—7.
- [10] 王邵军,刘含阳,胡勇,等.镀钨合金防腐油管试验研究及应用[J].石油矿场机械,2012,41(11):46—49.
WANG Shao-jun, LIU Han-yang, HU Yong, et al. Research

(下转第15页)

- Electrochemical and Solid-state Letters, 2004, 7(5): 93—96.
- [5] YOON S. Electrochemical Characterizations of Germanium and Carbon-coated Germanium Composite Anode for Lithium-ion Batteries[J]. Electrochemical and Solid-state Letters, 2008, 11(4): 42—45.
- [6] CUI G, GU L. A Novel Germanium/Carbon Nanotubes Nanocomposite for Lithium Storage Material[J]. Electrochimica Acta, 2010, 55(3): 985—988.
- [7] LIU W R, GUO Z Z, YOUNG W S, et al. Effect of Electrode Structure on Performance of Si Anode in Li-ion Batteries; Si Particle Size and Conductive Additive[J]. Journal of Power Sources, 2005, 140(1): 139—144.
- [8] WANG Y. Synthesis of Ge/C Core-shell Nanocomposites for High-performance Lithium Storage in Lithium-ion Batteries[J]. Chemistry, 2013, 8(12): 3142—3146.
- [9] CHENG J. Synthesis of Germanium-Graphene Nanocomposites and Their Application as Anode Materials for Lithium Ion Batteries[J]. CrystEngComm, 2012, 14(2): 397.
- [10] 范长岭, 徐仲榆. 乙炔黑在锂离子电池负极中的贮锂功能[J]. 炭素技术, 2007, 26(1): 19—21.
- FAN Chang-ling, XU Zhong-yu. Lithium Storage Function of Acetylene Black in the Negative Electrodes of Lithium-ion Batteries[J]. Carbon Techniques, 2007, 26(1): 19—21.
- [11] DILEO R A, GANTER M. Germanium-single-wall Carbon Nanotube Anodes for Lithium Ion Batteries[J]. Journal of Materials Research, 2010, 25(8): 1441—1446.
- [12] KIM B C, UONO H, SATO T. Li-ion Battery Anode Properties of Si-carbon Nanocomposites Fabricated by High Energy Multiring-type Mill[J]. Solid State Ionics, 2004, 172(1): 33—37.
- [13] DILEO R A, FRISCO S. Hybrid Germanium Nanoparticle-single-wall Carbon Nanotube Free-standing Anodes for Lithium Ion Batteries[J]. The Journal of Physical Chemistry, 2011, 115(45): 22609—22614.
- [14] LEE J K, SMITH K B, HAYNER C M, et al. Silicon Nanoparticles-Graphene Paper Composites for Li Ion Battery Anodes[J]. Chemical Communications, 2010, 46(12): 2025—2027.
- [15] ENDRES F. Air and Water Stable Ionic Liquids in Physical Chemistry[J]. Physical Chemistry Chemical Physics, 2006, 8(18): 2101—2116.
- [16] 赵运伟, 黄巍, 田海燕, 等. 电泳-电沉积 Ni-金刚石复合镀层及其耐磨性能研究[J]. 表面技术, 2013, 42(2): 77—79.
- ZHAO Yun-wei, HUANG Wei, TIAN Hai-yan, et al. Research on the Ni-diamond Composite Coating by Electrophoretic-Electrochemical Deposition and Its Wear Resistance[J]. Surface Technology, 2013, 42(2): 77—79.
- [17] 刘小勤, 曾冬铭, 徐钦建, 等. 电沉积聚 8-羟基喹啉膜及其耐蚀性的研究[J]. 表面技术, 2013, 42(2): 84—88.
- LIU Xiao-qin, ZENG Dong-ming, XU Qin-jian, et al. Electrodeposition of Poly-8-hydroxyquinoline Films and Its Corrosion Resistance Performance[J]. Surface Technology, 2013, 42(2): 84—88.
- [18] REN J G, WU Q H, TANG H, et al. Germanium-Graphene Composite Anode for High-energy Lithium Batteries with Long Cycle Life[J]. Journal of Materials Chemistry, 2013, 1(5): 1821—1826.
- [19] CUI G, GU L, ZHI L, et al. A Germanium-Carbon Nanocomposite Material for Lithium Batteries[J]. Advanced Materials, 2008, 20(16): 3079—3083.

(上接第 10 页)

- and Application of Tungsten Plated Alloy Oil Well Pipe[J]. Oil Field Equipment, 2012, 41(11): 46—49.
- [11] 雷丹, 林琳, 张国超, 等. 电沉积钨合金镀层的研究现状与应用进展[J]. 全面腐蚀控制, 2012, 26(6): 1—6.
- LEI Dan, LIN Lin, ZHANG Guo-chao, et al. Progress in Research and Application of Electro-deposited Tungsten Alloy Coatings[J]. Total Corrosion Control, 2012, 26(6): 1—6.
- [12] 杜贵平, 李雄涛, 姜立军. 基于电流密度在线监控的电镀工艺工程控制系统[J]. 表面技术, 2010, 39(1): 93—96.
- DU Gui-ping, LI Xiong-tao, JIANG Li-jun. Control System for Electroplating Process Based on On-line Current Density Monitoring[J]. Surface Technology, 2010, 39(1): 93—96.
- [13] 陈月华, 刘永永, 江德凤, 等. 化学镀镍施镀过程稳定性分析[J]. 表面技术, 2013, 42(2): 74—76.
- CHEN Yue-hua, LIU Yong-yong, JIANG De-feng, et al. Evaluation on Plating Stability in Electroless Nickel Deposition[J]. Surface Technology, 2013, 42(2): 74—76.
- [14] 万小波, 张林, 周兰, 等. 镍钨合金镀层结构的研究[J]. 材料保护, 2005, 38(5): 8—10.
- WAN Xiao-bo, ZHANG Lin, ZHOU Lan, et al. Structure of Nickel-Tungsten Alloy Electroplating[J]. Materials Protection, 2005, 38(5): 8—10.
- [15] ISO 7539—2. Corrosion of Metals and Alloys — Stress Corrosion Testing—Part 2 Preparation and Use of Bent-beam Specimens[S].