

Исследование внутренних напряжений с помощью дифракции тепловых нейтронов: методика эксперимента

Для исследования внутренних напряжений в материалах уже много лет используются различные методики неразрушающего контроля: дифракция рентгеновских лучей, ультразвуковое сканирование, различные магнитные методики (измерения магнитной индукции, проницаемости, анизотропии, эффекта Баркхаузена, магнитоакустических эффектов). Однако все эти методы имеют определенные ограничения. Например, с помощью рассеяния рентгеновских лучей и магнитных методов можно исследовать напряжения только вблизи поверхности материала вследствие их малой глубины проникновения; кроме того, применение магнитных методов ограничено ферромагнитными материалами. Также на магнитные и ультразвуковые методы сильное влияние оказывает наличие текстуры в образце. Среди всех этих методик изучение напряжений при помощи дифракции нейтронов стоит на особом месте, так как в отличие от традиционных методов, нейтроны могут проникать в материал на глубину до 2-3 см для сталей и до 10 см для алюминия.

Суть дифракционного метода изучения напряжений состоит в измерении относительных смещений дифракционных пиков от положений, определяемых параметрами элементарной ячейки недеформированного материала [i, ii]. Внутренние напряжения, существующие в материале, вызывают соответствующую деформацию кристаллической решетки, что, в свою очередь, выражается в сдвиге брэгговских пиков на дифракционном спектре. Это дает прямую информацию об изменении межплоскостных расстояний в выделенном объеме, которая может быть легко преобразована в данные о внутренних напряжениях используя известные упругие константы материала. Регистрация дифракционных спектров детекторами при углах рассеяния $2\theta = \pm 90^\circ$ позволяет одновременно определять напряжения в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Принцип определения деформации кристаллической решетки основан на применении закона Брэгга:

$$2d_{hkl} \sin \theta = \lambda, \quad (1)$$

где λ - длина волны нейтрона, d_{hkl} - межплоскостное расстояние, θ - угол Брэгга. При этом деформация кристаллической решетки определяется как:

$$\varepsilon_{hkl} = (d_{hkl} - d_{hkl}^0) / d_{hkl}^0 = -\Delta\theta \cdot \operatorname{ctg} \theta \quad \text{или} \quad \varepsilon_{hkl} = (d_{hkl} - d_{hkl}^0) / d_{hkl}^0 = \Delta t / t \quad (2)$$

где d_{hkl} и d_{hkl}^0 - межплоскостные расстояния для деформированной и недеформированной решеток, соответственно, t - время пролета нейтрона. При использовании двухосного дифрактометра на источнике с непрерывным потоком деформация определяется по изменению в угле рассеяния $-\Delta\theta \cdot \operatorname{ctg} \theta$. В случае применения метода времени пролета (ТОФ-метод) на импульсном источнике деформация определяется по относительному изменению времени пролета нейтронов $\Delta t / t$. При этом в зависимости от длины волны положение пиков на шкале времени определяется условием

$$t = L / v = \lambda m L / h = 2m L d_{hkl} \sin \theta / h, \quad (3)$$

где L - полное пролетное расстояние от источника нейтронов до детектора, v - скорость нейтрона, λ - длина волны нейтрона, m - масса нейтрона, h - постоянная Планка, d_{hkl} - межплоскостное расстояние, θ - угол Брэгга.

Исходя из известных значений модуля Юнга для наиболее распространенных материалов легко оценить величину смещения дифракционного пика в зависимости от величины напряжения σ (Рис. 1). Так, например, при напряжении 200 МПа в стали ($E \approx 200$ ГПа) относительное изменение межплоскостного расстояния составляет $\Delta d / d_0 = 1 \cdot 10^{-3}$. Из

этих оценок видно, что дифрактометр для измерения внутренних напряжений должен обладать высокой разрешающей способностью.

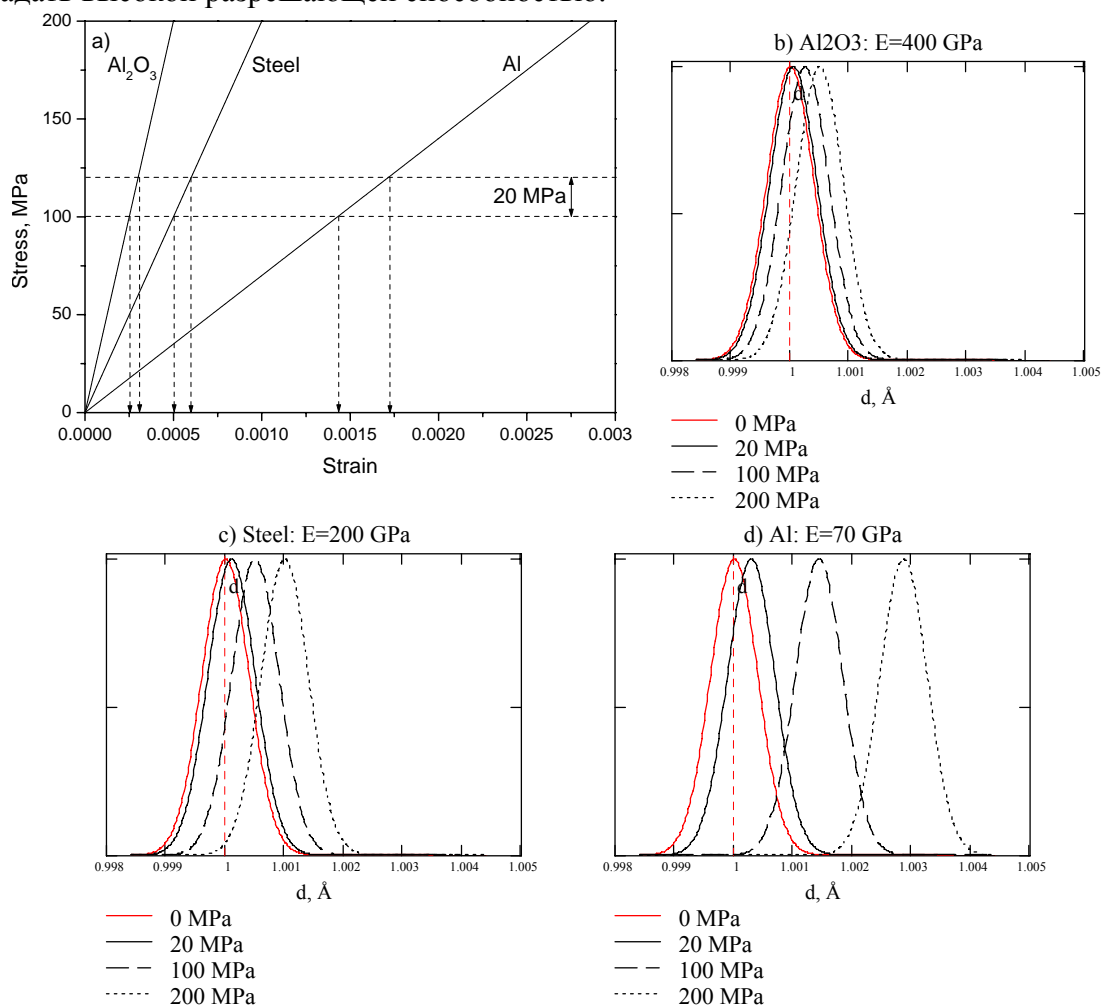


Рис. 1. а) Модельная зависимость напряжения от деформации для различных материалов в области упругих деформаций. б), с), d) Изменение положения дифракционного пика в области $d=1 \text{ \AA}$ в зависимости от величины напряжения σ для различных материалов (при разрешении дифрактометра $R=1 \times 10^{-3}$).

Традиционная схема нейтронного эксперимента [iii] по изучению внутренних напряжений исключительно проста и в стандартной постановке состоит в формировании падающего и рассеянного пучков нейтронов с помощью диафрагм и/или радиальных коллиматоров и выделении в образце малого рассеивающего объема – gauge volume (Рис. 2, Рис. 3).

При этом измеряется деформация в направлении параллельном вектору рассеяния нейтронов Q . Сканирование исследуемой области в образце с помощью gauge volume достигается перемещением образца в нужных направлениях. Остаточные деформации при этом определяются по смещению положений брэгговских пиков на дифракционном спектре от положений, определяемых параметрами элементарной ячейки недеформированного материала. Регистрация дифракционных спектров детекторами, установленными при углах рассеяния $2\theta=\pm 90^\circ$, позволяет одновременно определять напряжения в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Обычно для формирования падающего пучка используют диафрагмы из кадмия или нитрида бора с характерными размерам от 0.5-1 мм до нескольких см в зависимости от цели эксперимента. Для выделения в исследуемом образце gauge volume оптимальной формы на рассеянном пучке часто используют радиальные соллеровские коллиматоры с множеством (порядка нескольких десятков) вертикальных щелей, образованных пленками из майлара с

покрытием из окиси гадолиния [iv, v]. Радиальный соллеровский коллиматор устанавливается на достаточно большом (не менее 150-250 мм) фиксированном расстоянии от образца и обеспечивает высокое пространственное разрешение в направлении вдоль падающего пучка нейтронов (0.5-2 мм).

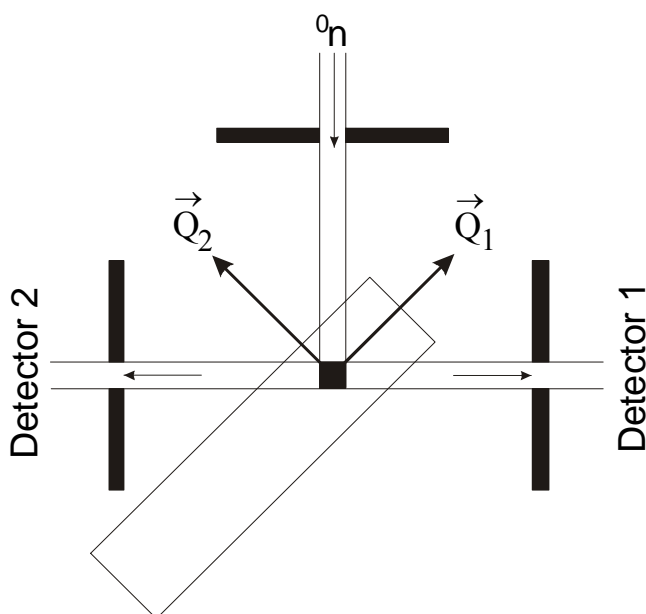


Рис. 2. Схема постановки эксперимента по определению внутренних напряжений.

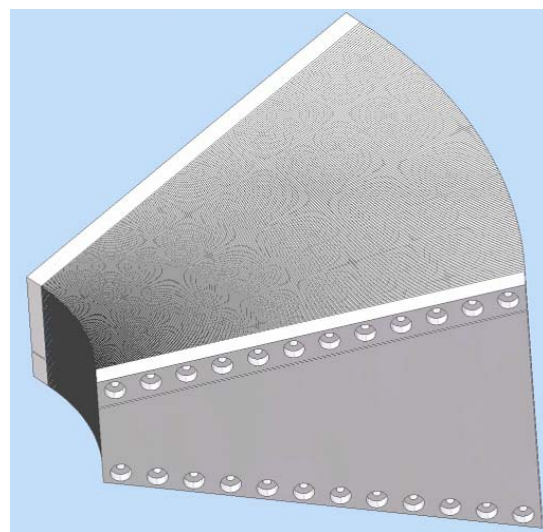


Рис. 3. Многощелевой радиальный коллиматор для выделения gauge volume оптимальной формы в объемном изделии.

Уникальность нейтронного метода исследования внутренних напряжений обусловлена следующими важнейшими особенностями:

- сохранение целостности исследуемого объекта (неразрушающий контроль);
- большая глубина сканирования исследуемого материала (до 3 см для стали);
- высокое пространственное разрешение (до 1 мм в любом направлении) при выделении gauge volume внутри исследуемого образца;
- использование TOF-метода позволяет наблюдать несколько брэгговских рефлексов одновременно и, таким образом, определять деформации для разных направлений $[hkl]$ в кристалле для изучения анизотропии напряжений материала;
- для многофазного материала нейтроны дают информацию о распределении напряжений для каждой фазы отдельно;
- использование профильного анализа по методу Ритвельда [vi] позволяет судить о деформации, усредненной по всему gauge volume и по всем кристаллографическим направлениям $[hkl]$, и соотношении фаз для многофазных материалов;
- величины деформаций обычно имеют порядок $\Delta d/d \sim 10^{-3} \div 10^{-4}$, поэтому для измерений необходимо высокое разрешение дифрактометра;
- характерные точности определения остаточных напряжений составляют $20 \div 40$ МПа;
- наиболее оптимальная (квадратная в сечении) форма gauge volume достигается при угле рассеяния $2\theta = 90^\circ$;
- анализ формы и ширины дифракционных пиков позволяет оценить микронапряжения, размер кристаллитов, плотность дислокаций и точечных дефектов в материале;
- систематические отклонения интенсивностей брэгговских пиков исследуемого материала от интенсивностей пиков для изотропного порошкового образца дают информацию о текстуре в образце для каждой фазы отдельно.

Анализ формы (в простейшем случае ширины) дифракционных пиков может дать сведения об искажениях кристаллической решетки внутри отдельных зерен (микронапряжениях) и их размерах. Особенно удобно это можно выполнить на TOF-дифрактометре по функциональной зависимости ширины пиков от межплоскостного расстояния:

$$W^2 = C_1 + C_2 d^2 + C_3 d^2 + C_4 d^4, \quad (4)$$

где W – ширина пика, C_1 и C_2 – константы, определяющие функцию разрешения дифрактометра и известные из измерений со стандартным образцом, $C_3=(\Delta a/a)^2$ – дисперсия параметра элементарной ячейки (микронапряжение), C_4 – константа, связанная с размером кристаллитов.

Разрешение нейтронного дифрактометра по времени пролета в первом приближении определяется тремя слагаемыми:

$$R = \Delta d/d = [(\Delta t_0/t)^2 + (\Delta\theta/\text{tg}\theta)^2 + (\Delta L/L)^2]^{1/2}, \quad (5)$$

где Δt_0 – ширина нейтронного импульса, $t=252.778L\lambda$ – полное время пролета (в мкс), L – пролетное расстояние от источника до детектора (в м), λ – длина волны нейтрона (в Å), θ – угол Брэгга. Первое слагаемое представляет неопределенность во времени пролета, второе – включает все геометрические неопределенности, связанные с процессом рассеяния на разные углы, третье является неопределенностью в пролетной базе. Разрешение будет улучшаться при приближении угла Брэгга к 90° , при уменьшении ширины импульса и увеличении пролетного расстояния. На импульсных нейтронных источниках с коротким импульсом быстрых нейтронов ширина импульса тепловых нейтронов может быть уменьшена до ~ 20 мкс/Å и при увеличении пролетной базы до 100 м разрешение может быть доведено до 0.001, а при необходимости – до 0.0005.

Для нейтронных источников с большой длительностью импульса, каким является ИБР-2, такой путь достижения высокого разрешения заведомо неприемлем и единственным практическим путем является применение обратного метода времени пролета в сочетании с фурье-прерывателем (RTOF-метода) [**Ошибка! Закладка не определена.**], который обеспечивает большую светосилу эксперимента по сравнению с другими корреляционными методиками.

В RTOF-методе накопление спектра ведется при непрерывном изменении частоты вращения фурье-прерывателя от нулевой до некоторой максимальной частоты ω_m . При этом временная компонента функции разрешения определяется функцией разрешения фурье-прерывателя R_c , которая зависит от конкретного распределения частот, $g(\omega)$, и может быть представлена в виде

$$R_c(t) \sim \int_0^{\Omega} g(\omega) \cos(\omega t) d\omega, \quad (6)$$

где $\Omega=N\omega_m$ – максимальная частота модуляции интенсивности нейтронного пучка, N – число щелей фурье-прерывателя. При разумном выборе $g(\omega)$ полная ширина $R_c(t)$ на половине высоты равна Ω^{-1} и при $N=1024$, $\omega_m=100$ Гц (параметры ФСД) составляет около 10 мкс. Это означает, что уже при пролетном расстоянии от прерывателя до детектора ~ 6 м и угле рассеяния $2\theta=90^\circ$ вклад временной компоненты в функцию разрешения может быть $\Delta t_0/t \approx 2 \cdot 10^{-3}$ при $d=2$ Å.

При использовании тонких детекторов третье слагаемое в (3) становится пренебрежимо малым, а геометрический вклад может быть оптимизирован исходя из

желаемого соотношения между разрешением и интенсивностью. Обычным решением является выбор фокусирующей геометрии в расположении детекторных элементов с параметрами, обеспечивающими величину геометрического вклада, равного временному вкладу в полную функцию разрешения.

Для увеличения светосилы ТОФ-дифрактометра и уменьшения уровня фона первичный пучок нейтронов формируется с помощью изогнутого зеркального нейтронорода. При этом возникает обрезание спектра нейтронов со стороны малых длин волн, связанное с радиусом кривизны нейтронорода, выбираемого из условия отсутствия прямой видимости замедлителя нейтронов. Расчет показывает, что при полной пролетной базе от источника до образца ~ 20 м и горизонтальном сечении нейтронорода ≤ 1 см радиус кривизны может быть достаточно большим, чтобы пропускались нейтроны вплоть до $\lambda \approx 1$ Å. В этом случае число одновременно наблюдаемых дифракционных пиков, в том числе при дифракции на веществах с малыми размерами элементарной ячейки (сталь, алюминий), составляет около 10, что достаточно для анализа анизотропии напряжений.

Кроме того, на дифрактометре для измерения внутренних напряжений должна быть специальная организация места образца, включающая возможность установки объемного и тяжелого оборудования (гониометр, печь, нагрузочная машина и т.д.).

-
- [i] A.J. Allen, M.T. Hutchings, C.G. Windsor, Neutron diffraction methods for the study of residual stress fields, *Advances in Physics*, vol. 34, no. 4 (1985) 445-473.
 - [ii] I.C. Noyan and J.B. Cohen, *Residual Stress - Measurement by Diffraction and Interpretation*, Springer-Verlag, New York, 1987.
 - [iii] L. Pintschovius, in *Measurement of Residual and Applied Stress Using Neutron Diffraction*, edited by M.T. Hutchings and A.D. Krawitz, Kluwer, Dordrecht, 1992, NATO ASI Series E No 216, pp. 115-130.
 - [iv] D.-Q. Wang, X.-L. Wang, J.L. Robertson, C.R. Hubbard, *J. Appl. Cryst.* 33 (2000) 334-337.
 - [v] P.J. Withers, M.W. Johnson, J.S. Wright, *Physica B* 292 (2000) 273-285.
 - [vi] H.M. Rietveld, *J. Appl. Cryst.* 2 (1969) 65-71.