

中子在工程材料和部件研究中的应用和前景

王声翔^{1,2} 丁超^{1,2} 谭志坚^{1,2} 王立毅^{1,2}
胡春明^{1,2} 陈洁^{1,2}

(1. 中国科学院高能物理研究所 100049; 2. 散裂中子源科学中心 523803)

1. 引言

工程材料和部件在制备、加工、装配及服役的全链过程中,发生了晶体结构与多尺度微观组织、缺陷、应力场的演化,这些变化决定了材料服役行为及部件终端产品的服役安全^{①②}。因此,对国家重大工程建设中关键部件的可靠性评价,功能结构中异质异构损伤和服役中性能检测等,需要对部件进行深层次、多维度和多尺度的无损测量和表征。

目前对工程材料和部件内部开展无损检查主要有基于X射线、 γ 射线、磁、超声、中子等无损检测技术。其中中子不带电具有强大的穿透能力、对轻元素敏感(例如氢锂元素)、可识别同位素、拥有自旋和磁矩、适用于强放射性样品等优点,使得中子技术拥有其他无损探测技术所没有的特点和优势:具有丰富的衬度机制、高穿透无损成像、能配备多种样品环境、定量分析等^③。尤其是在工程材料和部件研究领域,中子的穿透能力比常规X射线要强数个量级,它可探测结构部件内数厘米的深处去获取材料的局部晶体结构信息^④。

在上述需求和背景下,工程材料和部件的无损检测研究成为了中子源的重点研究和应用方向之一,本文挑选了几项具有代表性的成果来展示中子源在工程材料和部件研究中的应用。

2. 中子无损检测技术在工程材料和部件研究上的应用

2.1 中子衍射在工程材料和部件研究中的应用

中子衍射技术可以无损、深度地获取材料内部晶相、晶粒取向和尺寸、残余应力等信息,它已成为新材料和新部件的机理研究、设计和开发、加工优化、失效评估的强有力工具,广泛应用于各个领域,特别是工程材料和部件等。例如镍基高温合金涡轮盘残余应力分布测试;2205双相不锈钢疲劳断裂机制;管接头焊接处残余应力研究等。

镍基高温合金燃气涡轮盘已被开发并用于航空航天和陆基发电应用。历史上,人们主要关注典型镍基高温合金制造过程中的多尺度微观结构演变。然而,在实践中,涡轮盘的使用寿命直接受到外部载荷及腐蚀的影响,这与制造过程中产生的残余应力有很强的相互作用。

通过中子衍射对镍基高温合金涡轮盘进行内部残余应力分布分析,分别对涡轮盘不同制备阶段——等温锻造,固溶处理,时效处理后进行残余应变分布的测试,如图1所示。通过对比无应力试验中晶面晶格参数,利用布拉格定律获取涡轮盘中对应位置的三向残余应变。通过应力分布的对比,获取涡轮盘制备工艺对成品中残余应力分布的影响^⑤。

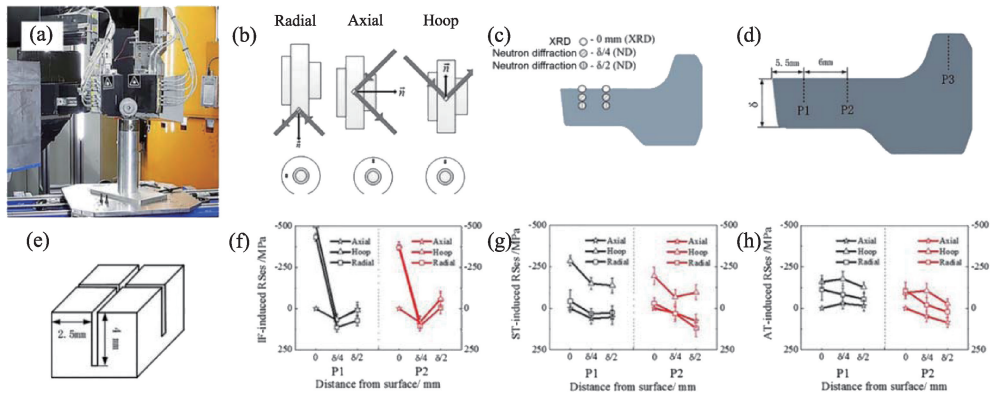


图1 中子衍射应变测试:(a) 应变测试试验装置;(b) 中子光路几何示意图;(c) 测试点;(d)测试位置;(e) 无应力试样;(f) 等温锻造样品测试结果;(g) 固溶处理样品结果;(h) 时效处理样品结果^⑥

结果表明,经过固溶处理的涡轮盘中残余应力被释放,而经过时效处理后,涡轮盘边缘的径向压应力增加。这个例子很好地说明了:中子衍射作为一种非破坏性材料内部应力研究手段,可以弥补X射线只能测试样品表面应力的不足之处。

双相不锈钢(DSS)与全奥氏体或铁素体相不锈钢相比,具有更高的强度、延展性和更好的耐腐蚀性,由于其组成相的体积分数大致相等,因此被广泛用于工程结构部件中。然而,当承受循环载荷时,DSS 部件不可避免地会出现较早的疲劳失效。因此,DSS 的疲劳性能近年来受到很多关注,揭示循环载荷下的疲劳机理,建立微观和宏观关系具有

重要意义。

通过中子衍射研究 2205 双相不锈钢的疲劳失效机理,如图 2 所示。试验结果表明,在铁素体中,当宏观应力小于 502 MPa 时,晶格应变线性增加(见图 1(c)),这表明弹性变形在铁素体中占主导地位,宏观塑性变形主要是由奥氏体变形引起的。在铁素体相中,(211)晶面间距大于(110)晶面间距,因此在相同外加载荷下(211)晶面的晶格应变大于(110)晶面。在奥氏体中,塑性状态(≥ 432 MPa)晶格应变的大小为(200)晶面>(311)晶面>(220)晶面^⑥。

研究显示,在相同宏观应力下,铁素体相的整体晶格应变小于奥氏体相。在奥氏体晶粒中观察

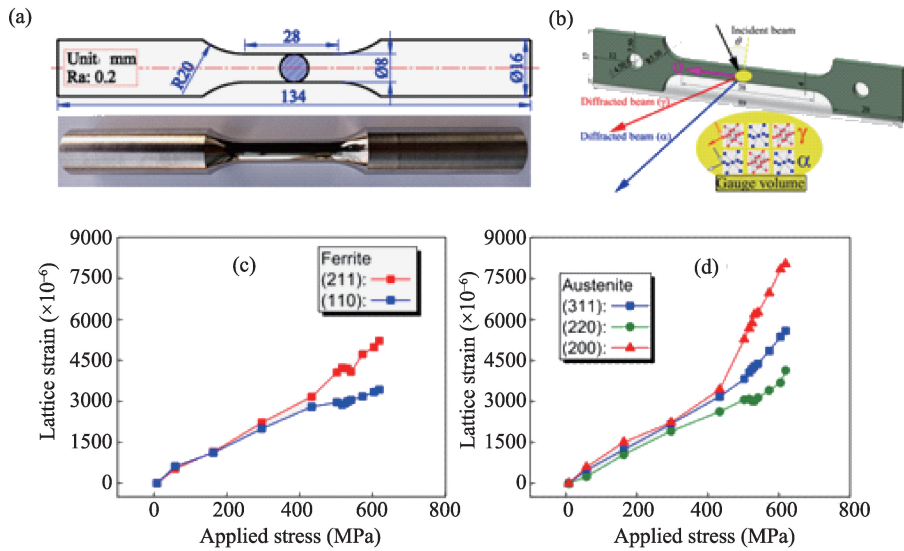


图2 原位拉伸疲劳试验:(a) 疲劳试样尺寸;(b) 中子光路几何示意图;(c) 铁素体晶格应变曲线;(d) 奥氏体晶格应变曲线^⑥

到穿晶和沿晶断裂模式,而在铁素体晶粒中主要观察到穿晶断裂模式。双相钢的疲劳强度明显优于单相不锈钢。

结构部件中焊接残余应力的可靠性表征日益受到重视。焊缝中存在的拉伸残余应力可能会降低部件对施加的外部载荷的耐受性。为了预测焊接部件更真实的使用寿命,有必要了解残余应力在材料中的分布情况,尤其是在关键裂纹萌生位置。在过去的几十年里,大量的研究致力于焊接残余应力的实验和数值测定。中子衍射为焊接处残余应力的测量提供了更可靠的方法。

通过中子衍射对 S355J2H 结构钢制成的管状试样进行焊接残余应力评估,确定材料内部三向应力的分布,如图 3 所示。试验结果表明,在焊趾及其附近的高压缩残余应力场是由于与疲劳有关的低温相变产生的。

2.2 中子成像在工程材料和部件研究中的应用

在工程材料和部件的研究中涉及的中子成像技术要有中子透射成像,中子 CT,布拉格边中子成像技术,中子光栅成像技术等。不同技术都有其特点

和优势,也因此适用于不同的研究体系,可以从结构到功能方面为工程材料和部件进行无损表征。

中子不带电,不同于 X 射线与电子云相互作用,中子主要与物质的原子核相互作用。因此中子比相同质量和能量的带电粒子具有更强的穿透能力,如图 4 是 X 射线(100 keV)和中子(25 MeV)在不同元素中的衰减系数。X 射线对不同序数的原子产生近乎单调增加衰减系数,而中子在不同元素下的衰减系数是各不相同,同位素之间的衰减系数也有明显差异,可以发现中子对多种金属元素具有很强的穿透能力^⑥,适合对完整部件进行研究。

中子与 X 射线同样作为透射性光源,都具有波粒二象性,其成像表征技术在物理原理上是互通的。在中子二维成像的基础上,可以通过获取 180°到 360°样品的投影,结合三维重建算法获得内部结构信息,在应用基础研究,尤其是面对国家需求的工业应用方向具有重要意义。例如,为了解决能源问题,科学家们一直在开发一种新的能源,安全、无碳排放、几乎是无限的能源——聚变能源。磁约束托卡马克装置(图 5)被科学界公认为是探索、解决未来稳态聚变反应堆工程及物理问题的最有效的途径。该装置中的一个重要组成部分是导流器,它可

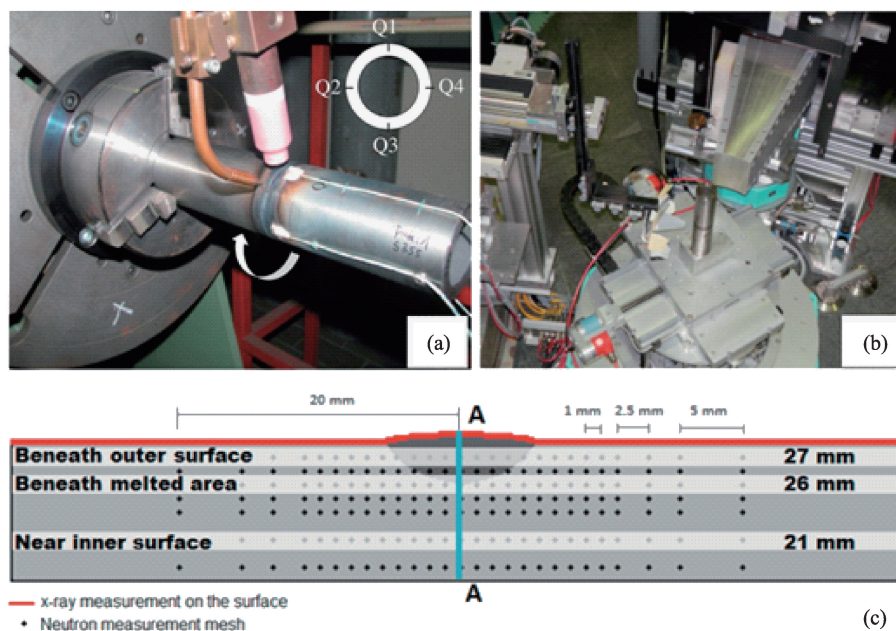


图3 (a) 钨极惰性气体(TIG)焊接;(b) 中子衍射试验装置;(c) 试样测试位置^⑦

以从等离子体中提取热量和杂质。英国散裂中子源利用中子CT对钨导流器首次实现了完整部件的三维成像,充分证明了该技术可用于核聚变元件的设计和制造的质量保证^⑨。

另外,中子成像也在工程材料和构建方向的应用还包括汽车微粒过滤器和发动机部件中烟灰沉积物的研究^⑩,帮助了解部件的焦化发生的时间和地点,以帮助建立沉积和老化的模型;飞机飞行控

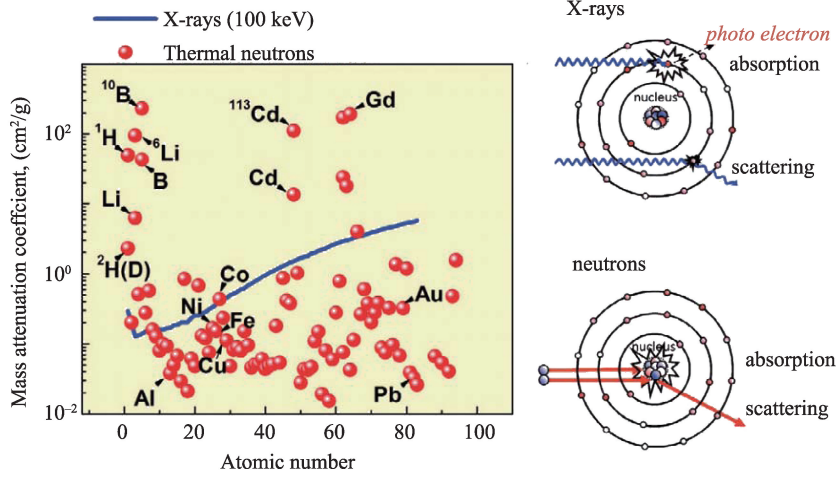


图4 X射线(100 keV)和中子(25 MeV)在不同元素下的衰减系数^⑨

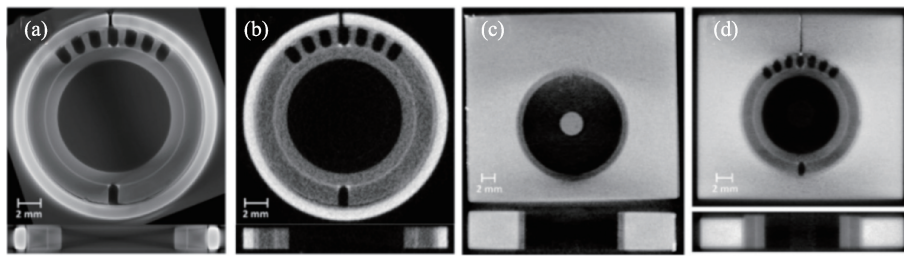


图5 托卡马克装置导流器的X射线和中子成像对比;(a)CCFE_MB 截断导流器xy截面和xz截面X射线图像;(b)CCFE_MB 截断导流器xy截面和xz截面中子图像;(c)ITER_MB完整导流器xy截面和xz截面中子图像;(d)CCFE_MB完整导流器xy截面和xz截面中子图像^⑨

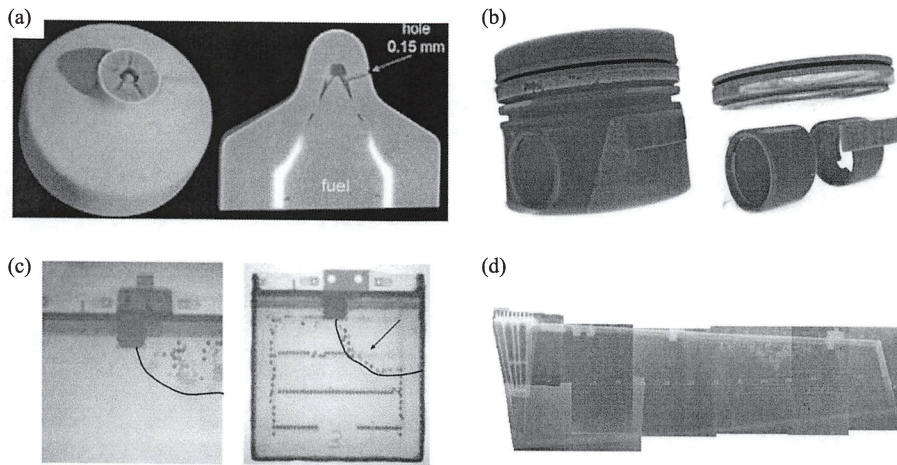


图6 汽车飞机等工业部件中子成像结果。(a)柴油机喷嘴的中子成像^⑩;(b)发动机活塞焦化情况^⑩;(c)飞机铝蜂窝结构和水路情况^⑩;(d)飞机方向舵进水情况研究^⑩

制表面的铝蜂窝结构^⑫和进水情况研究^⑬,对安全敏感的飞机进行质量控制研究等。

基于能量分辨的中子衍射测量材料内部晶体结构信息已得到广泛的应用,但是中子衍射测量的是材料中的平均效应,而中子衍射技术受限于谱仪的通量和空间分辨率,无法有效获得高空间分辨的结构信息,基于中子飞行时间的布拉格边中子成像为解决这些问题带来了新途径。利用脉冲中子飞行时间(TOF)方法进行布拉格边成像,可以得到位置相关的、高波长分辨率的多晶材料布拉格边透射谱,从而获取材料和部件的二维应力分布。例如,热处理方法对残余应力和微观结构有显著的影响,是改进齿轮性能的重要途径。双感应淬火工艺(DIQ),它能有效提高感应淬火齿轮产品的疲劳强度,已用于绿色和经济地生产高稳定性和高精度的

齿轮。日本质子加速器研究所(J-PARC)研究人员利用能量分辨中子成像谱仪RADEN对单感应淬火(SIQ)和双感应淬火(DIQ)处理后的齿轮样品开展布拉格边中子成像实验,提取了马氏体体积分数和残余应力的高空间分辨二维分布(图7),发现DIQ工艺导致样品表面上形成双硬化层(细晶马氏体和回火马氏体)会产生较大的压应力,这有助于抑制裂纹萌生和扩展,从而提高表面耐久性和疲劳强度^⑭。

航空航天应用中,镍基高温合金被用于燃气涡轮发动机中,以改善其在高温下的机械性能。然而,尝试制作它们是非常具有挑战性的。足够大的晶体内部有一个共同的问题,某些区域的晶体取向相对于其他区域是倾斜的(图8),这可能会影响机械性能。罗罗(Rolls-Royce)公司于英国散裂中子源应用能量分辨中子成像技术观测到晶体内部的倾斜

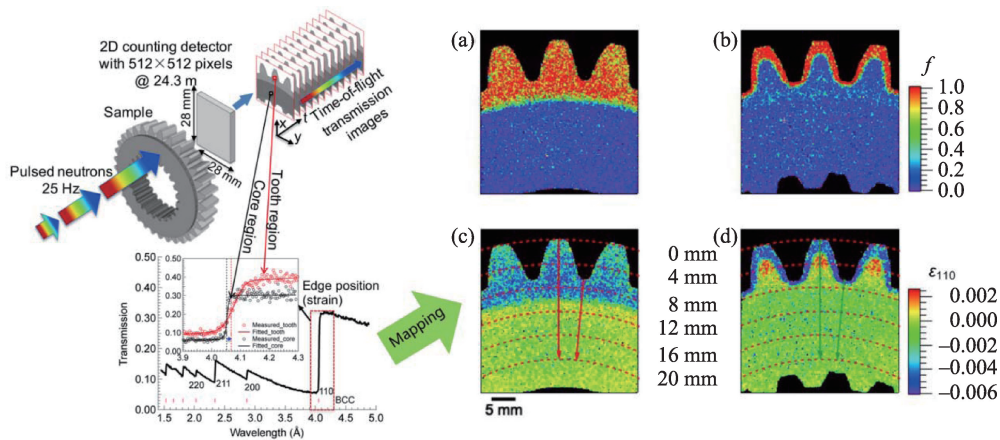


图7 布拉格边中子成像测量经不同热处理的齿轮的马氏体体积分数和残余应力分布。(a)和(c)为SIQ处理,(b)和(d)为DIQ处理^⑮

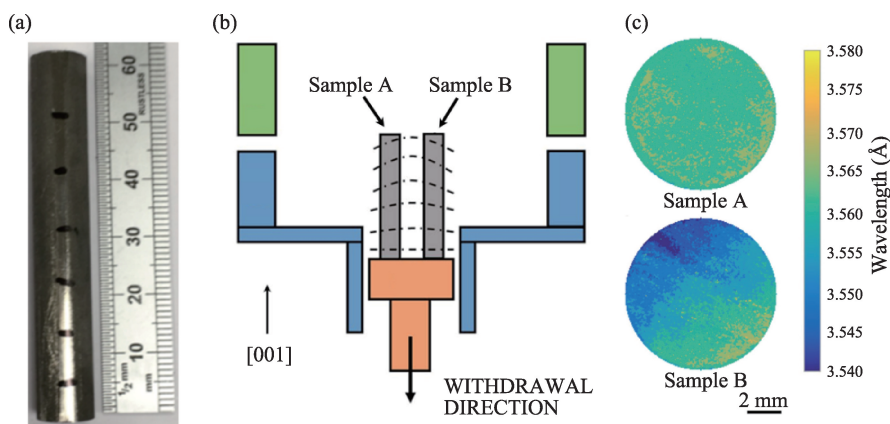


图8 (a)单晶样品实物图;(b)定向凝固装置;(c)不同区域单晶曲线差异^⑯

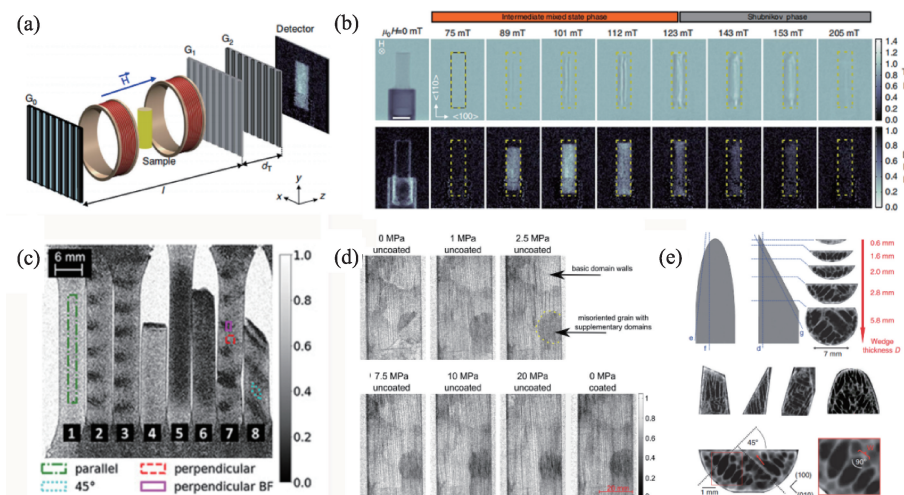


图9 (a)中子光栅成像示意图^①;(b)铌ii型体超导体暗场成像^②;(c)不同打印方向下不锈钢拉伸变形后的暗场成像^③;(d)应力加载下高渗钢的磁畴动态变化^④;(e)三维磁畴可视化研究^⑤

的扭曲结构,表明在制造过程中晶体呈螺旋状凝固。从而可以帮助了解单晶生长和涡轮叶片镶嵌相关缺陷之间的关系,确定单晶制备工艺的优劣,推动为航空航天设备的安全制造^⑤。

中子整体呈电中性,但是内部具有电荷分布,因此具有电偶极矩,使得中子成为磁性工程材料的手段之一。中子光栅成像技术可同时获得样品是吸收、折射和散射信息,可用于进行磁畴可视化研究。瑞士保罗谢尔研究所(PSI)基于Talbot-Lau中子光栅成像结合原位环境初步实现了磁化频率、应力大小对高渗钢磁畴动态行为的影响的观测,同时对比了镀层和未镀层状态下磁畴结构差异^{⑥⑦}(图9)。更进一步,针对大样品磁性材料进行了三维磁畴结构成像,并对不同尺度的磁畴进行了三维渲染和定量分析^⑧。德国科学家Reimann等人利用中子光栅成像发现了铌ii型体超导体中间混合态(IMS)成核始于棒的中心,并且在外加磁场下发现IMS从圆柱轴向边缘传播,最终演变为样品边缘的Shubnikov相^⑨。除了直接对磁性材料的研究,中子光栅成像对不同3D打印方向制造的不锈钢进行拉伸后测试,可观测到奥氏体向马氏体转变形成带有磁性的马氏体相,进而指导了金属材料3D打印的工艺设计^⑩。

3. 总结与展望

基于中子的检测技术能够对工程材料的晶体结构进行解析,尤其是结合不同原位环境下的表征,帮助科研工作者充分的了解和掌握各种工程材料和部件在接近甚至处于真实使用状态下的性能,对材料的开发,安全生产和使用等各环节都意义重大。在硬件方面,目前由于中子源的通量相对还处于较低的水平,以及中子探测器的位置分辨和时间分辨受到加工手段的限制,使得目前有些基于中子的表征技术没有取得理想的应用成果。在方法学方面,目前基于中子能量分辨成像的工程材料和部件晶体结构三维信息分析还处于发展初期,中子光栅成像也没有广为接受的单次曝光算法,各种表征技术的算法都在不断优化。随着硬件加工技术和中子实验方法学的发展和突破,中子源将会以更高的分辨能力,更加快速和精准的实现工程材料和部件无损检测和性能分析,成为工程材料和部件的研究中不可或缺的技术手段和研究平台。

参考文献

- ① F. A. Kandil, D Lord, A. T. Fry, A review of residual stress measurement methods - a guide to technique selection, NPL Report MATC (A): 04, 2001

- ② R. Woracek, D. Penumadu, N. Kardjilov, A. Hilger, M. Boin, J. Banhart, I. Manke, 3D mapping of crystallographic phase distribution using energy-selective neutron tomography[J], *Advanced Materials*, 26: 4069-4073, 2014
- ③ Y. Kiyanagi, T.Kamiyama, H.Sato, T.Shinohara, T.Kai, K.Aizawa, M.Arai, M.Harada, K. Sakai, K.Oikawa, M.Ohi, F.Maekawa, T. Sakai, M.Matsubayashi, M.Segawa, M.Kureta, Design study of the imaging beamline at J- PARC MLF, ERNIS[J], *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 651: 16-20, 2011
- ④ W. Kockelmann, S.Y. Zhang, J.F. Kelleher, J.B. Nightingale, G. Burca, J.A. James, IMAT- a new imaging and diffraction instrument at ISIS[J], *Physics Procedia*, 43: 100-110, 2013
- ⑤ Zhang Z W, Feng Y F, Tan Q, et al. Residual stress distribution in Ni-based superalloy turbine discs during fabrication evaluated by neutron/X-ray diffraction measurement and thermomechanical simulation[J]. *Materials & Design*, 166: 107693, 2019
- ⑥ Zhang W Y, Song M, Jiang W C, et al. Fatigue failure mechanism of 2205 duplex stainless steel using the neutron diffraction and EB-SD technologies[J], *International Journal of Fatigue*, 159:106828, 2022
- ⑦ Hemmesi K, Farajian M, Boin M. Numerical studies of welding residual stresses in tubular joints and experimental validations by means of x-ray and neutron diffraction analysis[J]. *Materials & design*, 126: 339-350, 2017
- ⑧ Lehmann, E. H., et al., The neutron micro-tomography setup at PSI and its use for research purposes and engineering applications[J]. *Nucl Instrum Meth A*, 576(2-3), 389, 2007
- ⑨ Neutrons study components used in pursuit of fusion energy[EB/OL]. 22 Oct 2018, <https://www.isis.stfc.ac.uk/Pages/Neutrons-study-components-used-in-pursuit-of-fusion-energy.aspx>
- ⑩ I. Manke, M. Strobl, N. Kardjilov, A. Hilger, W. Treimer, M. Dawson, J. Banhart, Investigation of soot sediments in particulate filters and engine components[J], *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 610(2): 622-626, 2009
- ⑪ Neutron tomography of pistons at IMAT[EB/OL]. 10 Dec 2020, <https://www.isis.stfc.ac.uk/Pages/IMAT-Coking-of-engine-components.aspx>
- ⑫ P.C. Hungler, L.G.I. Bennett, W.J. Lewis, J.S. Brenizer, A.K. Heller, The use of neutron imaging for the study of honeycomb structures in aircraft[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 605 (1 - 2): 134-137, 2009
- ⑬ L. G. I. Bennett, T. R. Chalovich and W. J. Lewis, Comparison of neutron radiography with other non-destructive techniques for the inspection of CF188 flight control surfaces[J], *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 52(1): 334-337, 2005
- ⑭ Su, Y., Oikawa, K., Shinohara, T. et al. Neutron Bragg-edge transmission imaging for microstructure and residual strain in induction hardened gears[J]. *Scientific Reports*, 11, 4155, 2021
- ⑮ Strickland, J., Tassenberg, K., Sheppard, G. et al. 2D single crystal Bragg-dip mapping by time-of-flight energy-resolved neutron imaging on IMAT@ISIS[J]. *Scientific Reports*, 10, 20751 2020
- ⑯ Betz B, Rauscher P, Harti R, et al. Magnetization response of the bulk and supplementary magnetic domain structure in high-permeability steel laminations visualized in situ by neutron dark-field imaging[J]. *Physical Review Applied*, 6(2): 024023, 2016
- ⑰ Betz B, Rauscher P, Harti R, et al. In-situ visualization of stress-dependent bulk magnetic domain formation by neutron grating interferometry[J]. *Applied Physics Letters*, 108(1): 012405, 2016
- ⑱ Manke I, Kardjilov N, Schäfer R, et al. Three-dimensional imaging of magnetic domains[J]. *Nature Communications*, 1:125, 2010
- ⑲ Reimann T, Muhlbauer S, Schulz M, et al. Visualizing the morphology of vortex lattice domains in a bulk type-II superconductor [J]. *Nature Communications*, 6:8813, 2015
- ⑳ M. Bacak, J. Valsecchi, J. Čapek, E. Polatidis, A. Kaestner, A. Arabi-Hashemi, I. Kruk, C. Leinenbach, A.M. Long, A. Tremsin, S.C. Vogel, E.B. Watkins, M. Strobl, Neutron dark-field imaging applied to porosity and deformation-induced phase transitions in additively manufactured steels[J], *Materials & Design*.195:109009, 2020.

