

# 工作简讯

## α 铀 假 单 晶 体 的 制 备

周邦新 孔令樞

铀从熔化状态凝固后冷却到室温，要经过两次同素异形转变，同时伴随着体积的变化。因而，采用熔态凝固或相变的方法不能获得完整的单晶体，只能得到类似多边化结构的不完整单晶体，称为假单晶体<sup>[1]</sup>。如果将假单晶进行适度的变形，然后在α相区内退火，可以得到完整的单晶体<sup>[2]</sup>。虽然制备单晶体是一件比较麻烦的事情，但是用单晶体作为样品来研究金属的某些特性时，例如研究形变机理、氧化速率的各向异性等，可作出更为准确的判断。本文叙述了α铀假单晶体的制备方法和它们的结构特征，以及研究氧化各向异性的一点初步结果。

截面为 $1.5 \times 2 \text{ mm}^2$ 、长约30 mm的铀条，经电解抛光后真空密封在石英管内，然后放入带有温度梯度分布的管式电炉内，为了加大炉温的梯度，在炉管的一端放入一只水冷铜套。炉体移动速度可在0.2~2 mm/小时范围内变化。当炉温保持在 $920^\circ\text{C}$ 时，在 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变温度附近的温度梯度为 $12^\circ\text{C}/\text{mm}$ ，炉温波动不大于 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。当样品从β相区（样品的另一部份可能处在γ相区）通过炉体移动而逐渐冷却到α相后，就得到了假单晶体。用X光劳厄照相测定假单晶体的取向，并用电解抛光蚀刻及氧化着色等技术<sup>[3]</sup>显示其结构。

图1是28个假单晶体的轴向分布，取向是混乱的，并没有一定的规律性。图2(a)，(b)是两种典型结构的假单晶组织，一种假单晶体的亚晶粒沿轴向成条状分布，另一种则成网状。在同样的冷却速度下，条状的亚晶要比网状的亚晶大。从图2中可以看出样品经电解抛光蚀刻后，在亚晶中有许多排列整齐的蚀斑，有的是点，有的是线(图2(c))，类似于在其它金属中用蚀刻法显示出的位错露头点。图3(a)，(b)是对应于图2(a)，(b)中不同亚晶组织的X光劳厄照片。长条状的亚晶组织，劳厄斑点较明锐，细小网状的亚晶组织只能产生漫散模糊的劳厄斑点。随着冷却速度减慢，亚晶增大，劳厄斑点也更明锐(图3 c)，在个别地区还可得到较完整的劳厄斑点(图3 d)。

当炉体移动速度大于1 mm/小时，得到假单晶体中的亚晶较小，劳厄斑点漫散。如果炉体移动速度在0.4~0.6 mm/小时范围内，在获得的假单晶体中，大部份的亚晶成条状，劳厄斑点也较清晰。如果再减慢炉体移动速度，由于炉温波动而无法看出减慢炉体移动速

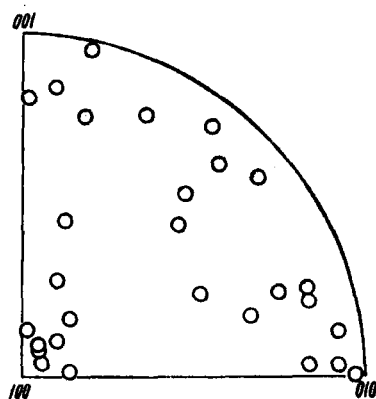


图1 28个假单晶体的轴向分布



图 2  $\alpha$  铀假单晶体中的亚晶结构  
(a) 沿轴向成条状的亚晶( $\times 160$ ); (b) 网状亚晶( $\times 160$ );  
(c) 经蚀刻后显露的蚀点和蚀线( $\times 720$ )。

度的效果。

图 4 是一个假单晶体在 20 mm 长度内取向分散的情况(每隔 5 mm 测定一次)。该假单晶的轴向接近  $\langle 100 \rangle$ , 但不同亚晶间的取向较分散, 约分布在  $20^\circ$  范围内。在该样品的端头, 有另一个假单晶, 它的轴向远离  $\langle 100 \rangle$ , 在  $\langle 010 \rangle \sim \langle 001 \rangle$  连线之间, 轴向接近  $\langle 100 \rangle$  的假单晶中的亚晶较大, 成条状; 而轴向远离  $\langle 100 \rangle$ 、在样品端头的那个假单晶的亚晶较小, 成网状。亚晶的大小和形状, 除了与相变时的冷却速度有关外, 还和假单晶的取向有关。这可能是因为相变时因体积变化引起的变形特征, 以及位错攀移的情况将受到晶体取向影响的缘故。

图 5 是  $\alpha$  铀单晶体的  $(100)$  标准极图, 我们根据 X 射线劳厄照片上的斑点, 画出了所有能产生衍射的晶面位置, 并根据劳厄斑点的强弱, 用大小不同的黑点,

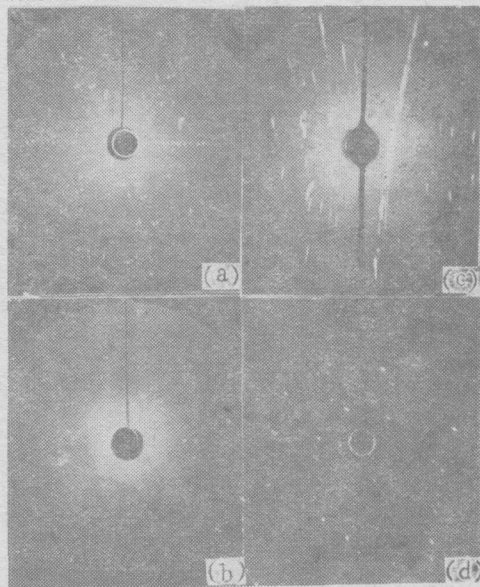


图 3 亚晶组织不同的  $\alpha$  铀假单晶体的背反射劳厄照片  
(a), (b) 与图 2(a), (b) 相对应。

大致标出了各个晶面的衍射强度。与目前从文献中能找到的  $\alpha$  铀单晶体的标准极图比较, 这张极图更为完善。用它进行单晶体定向, 结果更为准确可靠。

假单晶体经过在醋酸-过氧酸 (4:1) 电解液中电解抛光后, 在空气中加热至  $\sim 150^\circ\text{C}$ ,

观察了氧化膜的干涉颜色和晶面取向间的关系。我们的工作已证明<sup>[3]</sup>  $\alpha$  轴在这种电解液中电解抛光后，在空气中低温氧化时生成的氧化膜，它与母体金属间保持着一定的取向关系，氧化膜的晶粒产生了明显的择优取向，这时能较好地显示出  $\alpha$  轴氧化速率的各向异性。由于晶面取向不同，生成氧化膜的厚度不同，只要氧化膜的厚度不超过  $\sim 2000 \text{ \AA}$ ，可以通过不同的干涉颜色来判断氧化膜厚度的差别。弗林特(Flint)等的工作已表明<sup>[4]</sup>，当铈氧化成深黄色时，氧化膜的厚度约为  $1000 \text{ \AA}$ ，成紫色、蓝色时，厚度约为  $1300 \sim 1400 \text{ \AA}$ 。图 6 中用不同符号标出了不同晶面在同一条件下氧化着色后的不同色彩，当取向接近  $(100)$  的晶面被氧化成紫色至蓝色时，取向接近  $(001)$  和  $(010)$  的晶面还保持着白色或浅黄色。取

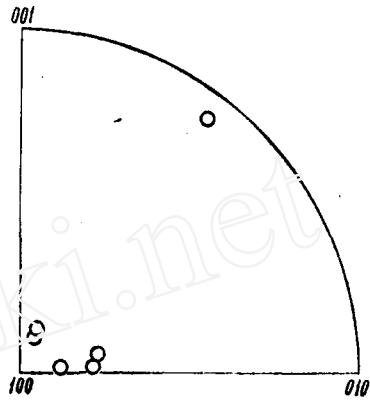


图 4 一个假单晶体在 20 mm 长度内亚晶取向(轴向)分布

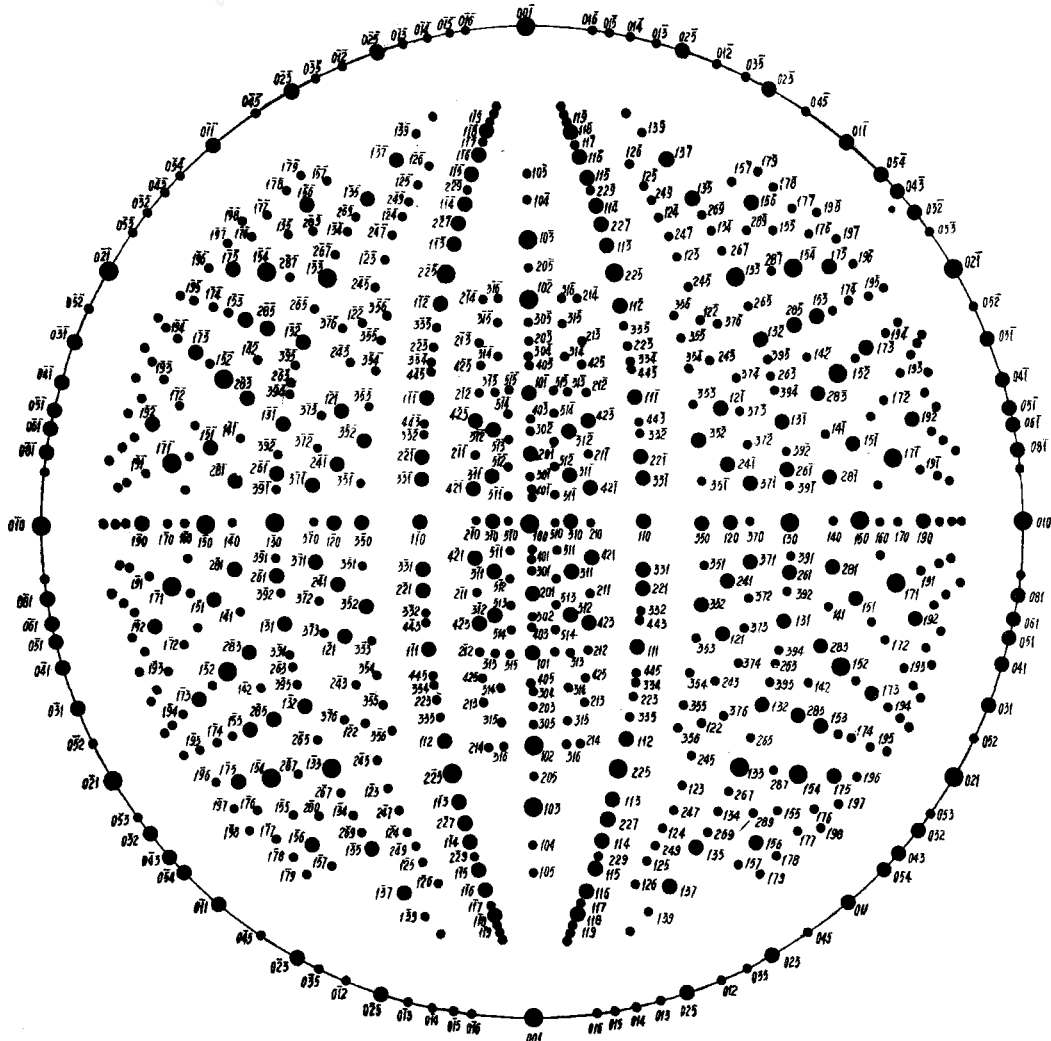


图 5  $\alpha$  轴单晶体的(100)标准极图

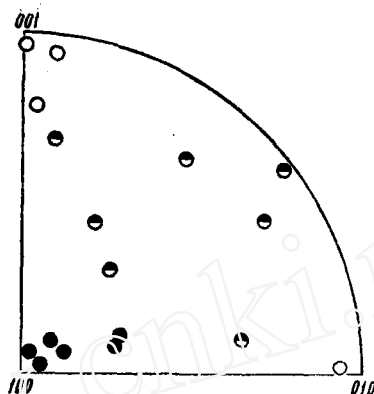


图 6 在同一条件下氧化后, 氧化膜的颜色和晶面取向间的关系  
○——白或浅黄色; ●——深黄色; ●——紫或蓝色。

向接近(100)的晶面比较容易氧化, 而取向接近(001)和(010)的晶面则不易氧化。根据这种氧化速率的各向异性所显出的不同干涉颜色, 有可能利用它来对不同结构的 $\alpha$ 铀样品进行初步定性的比较。虽然 $\alpha$ 铀的氧化速率各向异性是人所共知的事, 并已应用来显示晶粒组织, 作为金相研究的一种常用方法, 但还未见到有关研究 $\alpha$ 铀单晶体(或假单晶)氧化速率各向异性的报道。

### 参 考 文 献

- [1] J. H. Gittus, Uranium, Metallurgy of the Rarer Metals-8, Butterworths, London, 1963.  
 [2] P. Lacombe & D. Calais, The Second United Nations International Conference on the Peaceful Uses of Atomic Energy, Geneva, Vol. 6, p. 3, 1958.  
 [3] 周邦新、孔令枢, 原子能科学技术, 3, 249(1965).  
 [4] O. Flint et al., Acta Met., 2, 696(1954).

## 排代法的离子交换动力学及平衡研究 在螯合剂存在下稀土元素在阳离子 树脂和水溶液间的分离因数

陶祖胎 邵品西\* 赵爱民 修文功

(兰州大学现代物理系)

在利用 DTPA 或 NTA 为螯合剂的离子交换排代法中, 相应条件下的相邻元素 A 和 B 在阳离子交换树脂与水溶液之间的分离因数, 对于计算最小排代距离<sup>[1]</sup>和对流出曲线进行理论分析<sup>[2]</sup>是必不可少的。分离因数的定义为<sup>[3]</sup>:

\* 现在南开大学化学系工作。