

# 铍材中子衍射应力测试的参数及其优化

董平<sup>1</sup>, 王虹<sup>2</sup>, 李建<sup>2</sup>, 孙光爱<sup>2</sup>, 廖哲<sup>1</sup>, 杨江荣<sup>1</sup>

(1. 表面物理与化学重点实验室, 四川 绵阳 621907)

(2. 中国工程物理研究院, 四川 绵阳 621900)

**摘要:** 利用铍环焊接样品进行了铍材在稳态堆上中子衍射应力测试的参数及其优化研究。结果表明: 在中子束波长 0.1587 nm 和中子注量率  $2 \times 10^6 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  的条件下, 铍材中子衍射应力测试可以选取 Be(110)晶面, 衍射角为  $88.2^\circ$ , 规范体积为  $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ , 初次测试采用时间为 120 s, 对单点进行 4 次重复性测试, 表明衍射强度计数存在明显波动, 测试应变的最大偏差接近  $300 \mu\epsilon$ , 延长至 6000 s 后测试, 表明衍射曲线较为平滑, 重复性好, 测试应变的最大偏差减小至  $50 \mu\epsilon$  以内, 相应铍材的应力测试精度约 15 MPa; 利用优化参数对焊接铍环焊缝附近的环向应变进行了测试, 表明分布规律与国外文献报道趋势基本一致, 进一步开展铍材的中子衍射应力测试奠定了基础。

**关键词:** 铍; 中子衍射; 应力测试

中图分类号: TL99

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)12-3197-04

铍是一种低原子序数的结构材料, 由于其密度低、刚性好和中子散射截面大等特点, 在核能、航空和航天等领域有着重要的用途, 但铍的延性较差, 铍结构件在加工过程中不可避免产生应力, 导致其在加工过程中容易发生破坏。因此, 铍结构件的应力一直受到人们的广泛关注。如 P. Dadras 等<sup>[1]</sup>采用 X 射线应力分析研究了铍样品四点弯曲加载表层的应力分布及梯度, Z. Wang 等<sup>[2]</sup>对一个钎焊铍窗从  $700^\circ\text{C}$  冷至室温形成的应力和变形进行了有限元数值计算。前期, 对铍材机械加工和焊接应力也进行了大量的数值模拟和实验研究<sup>[3-5]</sup>, 其中实验主要采用 X 射线应力分析方法, 但由于 X 射线对材料的穿透深度有限, 仅能获得铍材表层的应力分布, 对更深层的内部应力以及铍与其它材料形成的组合结构应力, 无法实验测试。

中子衍射应力分析是一种可以直接进行材料内部应力测试的无损检测方法, 其原理与 X 射线应力分析相同<sup>[6]</sup>, 但由于该方法需要反应堆提供中子源, 其建造和运行成本都非常高, 目前只有国外开展过铍材的中子衍射应力分析实验研究, 如美国 LANL 实验室的 R. Varma 等<sup>[7]</sup>对惰性气体金属弧焊铍环焊缝附近应力进行了中子衍射测试, 测试得到焊缝附近的环向应变、轴向应变和径向应变分布趋势与有限元计算结果较好吻合; D. W. Brown 等<sup>[8]</sup>对焊接铍环焊缝附近不同晶面的应变进行了中子衍射测试, 表明在铍环焊缝附近的塑性变形区内, 不同晶面的径向应变和轴向应变分布

有明显差异, 而环向应变分布基本相同, 但在弹性变形区内, 3 个方向的应变分布完全相同。

本研究利用中国工程物理研究院新堆旁的中子衍射应力谱仪, 开展了铍材中子衍射应力测试的参数及其优化研究, 与国外研究不同, 本研究采用焊接铍环的壁厚仅为国外文献的 1/2, 这对中子衍射应力测试时的规范体积和实验测试精度提出了更高的要求。通过实验, 在国内首次获得了铍材的中子衍射峰, 并通过选取不同测试参数进行了重复性实验, 优化了铍材的中子应力测试参数, 在此基础上进行了焊接铍环焊缝附近环向应变分布的测试, 测试结果与国外文献进行了对比, 验证了实验方法的可行性。研究为进一步开展复杂铍结构件的中子衍射应力测试奠定了基础。

## 1 实验

实验样品为薄壁铍环的激光钎熔焊样品, 铍环壁厚约 3 mm。焊缝采用自嵌接焊接止口, 为防止铍环焊接过程中发生开裂, 焊接时在焊缝止口内填充铝硅合金环作为焊接钎料, 以降低焊接温度和减小焊接应力。采用先预热后焊接的激光钎熔焊工艺, 预热温度约  $90\sim 120^\circ\text{C}$ , 然后将激光束在焊缝表面聚焦, 通过轴向旋转铍环, 实现铍环焊缝整个圆周的激光焊接, 激光焊接采用的线能量为 108 J/mm。

中子衍射应力测试的原理与 X 射线应力分析相同, 都是基于布拉格原理, 即当波长为  $\lambda$  的中子通过晶

收稿日期: 2015-12-05

作者简介: 董平, 男, 1970 年生, 博士, 研究员, 表面物理与化学重点实验室, 四川 绵阳 621907, 电话: 0816-3626738, E-mail: ptung888@126.com

体材料时, 会根据其晶面间距大小在满足布拉格关系的位置发生衍射, 形成衍射峰。在应力作用下, 晶体的晶面间距将发生变化, 从而引起衍射峰发生位移, 根据衍射峰的位移, 就可以计算出晶格应变和应力。根据布拉格原理, 可得到晶体晶格应变与衍射峰位移有如下关系<sup>[6]</sup>:

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} = -\cot \theta_0 \cdot \Delta \theta \quad (1)$$

式中:  $\varepsilon$  为晶格应变,  $d$  和  $d_0$  分别为被测样品和无应力样品的晶面间距,  $\theta_0$  为无应力样品的布拉格角,  $\Delta \theta$  为衍射峰布拉格角的偏移量。

应变测试之后, 再根据虎克定律可以计算应力。一点应力需由该点 3 个正应变和 3 个剪应变计算得到, 但当测试应变方向与主应变方向一致时, 只需测试 3 个正应变就可以计算出应力, 如  $x$  方向的主应力为:

$$\sigma_x = \frac{E}{1 + \nu} \left[ \varepsilon_x + \frac{\nu}{1 - 2\nu} (\varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z) \right] \quad (2)$$

式中,  $E$  为弹性模量,  $\nu$  为泊松比。其它 2 个方向的应力  $\sigma_y$  和  $\sigma_z$  以此类推。

采用中国工程物理研究院新堆旁的中子衍射应力谱仪光路结构, 从反应堆出来的白光中子, 经单色器单色化处理后形成单一波长的中子, 再经入射狭缝照射到样品上, 与样品晶格作用后部分中子形成衍射束, 经接收狭缝后被探测器接收, 形成衍射中子计数, 规范体积为对样品应变的测试区域, 测试应变的方向沿衍射矢量  $Q$  的方向。实验采用双聚焦的硅单色器, 所用晶面为 Si (113) 晶面, 起飞角  $2\theta_M$  为  $58^\circ$ , 中子束波长为  $0.1587 \text{ nm}$ 。选择 Be (110) 晶面进行铍材的中子衍射应力测试, 对应的衍射角  $2\theta$  为  $88.2^\circ$ , 该晶面不仅衍射角非常接近中子衍射应力测试的最佳角度  $90^\circ$ , 而且晶间变形无明显的各向异性<sup>[6]</sup>。考虑到铍环壁厚, 取入射狭缝的宽和高为  $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ , 接收狭缝的宽和高为  $2 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ , 规范体积为  $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ 。

实验时将铍环焊接样品固定在支架上, 根据测试应变方向确定样品的放置方位, 使测试应变方向始终沿衍射矢量  $Q$  的方向。铍环应力计算必须在同时测得其径向、轴向和环向应变之后才能计算得到。在进行被测样品测试前, 还需进行无应力样品的晶面间距  $d_0$  值测试, 本研究近似认为远离铍环焊缝的端部点为无应力状态, 取铍环端部中间厚度处点进行了  $d_0$  值衍射峰测试 (见图 1), 测试后对衍射峰经高斯拟合得到  $2\theta_0 = 88.1994^\circ$ , 可计算出  $d_0$  值为  $0.114 024 \text{ nm}$ 。

由于衍射峰位主要受衍射中子的强度计数影响, 在反应堆功率、测试材料和规范体积等一定的情况下,

衍射强度计数主要受测试时间的影响。因此, 对铍材中子应力测试参数的优化, 主要研究测试时间对中子衍射峰形态和强度的影响。先后采用了 2 种不同的测试时间, 分别为 120 和 6000 s, 中子注量率均为  $2 \times 10^6 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ 。对铍环上同一点衍射峰各进行 4 次重复测试, 测试点位于铍环中间壁厚处, 衍射矢量  $Q$  沿铍环径向方向。测试后采用高斯函数对衍射峰拟合、定峰、计算应变值和进行误差分析。在此基础上, 采用优化测试参数对铍环样品焊缝附近不同点的环向应变进行了实验测试, 测试结果与国外文献进行对比, 验证铍材中子应力测试参数的可行性。

## 2 结果与讨论

### 2.1 铍材中子衍射峰的形态和强度对比

图 2 和图 3 分别为测试时间为 120 和 6000 s 时得到的铍材中子衍射峰形态和强度。可见, 前者测试时间短, 铍材的中子衍射峰强度较弱, 最高衍射强度处中子计数约 35, 衍射曲线存在明显的计数波动, 后者测试时间长, 铍材的中子衍射峰强度明显增强, 最高衍射强度处的中子技术达到 1300, 衍射曲线变得比较光滑。对原始衍射峰进行高斯拟合, 可以得到衍射峰位。由图中拟合曲线与原始衍射峰的对比可见, 高斯函数能够较好表征铍材的中子衍射峰形态, 但衍射峰强度太弱会对拟合衍射峰位的准确性有影响, 从而进一步影响铍材应变和应力的计算。

### 2.2 铍材中子衍射应变的统计误差分析

在 2 种测试时间参数下, 先后对铍环上一点衍射峰各进行 4 次测试, 测试衍射矢量  $Q$  始终沿铍环径向不变。图 4 给出了  $t=6000 \text{ s}$  时 4 次测试得到铍材中子衍射曲线的对比。可见, 各次测试得到的衍射曲线重复

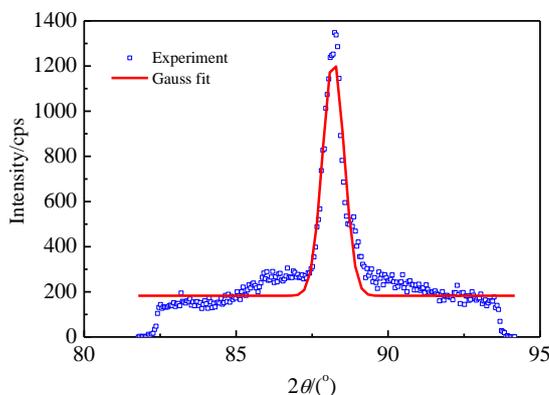


图 1 铍样品  $d_0$  值衍射峰及高斯拟合曲线

Fig.1 Diffraction peak of  $d_0$  and Gaussian fitting for Be

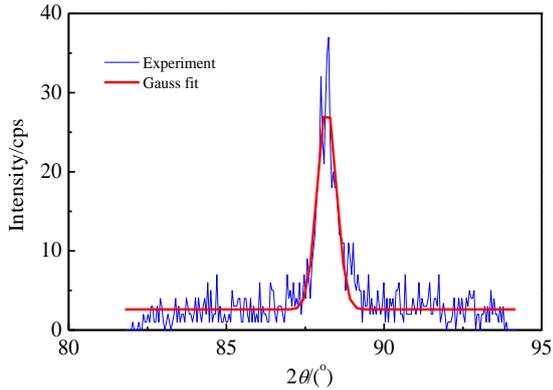


图 2  $t=120$  s 测试得到铍材典型中子衍射峰  
Fig.2 Neutron diffraction peak of Be at  $t=120$  s

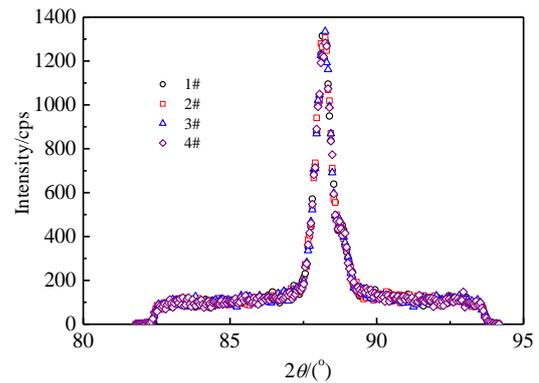


图 4  $t=6000$  s 时 4 次测试铍材中子衍射曲线的对比  
Fig.4 Comparison of diffraction peaks of Be at  $t=6000$  s

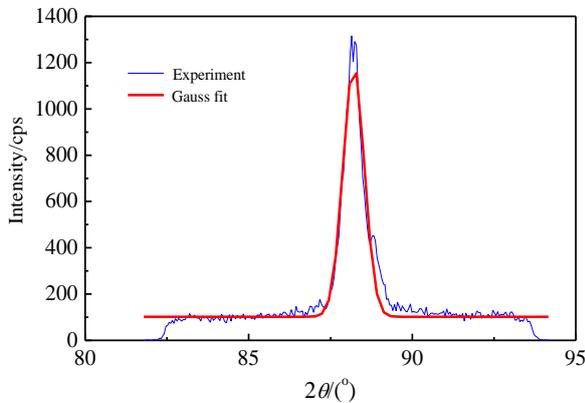


图 3  $t=6000$  s 测试得到铍材典型中子衍射峰  
Fig.3 Neutron diffraction peak of Be at  $t=6000$  s

表 1 铍材衍射峰位与应变重复性测试

Table 1 Diffraction peak position and strain of Be

No.	$t=120$ s		$t=6000$ s		$\bar{x}$	$\delta_{\max}$	$\hat{\sigma}_x$
	$2\theta/(^{\circ})$	$\varepsilon/\mu\varepsilon$	$2\theta/(^{\circ})$	$\varepsilon/\mu\varepsilon$			
1	88.2200	-190.0	88.2000	-10.0	88.2057	0.0322	0.0157
2	88.1973	15.0	88.2014	-22.3	-60.75	290.0	141.17
3	88.2176	-168.0	88.1965	22.0	88.1990	0.0049	0.0022
4	88.1878	100.0	88.1981	7.5	-0.7	44.3	19.46

### 2.3 铍环焊缝附近环向应变测试与对比

以  $t=6000$  s 作为铍材中子衍射应力测试的优化参数，开展了铍环焊缝附近环向应变的中子衍射测试，其结果见图 5。焊接铍环的环向应变表现为靠近焊缝区域为较大拉应变，热影响区为较小拉应变或呈压应变的分布规律，本实验测试得到铍环焊缝中心的最大拉应变约为  $150 \mu\varepsilon$ 。作为对比，由 D. W. Brown 等<sup>[8]</sup>中子衍射测试得到的铍环焊缝附近的环向应变分布，可见焊缝中心拉应变约  $200 \mu\varepsilon$ ，与本研究实验结果非常接近，但文献中铍环热影响区的压应变更大。这种差异的原因可能与二者采用铍环的壁厚和焊接方法不同有很大关系，本研究铍环壁厚只有 3 mm，文献中为 6 mm，即铍环壁厚为文献的 1/2，并且本研究铍环采用高能束的激光焊接方法，会使焊缝更窄，热影响区应变和应力更小。尽管如此，测得铍环焊缝附近应变分布规律与国外文献非常接近。另外，中子衍射实验得到的铍环环向应变分布也与作者以前曾利用有限元方法计算得到的铍环环向应力分布非常一致<sup>[4,9]</sup>。

性较好。对 2 种时间参数测试得到的衍射曲线进行高斯拟合、定峰，再与铍样品  $d_0$  值对比，得到各次测试衍射峰位  $2\theta$  和应变值  $\varepsilon$  见表 1，进一步计算得到平均值  $\bar{x}$ 、极差  $\delta_{\max}$  和标准偏差  $\hat{\sigma}_x$  也列于表 1 中。由于 2 次测试时间参数不同，测试得到铍材应变的平均值有一定差异，极差和标准差则反映了测试衍射峰位的统计误差。由表中数据可见，较短测试时间会引起铍材测试应变发生明显波动，而延长测试时间后，铍材测试应变值变化相对较小， $t=120$  s 时测试铍材应变的极差接近  $300 \mu\varepsilon$ ； $t=6000$  s 时测试铍材应变的极差减小到  $50 \mu\varepsilon$  以内。考虑到铍材泊松比只有 0.02~0.025，铍材应力受横向变形的影响可以忽略，铍材应力  $\sigma$  只由对应方向应变  $\varepsilon$  计算，即采用  $\sigma=E\varepsilon$  计算，其中  $E$  为铍材弹性模量，本研究取为 300 GPa，得到 2 种时间参数测试得到铍材应力的统计误差分别为 90 和 15 MPa。因此，通过延长测试时间，提高中子衍射峰强度，可以明显降低铍材中子衍射应力测试的误差。

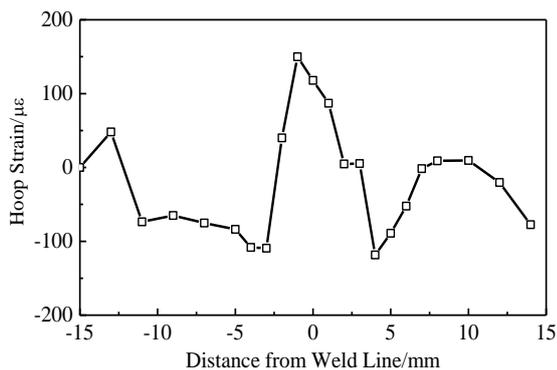


图 5 铍环焊缝附近环向应变分布测试结果

Fig.5 Hoop strain in Be ring near weld line

### 3 结 论

1) 在中子束波长 0.1587 nm 和中子注量率  $2 \times 10^6 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  条件下, 铍材的中子衍射应力测试可以选取 Be(110)晶面, 规范体积取为  $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ , 当延长测试时间至 6000 s, 可得到较为光滑的铍材中子衍射曲线, 降低铍材测试应变的统计误差至  $50 \mu\epsilon$  以内, 对应铍材应力测试的误差约为 15 MPa。

2) 利用铍材中子衍射应力测试的优化参数, 测试得到铍环焊缝及附近区域的环向应变分布与国外文献报道的应变趋势非常一致, 从而也验证本研究确定的铍材中子衍射应力测试参数的合理性。

### 参考文献 References

- [1] Dadras P, Ting J M, Lake M L. *Journal of Nuclear Materials*[J], 1996, 230: 164
- [2] Wang Z, Kuzay T M. *Stress Level Evaluation of Thin Films under Thermal Loading from a Brazing Process*, CONF-960706-18 [R]. Argonne: Argonne National Laboratory, 1996
- [3] Dong Ping(董平). *Atomic Energy Science and Technology*(原子能科学技术)[J], 2005, 39(S1): 156
- [4] Dong Ping(董平), Chen Yuze(陈裕泽), Zou Juesheng(邹觉生). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2002, 38(8): 881
- [5] Dong Ping(董平), Li Ruiwen(李瑞文). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(9):1622
- [6] Hutchings M T, Withers P J, Holden T M. *Introduction to the Characterization of Residual Stress by Neutron Diffraction*[M]. Boca Raton: Taylor&Francis Group, 2004
- [7] Varna R, Bourke M, Brown D W. *Determining Strain/Stress Profiles in PIGMA Weld between Beryllium Metal Rings by Neutron Diffraction and Comparing Results Obtained from Finite Element Analysis*, LA-UR-00-1090 [R]. Los Alamos: Los Alamos National Laboratory, 2000
- [8] Brown D W, Varma R, Bourke M. *Advances in X-Ray Analysis*[J], 2001, 44: 162
- [9] Dong Ping(董平), Chen Yuze(陈裕泽), Zou Juesheng(邹觉生). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2004, 33(6): 585

## Optimization of the Neutron Diffraction Stress Measurement Parameters of Beryllium

Dong Ping<sup>1</sup>, Wang Hong<sup>2</sup>, Li Jian<sup>2</sup>, Sun Guang'ai<sup>2</sup>, Liao Zhe<sup>1</sup>, Yang Jiangrong<sup>1</sup>

(1. Science and Technology on Surface Physics and Chemistry Laboratory, Mianyang 621907, China)

(2. China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, China)

**Abstract:** The parameters of neutron diffraction stress measurement of beryllium on a steady-state reactor have been optimized using a welded beryllium ring. The results show that under the condition of the neutron beam wavelength of 0.1587 nm and neutron flux rate of  $2 \times 10^6 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ , the neutron stress measurement for beryllium can use Be (110) plane, with the diffraction angle  $88.2^\circ$  and the gauge volume  $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ . In the first test, the measuring time is 120 s. After 4 runs test at a fixed location, the diffraction curve has an obvious intensity fluctuation and the maximum strain error is about  $300 \mu\epsilon$ . Afterwards, the measuring time extends to 6000 s, revealing the diffraction curve is smooth and has good repeatability. The maximum strain error decreases to less than  $50 \mu\epsilon$ , and the corresponding stress error for beryllium is 15 MPa. The hoop strain in beryllium ring near the weld line has been measured using the optimized parameters. It indicates the hoop strain trend is basically identical to the literature. This study can establish a basis for the stress measurement of beryllium by neutron diffraction.

**Key words:** Beryllium; neutron diffraction; stress measurement

Corresponding author: Dong Ping, Ph. D., Researcher, Science and Technology on Surface Physics and Chemistry Laboratory, Mianyang 621907, P. R. China, Tel: 0086-816-3626738, E-mail: ptung888@126.com