Måling af indre spændinger ved hjælp af neutrondiffraktion

Torben Lorentzen, Afdelingen for Materialeforskning, Forskningscenter Risø

Introduktion

Materialeforskning drejer sig i vid udstrækning om at opnå en forståelse af sammenhængen mellem belastninger af komponenter og deformationerne i materialet, og hvorledes denne sammenhæng relateres til et eller flere af begreber som styrke, stivhed, brudforlængelse, udmattelsesstyrke, brudseghed mm. Målet er en kvantitativ formulering - en model - der kan anvendes i praksis. Med henblik på en umiddelbar industriel anvendelse opstilles ofte en kvantitativ fænomenologisk model, der på simpel matematisk form kan simulere materialets faktiske opførsel. Ofte har en sådan model kun begrænset sammenhæng med de rent fysiske fænomener, der ligger bag deformationerne. Modellerne er ofte rettet mod et specielt materiale, eller mod en begrænset materialegruppe. I den mere langsigtede materialeforskning stiles derimod ofte mod en mere generel forståelse af de mekanismer der er styrende for materialets egenskaber, og modellerne er ofte rettet mod en langt bredere klasse af materialer. Her bygger modelleringen ofte på et kendskab til dislokationer, kornstørrelser, tekstur mm., og der søges en sammenhæng mellem disse mikrostrukturrelaterede parametre og materialets makroskopiske opførsel.

En ting er dog fælles for de to angrebsvinkler og det er *''eksperimenter''*. Modelleringen bygger på faktiske observationer, og der gøres derfor i udbredt grad brug af forskellige eksperimentelle teknikker til undersøgelse af materialernes mekaniske opførsel. En relativ ny teknik i denne sammenhæng er anvendelsen af neutrondiffraktion til undersøgelse af indre spændinger. Diffraktion er et velkendt begreb indenfor mange grene af fysikken og eksempelvis Bragg-spredning har været kendt siden 20'erne, hvor W.L.Bragg formulerede sammenhængen mellem spredningsvinklen (θ), bølgelængden af den anvendte stråling (λ) og afstanden mellem udvalgte gitterplaner (d_{hkl}) i materialet.

Gitterplanafstande kan altså måles med diffraktion, og det er derfor også muligt at bestemme relative ændringer i disse gitterplanafstande, hvilket er indbegrebet af det ingeniørmæssige begreb ''tøjring'', der er udgangspunktet for beregning af spændinger. Diffraktionsteknikker til måling af tøjninger og dermed til bestemmelse af spændinger er interessante i denne sammenhæng, idet teknikkerne er ikke-destruktive og berøringsfrie. Endvidere er det interessant at man med en ikke-destruktiv diffraktionsteknik kan bestemme residualspændinger. Ofte giver inhomogene deformationer udover materialets elasticitetsgrænse anledning til et felt af residualspændinger, der står tilbage i materialet efter aflastning. Det kunne eksempelvis være efter en mekanisk ydre belastning eller efter en temperaturpåvirkning. Residualspændinger er således et særdeles væsentligt begreb i forståelsen af deformationsprocesser.

Røntgendiffraktion har længe været anvendt til undersøgelse af residualspændinger, men denne teknik er dog væsentlig begrænset af strålingens indtrængningsdybde, der typisk kun er nogle få tiendedele millimeter. Ikke-destruktive undersøgelser er således begrænset til tynde overfladelag om end, man ved brug af destruktive ætsnings- og bearbejdningsteknikker anvender røntgenstrålingen til målinger i dybere liggende lag.

Neutrondiffraktionsteknikken har derimod den store styrke at strålingen kun i ringe grad absorberes af mange gængse materialer, og gennemtrængningsdybden er ofte en faktor 1000 større end for røntgen. Det er således muligt med neutrondiffraktionsteknikken på ikke-destruktiv vis, at kortlægge gitterdeformationer og dermed residualspændinger i områder beliggende op til flere centimeter inde i materialet.

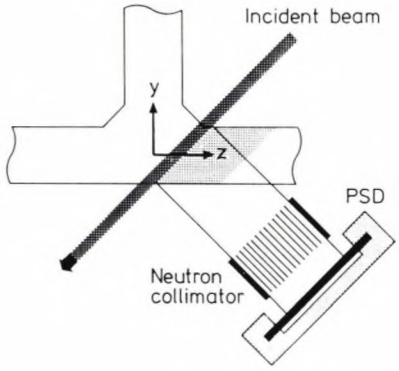
Omkring starten af firserne publiceredes de første eksempler på at anvende neutrondiffraktionsteknikken til bestemmelse af indre spændinger[1,2,3], og i 1986 påbegyndte ''Afdelingen for Materialeforskning'' på Risø videreudvikling og opbygning af denne nye måleteknik ved Risø's forsøgsreaktor DR-3[4,5,6]. På Risø udvikledes et nyt eksperimentelt udtsyr baseret på en positionsfølsom neutrondetektor (PSD). Anvendelsen af en PSD bevirker i mange tilfælde en reduktion af tælletiden set i forhold til udstyr baseret på en enkelt detektor, og endvidere simplificeres bestemmelsen af tøjningsprofiler i strukturelle komponenter ofte. Teknikken er idag færdigudviklet og finder nu stor anvendelse indenfor såvel kommercielle industriopgaver som indenfor Risø's egen materialeforskning.

Neutrondiffraktionsteknikken er baseret på traditionelle Bragg spredningsforsøg, hvor man gennem elastisk spredning af neutronerne fastlægger udvalgte gitterplanafstande d_{hkl}. Måling af indre spændinger adskiller sig dog på flere punkter fra den traditionelle anvendelse af neutrondiffraktion. Ofte studeres lokale variationer af de indre spændinger i små veldefinerede målevolumener, og det er derfor påkrævet med nøjagtige blændearrangementer til afgrænsning af målevolumenet, der typisk er på 10-100mm^3. Det er ligeledes påkrævet med en form for automatiseret emnemanipulator, der kan positionere emnet relativt til målevolumenet. Endelig er det væsentligt at bemærke, at der er tale om relative mål set i forhold til det u-deformerede materiale, hvilket kræver kendskab til en reference værdi for gitterplanafstanden i det pågældende materiale.

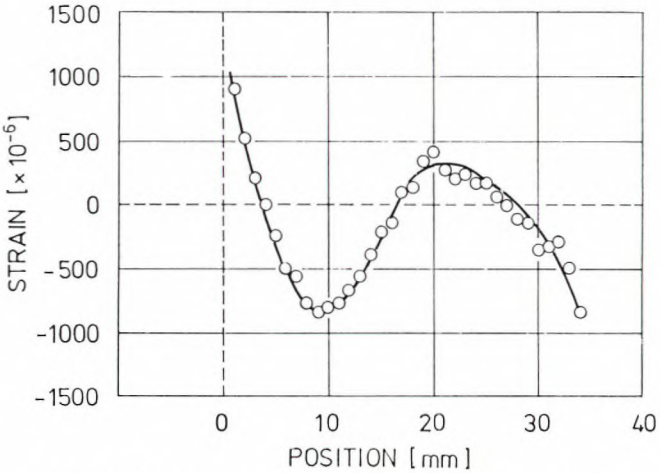
I det følgende gives en række typiske eksempler på anvendelser af neutrondiffraktionsteknikken indenfor ingeniørmæssige undersøgelser af strukturelle komponenter samt på undersøgelser af mere basal materialeforskningsmæssig karakter.

Ingeniørmæssige anvendelser

Neutrondiffraktionsteknikken til bestemmelse af indre spændinger er praktisk anvendelig for ingeniøren, der beskæftiger sig med maskinkonstruktion. Det er kendt at temperaturpåvirkninger eller mekaniske påvirkninger under fremstillingen af en komponent, ofte medfører en residualspændingstilstand, der kan være afgørende for materialets mekaniske styrke og stivhed. Ofte er de processer der leder til disse residualspændinger dog så komplicerede, at det kun i de simpleste tilfælde er muligt at beregne residualspændingerne, og ingeniøren har derfor stor interesse i at kunne måle dem.

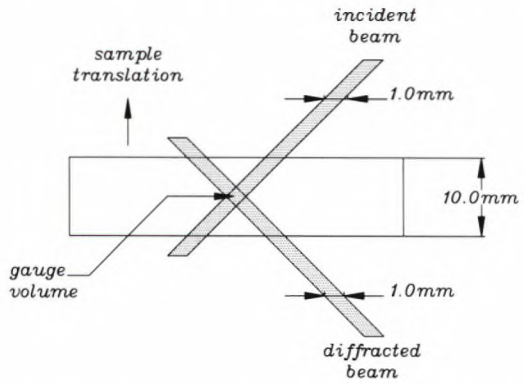


Figur 1 a) Eksperimentel opstilling til måling af deformationer i bundpladen. Ved hjælp af den positionsfølsomme neutrondetektor måles deformationen i en række punkter langs den indkomne stråle samtidigt.

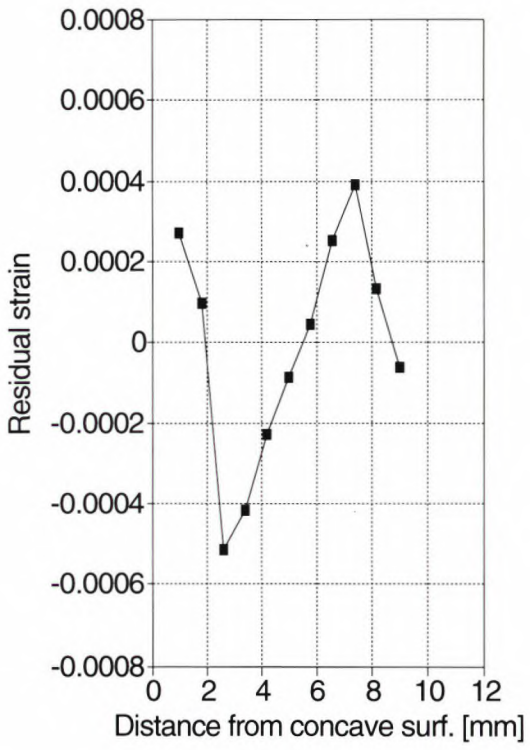


Figur 1 b) Typisk eksempel på en målt deformationsprofil igennem tykkelsen af bundpladen.

Et typisk eksempel på en proces, der ofte leder til residualspændinger er svejsning, hvor temperaturpåvirkning, og det følgende afkølingsforløb kan medføre svært forudsigelige residualspændinger. Et eksempel er fra en undersøgelse af en T-svejsning af 24 mm tykke stålplader. I figur 1a) ses, hvorledes neutronstrålen trænger gennem hele pladetykkelsen og, hvorledes den diffrakterede neutronstråling registreres med en positionsfølsom neutrondetektor (PSD). Denne type måling har været anvendt til en ikkedestruktiv kortlægning af residualdeformationerne igennem hele pladens tykkelse, og som det ses af figur 1b), er der tale om drastiske deformationer af en størrelse der her svarer til ca. halvdelen af materialets elasticitetsgrænse.



Figur 2 a) Målevolumenet lokaliseres som skæringen mellem den indkomne og diffrakterede neutronstråle, der her begge definers med blænder af et neutronabsorberende materiale.



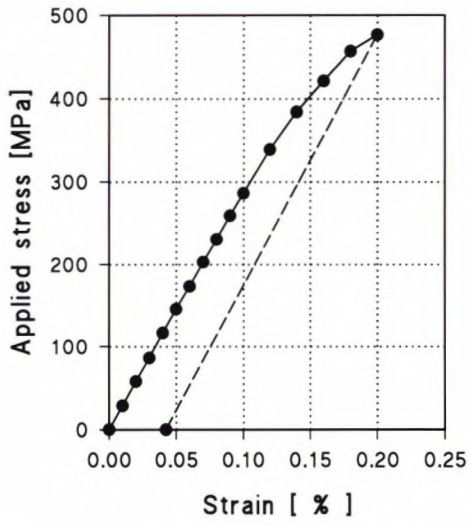
Figur 2 b) Typisk eksempel på en målt deformationsprofil gennem tykkelsen af pladen.

Et andet typisk eksempel er fra en situation, hvor det er den rent mekaniske deformationshistorie, der har bevirket en residualspændingstilstand i materialet. Her er der tale om en 10 mm tyk stålplade udsat for et bøjende moment, der deformerede materiale ud over elasticitetsgrænsen. Neutrondiffraktionsteknikken har her ligeledes været anvendt til at kortlægge residualdeformationerne gennem hele pladens tykkelse. I figur 2a) er skitseret, hvorledes målevolumet er lokaliseret af den indkomne og diffrakterede neutronstråle,

og i figur 2b) ses et typisk eksempel på de målte residualdeformationer, der her andrager ca. 25% af materialets elasticitetsgrænse. En sådan anvendelse har rent praktisk ingeniørmæssig interesse, men målinger af følgerne af plastiske deformationer i komponenter som plader og rør, finder også anvendelse indenfor evalueringer af materialemodeller for plastisk deformation.

Materialeforskningsmæssige anvendelser

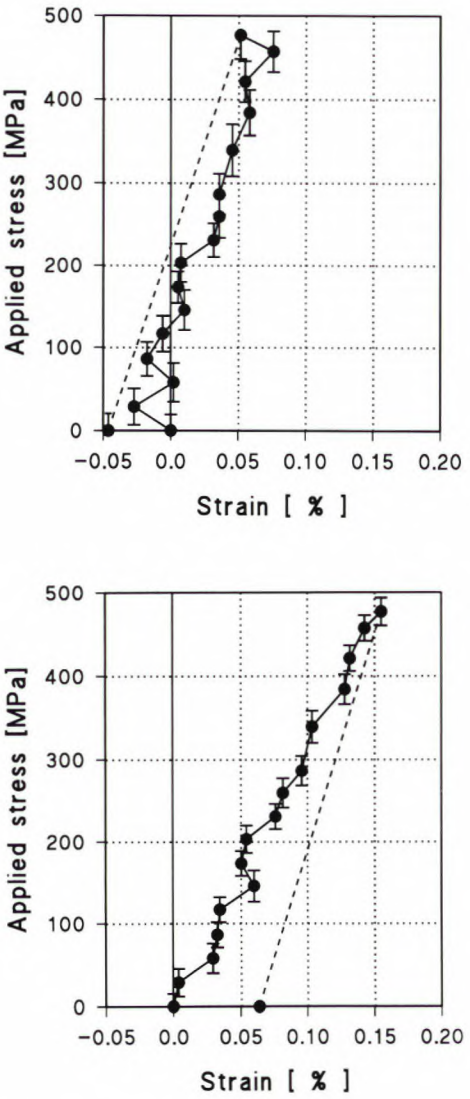
Ved mange anvendelser af mere materialeforskningsmæssig karakter tager man ofte udgangspunkt i at diffraktionsteknikken fokuserer på specifikke gitterplaner. Det er derfor muligt at måle deformationer på forskellige faser eksempelvis i flerfasede materialer eller i egentlige kompositmaterialer.



Figur 3. Makroskopisk materialedeformation målt på emnets overflade med strain-gauge.

Eksempelvis har teknikken været benyttet til studier af deformationerne i de såkaldte Duplex-stål, hvor metallet består af en fladecentreret kubisk fase (Austenit) og en rumcentreret kubisk fase (Ferrit). Ved anvendelse af en trækmaskine, kan der gennemføres forsøg, hvor neutrondiffraktionen benyttes til at studerer, de to fasers deformation under en pålagt ydre belastning. I figur 3 ses den makroskopiske materialedeformation målt med en straingauge på materialets yderside, og i figur 4a) og b) ses de to fasers gitterdeformationer målt med neutrondiffraktion. Som det ses opnås med neutrondiffraktionsteknikken et betydeligt mere detaljeret billede, der viser mikrostrukturens deformation. Det ses, hvorledes de to faser følger forskellige deformationsforløb og, hvorledes der ved aflastning opbygges restdeformationer, der er væsentlig forskellige fra de makroskopiske restdeformationer, der kan observeres på emnets overflade (figur 3).

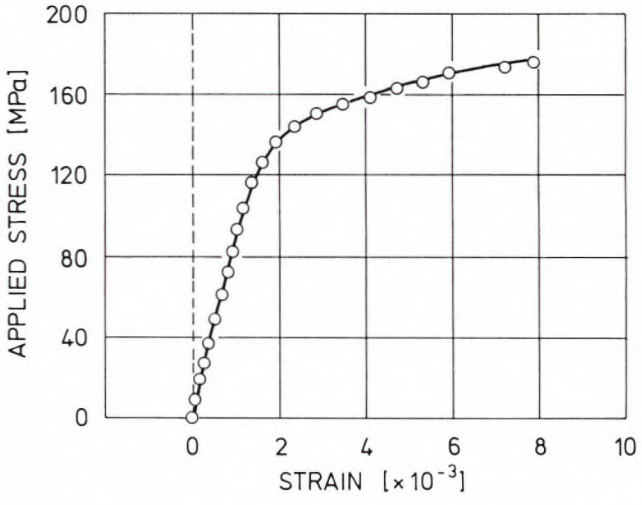
Den kendsgerning at teknikken fokuserer på specifikke gitterplaner, er også udgangspunktet for mange studier af egentlige kompositmaterialer, hvor ét materiale forstærkes med partikler, fibre eller énkrystaller af et andet materiale.



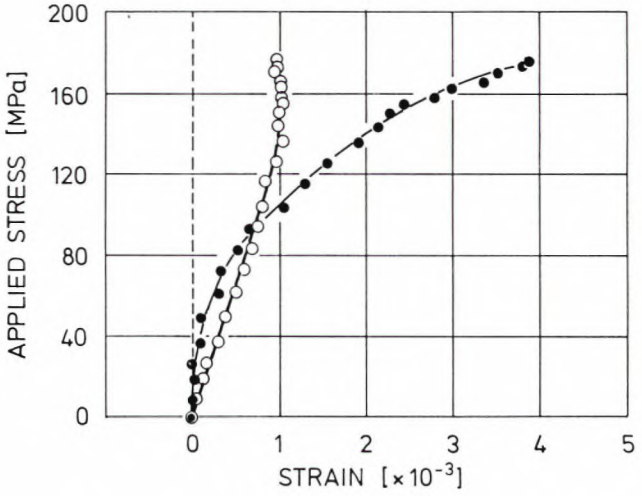
Figur 4. Gitterdeformationerne målt i de to faser ved hjælp af neutrondiffraktion. a) Austenit, og b) Ferrit.

Et typisk system er aluminium (Al) forstærket med énkrystaller (whiskers) af siliciumcarbid (SiC). Neutrondiffraktionsteknikken anvendes her i studier af sådanne materialers mekaniske egenskaber, idet man har en mulighed for at måle deformationerne i begge faser. Et eksempel er fra en undersøgelse af en aluminiummatrise tilsat 5 vol% SiC whiskers. Neutrondiffraktionsteknikken har her været anvendt til måling af de to fasers deformationer under en pålagt ydre trækkraft. I figur 5a) ses materialets makroskopiske deformation målt med straingauges på emnets yderside, og i figur 5b) ses de to fasers gitterdeformationer målt med neutrondiffraktion. Som det var gældende for det egentlige to-fasede materiale, opnår man også ved målinger på kompositmaterialer, et detaljeret billede af de enkelte kompositkomponenters deformation.

I de to sidstnævnte eksempler opmåltes de forskellige fasers deformationer under en pålagt ydre belastning ved brug af en trækmaskine placeret på neutronspektrometret. Et



Figur 5 a) Makroskopisk materialedeformation målt på emnets overflade med strain-gauge.



Figur 5 b) Gitterdeformationerne målt i de to faser ved hjælp af neutrondiffraktion (●) SiC, og (○) Al.

andet udstyr der finder stor anvendelse er en mini-ovn, der oprindelig er udviklet til studier af teksturkinetik. Der er imidlertid også stor anvendelse for termiske belastninger i studier af spændinger og tøjninger. Under opvarmning af kompositmaterialer induceres ofte indre spændinger i materialet på grund af forskelle i de termiske udvidelseskoefficienter i kompositelementerne. Disse spændinger kan være så store at materialet ikke kan ''bære'' dem i længden, og de relaxeres derfor med tiden. Sådanne fænomener kan studeres med neutrondiffraktion. Et eksempel er fra en forsøgsserie på metal matriks kompositmaterialer med enten 5 vol% siliciumkarbid whiskers eller 14 vol% siliciumkarbid partikler[7]. I figur 6a ser resultaterne fra målingerne på materialet med whisker. Første måling er ved stuetemperatur (○), den efterfølgende stipleded linie viser deformationsændringen ved opvarmning. Herefter blev emnet holdt ved den pågældende temperatur i 8-10 timer, hvorved deformationen ændredes fra niveauet mærket med (Δ) til niveauet mærket med (×). Det observeres, hvorledes der eksempelvis sker en drastisk relaxation af deformationen ved 300°C. Sammenlignes dette forløb med målingerne på emnet forstærket med partikler (figur 6b) ses at der her ikke finder nogen relaxation sted før ved 500°C.

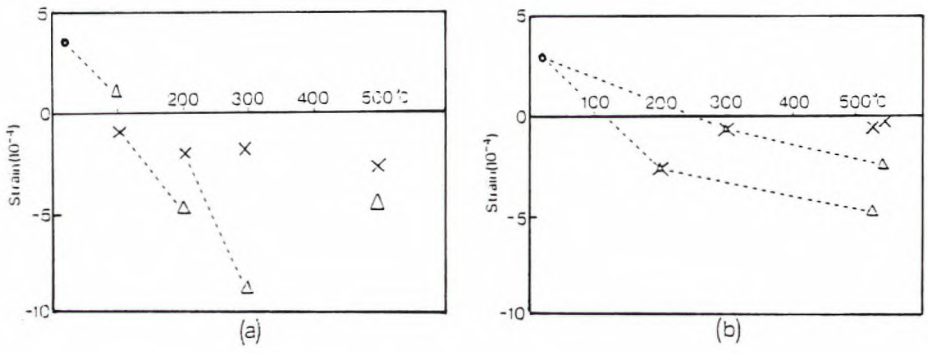
Referencer:

1) A.Allen, C.Adreani, M.T.Hutchings og C.G.Windsor ''Measurements of internal stresses within bulk materials using neutron diffraction'', NDT International, Oktober, 249 (1981)

2) A.D.Krawitz, J.E.Brune og M.J.Schmank ''Measurements of stress in the interrior of solids with neutrons''. Proceedings fra ''28th Sagamore Army Materials Conference'', 139 (1981)

3) L.Pintschovius, V.Jung, E.Macherauc, R.Schäfer, og O.Vöringer ''Determination of residual stress distributions in the interior of technical parts by means of neutron diffraction''. Proceedings fra ''28th Sagamore Army Materials Conference'', 467 (1981)

4) T.Lorentzen ''Neutron diffraction for non-destructive evaluation of bulk internal stresses''. Proceedings fra ''5th Scandinavian Symposium on Materials Science (SSMS-5)'', København, Danmark, 441 (1989)



Figur 6. Relaxation af termisk inducerede tøjringer ved 100, 200, 300 og 500°C for a) aluminium med 5 vol% siliciumkarbid whiskers, og b) aluminium med 14 vol% siliciumkarbid partikler.

5) T.Lorentzen ''Bulk Residual Strain Measurements by Neutron Diffraction'', Proceedings fra ''9th International Conference on Experimental Mechanics'', København, Danmark, 1207 (1990)

6) T.Lorentzen, Ph.D. afhandling: ''Bulk Residual Stress Studies by Neutron Diffraction'', Aalborg Universitetscenter (1990)

7) P.J.Withers, H.Lilholt, D.Juul Jensen og W.M.Stobbs ''An examination of diffusional stress relief in metal matrix composites''. Proceedings fra ''9th Risø International Symposium on Metallurgy and Materilas Science'', 503 (1988)



Torben Lorentzen. Civilingeniør fra Aalborg Universitetscenter (84). Gennem sit Ph.D. arbejde på Risø, har han forestået udviklingen og implementeringen af neutrondiffraktionsteknikken. Han er idag ansat som forsker i Afdelingen for Materialeforskning på Forskningscenter Risø.