

## $\beta$ 淬火鈾中的殘余織构\*

黃 崇 明

(中国科学院金属研究所)

由于  $\alpha$  鈾晶粒的各向异性,在輻照下燃料元件发生尺寸外形的变化。人們預期,如能得到具有理想的完全无序晶粒取向的多晶鈾,将不会再有輻照长大問題的存在。近年来,人們一直是采用  $\beta$  处理的办法来消除由于在  $\alpha$  相加工时产生的择优取向。但是,有各种証据表明,  $\beta$  处理只能得到近似的混乱取向,并不能完全消除織构。因此經  $\beta$  处理的鈾中的殘余織构問題一直是人們所关心的。由于經  $\beta$  处理后,鈾的晶粒比較粗大,用一般的 X 射綫方法难于精确測定其中殘存的择优取向,使得对这一問題的了解受到一定的限制。因此有必要对  $\beta$  处理鈾中殘存織构的問題及其測定方法进行研究。本工作采用倒极图的方法来測定  $\beta$  淬火鈾中的殘余織构,对此問題获得了一些初步了解。

### 試 驗 方 法

由于  $\beta$  淬火鈾的晶粒比較粗大,采用人們經常应用的舒尔兹 (Schulz) 的織构測定方法,即使在加有样品振动装置的情况下,所能照射到的晶粒数仍然較少,而且这种方法太花時間,对于进行大量的实验測定是不适宜的。1952 年哈里斯 (Harris)<sup>[1]</sup> 首先发展一种所謂倒极图的方法。采用这种方法,优点很多: 1. 即使在不加样品振动装置的情况下,样品的照射面积也較舒尔兹方法的大許多; 2. 可以用多个样品进行衍射強度的測定,再进行迭加; 3. 可大大节省实验測定時間,适于作大量測定的工作; 4. 可根据倒极图的分布进一步推算出具有各向异性属性的物理性能(如輻照长大、热膨胀等)。因此近年来,对于倒极图方法,特别是应用到鈾的研究上得到了很大的发展。

哈里斯<sup>[1]</sup>首先提出,并經穆勒 (Mueller) 等<sup>[2]</sup>修正后的織构系数公式如下:

$$\rho_{hkl} = \frac{I_{hkl}/I_{hkl}^0}{\frac{1}{n} \sum I_{hkl}/I_{hkl}^0},$$

式中  $I_{hkl}$  为測定样品的衍射綫 (hkl) 的积分強度;  $I_{hkl}^0$  为标准样品(完全混乱取向)的相应強度;  $n$  为測定的綫条数目;  $\rho_{hkl}$  称为織构系数,它表示具有該种取向的晶粒数目与乱取向的偏离程度。若  $\rho > 1$ , 表示取向的較为集中;  $\rho < 1$ , 表示較为稀缺。

根据上述原理,我們在 YPC-50I 衍射仪上进行了衍射強度的測定,采用  $\text{CuK}\alpha$  輻射,自动記錄衍射綫条,求其积分強度。試样大小为  $10 \times 10 \times 1$  毫米<sup>3</sup>。除冷軋样品外,其他处理条件的样品皆測定了四个,以取其強度的数学平均。

所用材料为工业純鈾,其杂质含量如下表所示。

表 工业純鈾中的杂质分布

元 素	C	Fe	Si	Al	Ni	Mn	Cu	N
含量, %	0.083	0.013	0.005	0.009	0.0053	0.0032	0.0007	0.003

\* 参加本工作的还有沈玉忠同志。

原料事先經  $\gamma$  相鍛成 5 毫米厚的坯料, 再在  $300^{\circ}\text{C}$  下軋成 1 毫米厚的鈾片, 以截取 X 射綫試样。热处理系在  $\text{K}_2\text{CO}_3 + \text{Li}_2\text{CO}_3$  的盐浴炉中进行, 在  $670$  和  $700^{\circ}\text{C}$  下保温不同時間后即淬入水中。由于試样很小, 此保温時間即指放入盐浴內的时间。

### 实验結果及討論

沿試样的軋面方向測定了二十多条 (hkl) 衍射綫的強度, 繪成倒极图。这些 (hkl) 晶面的极在 (001) 极图上的分布如图 1 所示。图 2 为对各种处理条件下的样品所得到的倒极图 ( $p$  值分布)。图 2a 为  $300^{\circ}\text{C}$  軋态的加工織构, 表明(114)附近的取向較为集中, 而(010)一角的強度皆趋于一零。图 2b 为在  $640^{\circ}\text{C}$  下退火一小时得到的样品的倒极图。此种再結晶織构与原来的加工織构大致相同, 只不过变得較为漫散, 而且(100)取向有所增强。这些結果与已有的結果<sup>[3]</sup> 皆相符。图 2c, d, e 分别为在  $675^{\circ}\text{C}$  下保温不同時間, 然后水淬的样品的結果。从这里我們可以清楚地看到, 随着保温時間的增长, 原来集中的取向变得逐渐漫散, 而(100)附近  $p$  值仍大于 1; 但是新形成織构却較残余下来的加工織构的量更多。图 2f 为在  $700^{\circ}\text{C}$  下保温 5 分鐘后淬水的結果。根据已有的关于  $\alpha \rightarrow \beta$  相变的研究結果<sup>[4]</sup>, 在  $700^{\circ}\text{C}$  下保温 5 分鐘这种相变就已轉变完全了。从图 2f 看出, 这时已基

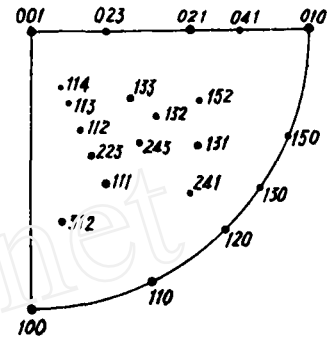


图 1 (hkl) 晶面的极在 (001) 极图上的分布

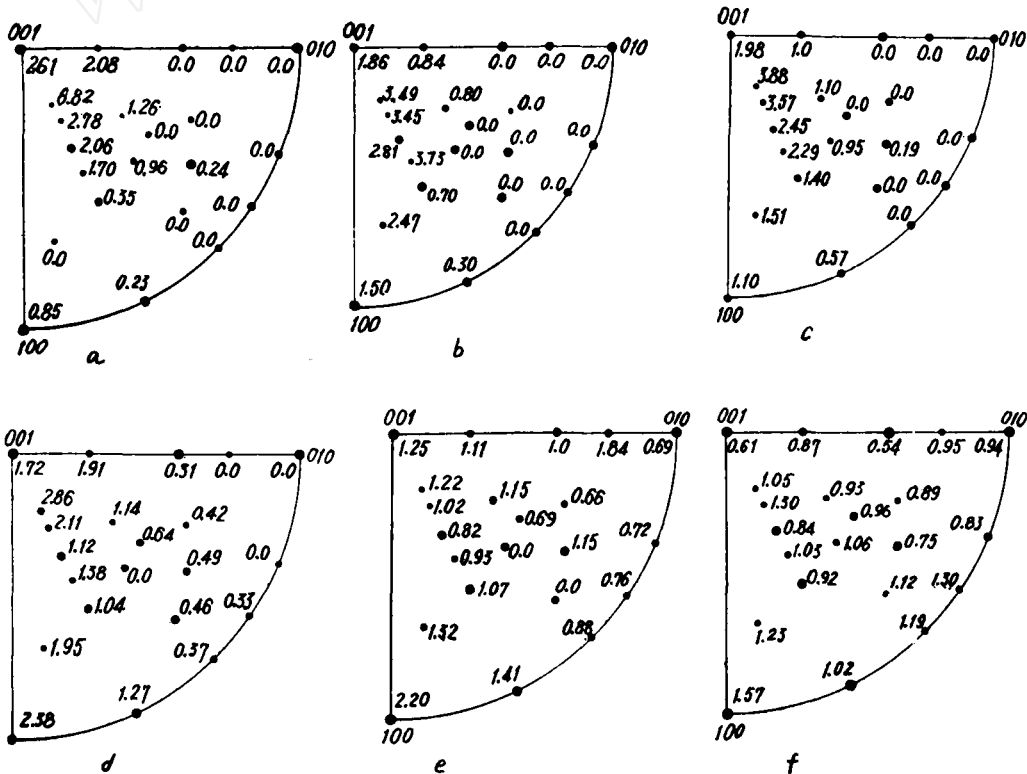


图 2 不同处理条件下鈾的倒极图

a— $300^{\circ}\text{C}$  軋态; b—在  $640^{\circ}\text{C}$  下退火 1 小时; c—在  $675^{\circ}\text{C}$  下保温 10 秒钟, 水淬; d—在  $675^{\circ}\text{C}$  下保温 15 秒钟, 水淬; e—在  $675^{\circ}\text{C}$  下保温 60 秒钟, 水淬; f—在  $700^{\circ}\text{C}$  下保温 5 分钟, 水淬。

本趋于混乱取向,但最終仍然保留着較多的(100)取向。从这里我們还可看到,原始加工織构在該 $\beta$ 相温度下是怎样渐变和消除的,即原来集中的取向向(010)方向漫散的少,而向(100)方向漫散的多,故最后残留下来較多的(100)取向。这个过程可示意地表示于图3。另外,我們从(110)、(021)和(002)三条衍射线强度的变化情况(图4)也可清楚地看到上述的这种过程。由图4a(300°C 軋态的加工織构)到图4d( $\beta$ 转变基本完成后的綫型)的变化,并不是均匀的渐变,如图4b所示,(110)稍有增强,(021)仍未出現;到图4c,(110)已变得很强,而(021)才稍見恢复。这种(110)綫条的优先增强,实际上即表示着(100)取向的优先增强。如果 $\alpha \rightarrow \beta$ 转变沒有別的特点的話,那么 $\beta$ 新相的成核在全部体积中应该是均匀的,因而对择优取向的扰乱也应该是均匀的。因此,上述事实說明,在 $\alpha \rightarrow \beta$ 转变过程中,存在着在随后的 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变中有利(100)取向形成的因素。

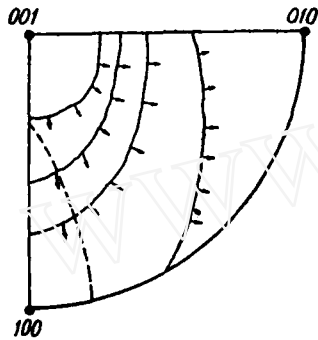
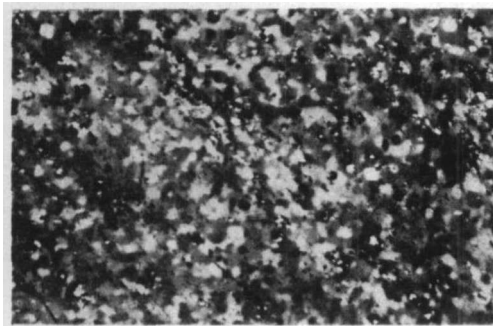
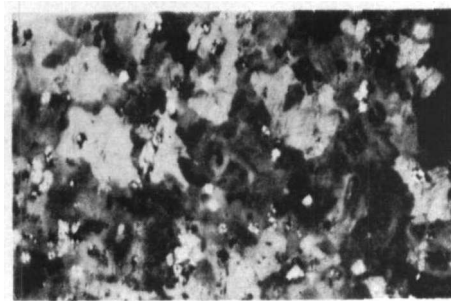


图3 原始加工織构在 $\beta$ 相温度中渐变和消除的示意图

图5为在675°C下保温10秒、15秒后水淬样品的金相組織。从图中可以看到,在675°C下保温10秒钟,組織尚未发生变化,与冷軋后的再結晶組織相同。但保温15秒钟后,晶粒已变得較大,虽然从X射线測定結果看来,尚保留着大量的原始織构,即 $\alpha \rightarrow \beta$ 转变还远未完全,但却已具有 $\beta$ 淬火的类似組織。



(a)



(b)

图5 不同处理条件下鈷的金相組織( $\times 150$ )

a——在675°C下保温10秒钟,水淬; b——在675°C下保温15秒钟,水淬。

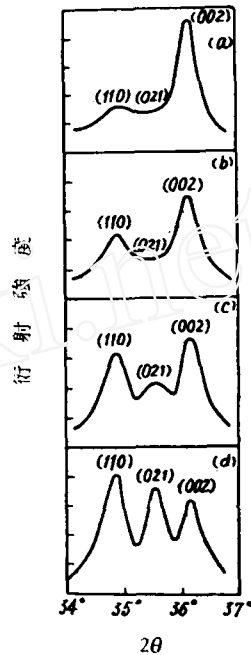


图4 鈷在不同处理条件下的(110)、(021)和(002)三条衍射线强度的变化情况  
a——300°C 軋态; b——在675°C 保温10秒钟,水淬; c——在675°C 保温15秒钟,水淬; d——在675°C 保温60秒钟,水淬。

关于經 $\beta$ 处理的鈷中的残余織构,公开发表的实验測定結果还不很多。多数人从“ $\beta \rightarrow \alpha$

转变是马氏体型”的观点出发,认为经 $\beta$ 处理后残留下来的织构应与处理前的原始织构具有相同的形式。有人认为,在 $\alpha$ 鈦转变成 $\beta$ 相后,由于 $\beta$ 晶粒的长大,推毁了原始 $\alpha$ 晶粒的“记忆”,同时由于每个 $\beta$ 晶粒可转变为八种可能取向的 $\alpha$ 晶粒,因而如果 $\beta$ 晶粒长大到原始 $\alpha$ 晶粒的 $n$ 倍,则经过 $\beta$ 处理后,保留下来的织构,就只能是原始织构量的 $\left\{\frac{1}{n} + \frac{1}{8} \frac{n-1}{n}\right\}^{[5]}$ 。如果这个推论正确的话,那么多次淬火应该对消除织构有利。然而有资料报导,多次淬火并不具有这种优越性。同时,我们的实验结果也说明,当 $\alpha \rightarrow \beta$ 转变尚未完全时,残留下来的织构具有原始织构的形式,这是合乎情理的;而当 $\alpha \rightarrow \beta$ 转变已经完成后,残余织构则不同于原始织构。

由于目前对这个问题的了解还不够,因而对上述结果还难于得到正确的解释。据我们看来,有两种可能性。一种可能是残余织构的形式与热处理条件(如冷却速度、温度梯度等)有关。有人测过顶端淬火样品的残余织构,认为对于较大的冷却速度,沿着热流的方向具有(100)织构<sup>[6]</sup>。此种情况与我们的结果很相类似。另一种可能是,沿着轧面法线方向(100)取向的织构,有些类似于再结晶织构,是否可能经过冷轧的在较低的 $\beta$ 相温度之下,首先是发生再结晶,而同时伴随着相的转变;或者说,再结晶的进行较之相转变的进行更快,在相变完成之前已经形成了部分的再结晶织构,因而最后的残余织构具有再结晶织构的形式。这种现象在 Zr, Ti, Co 等六方晶格结构的金属中早就观察到了。例如文献[7]报导,经过冷加工的 $\alpha$ 鈦加热到较低的 $\beta$ 相温度再冷却下来,得到的织构与原来的再结晶织构完全类似;而在加热到更高的 $\beta$ 相温度时,就开始出现其他成分的织构。有理由预期,这种类似行为也可能在鈦中发生。但由于我们只进行了试样轧面方向的测定,还不足以完全肯定这个问题。总的说来,要把残余织构的性质与原始织构以及热处理条件的关系弄清楚,尚须进行大量的工作。

据我们看来,倒极图方法对于研究晶粒较大而织构不甚显著的情况具有一定的优越性。但是,为了能够进行更为深入的研究,尚有待进一步提高实验的精确度。在这方面,我们感到有三点应注意: 1. 应尽可能的增加照射的晶粒数目,以提高统计性, 2. 有许多线条强度甚弱,难于测准;有一些线条相距甚近,不易分开。这些因素都会带来一些误差。同时在所能测定的一些线条中,它们在极图上的分布也是不够均匀的。这都是我们所不希望的。 3. 真正完全混乱取向的标准强度的取得问题。在本工作中系采用斯特肯(Sturken)等<sup>[8]</sup>的理论强度值作为标准强度。如果改用哈里斯<sup>[11]</sup>从铸态鈦上所得的强度值作为标准强度,那么所得的结果在数值上略有改变,但残余织构的性质及分布的趋势并没有大的变化。值得指出的是,按理论强度值,在所有线条中,以(021)为最强,(110)次之。而哈里斯从铸态鈦中所得的结果表明,最强者为(110),其次为(021)。我们从 $\beta$ 淬火样品上所得的结果也与此类似,而且其偏离程度较铸态鈦更大。并且观察到比值 $I_{002}/I_{110}$ 随 $\beta$ 相保温时间的增长而逐渐减小(图6),趋向于偏离理论强度更大的比值。同时根据资料报导<sup>[9]</sup>,认为铸态鈦也存在有择优取向的可能。对这些现象目前都难于作出正确的判断。正是由于我们所讨论的是微弱的残余织构的测定问题,因此真正代表完全混乱取向的标准强度值的选取就显得特别重要。为了能更加提高实验的精确度,

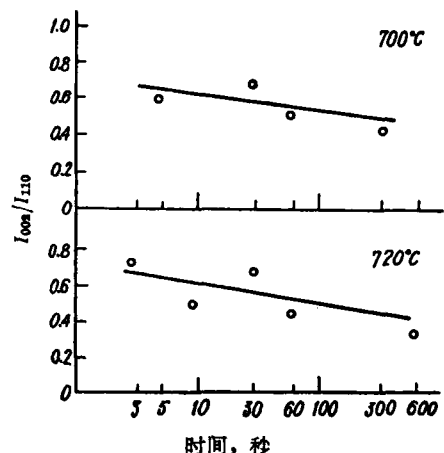


图6 鈦在不同的 $\beta$ 相温度中保温不同时间后水淬,其保温时间对比值, $I_{002}/I_{110}$ 的影响

上述的这些問題皆有待于解决。

### 結 語

采用倒极图方法测定了 $\beta$ 淬火鈾中的残余織构,观察到冷軋鈾在 $\beta$ 相温度保温过程中,原始加工織构的渐变及消除过程。当 $\alpha \rightarrow \beta$ 轉变未完全时,淬火鈾的残余織构具有原始織构的形式。但在 $\alpha \rightarrow \beta$ 轉变完全后,残余織构的性質不同于原始織构。

为了进一步提高残余織构测定的精确度,还有許多問題需要解决。

### 参 考 文 献

- [1] G. B. Harris, *Phil. Mag.*, **43**, 113 (1952).
- [2] M. H. Mueller et al., *Trans. AIME*, **212**, 39 (1958).
- [3] J. Adams and J. Stephenson, *J. Inst. Met.*, **82**, 561 (1953—54).
- [4] I. F. Barwood, B. R. Butcher, *J. Nucl. Mater.*, **8**, 232 (1963).
- [5] B. R. Butcher, *J. Nucl. Energ.*, **1**, 273 (1957).
- [6] J. W. Starbuck and H. C. Kloepper Jr., USAEC Report MCW-1433, 195 (1959).
- [7] J. H. Keeler and A. H. Geisler, *Trans. AIME*, **203**, 395 (1958).
- [8] E. F. Sturcken and Ben Post, *Adv. in X-Ray analys.*, Vol. 4, p. 85, 1960.
- [9] B. R. Butcher, *Inst. Metals Symposium on Uranium and Graphite*, p. 25, 1962.

(编辑部收稿日期 1964年10月20日)

