

Применение нейтронной стресс-дифрактометрии для исследования образцов-свидетелей, восстановленных различными методами сварки

Г.Д. Бокучава¹, П. Петров², И.В. Папушкин¹

¹ *Лаборатория нейтронной физики им. И.М. Франка, ОИЯИ, Дубна, Россия*

² *Институт электроники Болгарской академии наук, София, Болгария*

Образование внутренних напряжений в материалах и изделиях

Специальные материалы

Конструкционные стали

Композиты

Градиентные сплавы

Дефектные материалы

Металлокерамики

Технологические операции

Сварка, прокат, наклеп,
изгиб, формовка, закалка,
гидрогенизация, ...

Детали и конструкции

Циклические механические нагрузки

Циклические термические нагрузки

Статические нагрузки

Усталостное разрушение

Радиационное распухание

Экспериментальные методики для измерения внутренних напряжений и их особенности

Метод	Измеряемая Величина	Род напряжений	Особенности метода
Механический	Макроскопическая деформация	1 род	Разрушающий (в объеме)
Дифракция рентгеновских лучей	Положение и ширина дифракционных пиков	1 + 2 род 3 род	Неразрушающий (на поверхности)
Дифракция нейтронов	Положение и ширина дифракционных пиков	1 + 2 род 3 род	Неразрушающий (в объеме)
Ультразвуковое сканирование	Время распространения	1 + 2 + 3 род	Неразрушающий (на поверхности)
Магнитные измерения	Эффект Баркгаузена	1 + 2 + 3 род	Неразрушающий (на поверхности)

Особенности метода дифракции излучения для анализа напряжений

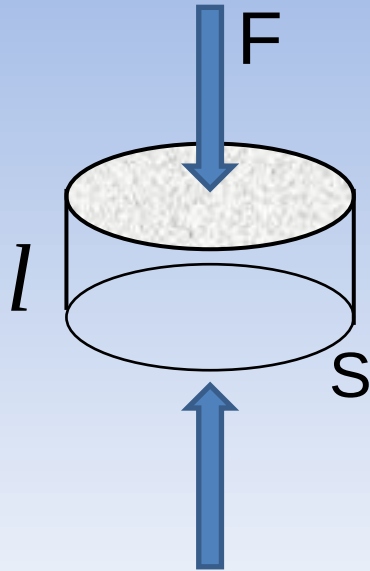
- Неразрушающий контроль
- Высокое пространственное разрешение (~1 мм)
- Определение макронапряжений (напряжения 1 и 2 рода)
- Определение микронапряжений (напряжения 3 рода)
- *in situ* режим эксперимента
- Определение кристаллографической анизотропии
- Определение напряжений в многофазных материалах

Особенности излучений для анализа напряжений

Излучение	Доступность	Разрешение по d	Разрешение по x	Глубина сканирования	Геометрия эксперимента
X-ray	+++++	+++	+++	+	+++
Синхротрон	++	+++++	+++++	+++	++
Нейтроны	++	++	+	+++++	+++++

до 3 см в сталях,
до 10 см в Al

Внутренние напряжения в материале



Закон Гука:

$$\sigma = F/S \approx E \cdot \Delta l/l$$

σ - напряжение (stress)

$\Delta l/l$ – сжатие / растяжение = деформация (strain)

E – модуль Юнга

$E \approx 20 \cdot 10^{10} \text{ Па} = 200 \text{ ГПа}$ (сталь)

$E \approx 7 \cdot 10^{10} \text{ Па} = 70 \text{ ГПа}$ (алюминий)

$$\Delta l/l = \Delta d/d \approx 0.0001 \Rightarrow R \approx 0.001 \text{ (разрешение)}$$

$$(\sigma_{\min})_{\text{Al}} \approx 7 \cdot 10^{10} \cdot 10^{-4} = 7 \text{ МПа} = 70 \text{ кг/см}^2$$

$$\Delta V \leq 10 \text{ мм}^3 \text{ (светосила)}$$

Изучение внутренних напряжений с помощью дифракции нейтронов

Закон Брэгга-Вульфа: $2d_{hkl}\sin\theta = \lambda$

Сдвиг пика (деформация решетки):

$$\varepsilon = \Delta a/a_0 = (d - d_0)/d_0 = \Delta d/d_0 = -\operatorname{ctg}(\theta)\Delta\theta = \Delta t/t$$

$$d = t_{\mu s} / (505.556 L_m \sin\theta) \text{ (TOF-метод)}$$

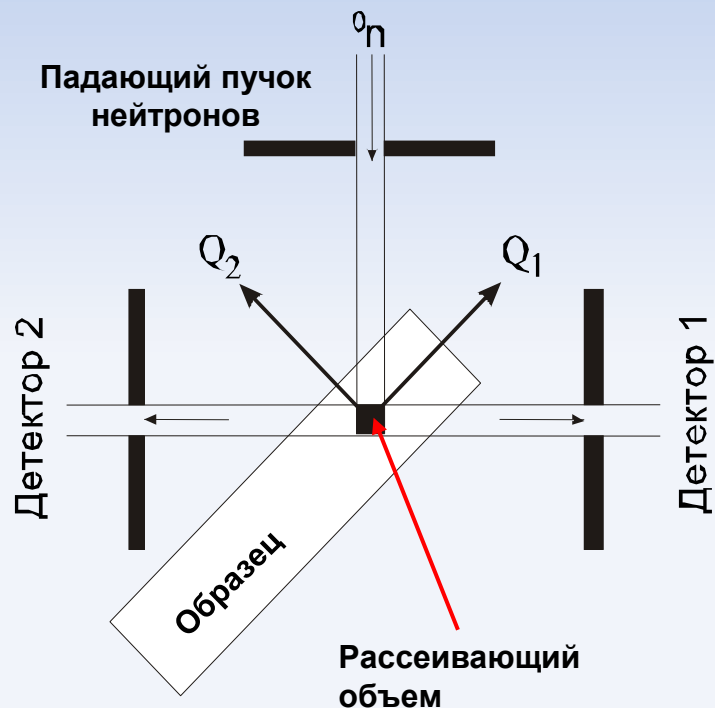
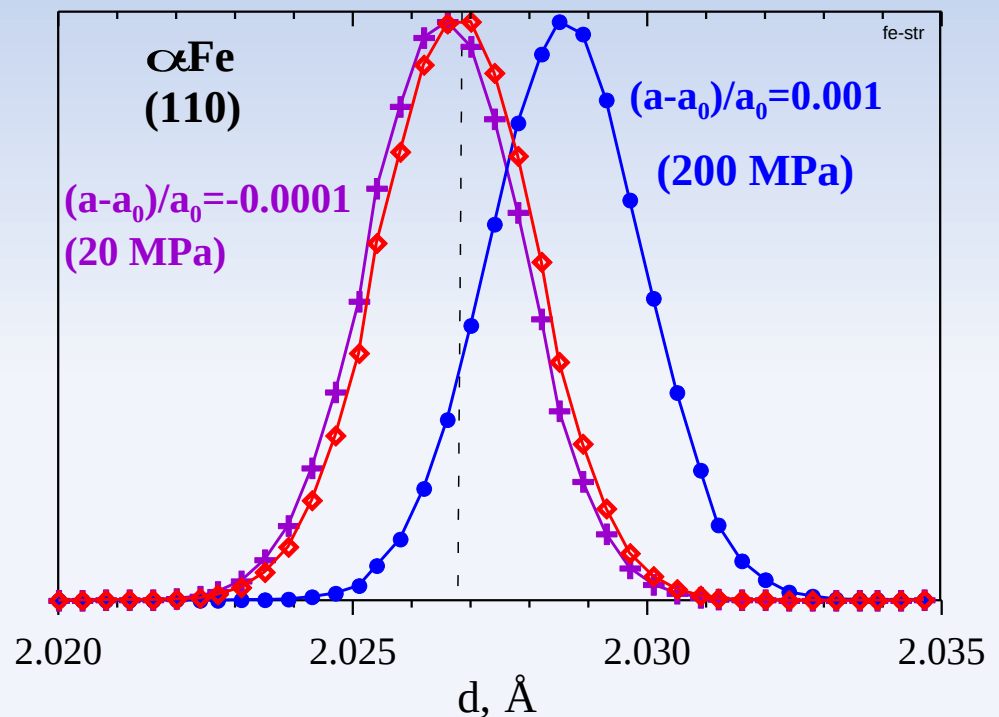
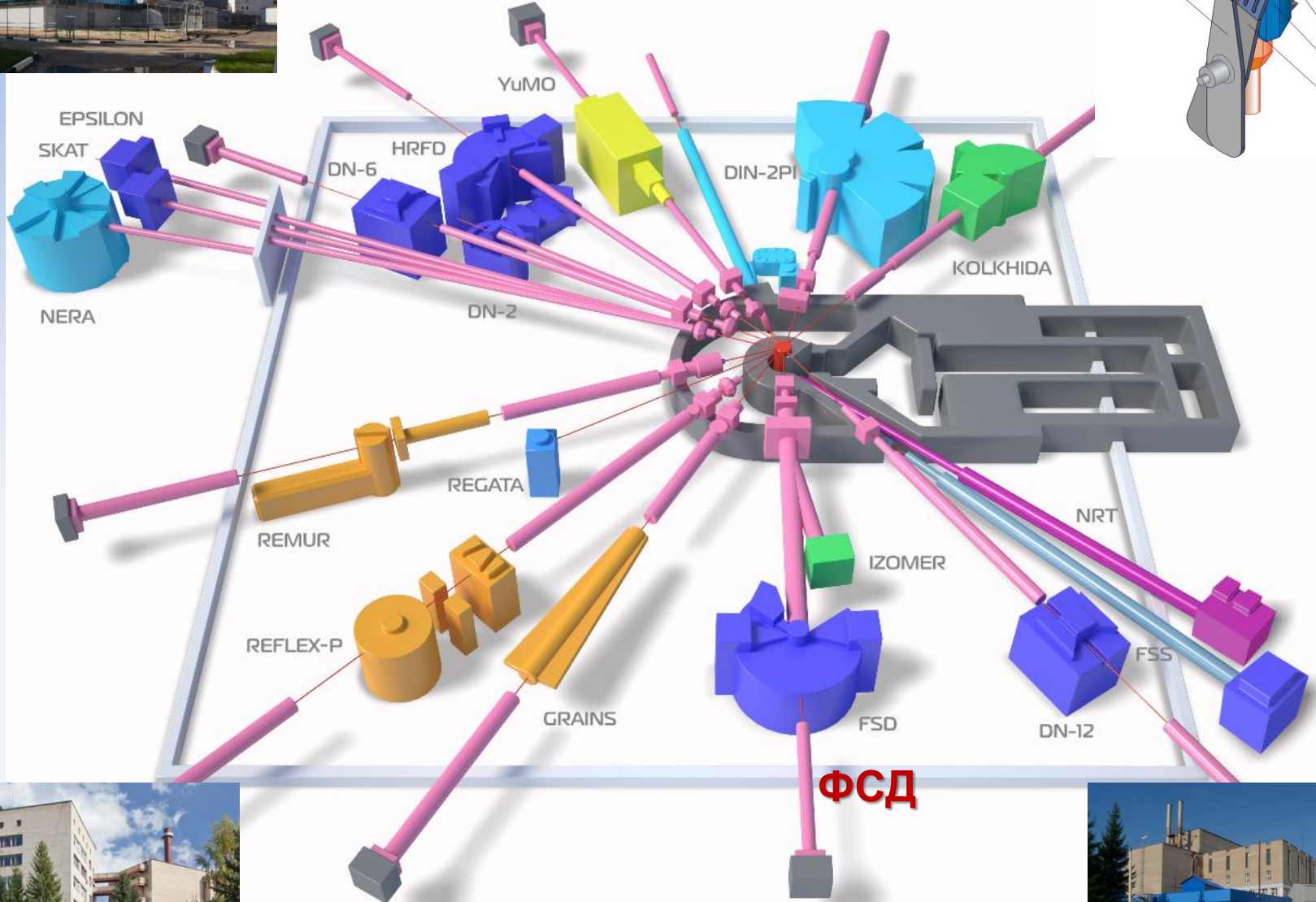
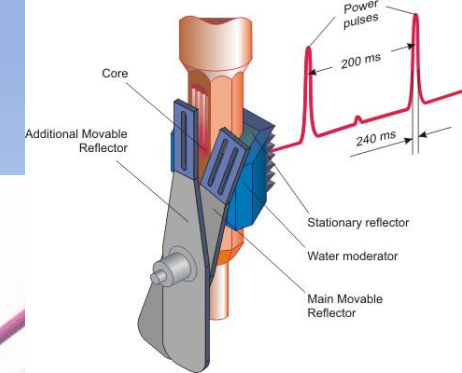


Схема эксперимента по изучению внутренних напряжений в объемном изделии

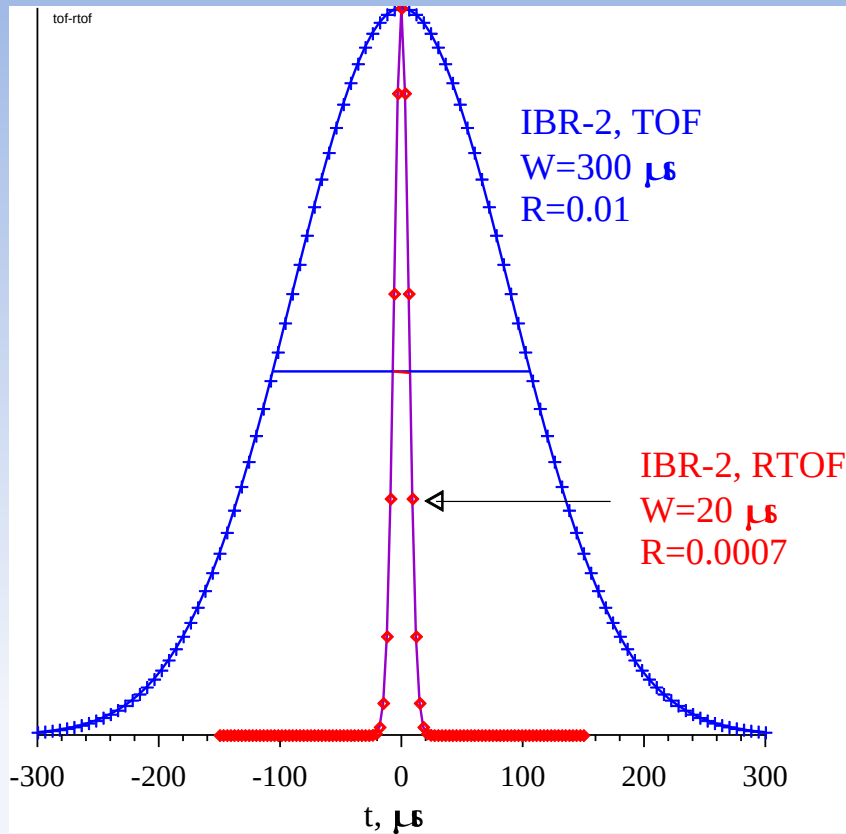


Сдвиг пика при нагрузке $\sigma=20$ МПа и $\sigma=200$ МПа при разрешении дифрактометра $R \approx 0.001$ (сталь, $E=200$ ГПа)

Импульсный реактор ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ



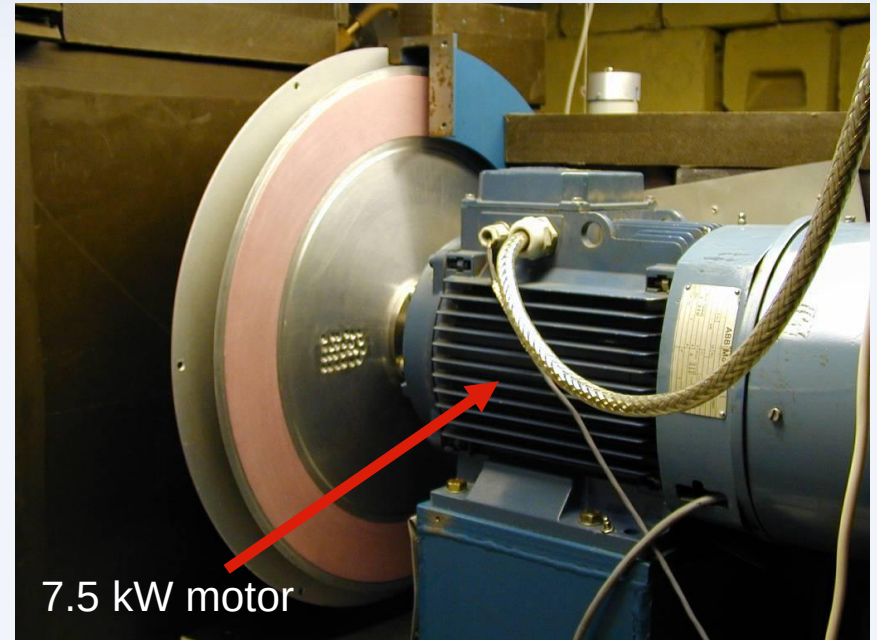
High-resolution Fourier diffractometry for long pulse neutron source



IBR-2 is a long-pulse neutron source.
 $\Delta t \approx 300 \mu\text{s}$, $R \approx 0.01$ ($L=25 \text{ m}$, $d=2 \text{ \AA}$)

Objective: $R \leq 0.001$ ($L=25 \text{ m}$, $d=2 \text{ \AA}$)

Fast Fourier chopper



F-chopper parameters (FSD):

$N=1024$

$V_{\text{max}}=6000 \text{ rpm}$

$\Omega_{\text{max}}=102.4 \text{ kHz}$

$\Delta t_0 \approx 10 \mu\text{s}$

Resolution function (peak shape)

$$R(t) \approx \int_0^{\Omega_m} g(\omega) \cos(\omega t) d\omega \text{ is Fourier transformation of } g(\omega).$$

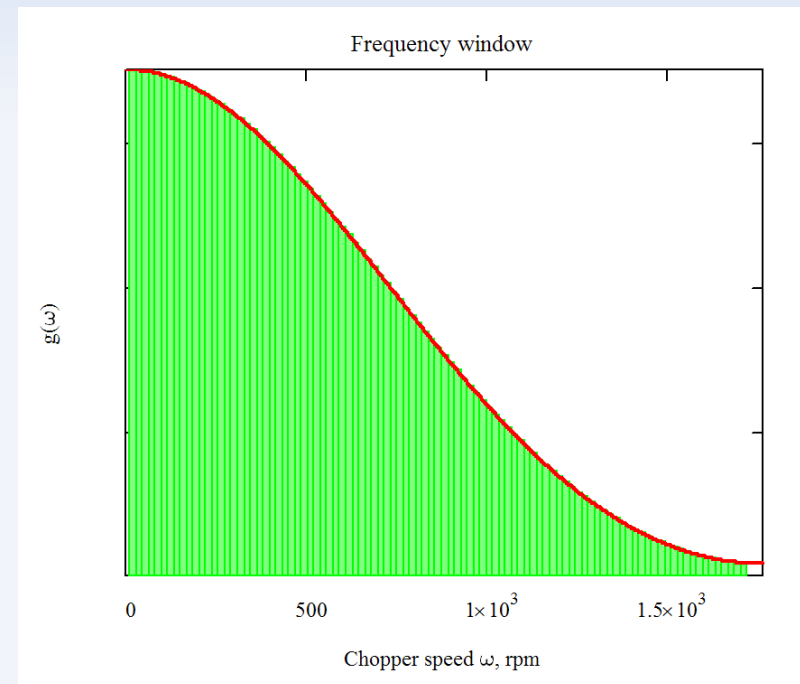
$g(\omega)$ is frequency distribution
(frequency window)

Frequency window

FSD: Blackman window

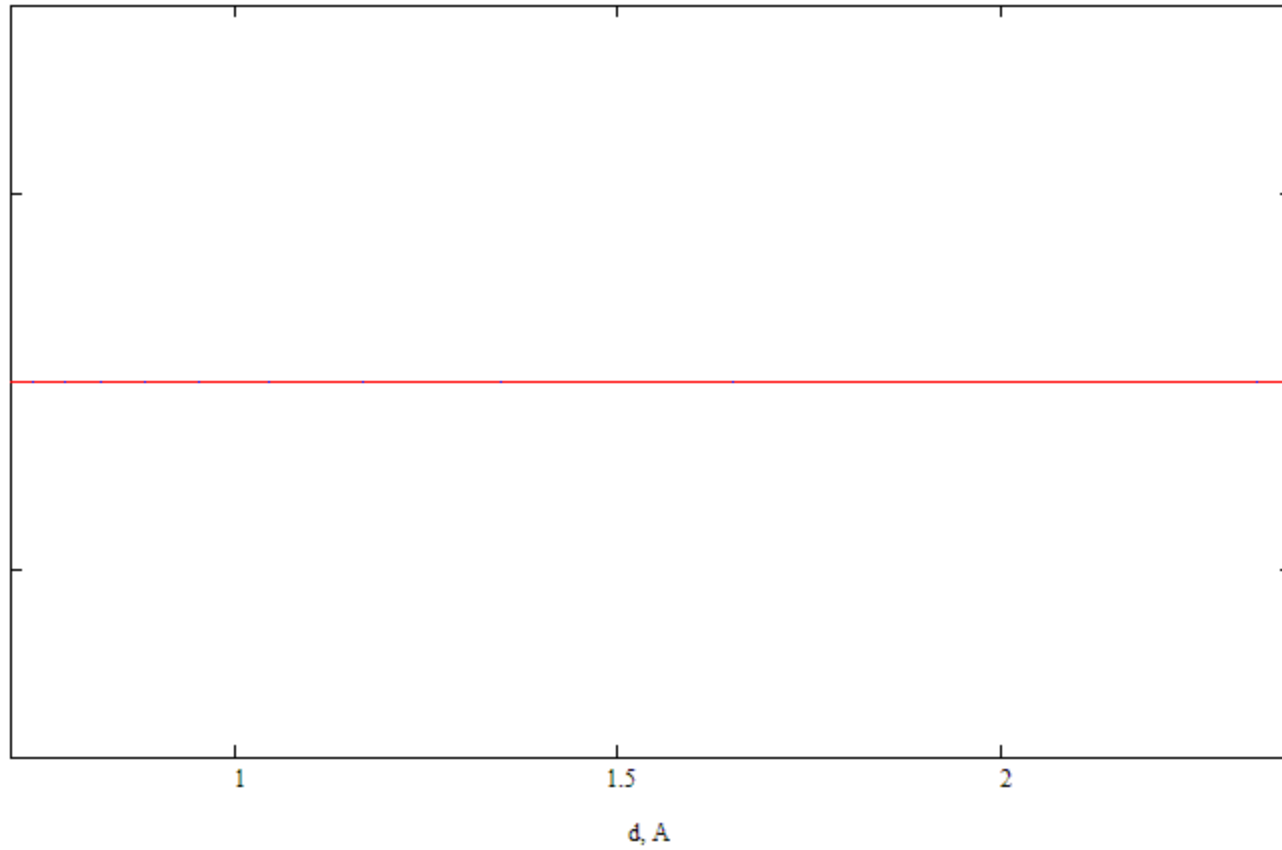
$$g(u) = 1 + p \cdot \cos \pi u + q \cdot \cos 2\pi u$$

where $p=1.03$, $q=0.08$, $u=\omega/\omega_{\max}$

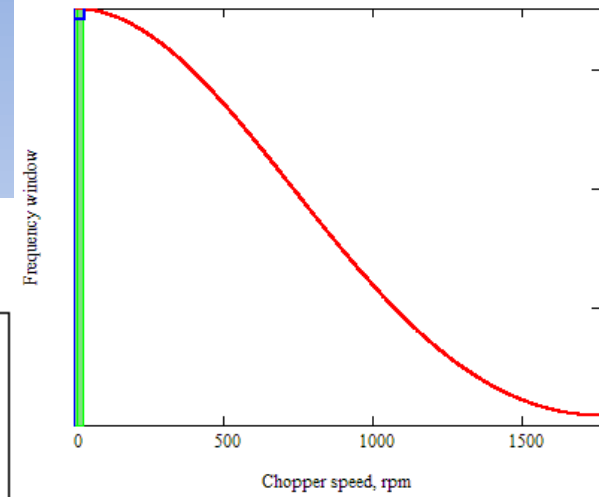


Simulation: RTOF data acquisition

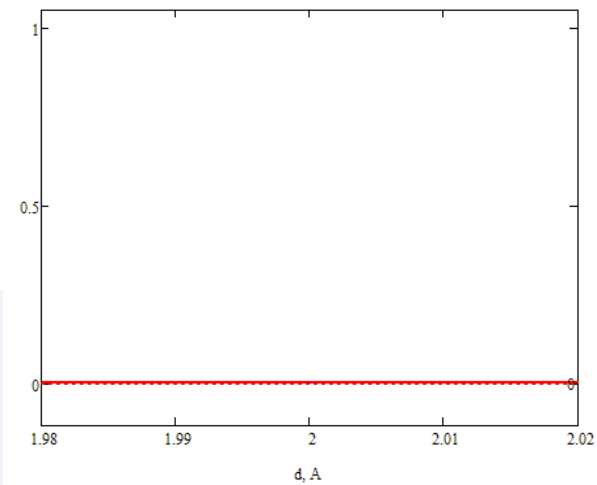
Current chopper speed is 0 rpm or 0 % of max. speed 1760 rpm



Elapsed time / Total time: 0 %



Current chopper speed is 0 rpm or
0 % of max. speed 1760 rpm



Resolution of a TOF - diffractometer

$$R(t, \theta) = \Delta d/d = [(\Delta t_0/t)^2 + (\Delta\theta/\operatorname{tg}\theta)^2 + \varepsilon^2 + d^2/\langle D \rangle^2]^{1/2},$$
$$t \sim L \cdot d \cdot \sin\theta, \quad R \rightarrow 0 \quad \text{if } \Delta t_0 \rightarrow 0 \quad \text{or } L \rightarrow \infty$$
$$\text{and} \quad \Delta\theta \rightarrow 0 \quad \text{or } \theta \rightarrow \pi/2$$

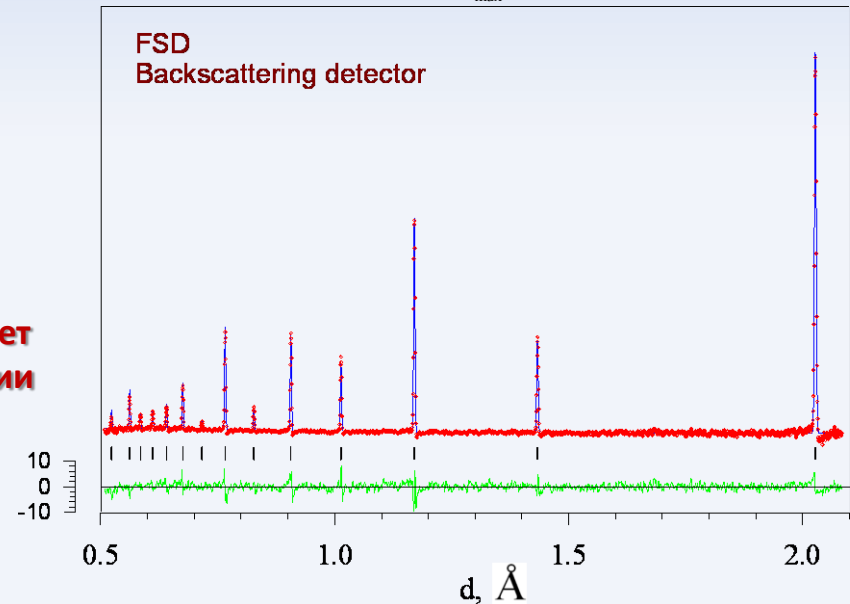
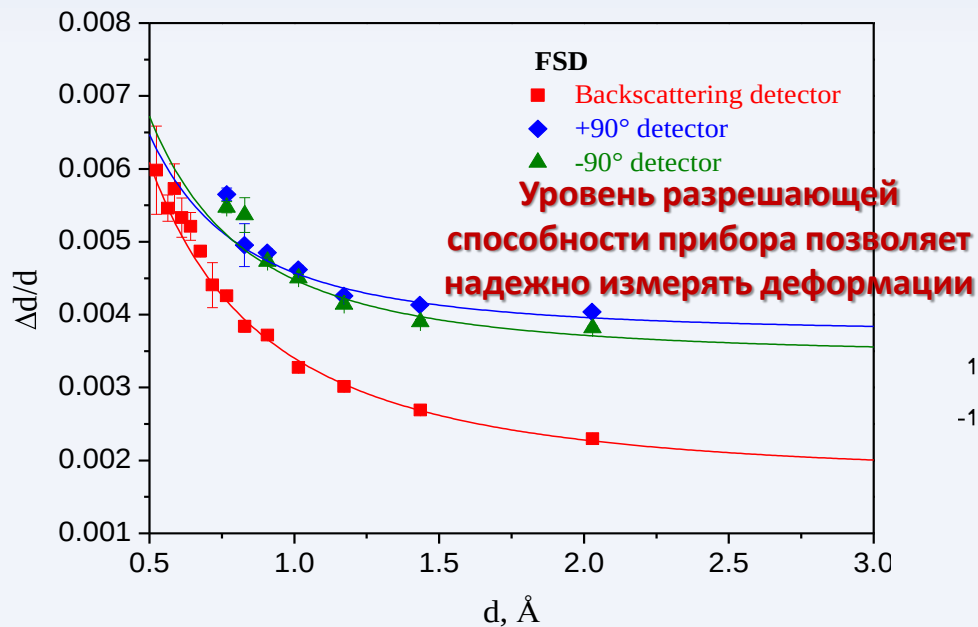
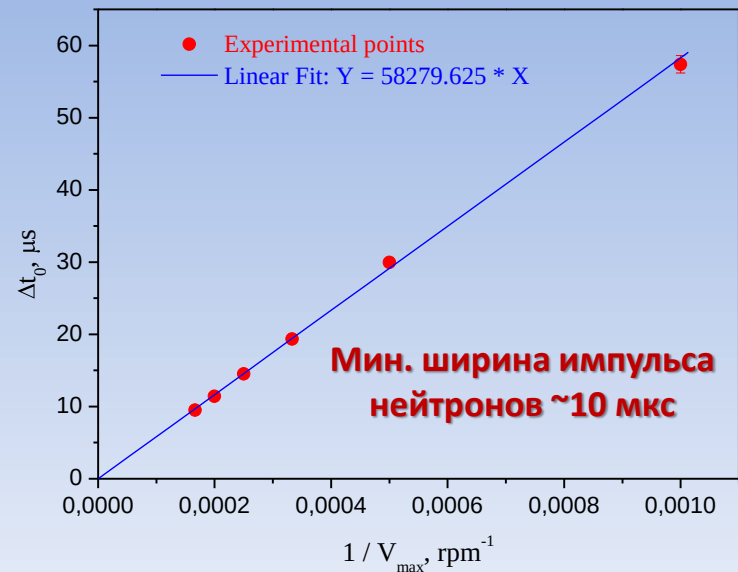
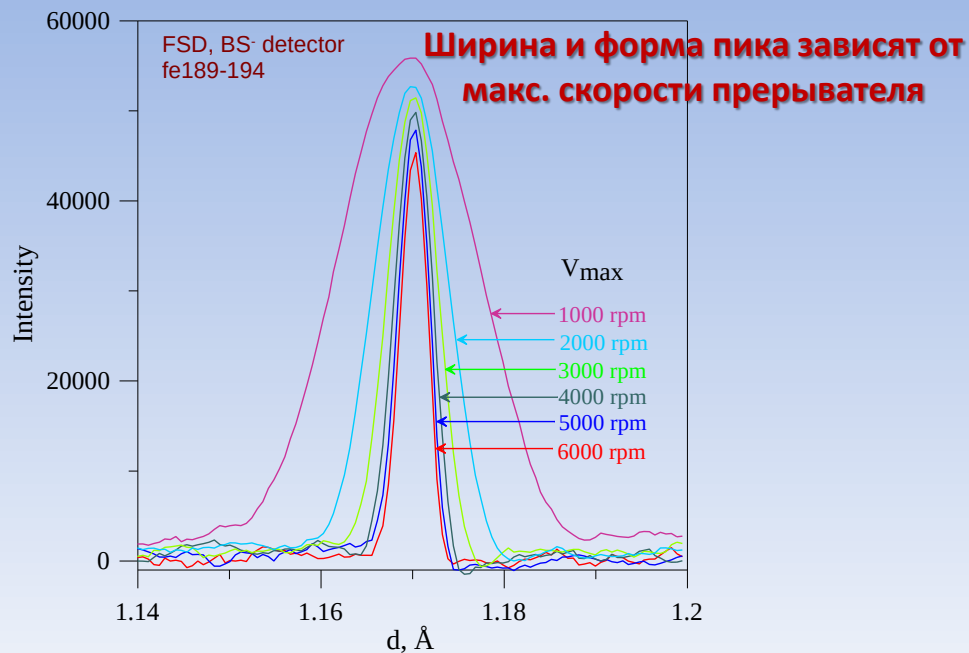
FSD diffractometer, IBR-2 (RUSSIA)

$$R(t) \approx \int g(\omega) \cos(\omega t) d\omega, \quad R = \Delta t_0 \approx 1/\Omega_m = (N\omega_m)^{-1} = (1024 \cdot 100 \text{ kHz})^{-1} \approx 10 \text{ } \mu\text{s}$$

For $\Delta t_0 \approx 10 \text{ } \mu\text{s}$ and $L \approx 6.5 \text{ m}$:

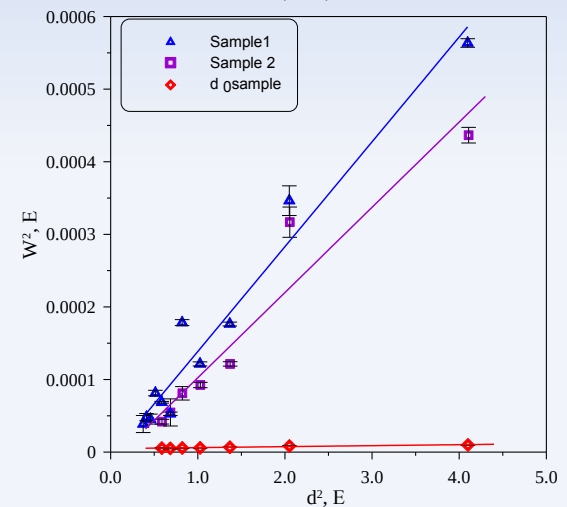
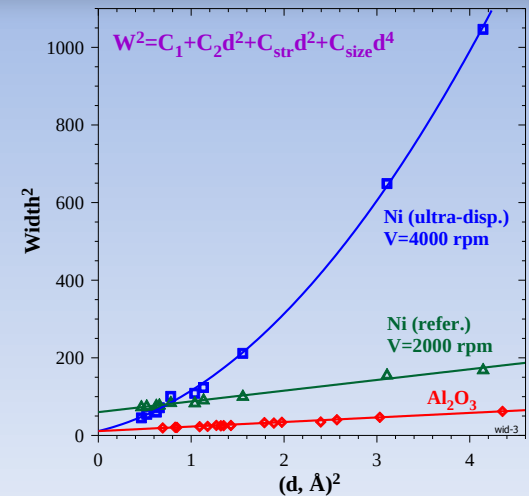
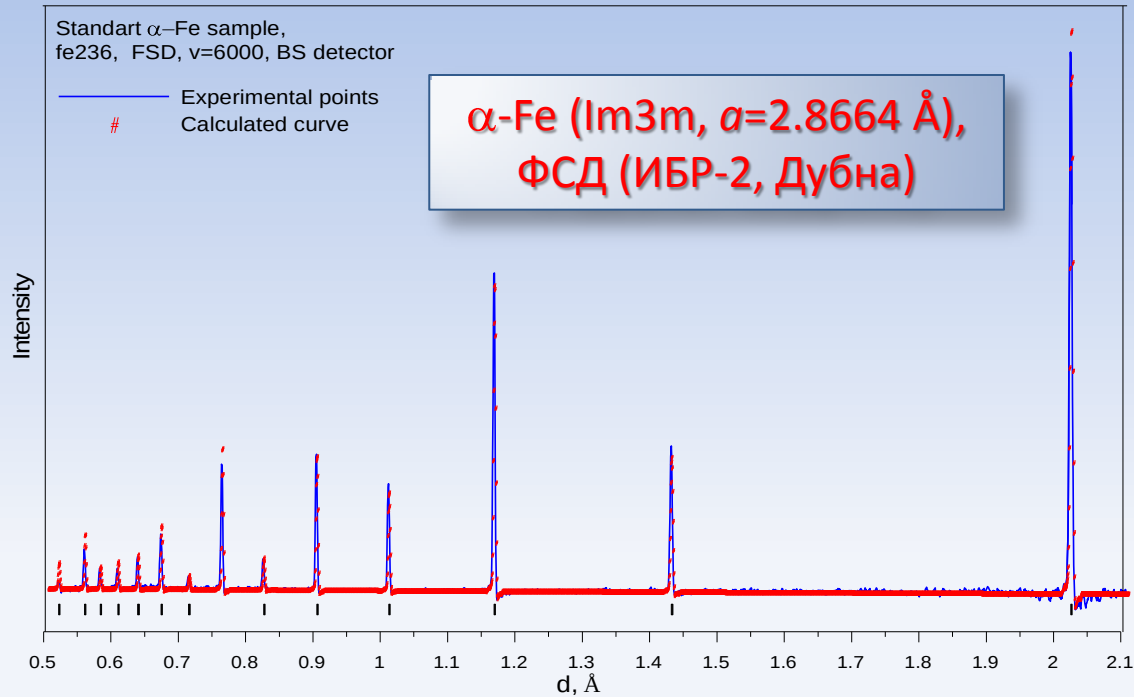
time component $\Delta t_0/t \approx 2.5 \cdot 10^{-3}$ for $d = 1 \text{ } \text{\AA}$ and $2\theta = 90^\circ$

Высокая разрешающая способность прибора



Типичный дифракционный спектр с узкими линиями: напряжения и микронапряжения, размер кристаллитов, текстура

Микроструктура: размер блоков, напряжения, текстура



Интенсивности пиков дают информацию о **структуре** (и **текстуре**) образца,
положения пиков — о среднем параметре элементарной ячейки,
ширины пиков — о размере кристаллитов и микронапряжениях.

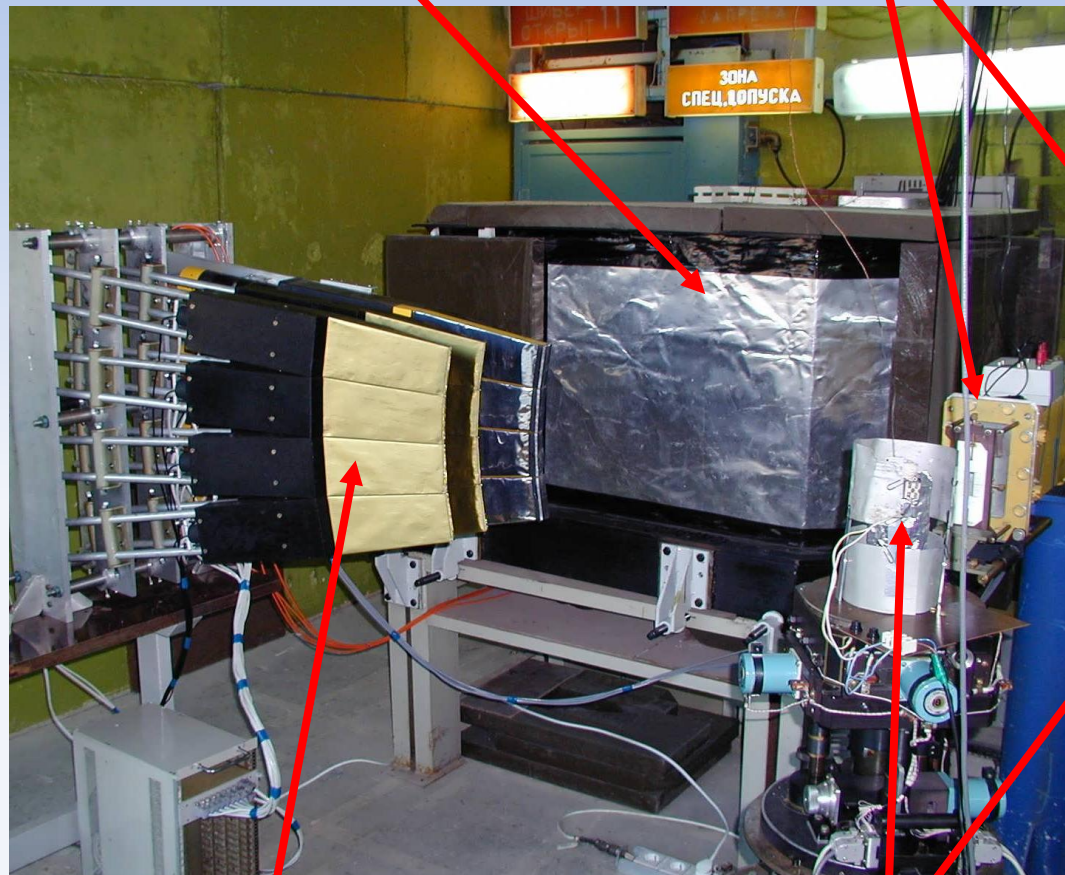
Дифрактометр ФСД

Детектор
обратного
рассеяния BS

90°-детектор ASTRA

Нейтроновод

Радиальный коллиматор



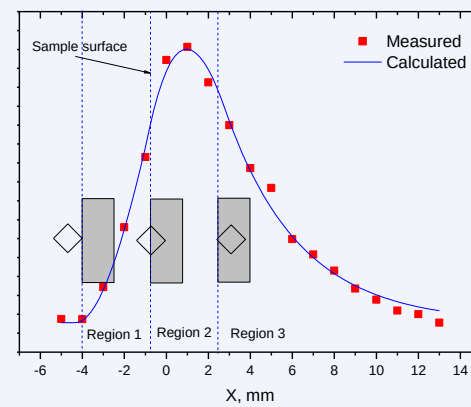
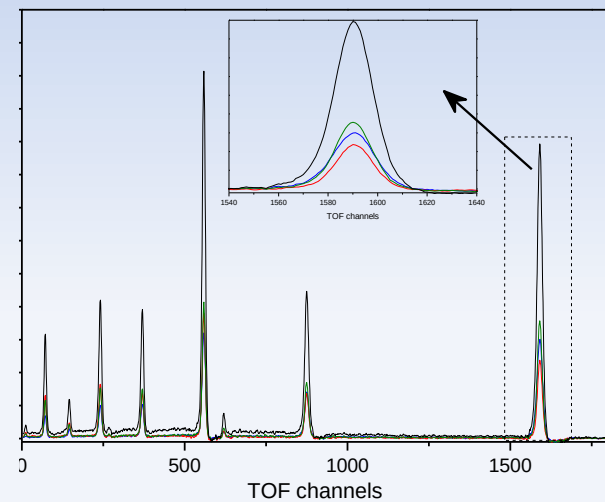
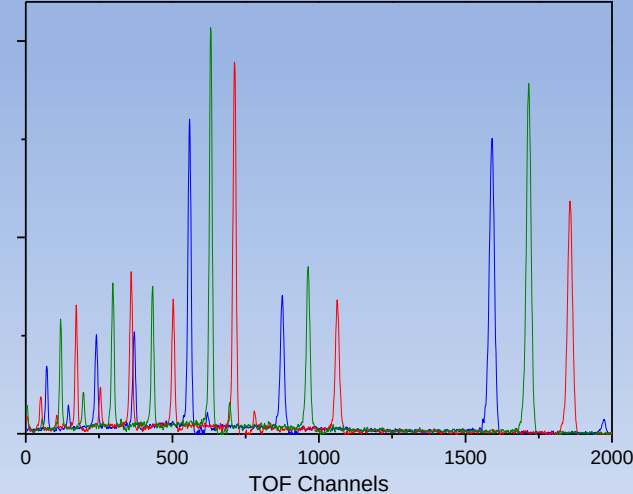
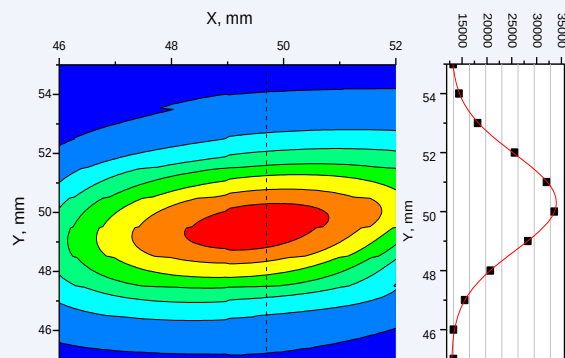
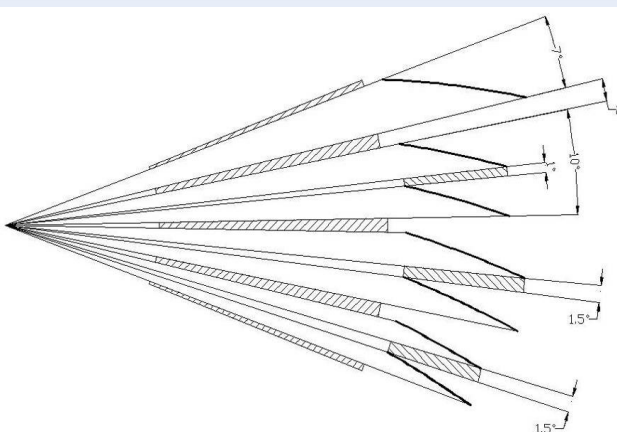
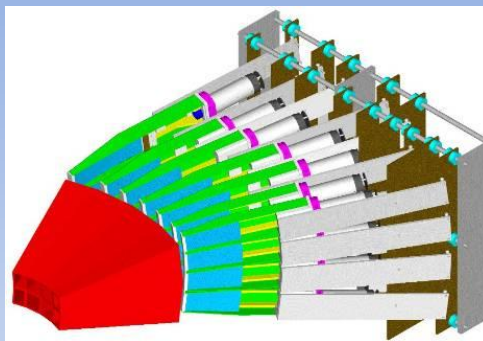
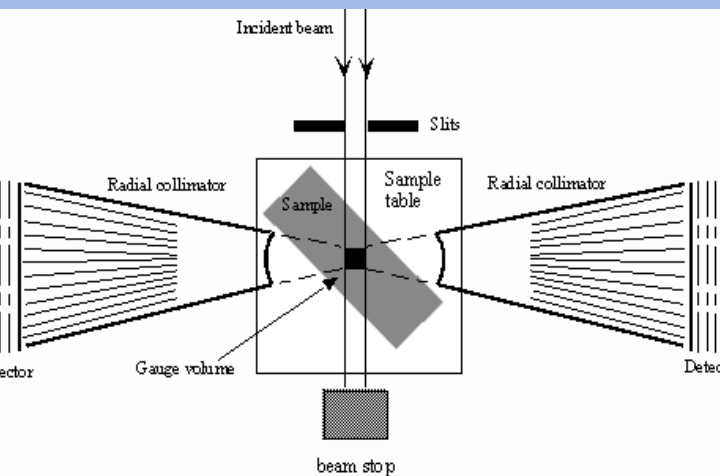
90°-детектор
ASTRA

Место образца



Гониометр
HUBER

Дифрактометр ФСД



Основные параметры дифрактометра ФСД

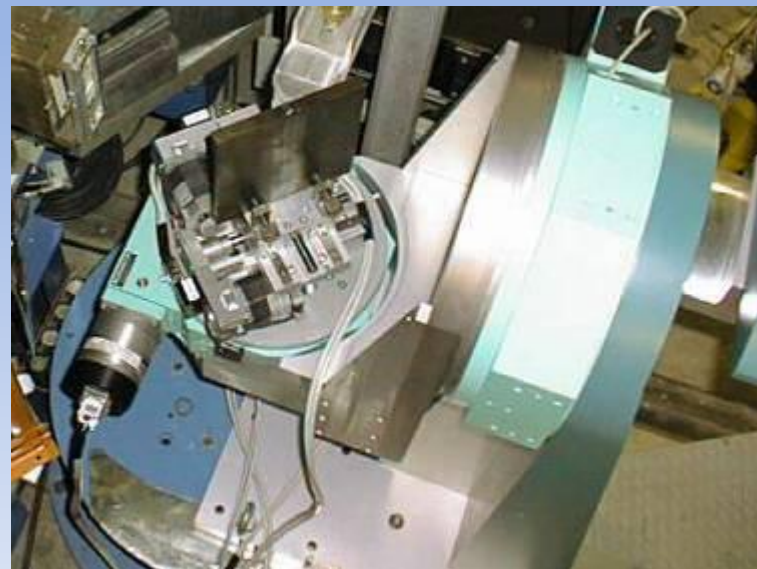
Нейтроновод	зеркальный, с покрытием из Ni
Сечение пучка на выходе	10×75 мм ²
Расстояние замедлитель–образец	28.14 м
Расстояние прерыватель–образец	5.55 м
Фурье-прерыватель (диск)	высокопрочный Al сплав
внешний диаметр	540 мм
ширина щели	0.7 мм
кол-во щелей	1024
макс. скорость вращения	6000 об./мин.
макс. частота модуляции пучка	100 кГц
Ширина импульса тепловых нейтронов:	
в режиме низкого разрешения	320 мкс
в режиме высокого разрешения	9.8 мкс
Разрешение детекторов:	
BS обратного рассеяния ($2\theta = 141^\circ$)	2.3×10^{-3}
ASTRA ($2\theta = \pm 90^\circ$)	4.0×10^{-3}
Интервал длин волн	0.9 ÷ 8 Å
Поток нейтронов на образце:	
без фурье-прерывателя	1.8×10^6 нейтр./см ² /сек.
с фурье-прерывателем	3.7×10^5 нейтр./см ² /сек.

Окружение образца

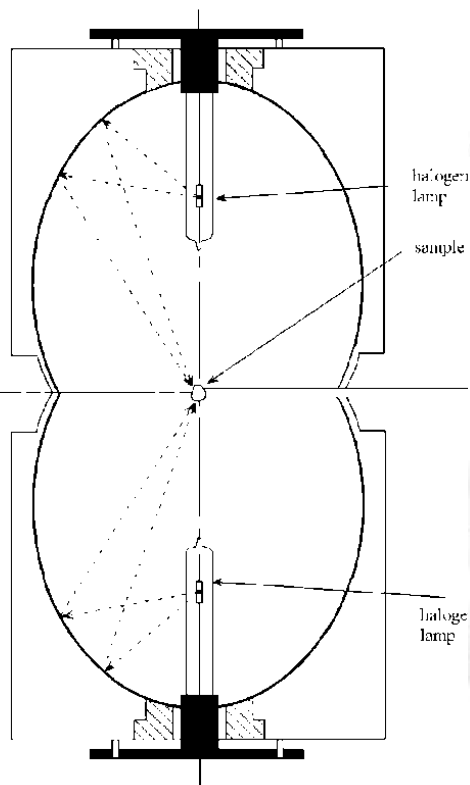
Зеркальная печь MF-2000:

мощность - 1 кВт

макс. температура - 1000° C



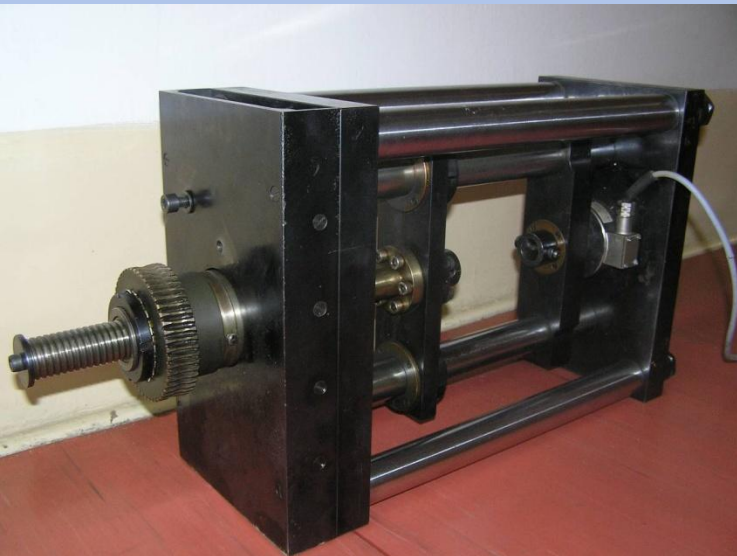
гониометры HUBER



Окружение образца

Нагрузочная машина LM-20

макс. нагрузка - 20 кН, макс. температура - 800 °С



Нагрузочная машина TIRAtest:

макс. нагрузка - 60 кН



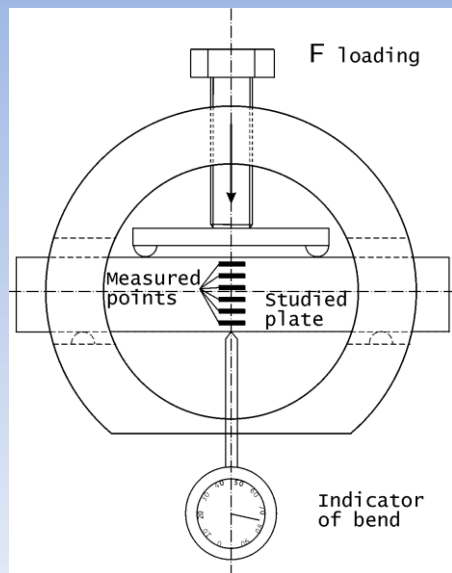


Рис. 1. 4-точечный изгибатель - прибор для создания контролируемого 4-точечного изгиба исследуемой пластины. На пластине показаны измеряемые точки, лежащие вдоль линии нагружения образца.

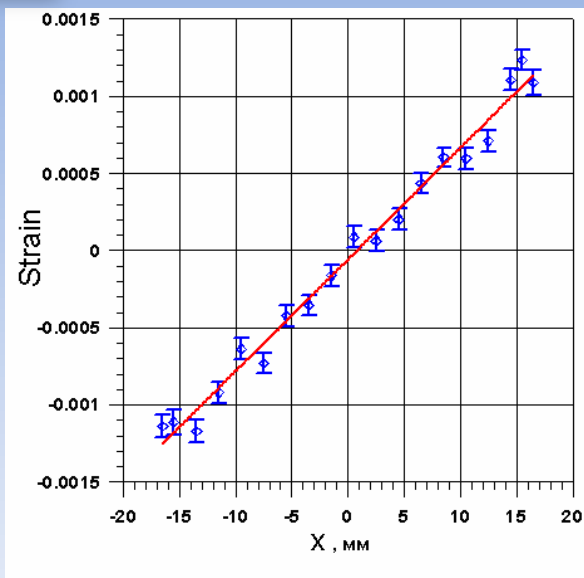
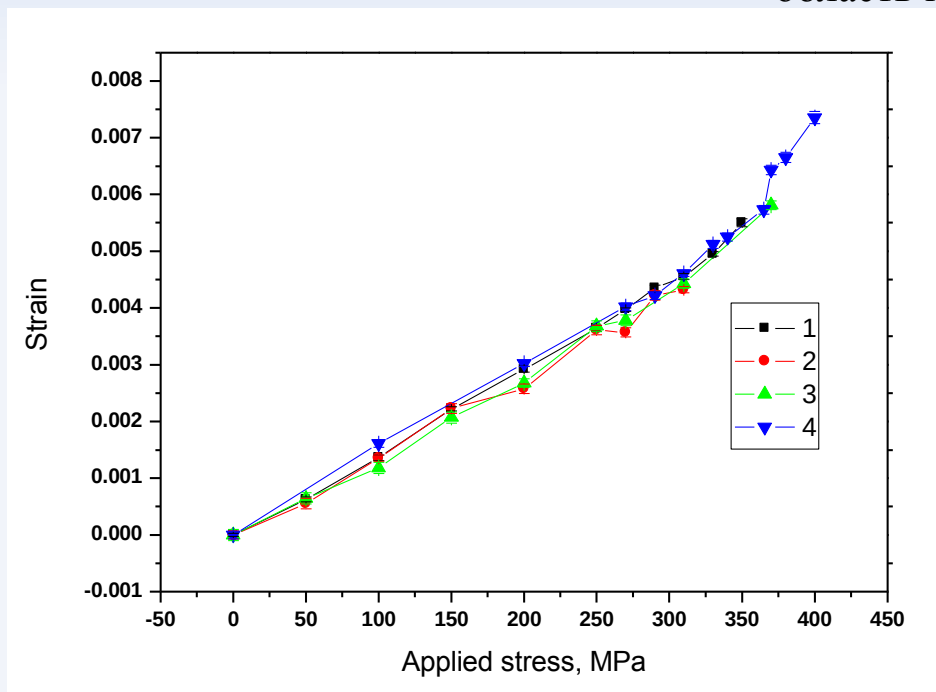


Рис. 2. Зависимость деформации пластины от X .

Рис. 3. Зависимости деформации кристаллической решетки сплава Д16 от приложенной нагрузки, при проведении экспериментов по одноосному растяжению. На образце № 4 показан переход в область пластичности.



Surveillance specimens, recovered by welding technique

Collaboration:

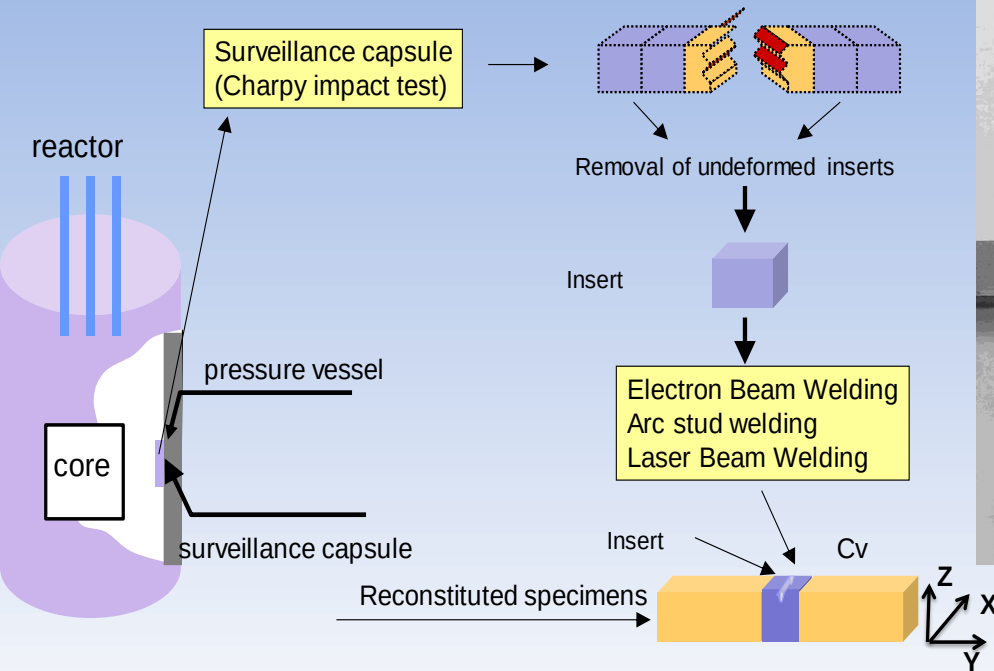
Institute of Electronics of Bulgarian Academy of Sciences (Sofia, Bulgaria)

Frank Laboratory of Neutron Physics, JINR (Dubna, Russia)

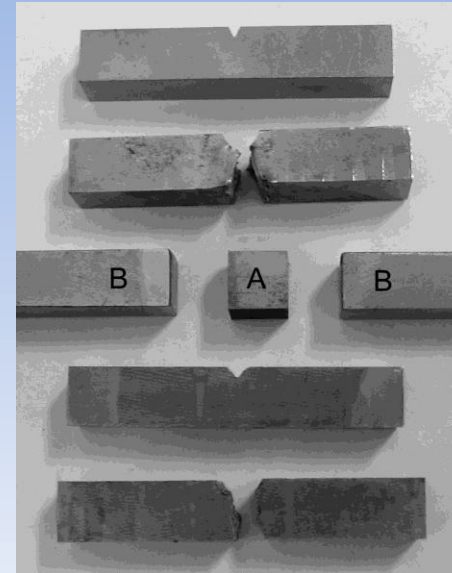
Одной из насущных проблем современной ядерной энергетики - **контроль состояния металла реакторного корпуса** в течение всего срока его службы и гарантия целостности корпуса реактора при нормальных условиях эксплуатации, а также при любых проектных авариях. Это обязательное **условие безопасной эксплуатации** ядерной энергетической установки с реактором корпусного типа. Важным источником информации об изменении свойств корпусных сталей, которые ухудшаются под воздействием нейтронного облучения, служит **программа образцов-свидетелей**, которые располагаются у внутренней стенки шахты реактора. Как правило, штатная программа образцов-свидетелей на основе анализа результатов их механических испытаний обеспечивает проверку проектных расчетных характеристик **сопротивления хрупкому разрушению**, оценку **работоспособности корпуса** реактора, а также материаловедческое сопровождение его эксплуатации на весь проектный период. Однако зачастую данные результатов испытаний образцов-свидетелей и мониторинга радиационной нагрузки корпуса свидетельствуют о возможности продления сроков эксплуатации сверх установленных проектом. При этом сопровождение эксплуатации корпуса на сверхпроектный период не обеспечивается в рамках штатной программы.

В связи с этим возникает **задача реконструкции образцов-свидетелей** после их механических испытаний **с помощью различных видов сварки** (электродуговой, электронно-лучевой, лазерной и т.д.). Целью такой реконструкции является **увеличение количества облучаемых образцов** корпусной стали реактора для получения представительных и достоверных данных, используемых для оценки радиационного охрупчивания материалов корпуса реактора при подтверждении его проектного срока эксплуатации или при его продлении.

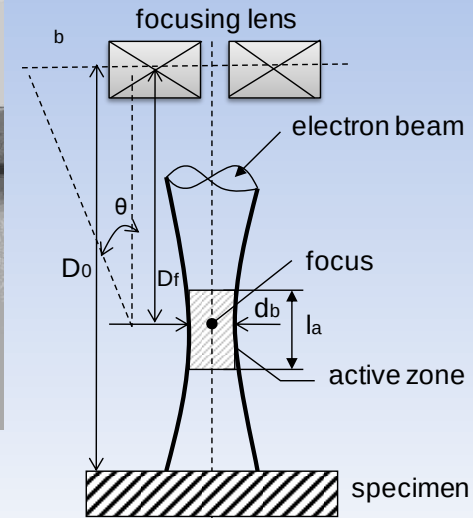
Welded Charpy test specimens



Scheme of the methods applied for reconstitution of Charpy and CT test specimens



Electron beam welding procedure for reconstitution of Charpy specimens

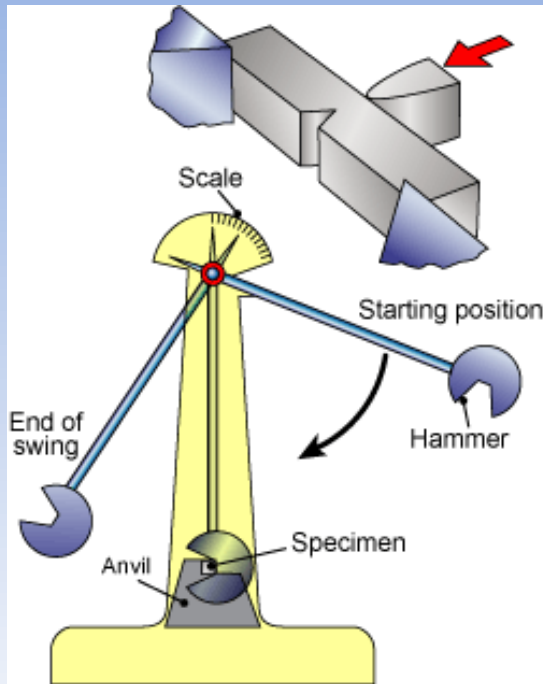


Scheme of the electron beam welding process

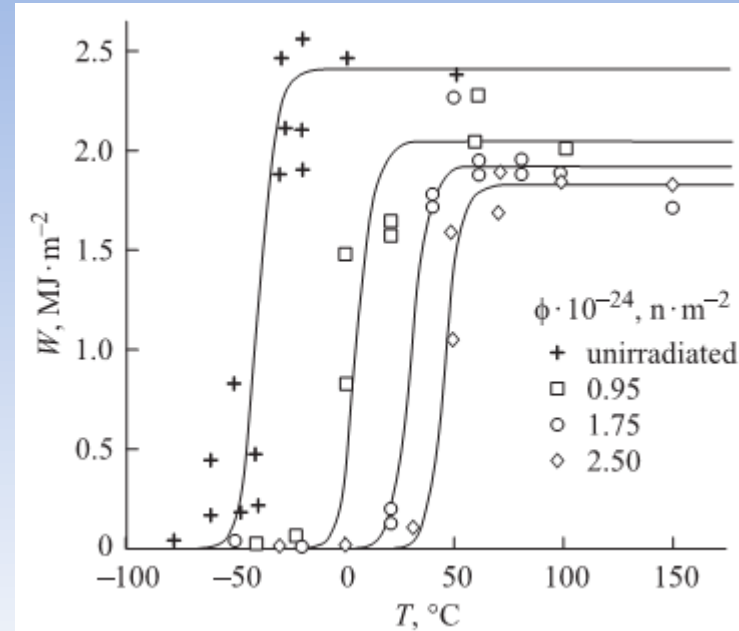
Studied Charpy specimens: low alloyed steel (wt%): 0.18% C; 0.35% Si; 0.012% P; 0.013% S; 0.32% Cr; 0.58% Mn; 0.72% Ni; 0.13% Cu; 0.61% Mo; 0.1% Cu.

EBW parameters: accelerat. voltage $U=60\text{kV}$; beam current $I=50\text{ mA}$, welding speed $V=1\text{ cm/s}$, focusing lens - specimen distance $D_0=38\text{cm}$.

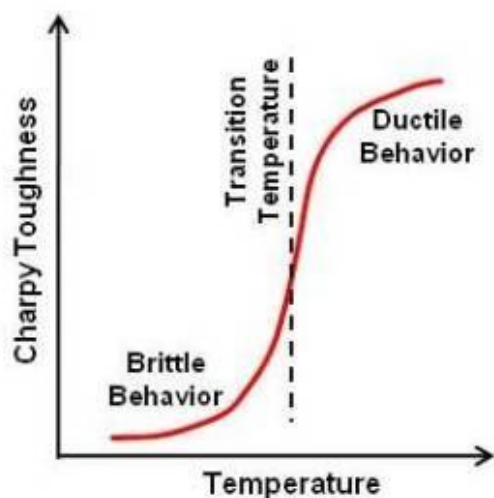
Charpy impact testing



Charpy testing machine



Температурные зависимости ударной вязкости стали 15Х2МФА после различных доз облучения нейтронами [1]



Toughness v/s Temperature for a steel

[1] Малыгин Г.А. Анализ параметров хрупко-вязкого перехода при ударном нагружении облученных нейтронами металлов и сплавов с ОЦК-решеткой. ФТТ, 2006, т.48, вып.9, с.1162.

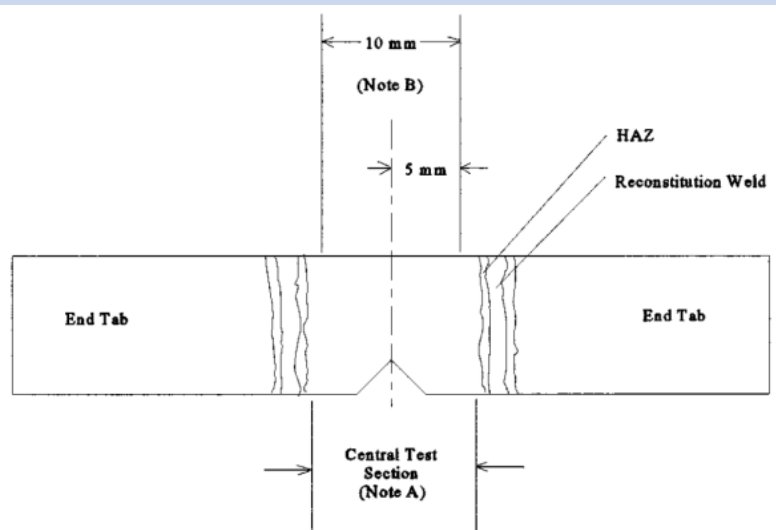
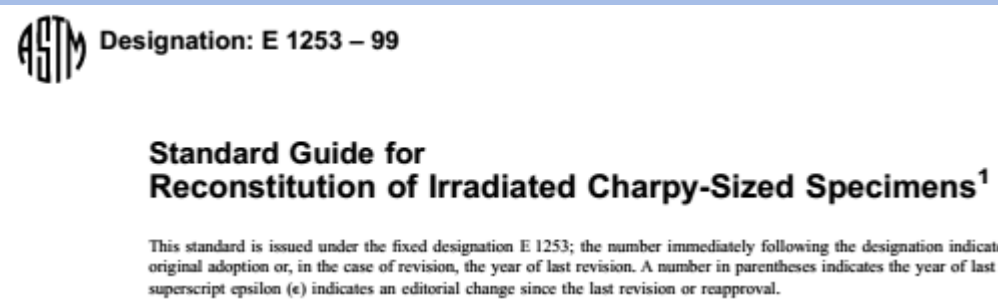
Electron beam welding



Leybold-Heraeus
ESW300/15-60



ASTM E1253 – 13: Standard Guide for Reconstitution of Irradiated Charpy-Sized Specimens



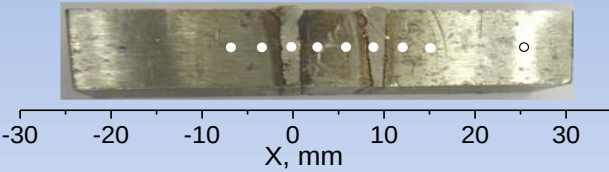
NOTE A - No plastic deformation from previous testing is permitted in the region between the HAZs caused by the reconstitution welds (the central test section).

NOTE B - Temperature during welding shall not exceed the irradiation temperature.

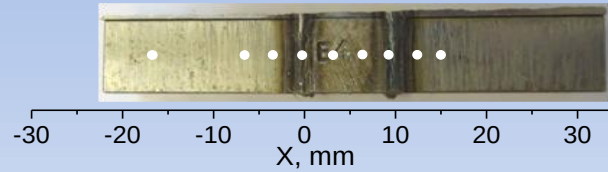
Технология реконструкции **не должна заметно изменять структуру и механические свойства материала** для сохранения репрезентативности данных тестов по Шарпи. Однако, остаточные напряжения, возникающие в результате практически любого сварочного процесса, могут оказывать на них значительное влияние. Поэтому **необходимо контролировать уровень остаточных напряжений** после сварки в реконструированных образцах-свидетелях.

Studied samples & experimental setup

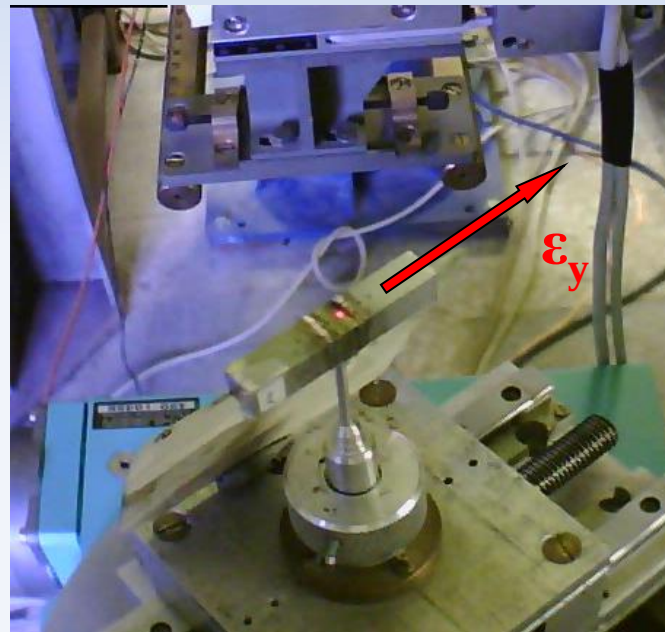
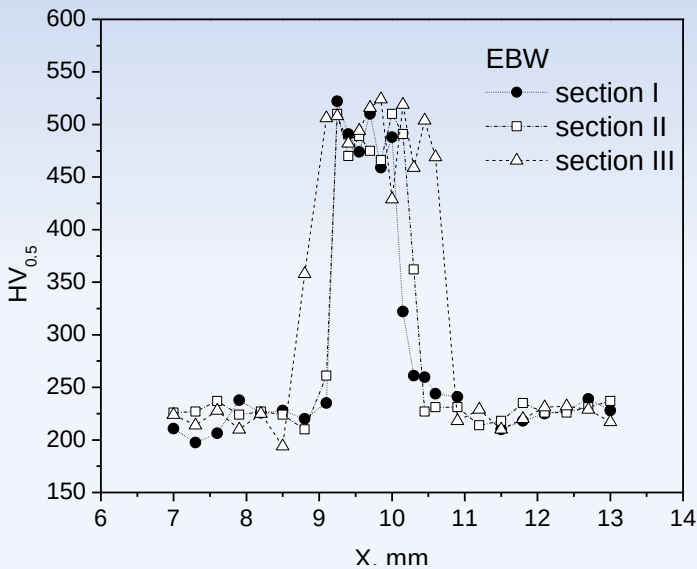
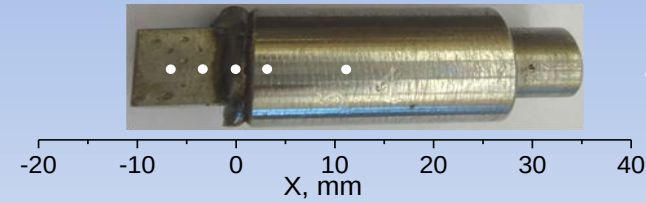
Charpy - EBW



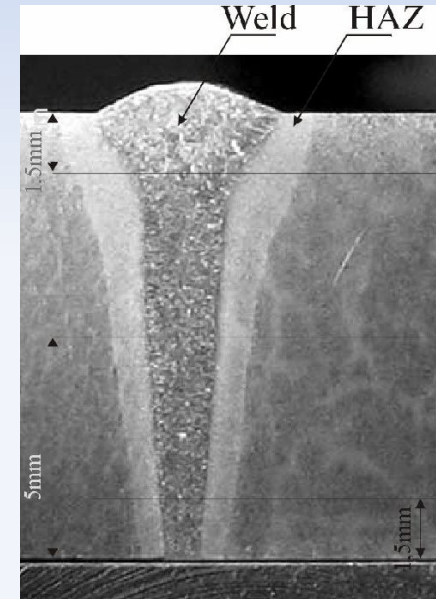
Charpy - LBW



Charpy - ASW



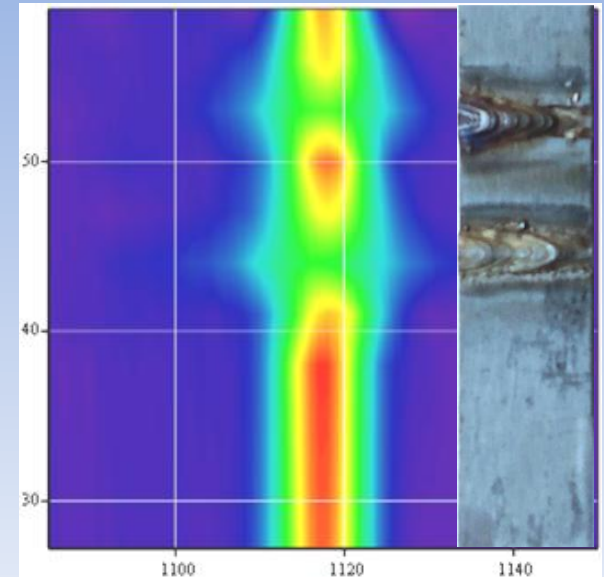
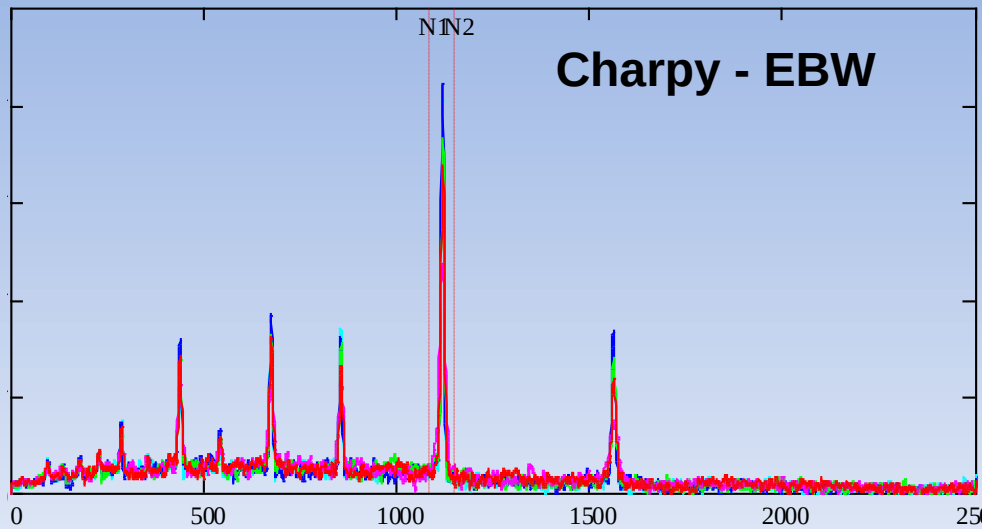
EBW specimen on FSD



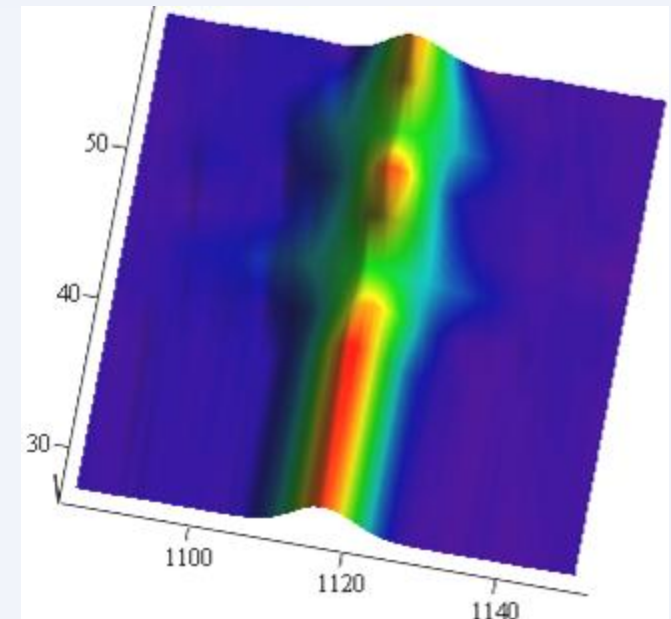
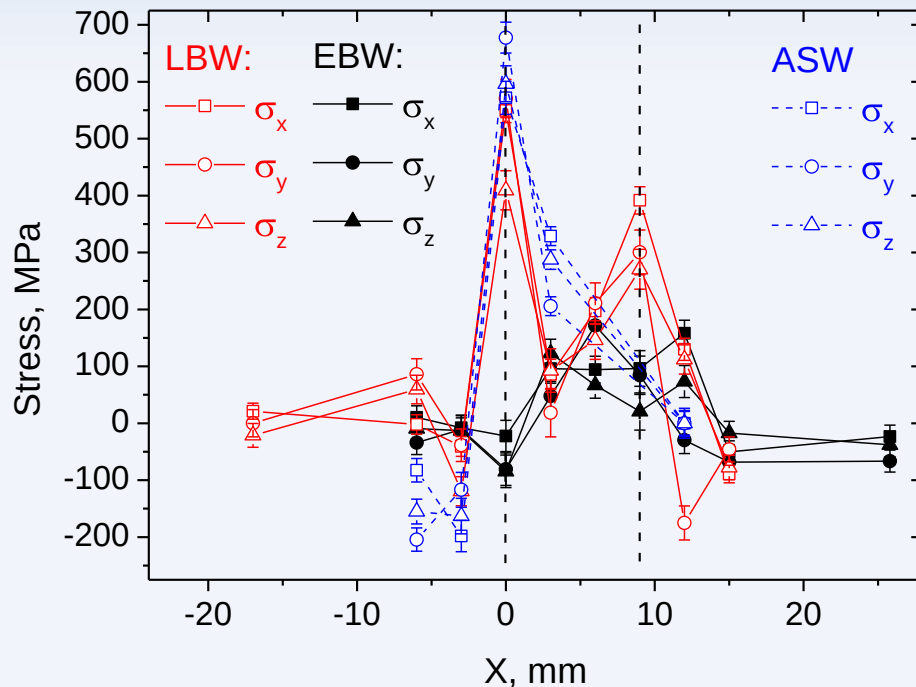
Typical shape of EBW weld seam and heat affected zone (HAZ) at U=60 kV

Microhardness distributions for EBW specimen along the weld depth:
 Section I - 8 mm from surface,
 Section II - 5 mm from surface,
 Section III - 2 mm from surface.

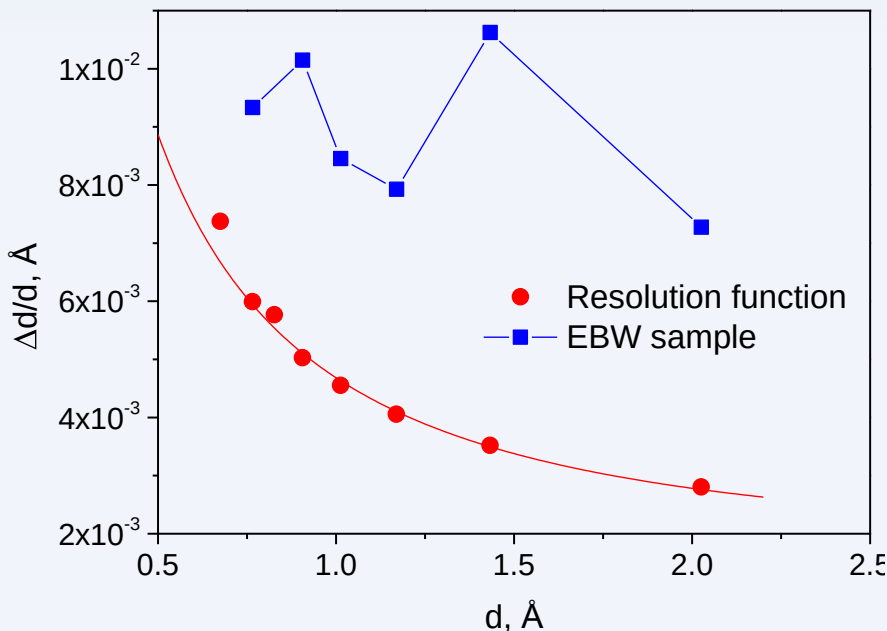
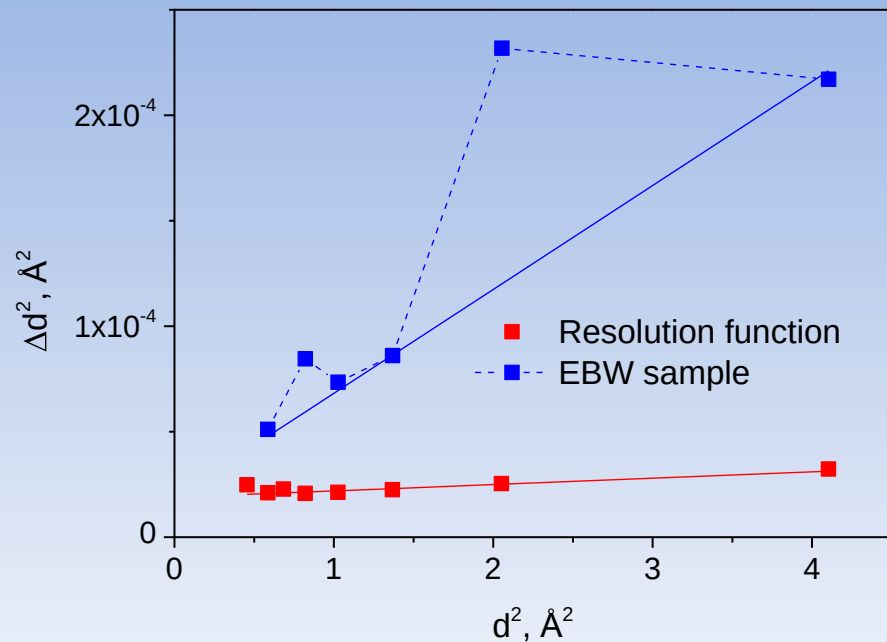
Experimental results: diffraction spectra



3D plot and map of the neutron diffraction pattern near (211) reflection during x-scan



Anisotropic peak broadening



Анизотропное уширение дифракционного пика зависит от среднего значения фактора дислокационного контраста $\overline{Chkl}$, который учитывает ориентационные и упругие особенности дислокаций (T.Ungar et al.):

$$\Delta K^2 = \left(\frac{0.9}{\langle D \rangle} \right)^2 + \frac{\pi M^2 b^2 \rho}{2} K^2 C \pm O(K^4 C^2)$$

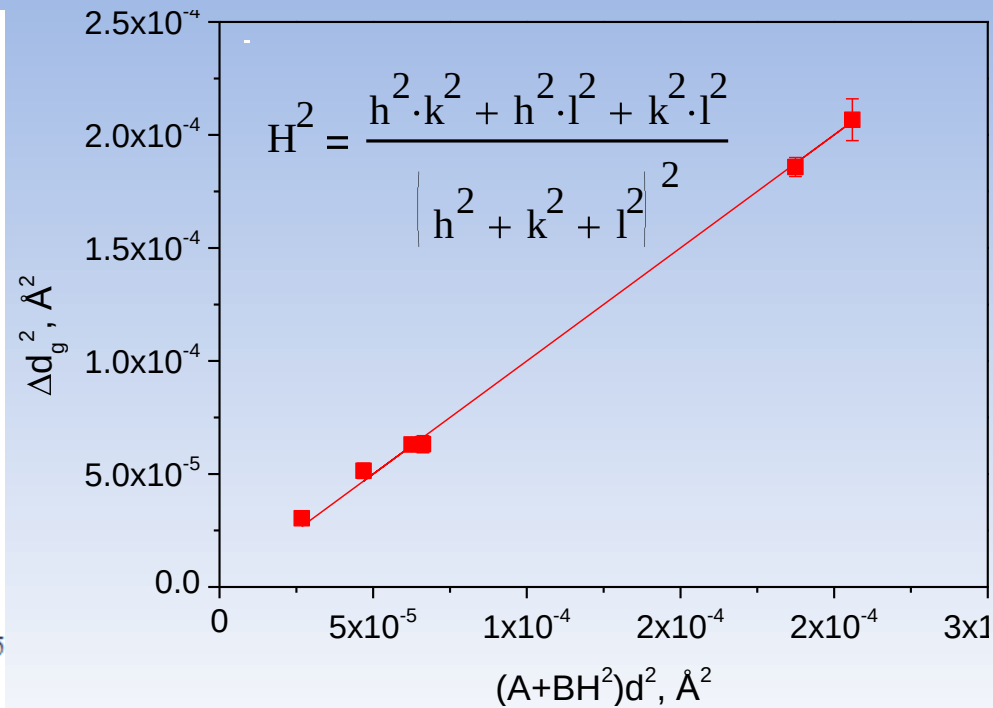
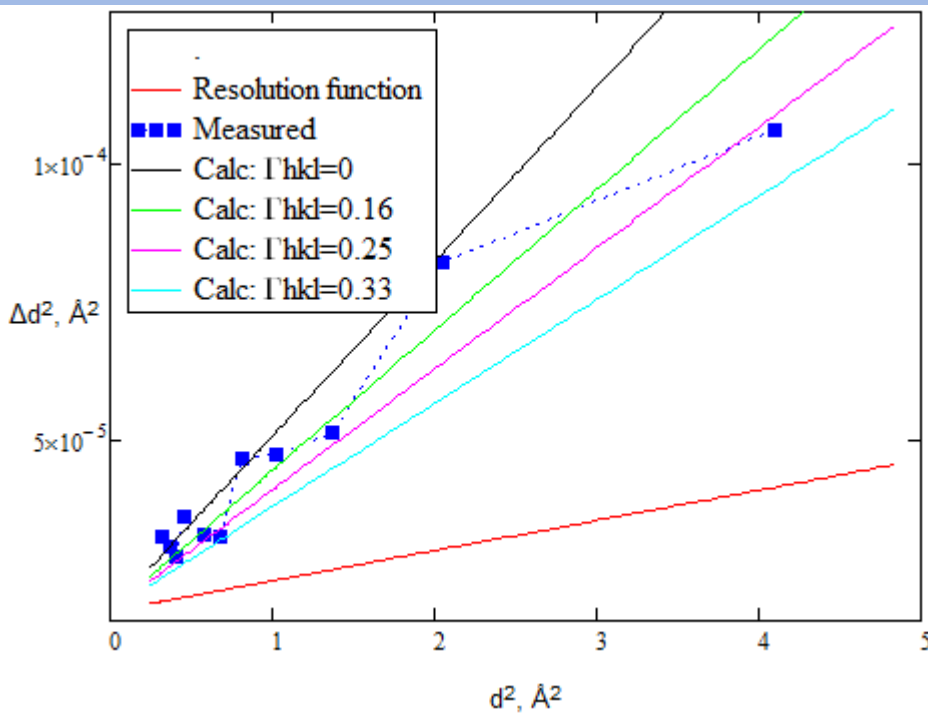
где $K = 2\sin\theta/\lambda$, ΔK - ширина пика на половине высоты, $\langle D \rangle$ - размер когерентно рассеивающих областей, M - константа, зависящая от эффективного радиуса обрезания дислокаций, ρ - плотность дислокаций, b - вектор Бюргерса; C - среднее значение фактора дислокационного контраста.

Усредненный фактор дислокац. контраста $\overline{Chkl}$ для кубического кристалла:

$$\overline{C}_{hkl} = A - B \frac{h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} = A - B H^2$$

где h, k, l - индексы Миллера, H^2 - ориентационный фактор, а величины A и B зависят от упругих констант материала, эффективного радиуса обрезания дислокаций, а также их типа (краевые, винтовые).

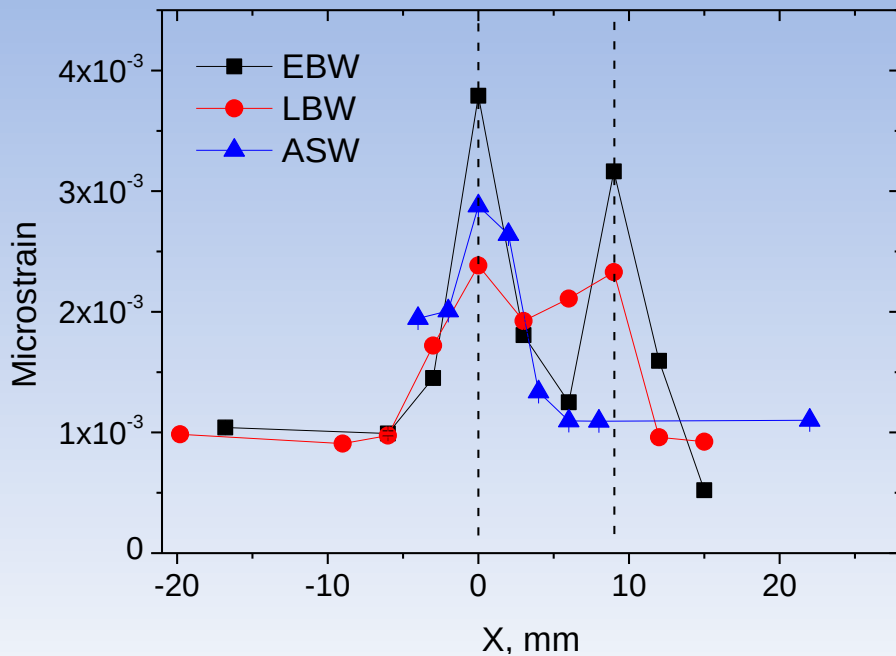
Anisotropic peak broadening



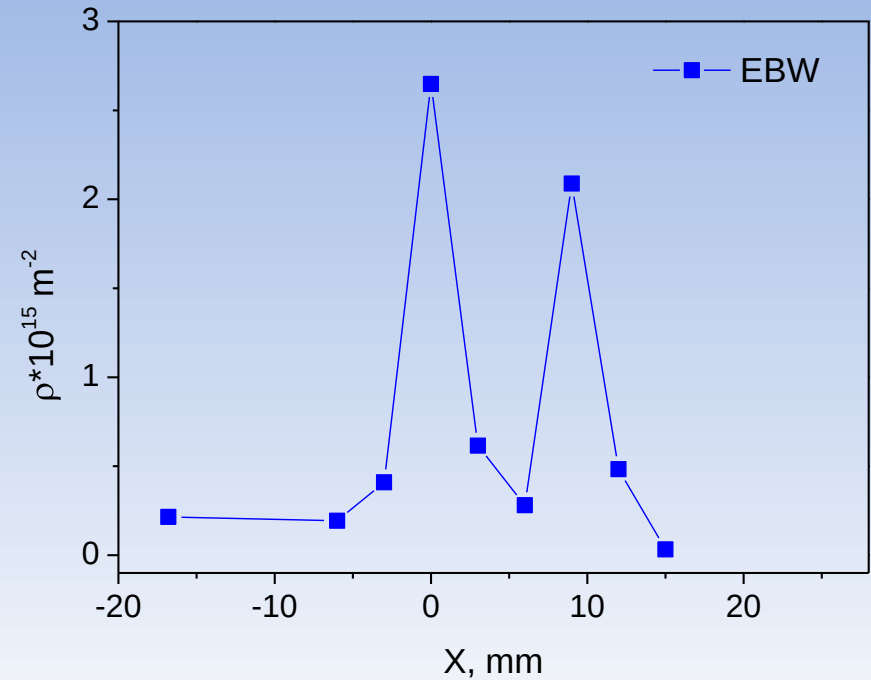
Зависимость Δd^2 от d^2 для образца LBW. Сплошные линии, проведенные по результатам подгонки по МНК, соответствуют микродеформациям с различными значениями фактора анизотропии H^2 . Для сравнения показана функция разрешения прибора, измеренная на стандарте.

Зависимость Δd^2 от $(A+B \cdot H^2) \cdot d^2$

Experimental results: microstrain



Residual microstrain (averaged on all (hkl)) in studied specimens vs. X. The vertical dashed lines indicate the positions of the centers of welds.



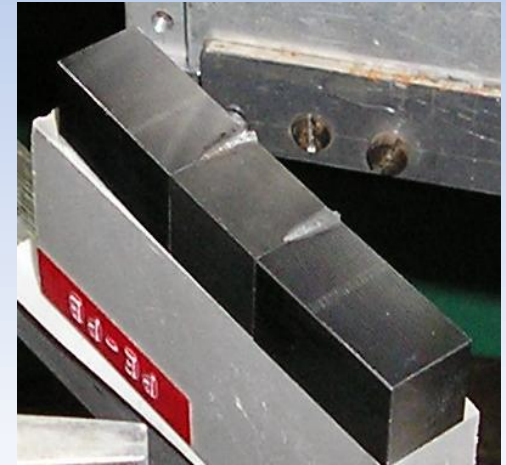
Estimated dislocation density for EBW specimen

Residual Stress Investigations of Electron Beam Welds on Samples Prepared by Reconstitution Method

Pavol Mikula^a and Miroslav Vrána^b

Nuclear Physics Institute ASCR, v.v.i., 250 68 Řež, Czech Republic

^amikula@ujf.cas.cz, ^bvrana@ujf.cas.cz



EBW, low-alloy ferritic steel

Sample 1 (weld on one side): $\sigma_{\max} \sim 400 \text{ MPa}$

Sample 2 (weld on both sides) : $\sigma_{\max} \sim 600 \text{ MPa}$

Pavol Mikula, Miroslav Vrana, *Residual Stress Investigations of Electron Beam Welds on Samples Prepared by Reconstitution Method*, **Applied Mechanics and Materials**, V. 486 (2014), p.147-150.

Plans:

- 1) Residual stress distributions vs. different EBW parameters**
- 2) Charpy tests for samples with different levels of residual stress**
- 3) FEM modeling for EBW samples (research group of Prof. V. Mikhailov, Brandenburg University of Technology, Germany)**

Спасибо за внимание!