

微秒脉冲电场下 $\text{Pb}_{0.99}(\text{Zr}_{0.95}\text{Ti}_{0.05})_{0.98}\text{Nb}_{0.02}\text{O}_3$ 陶瓷击穿过程电阻变化规律

刘艺 杨佳 李兴 谷伟 高志鹏

Resistance of $\text{Pb}_{0.99}(\text{Zr}_{0.95}\text{Ti}_{0.05})_{0.98}\text{Nb}_{0.02}\text{O}_3$ under high voltage microsecond pulse induced breakdown

Liu Yi Yang Jia Li Xing Gu Wei Gao Zhi-Peng

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 66, 117701 (2017) DOI: 10.7498/aps.66.117701

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.66.117701>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2017/V66/I11>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

基于 Monte Carlo 的热脉冲法数据分析

Numerical extraction of electric field distribution from thermal pulse method based on Monte Carlo simulation

物理学报.2016, 65(7): 077702 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.077702>

横磁模下介质表面二次电子倍增的抑制

Suppression of secondary electron multipactor on dielectric surface in TM mode

物理学报.2015, 64(13): 137701 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.137701>

聚丙烯中电树枝生长机理研究

The mechanism of electrical treeing propagation in polypropylene

物理学报.2014, 63(17): 177701 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.177701>

基于局部放电理论的聚合物电介质击穿动力学理论研究

Studies on the kinetic theory of polymer dielectric breakdown due to partial discharge

物理学报.2014, 63(11): 117701 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.117701>

交联聚乙烯电缆绝缘材料中电树枝的导电特性研究

Study on conducting characteristics of electrical trees in cross-linked polyethylene cable insulation

物理学报.2012, 61(8): 087701 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.087701>

微秒脉冲电场下 $\text{Pb}_{0.99}(\text{Zr}_{0.95}\text{Ti}_{0.05})_{0.98}\text{Nb}_{0.02}\text{O}_3$ 陶瓷击穿过程电阻变化规律*

刘艺 杨佳[†] 李兴 谷伟 高志鹏[‡]

(中国工程物理研究院流体物理研究所, 冲击波物理与爆轰物理重点实验室, 绵阳 621900)

(2016年12月12日收到; 2017年1月23日收到修改稿)

陶瓷作为应用非常广泛的一种材料, 其电击穿问题一直是研究的重点和热点. 由于击穿过程涉及热、光、电多场耦合效应, 目前还没有一个普适的模型能够解释陶瓷击穿问题. 针对此问题进行分析, 实验中采用脉冲高压发生装置击穿陶瓷, 通过对陶瓷击穿过程中等效电阻的研究, 揭示了PZT95/5陶瓷样品体击穿和沿面闪络形成过程的异同. 结果显示, 在两种击穿模式下, 陶瓷样品内部均会在40 ns左右形成导电通道, 陶瓷等效电阻急剧下降至 $10^5 \Omega$ 量级; 然后体击穿与沿面闪络的导电通道以不同的速率继续扩展; 电阻减小速率与导电通道上载流子的浓度有关, 二者的等效电阻以不同速率减小, 直至导电通道达到稳定.

关键词: $\text{Pb}_{0.99}(\text{Zr}_{0.95}\text{Ti}_{0.05})_{0.98}\text{Nb}_{0.02}\text{O}_3$, 脉冲高压, 击穿, 等效电阻

PACS: 77.22.Jp, 77.90.+k

DOI: 10.7498/aps.66.117701

1 引言

陶瓷的电击穿现象是在各种高电压设备研制和应用过程中受到广泛关注的问题^[1-6]. 在高电压陶瓷电容器、高压变压器、高压脉冲电源设计中, 电击穿问题普遍存在, 并且直接影响这些高压器件的可靠性和寿命. 电击穿过程是一个非常复杂的物理过程, 针对不同的介质特性表现出不同的特点. 在前人研究的基础上, 目前已经建立的电击穿理论包括雪崩击穿理论^[7]、碰撞电离击穿理论^[8]和电荷陷阱理论等^[9]. 但是, 这些理论都无法对所有击穿过程进行准确的描述; 另外, 上述理论都是基于均匀介质展开讨论, 基于复杂体系击穿过程的研究还相对较少. 陶瓷材料是工业中应用最广泛的材料之一, 内部存在晶粒、晶界、气孔、杂质等^[10], 对陶瓷这种典型复杂体系的介电击穿进行研究, 有利于我们未来更好地认识相关材料, 为后续的器件设计提供理论基础.

铁电陶瓷PZT95/5是一种典型的功能陶瓷, 由于其自身的优良储能特性和压电性能^[11], 受到了研究人员和工程师的广泛关注. 极化的PZT95/5陶瓷具有较高的储能密度, 在应力作用下, 能够发生从铁电相到反铁电相的转变, 释放束缚电荷并形成高功率的瞬态电能输出, 因此PZT95/5铁电陶瓷广泛用于脉冲能源装置中^[12-14]. 本文选择极化PZT95/5作为研究对象, 研究其在脉冲电场作用下的两种典型击穿现象, 观测PZT95/5陶瓷在脉冲电场下电击穿过程中的电压波形特征, 结合电路模型分析计算, 得到了样品电阻随击穿过程的变化规律. 这对未来压电换能(PZT)陶瓷的设计与应用具有非常重要的意义.

2 实验

2.1 样品制备

实验所用PZT95/5采用固相合成法制备, 以 Pb_3O_4 , ZrO_2 , TiO_2 和 Nb_2O_5 的粉体为原料, 按分

* 冲击波物理与爆轰物理国防科技重点实验室基金(批准号: 2016Z-04)资助的课题.

[†] 通信作者. E-mail: whuyj168@126.com

[‡] 通信作者. E-mail: z.p.gao@foxmail.com

子式 $\text{Pb}_{0.99}(\text{Zr}_{0.95}\text{Ti}_{0.05})_{0.98}\text{Nb}_{0.02}\text{O}_3$ 的化学计量比配料, 湿法球磨混匀后合成 PZT95/5 粉体. 添加质量分数为 6% 的聚乙烯醇 (PVA) 黏结剂至粉体中, 混合均匀过筛, 然后在 200 MPa 压强下干压成型. 坯体在排塑后放入坩埚, 在铅保护气氛中烧结. 烧结后样品进行加工、清洗, 丝网印刷银电极, 700 °C 下保温 0.5 h 烧银, 最后在直流电场下对被银样品进行极化. 制备好的 PZT95/5 陶瓷的断面扫描电子显微镜 (SEM) 照片如图 1 所示. 从图中可以看出样品陶瓷晶粒尺寸约为 3—6 μm , 样品致密, 无明显孔隙. 该方法制备的 PZT95/5 陶瓷理论密度为 7.8 g/cm^3 , 实验样品的相对密度约为 97%.

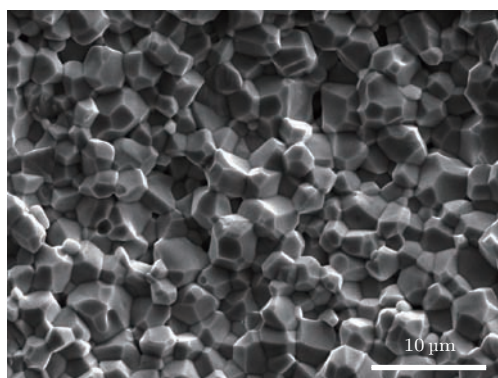


图 1 PZT95/5 陶瓷样品断面的 SEM 照片

Fig. 1. SEM image of PZT95/5 ceramic sample.

PZT95/5 陶瓷的相结构采用日本 Mark Science 公司 MXPAHF 型 X 射线衍射仪进行表征, X 射线衍射 (XRD) 图谱如图 2 所示. 与 PZT95/5 标准图谱 [15] 对比发现, 极化后的陶瓷样品以菱方铁电相 [16] 为主, 存在少量的焦绿石相. 这主要是由于样品制备过程中 Nb_2O_5 掺杂容易使溶胶-凝胶的掺杂不均匀, 以致反应不完全, 形成了少量焦绿石相 [17].

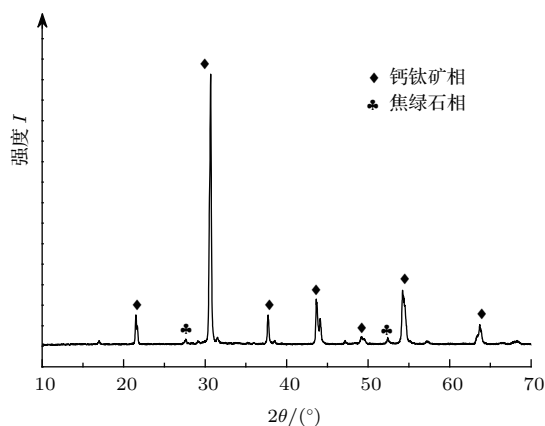


图 2 PZT95/5 陶瓷样品的 XRD 图谱

Fig. 2. XRD patterns of PZT95/5 ceramic sample.

实验样品的静态电滞回线采用德国 aixACCT 公司的 TF Analyzer 2000 系统测试, 样品厚度为 2 mm, 外加电压频率为 0.1 Hz, 结果如图 3 所示. 图中曲线表现出明显的铁电相电滞回线特征: 当电场逐渐增大时, PZT95/5 陶瓷极化强度逐渐增大, 继续增加电场至 2 kV/mm 时陶瓷达到饱和极化; 当电场强度降低时, 极化强度也逐步降低, 但电场强度降为零时, 极化强度不为零, 此时的极化强度称为剩余极化强度; 当电场反转后, 极化强度为零时的反转电场强度称为矫顽电场 (约 1.2 kV/mm).

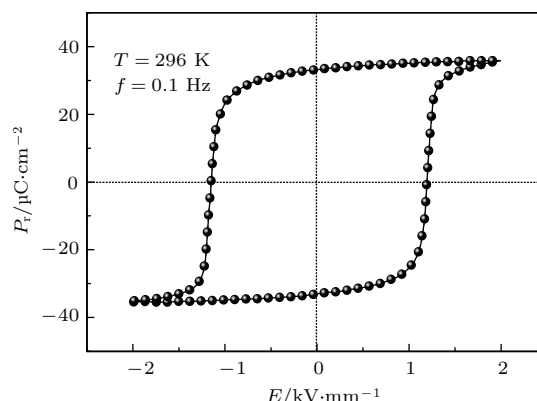


图 3 PZT95/5 陶瓷极化样品电滞回线

Fig. 3. Hysteresis loop of polarized PZT95/5 ceramic sample.

2.2 实验设计

大量实验结果表明, 电击穿发生过程会在材料内部或表面形成一条或多条击穿通道 (又称导电通道), 因此人们常常通过光学方法观测击穿通道的动态变化特征, 以此来研究透明电介质材料的电击穿规律, 但 PZT95/5 陶瓷不具有透光特性, 所以很难用光学方法直接观察其击穿通道变化.

本文主要通过测量材料等效电阻的变化来表征击穿通道的产生和发展过程. 利用微秒脉冲高压发生装置对 PZT95/5 陶瓷样品进行脉冲电压加载, 并对加载电压进行监测, 通过电压曲线的特征, 分析电击穿导电通道在 PZT95/5 陶瓷内或表面的形成过程. 实验装置等效电路如图 4 所示.

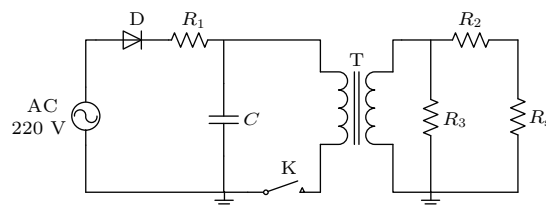


图 4 装置等效电路图

Fig. 4. Circuit of experimental setup.

图4中T为调压器, D为整流二极管, R_1 为充电电阻, C 为脉冲电容, K为触发开关, R_2 为限流电阻, R_3 为保护电阻, R_s 为负载(PZT95/5陶瓷样品), 实验装置相关参数如表1所示. 实验装置采用25号变压器油作为绝缘保护介质, 加载到PZT95/5陶瓷样品两端的电压波形如图5所示.

表1 实验装置相关参数
Table 1. Experimental configuration parameters.

加载电压 U/kV	样品电阻率 ^[18,19] $\rho/\Omega\cdot\text{cm}$	限流电阻 R_2/Ω	保护电阻 R_3/Ω
10	$10^7\text{--}10^{11}$	400	1700

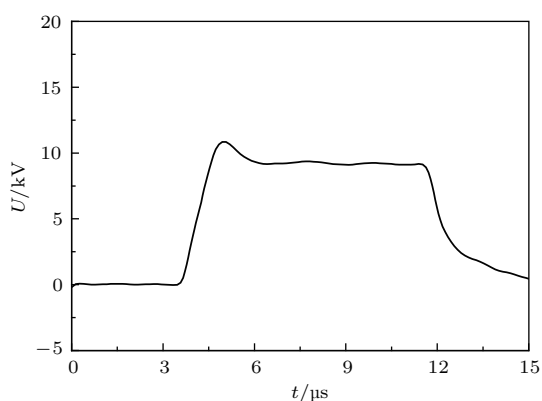


图5 加载电压波形

Fig. 5. Applied voltage curve.

3 实验结果与讨论

3.1 实验结果

体击穿和沿面闪络样品击穿过程中装置输出电压变化如图6所示. 从图中可以看出体击穿和沿面闪络发生后加载电压均会陡降, 体击穿样品的电压变化率约为 $60 \text{ kV}\cdot\mu\text{s}^{-1}$, 沿面闪络样品的电压变化率约为 $14 \text{ kV}\cdot\mu\text{s}^{-1}$, 明显慢于体击穿样品的电压变化率.

3.2 分析

对陶瓷材料而言, 电击穿是一个十分复杂的瞬态过程, 目前还没有准确的模型能够对其机理进行解释. 一般而言, PZT95/5陶瓷材料内部存在少量微裂纹, 在外电场的作用下裂纹的能量为静电能和电-弹性能之和, 裂纹尖端会产生严重的局部电场集中, 随着外部电场的增强, 施加到裂纹上的能量急剧增大, 当外部静电能和电-弹性能高于裂纹的表面能时, 裂纹开裂并逐渐扩展, 形成击穿通道.

击穿通道形成和发展的过程可简单地用材料等效电阻的变化过程来表征. PZT95/5陶瓷样品在发生电击穿前相当于陶瓷电容器, 表现为非线性电介质; 随着击穿过程中导电通道的形成, 样品的电阻特性占据主导作用, 此时可近似作为线性电介质分析其等效电阻的变化. 根据图4实验电路模型, 陶瓷样品电阻 R_s 、样品两端电压 U_s 和装置输出电压 U 在击穿过程中的变化规律可用电路方程描述为

$$U = U_s \cdot \left(1 + \frac{R_2}{R_s}\right). \quad (1)$$

基于脉冲高压发生装置设计原理, 击穿发生时外部输出电压 U 基本不变, 即 $dU/dt = 0$, 且 $U = (R_s + R_2)U_s/R_s$. 由陶瓷样品电阻的电阻率和尺寸参数可得, 击穿前 R_s 值在 $10^9 \Omega$ 量级, U 约等于 U_s , 由(1)式推导可得 R_s 与 U_s 的关系为

$$R_s = \frac{U_s \cdot R_2}{A - U_s}. \quad (2)$$

(2)式中 R_2 已知, 常数 A 可以由陶瓷击穿前样品两端电压确定, 得到样品电阻 R_s 随时间的变化曲线如图7所示.

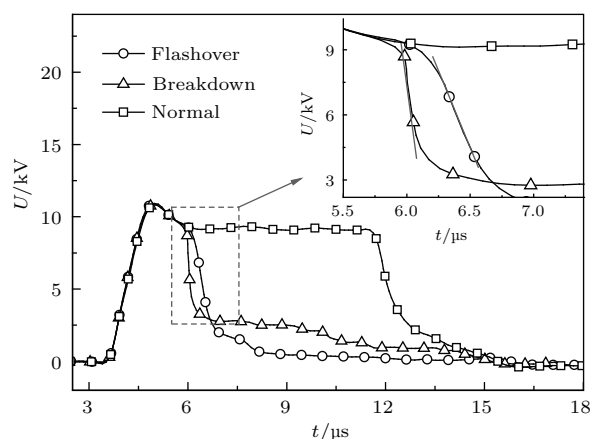


图6 陶瓷击穿电压波形

Fig. 6. The voltage change during body-breakdown and flashover.

图7所示为PZT95/5铁电陶瓷电阻随时间变化的曲线, 根据曲线特征, 可以将样品电阻变化过程分成三个阶段. 在第一阶段, 击穿发生40 ns左右, 体击穿与沿面击穿的击穿通道产生, 样品电阻从 $4 \times 10^8 \Omega$ 迅速下降至 $10^5 \Omega$ 量级, 两者的电阻变化速率一致, 约为 $10^{10} \Omega\cdot\mu\text{s}^{-1}$. 在第二阶段, 样品电阻从 $10^5 \Omega$ 缓慢下降至 $10^2 \Omega$ 量级, 但沿面击穿与体击穿的过程存在较大差别. 首先, 体击穿可以分为两个小阶段, 第I阶段是样品内部孔洞或者微裂纹击穿^[20,21], 在外加电场作用下, 陶瓷内部的孔

洞或裂纹尖端处由于局部电场集中往往率先发生击穿. 第II阶段是晶粒击穿, 孔洞或微裂纹击穿后施加在晶粒上的电场强度增大, 加上载流子产生的热效应的逐渐累积, 最终使得晶粒发生击穿. 而沿面击穿只有一个阶段. 其次, 体击穿达到稳定状态所需时间明显比沿面闪络更短. 在第三阶段, 体击穿和沿面闪络样品的电阻值逐渐趋于稳定, 分别达到 130 和 20 Ω .

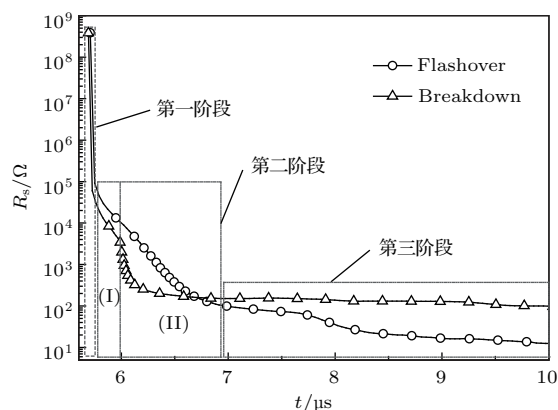


图7 陶瓷电阻变化曲线

Fig. 7. The resistance change during the body-breakdown and flashover.

通常来讲, 在电场作用下铁电陶瓷发生电击穿时, 首先在极短的时间内形成导电通道, 将陶瓷两极贯穿, 样品电阻急剧下降, 同时产生高温^[22], 进一步烧蚀通道周围的介质, 导致样品等效电阻进一步下降, 此后随着导电通道的成形, 电阻值逐渐趋于稳定. 体击穿与沿面闪络的区别在于: 导电通路路径上载流子浓度不同^[23,24], 导致其等效电阻变化规律不同. 对于体击穿, 在导电通道成长阶段, 其附近载流子浓度更高, 有利于电子传导, 导致等效电阻减小速率比沿面闪络更快, 放热效应也更加明显, 对陶瓷的烧蚀分解更加直接, 导电通道内部的温度更高, 内部等离子体扩散系数更大^[25], 因此减少了达到稳定状态所需要的时间; 而对于沿面闪络而言, 导电通道路径在陶瓷与绝缘油的界面上, 其载流子浓度更低^[26], 击穿过程中的放热效应更弱, 使得导电通道的生长速率相对较慢, 在击穿后期, 绝缘油击穿产生的碳化物逐渐附着在沿面闪络通道上, 使得等效电阻继续降低, 所以沿面闪络等效电阻的最终稳定值比体击穿更小.

图8为沿面闪络和体击穿样品击穿通道的SEM照片. 沿面闪络通道的烧蚀程度较弱, 以箭头符号表示的烧蚀区域明显少于未烧蚀区域; 体击穿烧蚀程度较强, 击穿通道上形成了明显的熔融

区, 表明体击穿过程的放热效应确实要强于沿面闪络过程.

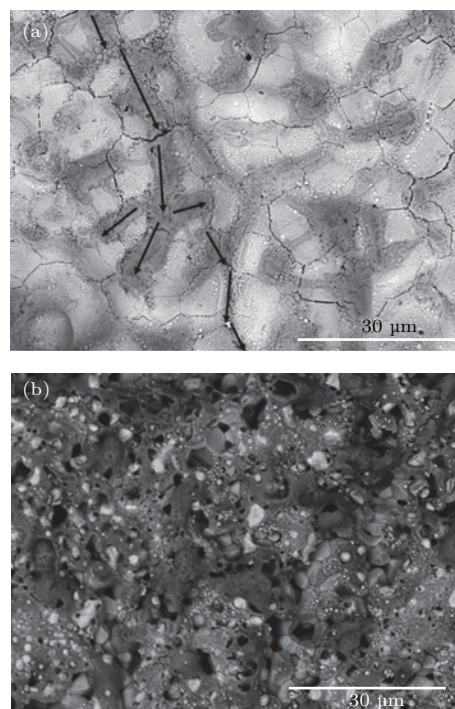


图8 沿面闪络和体击穿样品击穿通道的SEM照片 (a) 沿面闪络; (b) 体击穿

Fig. 8. SEM images of PZT95/5 ceramic samples under flashover and body-breakdown: (a) Flashover; (b) body-breakdown.

4 结 论

本文研究了PZT95/5陶瓷在脉冲高电压作用下的电击穿现象. 根据击穿过程中样品上的电压响应变化得到了电击穿过程中电阻随时间的变化; 基于电阻变化曲线特征, 将击穿过程划分为三个阶段, 即击穿通道产生阶段、击穿通道扩展阶段和击穿通道稳定阶段; 在击穿通道扩展阶段, 介质载流子浓度的差异导致体击穿的导电通道扩展速率明显快于沿面闪络的导电通道扩展速率.

参考文献

- [1] Farouk A M 2014 *High Voltage Engineering* (Boca Raton: CRC press) pp299–349
- [2] Hemmert D, Holt S, Krile J 2007 *Proceedings of 10th Annual Directed Energy Symposium* Huntsville, USA, November 5–8, 2007 p5
- [3] Matsushima H, Okino H, Mochizuki K, Yamada R 2016 *J. Appl. Phys.* **119** 154506
- [4] Kim S C, Heo H, Moon C, Nam S H 2016 *IEEE Trans. Plasma Sci.* **44** 687

- [5] Du J F, Liu D, Bai Z, Yu Q 2016 *Jpn. J. Appl. Phys.* **55** 054301
- [6] Shkuratov S I, Talantsev E F, Menon L, Temkin H, Baird J 2004 *Rev. Sci. Instrum.* **75** 2766
- [7] Forster E O 1990 *J. Phys. D Appl. Phys.* **23** 1507
- [8] Whitehead S 1953 *Dielectric Breakdown of Solids* (Oxford: Clarendon Press) pp37–54
- [9] Tu D M, Wang X S 1993 *Acad. J. Xi'an Jiaotong Univ.* **27** 33 (in Chinese) [屠德民, 王新生 1993 西安交通大学学报 **27** 33]
- [10] Qu Y F 2007 *Physical Behavior of Functional Ceramics* (Beijing: Chemical Industry Press) pp107–118 (in Chinese) [曲远方 2007 功能陶瓷的物理性能 (北京: 化学工业出版社) 第107—118页]
- [11] Wang Y L 2003 *Properties and Applications of Functional Ceramics* (Beijing: Science Press) pp146–154 (in Chinese) [王永龄 2003 功能陶瓷性能与应用 (北京: 科学出版社) 第146—154页]
- [12] Han S M, Huh C S 2016 *IEEE Trans. Plasma Sci.* **44** 1429
- [13] Hu Y H, Yao H Y, Yu Z J, Wang Y Z 2016 *Rare Metal Mat. Eng.* **45** 571
- [14] Du J M, Zhang Y, Zhang F P, He H L, Wang H Y 2006 *Acta Phys. Sin.* **55** 2584 (in Chinese) [杜金梅, 张毅, 张福平, 贺红亮, 王海晏 2006 物理学报 **55** 2584]
- [15] Lan C F, Nie H C, Chen X F, Wang J X, Wang G S, Dong X L, Liu Y S, He H L 2013 *J. Inorg. Mater.* **28** 503 (in Chinese) [兰春锋, 聂恒昌, 陈学锋, 王军霞, 王根水, 董显林, 刘雨生, 贺红亮 2013 无机材料学报 **28** 503]
- [16] Hall D A, Evans J D S, Covey-Crump S J, Holloway R F, Oliver E C, Moria T, Withers P J 2010 *Acta Mater.* **58** 6584
- [17] Wang J X, Wang J, Yang S Y, Bian L 2009 *J. Lanzhou Univ. Technol.* **35** 22 (in Chinese) [王军霞, 王进, 杨世源, 边亮 2009 兰州理工大学学报 **35** 22]
- [18] Lysne P C 1977 *J. Appl. Phys.* **48** 4565
- [19] Wen D Y, Lin Q W 1997 *Detonation and Shock Waves* **3** 27 (in Chinese) [温殿英, 林其文 1997 爆轰波与冲击波 **3** 27]
- [20] Jiang Y X, Wang S Z, He H L 2014 *Chin. J. High Pressure Phys.* **28** 680 (in Chinese) [蒋一萱, 王省哲, 贺红亮 2014 高压物理学报 **28** 680]
- [21] Zhang F P, Du J M, Liu Y S, Liu Y, Liu G M, He H L 2011 *Acta Phys. Sin.* **60** 057701 (in Chinese) [张福平, 杜金梅, 刘雨生, 刘艺, 刘高旻, 贺红亮 2011 物理学报 **60** 057701]
- [22] Pakhotin V A, Zakrevskii V A, Sudar N T 2015 *Tech. Phys.* **60** 1149
- [23] He L, Ji Y Z, Liu G C 2007 *J. Changchun Univ.* **28** 165 (in Chinese) [贺莉, 纪跃芝, 刘国彩 2007 长春工业大学学报 **28** 165]
- [24] Zhang F H 2008 *Ph. D. Dissertation* (Xi'an: Shaanxi University of Science & Technology) (in Chinese) [张方晖 2008 博士学位论文 (西安: 陕西科技大学)]
- [25] Lu Q M, Yang W H, Liu W D 2004 *Nucl. Fusion Plasma Phys.* **24** 33
- [26] Slutsker A I, Hilyarov V L 2011 *Phys. Solid State* **53** 1325

Resistance of $\text{Pb}_{0.99}(\text{Zr}_{0.95}\text{Ti}_{0.05})_{0.98}\text{Nb}_{0.02}\text{O}_3$ under high voltage microsecond pulse induced breakdown*

Liu Yi Yang Jia[†] Li Xing Gu Wei Gao Zhi-Peng[‡]

(National Key Laboratory of Shock Wave and Detonation Physics, Institute of Fluid Physics, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, China)

(Received 12 December 2016; revised manuscript received 23 January 2017)

Abstract

Ferroelectric ceramics have been widely used in lots of fields, such as mechanical-electric transducer, ferroelectric memory, and energy storage devices. The dielectric breakdown process of ferroelectric ceramic has received much attention for years, due to the fact that this issue is critical in many electrical applications. Though great efforts have been made, the mechanism of dielectric breakdown is still under debate. The reason is that the electrical breakdown is a complex process related to electrical, thermal, and light effects. In the present work, we investigate the breakdown process of $\text{Pb}_{0.99}(\text{Zr}_{0.95}\text{Ti}_{0.05})_{0.98}\text{Nb}_{0.02}\text{O}_3$ (PZT95/5) ceramic, which is a kind of typical ferroelectric ceramic working in the high voltage environments. The high voltage pulse generator is used in the breakdown experiments to apply a square pulsed voltage with an amplitude of 10 kV and a width of 7 μs . The resistivity change in the breakdown process is recorded by the high-frequency oscillograph in nano-second. The results show that there are two different breakdown types for our sample, i.e. body-breakdown and flashover. To better understand the breakdown mechanism of the PZT95/5 ceramic, the formation of the conductive channel in ceramic in the process is investigated by comparing the resistivity development in body-breakdown and flashover processes. The development of the conductive channel formation can be divided into three steps in body-breakdown. In the first step that lasts for the first 40 ns of breakdown, the conductive channel starts forming, with the equivalent resistance sharply decreasing to about $10^5 \Omega$ in the mean time. Then, i.e. in the second step, conductive path grows into a stable one with the equivalent resistance decreasing to the magnitude of about $10^2 \Omega$. The resistance decreases slowly to about 130Ω in the third step, which means that the conductive channel is completely formed. The channel formation of flashover can also be divided into three steps. The first step is similar to that of body-breakdown, with the equivalent resistance decreasing to about $10^5 \Omega$ in about 40 ns. In the second step of flashover, the conductive path keeps growing into a stable one with the equivalent resistance decreasing to $10^2 \Omega$, but with a different resistance changing rate from that in body-breakdown, and the resistance decreases slowly to about 20Ω in the end. Different behavior between the body-breakdown and the surface flashover can be explained by different carrier densities on the conductive paths in the two breakdown processes. In the body-breakdown, the carrier density in the conductive channel is higher than that in the surface flashover, which improves the electron transfer and reduces the resistance. This may explain the reason why the channel formation in body-breakdown is faster than in flashover. This study is helpful for further materials design and applications.

Keywords: $\text{Pb}_{0.99}(\text{Zr}_{0.95}\text{Ti}_{0.05})_{0.98}\text{Nb}_{0.02}\text{O}_3$, high voltage pulse, breakdown, equivalent resistance

PACS: 77.22.Jp, 77.90.+k

DOI: 10.7498/aps.66.117701

* Project supported by the Science and Technology Foundation of National Key Laboratory of Shock Wave and Detonation Physics (Grant No. 2016Z-04).

[†] Corresponding author. E-mail: whuyj168@126.com

[‡] Corresponding author. E-mail: z.p.gao@foxmail.com