

Nb 元素含量对 U-Nb 合金显微组织和比热容的影响

段丽美, 袁自立, 高 瑞, 杨振亮, 李冰清, 褚明福

(中国工程物理研究院 材料研究所, 绵阳 621900)

摘要: U-Nb 合金具有良好的耐腐蚀性、结构稳定性和加工性, 是核领域重要的结构材料。制备了不同 Nb 元素含量的淬火态 U-Nb 合金, 对其显微组织和比热容进行了研究。结果表明: 淬火态 U-2Nb 合金中存在大量粗针状马氏体; 随着 Nb 元素含量的增加, 马氏体逐渐消失, U-Nb 合金形成等轴晶组织; 随着 Nb 元素含量增加和温度的升高, U-Nb 合金的比热容逐渐增大; 当温度超过 650 °C 时, U-Nb 合金发生了相变, 比热容显著减小。

关键词: U-Nb 合金; 显微组织; 比热容; 相变; 闪光法

中图分类号: TB31; TL352.2

文献标志码: A

文章编号: 1001-4012(2024)03-0001-03

Effect of Nb content on the microstructure and the specific heat capacity of U-Nb alloys

DUAN Limei, YUAN Zili, GAO Rui, YANG Zhenliang, LI Bingqing, CHU Mingfu

(Institute of Materials, Chinese Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, China)

Abstract: U-Nb alloy had good corrosion resistance, structural stability and processability, it was an important structural material in the nuclear field. Quenched U-Nb alloys with different Nb element contents were prepared, and their microstructure and specific heat capacity were studied. The results show that there was a large amount of coarse needle like martensite in the quenched U-2Nb alloy. As the content of Nb element increased, martensite gradually disappeared, and U-Nb alloy formed equiaxed crystal structure. With the increase of Nb element content and temperature, the specific heat capacity of U-Nb alloy gradually increased. When the temperature exceeded 650 °C, the U-Nb alloy underwent phase transformation and the specific heat capacity significantly decreased.

Keywords: U-Nb alloy; microscopic organization; specific heat capacity; phase transition; flash method

金属 U 具有独特的核性能, 是核能领域最重要的裂变材料。然而金属 U 的化学性质极为活泼, 与常见的氧气、水、氢气等极易发生化学反应^[1], 不仅影响其使用性能, 还会带来严重的安全隐患。通常采用合金化的方法获得化学性质较为稳定的 U 合金, 如核工程材料 U-Nb 合金是金属 U 中添加了一定量的 Nb 元素, U-Nb 合金的耐氧化腐蚀性、耐氢化腐蚀性较好^[2], 并具有较好的结构稳定性和加工性能, 合金

化方法极大地提升了金属 U 的使用性能。

比热容是评价材料热性能的重要参数之一, 不仅可以衡量材料的吸热和放热能力, 还可以间接获得材料的微观结构、相变等信息。目前, 各类材料基本性质数据库中大部分都收录了比热容数据, 因此对 U-Nb 合金比热容等热物理性能参数的研究工作至关重要。PARKER 等^[3]首次提出了采用闪光法测量材料的热扩散系数, 并结合比较法获得材料的比热容。NAKAMURA 等^[4]采用闪光法+比较法测试了金属 U 的比热容。闪光法属于瞬态法测试, 该法基于一维导热模型, 试样通常为薄片状。闪光法的测试原理为: 在某一恒定温度下, 激光源发射一束短脉冲激光, 均匀地照射在试样的下表面; 试样下表面吸收激光能量后温度瞬间上升, 并将能量传递

收稿日期: 2023-05-06

基金项目: 国家自然科学基金项目(52174348, U20B2021, U22B20129); 中国工程物理研究院军民融合基金项目(JMJ202101)

作者简介: 段丽美(1986—), 女, 高级工程师, 主要从事核材料的分析及表征工作

通信作者: 李冰清, libingqingchina@163.com

至试样上表面;对比待测试样与标准试样温度升高的最大值,结合能量平衡方程,即可得出待测试样的比热容。近年来,闪光法凭借其测试范围大、适用材料广、温域宽、周期短、对测试环境要求较低等优点,广泛用于测试金属材料的热物理性能^[5]。

Nb元素含量对U-Nb合金的显微组织和性能影响很大。为研究Nb元素含量对U-Nb合金显微组织和比热容的影响规律,笔者制备出不同成分的淬火态U-Nb合金,讨论了U-Nb合金显微组织的演变过程,研究了U-Nb合金从室温到750℃比热容的变化规律。

1 试验材料与方法

1.1 试验材料

在99.998%(体积分数)的高纯氩气保护下,将纯度为99.90%(质量分数)的铌丝和纯度为99.99%(质量分数)的金属U通过电弧熔炼熔化制成合金。为保证试样成分的均匀性,每个试样均反复熔炼4次。将熔炼获得的试样用石英管真空封装(见图1),然后在1000℃下保温24h并进行水淬,以保证试样成分均匀。分别制备Nb元素质量分数为2.0%,3.5%,4.5%,5.7%的4种U-Nb合金,分别编号为U-2Nb、U-3.5Nb、U-4.5Nb和U-5.7Nb。

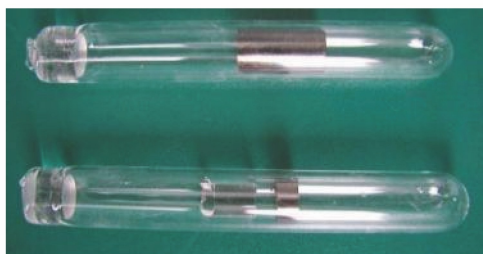


图1 U-Nb合金试样封装石英管

1.2 比热容测试方法

将U-Nb合金加工成尺寸为12.7 mm×3 mm(直径×厚度)的薄片状试样,将试样表面磨削平整,平行误差控制为不大于0.5%。测试温度为25~750℃,测试温度间隔为50℃,升温速率为10℃/min。测试过程全程采用氩气保护,氩气流量为400 mL/min。为提高试样对激光的吸收能力,并确保测试试样和标准试样对激光的吸收能力相同,测试之前在试样上、下表面各喷涂一层石墨喷雾。测试完成后,采用Cape-Lehman模型对测试数据进行拟合,得出测试试样的温度升高最大值,并与标准试样进行对比,进而得出U-Nb合金的比热容数据。

1.3 相变温度测试

采用差式扫描量热法(DSC)对U-Nb合金进行相变温度测试,具体测试过程为:首先把空的氧化铝坩埚放在测试位和参比位,得出DSC基线,基线的测试温度为40~800℃,升温速率为10℃/min,测试过程全程采用氩气保护;将U-Nb合金试样加工成尺寸为5 mm×2 mm(直径×厚度)的小薄片,置于坩埚测试位,测试出U-Nb合金的DSC曲线,去除基线背景后即可得到U-Nb合金升温过程中的相变温度数据。

1.4 显微组织形貌分析

采用激光共聚焦显微镜观察U-Nb合金的显微组织形貌。

2 试验结果与讨论

图2为4种U-Nb合金的显微组织形貌。由图2可知:U-Nb合金的显微组织致密、均匀,Nb元素可以细化金属U的晶粒尺寸,有助于提升材料的力学性能;当Nb元素的添加量(质量分数,下同)为2.0%时,材料的显微组织中可观察到大量粗针状马氏体;当Nb元素的添加量增加至3.5%时,马氏体变为细针状;当Nb元素的添加量进一步增加至4.5%时,细针状马氏体逐渐消失,形成了等轴晶组织。

图3为4种U-Nb合金的DSC测试结果。由图3可知:4种U-Nb合金均在温度为600~700℃时发生了显著相变;U-2Nb合金的相变温度为659.6℃,U-3.5Nb合金的相变温度为663.1℃,U-4.5Nb合金的相变温度为657.7℃,U-5.7Nb合金的相变温度为658.1℃。结合U-Nb合金的平衡相图可知^[6],U-2Nb、U-3.5Nb、U-4.5Nb合金的相组成转变为 $\alpha+\gamma_1$,U-5.7Nb合金的相组成转变为 γ_1 。U-Nb合金的相变过程伴随着热量的变化,进而对合金的比热容造成影响。

图4为4种U-Nb合金的比热容测试结果。由图4可知:随着Nb元素添加量的增加,U-Nb合金的比热容逐渐增大;当温度为室温至650℃时,U-Nb合金的比热容随着温度上升而持续增大,当温度超过650℃时,U-Nb合金的比热容显著减小。通常在晶体结构未发生变化的情况下,随着温度升高,比热容会逐渐增大,这与室温至650℃时U-Nb合金的比热容变化规律相对应,而当温度超过650℃时,U-Nb合金发生了相变,因此合金的比热容突然减小。

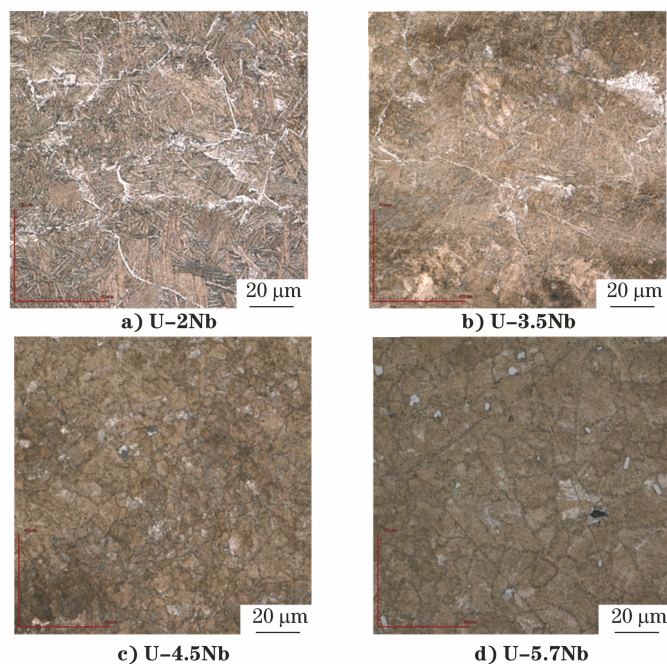


图2 4种U-Nb合金的显微组织形貌

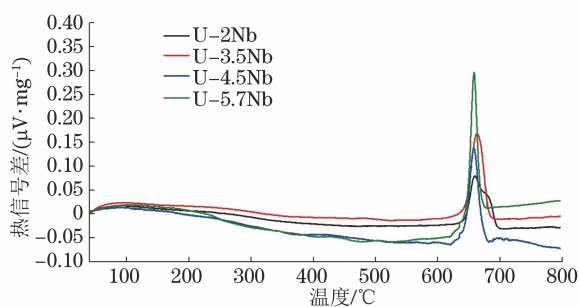


图3 4种U-Nb合金的DSC测试结果

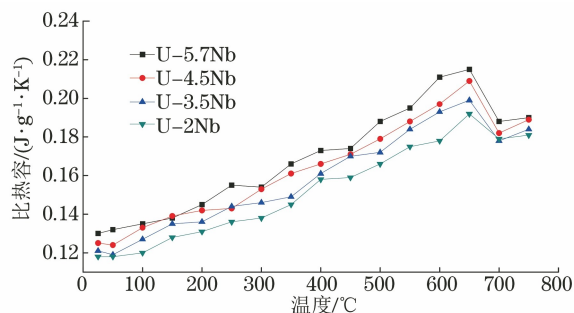


图4 4种U-Nb合金的比热容测试结果

3 结论

(1) 由不同Nb元素含量的淬火态U-Nb合金的显微组织形貌可知,U-2Nb中存在大量粗针状马氏体,随着Nb元素含量的增加,马氏体逐渐变细、变小,最终形成了等轴晶组织。

(2) 当温度为室温至650℃时,U-Nb合金的比热容随着温度上升而逐渐增大。当温度超过650℃时,因U-Nb合金发生相变,其比热容显著下降。U-2Nb、U-3.5Nb、U-4.5Nb合金的相组成转变为 $\alpha+\gamma_1$,U-5.7Nb合金的相组成转变为 γ_1 。

参考文献:

- [1] BANOS A, HARKER N J, SCOTT T B. A review of uranium corrosion by hydrogen and the formation of uranium hydride[J]. Corrosion Science, 2018, 136: 129-147.
- [2] 蒙大桥,陈向林,陈冬,等. 铀铌合金结构及性能调控研究进展[J]. 材料科学与工艺, 2020, 28(3): 31-41.
- [3] PARKER W J, JENKINS R J, BUTLER C P, et al. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity[J]. Journal of Applied Physics, 1961, 32(9): 1679-1684.
- [4] NAKAMURA J I, TAKAHASHI Y, IZUMI S I, et al. Heat capacity of metallic uranium and thorium from 80 to 1 000 K[J]. Journal of Nuclear Materials, 1980, 88(1): 64-72.
- [5] 姚凯,郑会保,刘运传,等. 导热系数测试方法概述[J]. 理化检验(物理分册), 2018, 54(10): 741-747.
- [6] D'AMATO C, SARACENO F S, WILSON T B. Phase transformations and equilibrium structures in uranium-rich niobium alloys[J]. Journal of Nuclear Materials, 1964, 12(3): 291-304.