

# 团 体 标 准

T/CNS 78—2022

## 金属材料液态铅铋控氧环境中 慢拉伸试验方法

Test method for slow strain rate tensile in liquid lead-bismuth environment with  
controlled oxygen concentration for metallic materials

2022 - 12 - 16 发布

2023 - 04 - 01 实施

中国核学会 发布



# 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 总体要求 .....	1
5 试验仪器和设备 .....	1
6 试样制备和要求 .....	2
7 试验条件和步骤 .....	2
8 试验结果观察及评定 .....	3
9 试验报告 .....	3
附录 A（资料性） 高温液态铅铋慢拉伸试验装置示意图 .....	4
附录 B（资料性） 电极电位、温度与溶解氧浓度的关系 .....	6
参考文献 .....	7



## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国核学会提出。

本文件由核工业标准化研究所归口。

本文件起草单位：广东腐蚀科学与技术创新研究院、中国科学院金属研究所、中广核研究院有限公司、中国核动力研究设计院、生态环境部核与辐射安全中心、核工业标准化研究所。

本文件主要起草人：谭季波、吴欣强、张强、韩恩厚、邓平、高军、孙海涛、郭彦辉。



# 金属材料液态铅铋控氧环境中 慢拉伸试验方法

## 1 范围

本文件规定了金属材料液态铅铋控氧环境中慢拉伸试验的总体要求、试验仪器和设备、试样制备和要求、试验条件和步骤、试验结果表征及数据处理、试验报告等内容。

本文件适用于金属材料在液态铅铋环境中的拉伸力学性能与液态金属脆化行为的评价。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 10123 金属和合金的腐蚀 基本术语和定义

GB/T 15970.1 金属和合金的腐蚀 应力腐蚀试验 第1部分：试验方法总则

GB/T 15970.4 金属和合金的腐蚀 应力腐蚀试验 第4部分：单轴加载拉伸试样的制备和应用

GB/T 15970.7 金属和合金的腐蚀 应力腐蚀试验 第7部分：慢应变速率试验

YB/T 5344 铁-铬-镍合金在高温水中应力腐蚀试验方法

## 3 术语和定义

GB/T 10123、GB/T 15970.1、GB/T 15970.7和YB/T 5344界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**液态金属致脆 liquid metal embrittlement**

材料与液态金属接触发生腐蚀，塑性降低乃至低应力脆断的现象。

## 4 总体要求

4.1 本文件所规定的试验涉及高温液态铅铋特殊工况，试验人员应具备相关高温液态铅铋反应釜的基本操作技能及高温氧化和力学专业背景知识。

4.2 应定期对试验系统中的位移传感器、载荷传感器、热电偶和溶解氧电极进行检测或计量标定，保证相关试验参数和结果的可信度。

4.3 铅铋蒸汽对人体有害，需保证试验环境通风，试验人员应佩戴防毒面具进行试验操作。

## 5 试验仪器和设备

### 5.1 反应釜

5.1.1 反应釜釜体、釜盖应采用不锈钢或耐蚀合金制造，设计温度一般不低于 600℃，压力为常压。釜体一般为整体锻造成型，特殊情况下也可焊接结构，但应进行无损检测。

5.1.2 釜体与釜盖之间及釜上引出的各测试孔均需具有良好的密封性能。

5.1.3 反应釜应设有安全保护装置，并定期检查安全保护装置的可靠性。

5.1.4 釜内试样支架和加载轴等可采用耐高温耐腐蚀材料加工制作，如采用奥氏体不锈钢、铁铬铝合金等材料制成。

5.1.5 反应釜应配备相应的冷却水系统，以保护密封圈、外部传感器及其它不耐高温试验装置。

5.1.6 图 A.1 和图 A.2 给出了推荐的高温液态铅铋慢拉伸试验装置示意图。

## 5.2 加热及控温装置

5.2.1 宜采用电加热方式。

5.2.2 加热装置及控温仪器应满足试验要求的升、降温速率，并保持反应釜内温度均匀，温度偏差不大于 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.3 控温精度： $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 。

## 5.3 加载装置

5.3.1 反应釜需配备慢应变速率拉伸加载系统。慢应变速率拉伸加载系统在高温液态铅铋环境下能够精确实现应力控制、位移控制或者应变控制。

5.3.2 加载轴上需配备位移传感器和载荷传感器，位移传感器测量精度不大于 $\pm 5\ \mu\text{m}$ 或者 $\pm 5\%$ 。载荷传感器测量精度不大于 $\pm 5\ \text{N}$ 或 $\pm 5\%$ 。

## 5.4 溶解氧浓度监测与控制系统

5.4.1 溶解氧电极可采用 Pt/空气、Bi/Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 Cu/CuO 等固体电极，电极测量值与理论值之间的差值应不大于 $\pm 5\ \text{mV}$ 。

5.4.2 溶解氧电极应密封性良好，密封安装在釜盖上。

5.4.3 应采用高内阻（大于等于  $1\ \text{G}\Omega$ ）电压表测量并采集溶解氧电极信号。

5.4.4 基于测量的电极电位值，计算获得对应的溶解氧浓度值，计算方法见附录 B。

5.4.5 可采用气相控氧方法，当溶解氧浓度高于目标值时，通高纯氢气或氩气；氢气为 9:1 的混合气体进行除氧，气体纯度大于等于 99.99%；当溶解氧浓度低于目标值时，通氩气与水蒸汽或空气补充氧。

## 5.5 数据采集系统

数据采集系统应实时检测与采集温度、溶解氧电极电位和拉伸轴上的载荷与位移数据。

## 6 试样制备和要求

### 6.1 试样形状和尺寸要求

6.1.1 最常用的几种试样，如圆棒状和板状，其形状和尺寸应符合 GB/T 15970.4、GB/T 15970.7 的要求。

6.1.2 可采用其它形状的试样，包括带、管等。可用光滑试样，也可采用缺口试样。

### 6.2 试样加工

6.2.1 根据材料的形状和尺寸以及试验的目的，从特定的位置按照一定的方向切取试样。在进行机加工时，应减少试样过热及产生塑性变形。可采用对材质影响小的线切割加工等方法。

6.2.2 用水砂纸对试样表面依次打磨至 2000 #，最后一道砂纸打磨方向宜平行于试样的加载方向，去除试样表面的加工影响层。然后用分析纯级丙酮或无水乙醇在超声清洗机内洗净。

### 6.3 试样夹持

应保证试样对中可靠并能稳定夹持。圆棒类试样宜使用螺纹连接或末端台阶的夹持方式。

## 7 试验条件和步骤

### 7.1 试验介质

试验介质采用铅铋共晶（铅含量 44.53 wt.%，铋含量 55.47 wt.%），杂质总含量不高于 0.1 wt.%，也可根据试验需求选择纯铅。

### 7.2 试验条件

7.2.1 按照试验要求确定试验温度和溶解氧浓度。

7.2.2 反应釜中加入适量的铅铋共晶，熔化后，试样应完全浸泡于液态铅铋中。



7.2.3 升温速率宜控制在  $60^{\circ}\text{C}/\text{h}\sim 120^{\circ}\text{C}/\text{h}$ ，也可采用每升温  $50^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$  之后保温 30 min 左右再继续升温。

7.2.4 相同试验条件下平行试样不少于 3 个。

### 7.3 试验步骤

#### 7.3.1 试样与溶解氧电极安装

7.3.1.1 反应釜分为拉伸釜与储存釜，将试样安装在拉伸釜中的试样架上。

7.3.1.2 将溶解氧电极安装在拉伸釜盖上。

7.3.1.3 密封拉伸釜，并在釜内通入惰性气体，如高纯氩气。

7.3.1.4 打开拉伸釜上的冷却水系统。

#### 7.3.2 拉伸釜环境控制

7.3.2.1 将适量铅铋共晶加入储存釜中（见图 A.1）或拉伸釜中（见图 A.2），并密封。

7.3.2.2 设置储存釜或拉伸釜目标温度，初始目标温度应略高于铅铋共晶熔点，约为  $180^{\circ}\text{C}$ 。

7.3.2.3 将溶解氧电极在约  $180^{\circ}\text{C}$  空气中预热 30 min 后，插入液态铅铋中。

7.3.2.4 将拉伸釜中的液态铅铋升温至目标值（见图 A.2），或将储存釜中的液态铅铋吹入拉伸釜后升温至目标值（见图 A.1）。

7.3.2.5 调节溶解氧浓度至目标值，实时测量并采集液态铅铋中的溶解氧浓度。

#### 7.3.3 慢拉伸试验

7.3.3.1 当拉伸釜温度和溶解氧浓度达到目标值后，至少稳定 1 h，也可根据需求预浸泡一段时间。

7.3.3.2 设置慢拉伸速率，开始试验。

7.3.3.3 记录温度、溶解氧浓度、慢拉伸速率、载荷和位移等试验参数。

7.3.3.4 试样拉伸至设定条件（如试样断裂）时，停止试验。

7.3.3.5 开始降温，降温速度应控制在  $60^{\circ}\text{C}/\text{h}\sim 120^{\circ}\text{C}/\text{h}$  范围内。

7.3.3.6 降温至约  $180^{\circ}\text{C}$  时，取下试样和溶解氧电极，冷却至室温，放入盒中保存。

7.3.3.7 继续降温至室温，结束试验。

## 8 试验结果观察及评定

8.1 记录屈服强度、抗拉强度、伸长率和断面收缩率等。

8.2 与惰性环境中的断裂模式和性能数据进行对比，以判断试样是否发生液态金属致脆。

8.3 可利用显微镜观察断口表面是否出现准解理开裂来判断是否发生液态金属致脆。

8.4 可将暴露于试验环境中与暴露于惰性环境中的相同试样进行比较的方法来评定液态金属致脆的敏感性。延伸率降低越大，则致脆敏感性越高。

## 9 试验报告

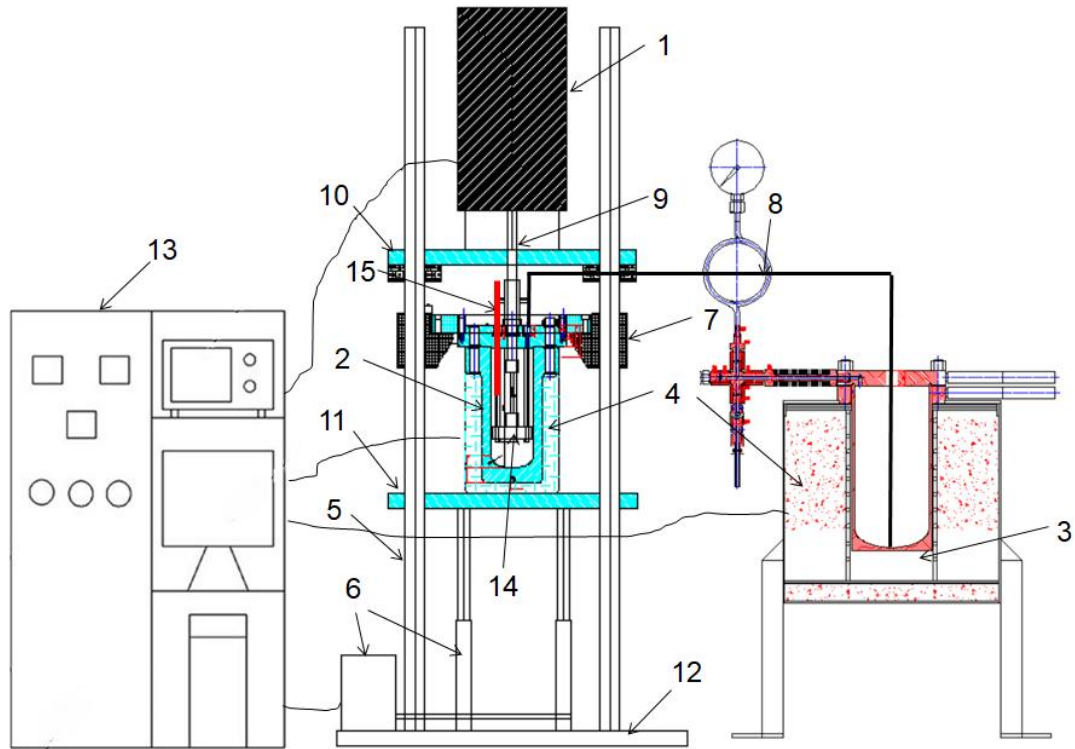
试验报告应包括但不限于以下内容：

- a) 试验名称及本文件编号；
- b) 材料牌号，热处理工艺和热处理状态；
- c) 试样形状尺寸、取样方向、取样位置、试样数量等；
- d) 试验参数，如：铅铋成分、温度、溶解氧浓度、应变速率等；
- e) 试验结果，包括试样断口形貌、屈服强度、抗拉强度、伸长率和断面收缩率等；
- f) 试验异常记录（如有）；
- g) 试验单位、试验人员和日期。

附录 A  
(资料性)

高温液态铅铋慢拉伸试验装置示意图

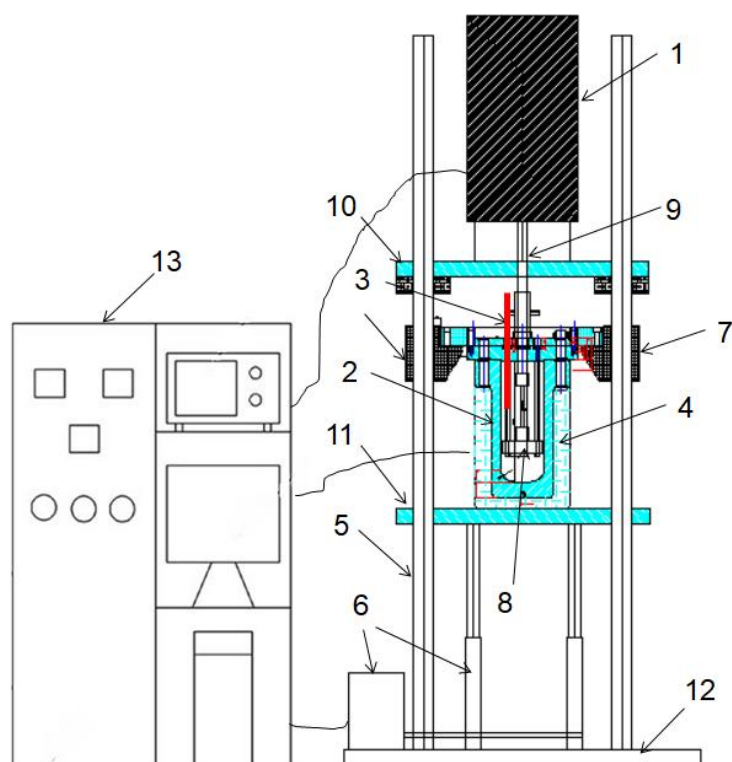
图A.1与图A.2为典型的高温液态铅铋慢拉伸试验装置示意图。



标引序号说明：

- 1——慢拉伸试验机；
- 2——拉伸釜；
- 3——储存釜；
- 4——加热器；
- 5——立柱；
- 6——液压升降缸；
- 7——托盘；
- 8——导通管；
- 9——拉伸轴；
- 10——支撑板1；
- 11——支撑板2；
- 12——底部钢板；
- 13——控制柜；
- 14——试样架；
- 15——溶解氧电极。

图 A. 1 高温液态铅铋拉伸试验装置示意图其一



标引序号说明:

- 1——慢拉伸试验机;
- 2——拉伸釜;
- 3——溶解氧电极;
- 4——加热器;
- 5——立柱;
- 6——液压升降缸;
- 7——托盘;
- 8——试样架;
- 9——拉伸轴;
- 10——支撑板1;
- 11——支撑板2;
- 12——底部钢板;
- 13——控制柜。

图 A. 2 高温液态铅铋拉伸试验装置示意图其二

## 附录 B

(资料性)

## 电极电位、温度与溶解氧浓度的关系

## B.1 铂/空气电极

铂/空气电极在液态铅铋环境中，溶解氧浓度与测量电位之间的关系如公式B.1所示：

$$\lg(C_o) = -3.2837 + \frac{6949.8}{T} - 10080 \frac{E}{T} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

$C_o$  ——溶解氧浓度，单位为质量分数（wt.%）；

$E$  ——测量电位值，单位为伏特（V）；

$T$  ——温度，单位为开尔文（K）；

通过测量电位 $E$ ，可计算获得溶解氧浓度值。

氧化铅活度与电位、温度之间的关系如公式B.2所示：

$$\lg(a_{PbO}) = -5.9037 + \frac{11366}{T} - 10080 \frac{E}{T} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中：

$a_{PbO}$  ——氧化铅的活度；

$E$  ——测量电位值，单位为伏特（V）；

$T$  ——温度，单位为开尔文（K）；

当 $a_{PbO}=1$ 时为饱和溶解氧浓度，可以获得不同温度条件下的电位理论值，对比测量值与理论值，校准铂/空气电极的精度。

B.2 Bi/Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>电极

Bi/Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>电极在液态铅铋环境中，溶解氧浓度与电位之间的关系如公式B.3所示：

$$\lg(C_o) = 2.1715 + \frac{3207.5}{T} - 10080 \frac{E}{T} \dots\dots\dots (B.3)$$

式中：

$C_o$  ——溶解氧浓度，单位为质量分数（wt.%）；

$E$  ——测量电位值，单位为伏特（V）；

$T$  ——温度，单位为开尔文（K）；

通过测量电位 $E$ ，可计算获得溶解氧浓度值。

氧化铅活度与电位、温度之间的关系如公式B.4所示：

$$\lg(a_{PbO}) = -0.44851 + \frac{1208.4}{T} - 10080 \frac{E}{T} \dots\dots\dots (B.4)$$

式中：

$a_{PbO}$  ——氧化铅的活度；

$E$  ——测量电位值，单位为伏特（V）；

$T$  ——温度，单位为开尔文（K）；

当 $a_{PbO}=1$ 时为饱和溶解氧浓度，可以获得不同温度条件下的电位理论值，对比测量值与理论值，校准Bi/Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>电极的精度。

### 参 考 文 献

- [1] GB 150.4 压力容器 第4部分 制造、检验和验收标准
  - [2] T/CNS 8 核电厂金属材料高温高压水中应力腐蚀裂纹扩展试验方法
  - [3] T/CNS 11 核电厂金属材料高温高压水中模拟辐照促进应力腐蚀开裂敏感性试验方法
-