

中子织构谱仪原位加载装置

陈铭韬, 刘晓龙, 侯宇晗, 朱桂杰, 李玉庆*, 田庚方, 白若玉, 李眉娟, 孙 凯, 陈东风*
(中国原子能科学研究院, 北京 102413)

摘要: 原位加载过程中织构演化研究对于深入理解材料在不同变形工艺及服役条件下变形方式和性能演化机制具有重要意义。本文基于中国先进研究堆(CARR)中子织构谱仪,设计并研制了一台专用原位加载装置。该装置的最大加载力为10 kN,加载速率在0.01~3 mm/min范围内连续可调,可绕中子织构谱仪欧拉环 χ 角在0°~90°旋转、沿装置拉伸轴进行0°~360°自转,以实现多晶材料在原位拉伸和挤压过程中微观结构和体织构实时演变测量。利用该装置对热挤压Mg-1.2Al-0.3Ca-0.47Mn(MMK1)合金原位拉伸过程中织构演化的研究发现,随着拉伸位移的增加,(0002)基面织构强度不断增加,表明该装置可实现多晶材料原位加载过程中织构演化测量。CARR中子织构谱仪原位加载装置的设计和研制,为了解多晶材料微观结构与力学性能关系,尤其是在外部载荷条件下材料结构演化的规律和机理研究提供了重要的技术支撑。

关键词: 中国先进研究堆; 中子织构谱仪; 原位加载装置; 体织构演化; 挤压镁合金

中图分类号: TL99 文献标志码: A 文章编号: 1000-6931(2024)08-1760-07

doi: [10.7538/yzk.2024.youxian.0094](https://doi.org/10.7538/yzk.2024.youxian.0094)

In-situ Loading Device for Neutron Texture Diffractometer

CHEN Mingtao, LIU Xiaolong, HOU Yuhan, ZHU Guijie, LI Yuqing*, TIAN Gengfang,
BAI Ruoyu, LI Meijuan, SUN Kai, CHEN Dongfeng*
(China Institute of Atomic Energy, Beijing 102413, China)

Abstract: The texture of polycrystalline material is the preferred orientation distribution of its crystallites. As an intrinsic feature of metals, alloys, ceramics and polymers, texture strongly affects many properties of polycrystalline materials. It will make the material exhibit significant anisotropy in properties, consequently affecting its service performance. Therefore, texture is regarded as one of the essential parameters for describing a full microstructural characterization of polycrystalline materials. Texture determination is usually based on the pole figure measurements by X-ray, synchrotron radiation, electron back-scatter diffraction and neutron diffraction. Among these techniques, neutron diffraction offers many advantages in texture characterization due to the low absorption coefficient of neutrons. For example, it enables the use of sample environment devices to investigate texture evolution during in-situ high temperature or loading processes of materials. The first neutron texture diffractometer in China has been built at the China Advanced Research Reactor (CARR), due to strong demand for texture measurement with neutrons from the domestic user community. This instrument is

收稿日期: 2024-02-28; 修回日期: 2024-04-09

基金项目: 国家重点研发计划(2023YFA1608801); 国家自然科学基金面上项目(12075321)

* 通信作者: 李玉庆, 陈东风

mainly applied to study texture in commonly used industrial materials and engineering components. As the study of texture evolution during in-situ loading processes is extremely important for a deeper understanding of the deformation modes and performance evolution mechanisms of materials under various deformation processes and service environment. A specialized in-situ loading device was designed and developed based on the neutron texture diffractometer of CARR, capable of applying a maximum loading force of 10 kN, with a continuously adjustable loading rate ranging from 0.01 to 3 mm/min. In order to realize real-time measurement of the microstructure and bulk texture evolution in polycrystalline materials during in-situ tensile and compression processes, this loading device can be rotated around neutron texture diffractometer Euler cradle χ angle from 0° to 90° and along the tensile axis rotated from 0° to 360°. The texture evolution of hot-extruded Mg-1.2Al-0.3Ca-0.47Mn (MMK1) alloy during in-situ tensile process was studied using this device, and it was found that the intensity of the (0002) basal texture continuously increased with increasing of tensile displacement, indicating that the device's capability to measure texture evolution of polycrystalline materials during in-situ loading processes. The design and development of this in-situ loading device at the CARR neutron texture diffractometer provide crucial technical support for investigating the relationship between microstructure and mechanical properties of polycrystalline materials, especially the laws and mechanisms of material structure evolution under external load condition.

Key words: China Advanced Research Reactor; neutron texture spectrometer; in-situ loading device; evolution of body texture; extruded magnesium alloy

多晶体在其加工或服役过程中,由于受到不同工艺和外部环境影响,材料内部晶粒沿某些方向排列形成择优取向,这种取向结构称为织构^[1-2]。织构是多晶材料固有的结构特性,会对材料物理和化学等性能产生重要影响,使材料的宏观性质表现出各向异性,进而影响材料的服役性能^[1-3]。实际生产中很难找到没有织构的非粉末材料,如果对材料内部织构的存在缺乏准确认识,会造成对材料性质判断上的偏差,因此可能会造成严重的后果,因此对织构的研究一直是材料学家关注的焦点。

目前织构的表征手段主要有X射线衍射、电子背散射衍射和中子衍射技术等,由于中子是与原子核直接作用,因此对探测的材料具有深穿透性,这使得中子衍射技术在织构测量方面具有一定优势^[4-6]: 1) 可测量尺寸为cm量级的大体积样品,得到工程上更受重视的体织构信息; 2) 对于具有不均匀织构、吸收因子各向异性和晶粒粗大的材料的织构可精确测量; 3) 可实现大部件局部织构的无损测量; 4) 样品制备相对简单; 5) 可加载高温和拉伸等样品环境装置,开展模拟实际

工况下织构的演化测量。目前中子衍射已成为织构测量的标准技术,国际上大的中子散射实验室建有专门测量织构或兼具织构测量功能的工业应用谱仪^[7],如俄罗斯联合核子研究所的SKAT谱仪、CARR中子织构谱仪、德国FRM II的Stress-Spec谱仪、澳大利亚ANSTO的Kowari谱仪、美国NIST的BT-8谱仪、美国橡树岭国家实验室的VULCAN谱仪和中国绵阳研究堆的工程应力谱仪等。

随着对织构研究深入以及实际工程材料应用需求提高,对多晶材料在各种变形过程中织构的演化规律和机理探索研究提出了迫切需求,目前国际上仅有少数几台织构谱仪配备原位加载装置,可开展相关的研究工作。如德国FRM II的Stress-Spec谱仪,其原位加载装置^[8]主要采用反射和透射相结合的方法,实现了0°~90°的倾斜和0°~360°的旋转,在负载下可覆盖完整的极图测量。

对于美国橡树林国家实验室的VULCAN谱仪^[9]。开展原位加载条件下织构演化测量时,该装置同样可实现样品在0°~90°的倾斜和0°~360°的旋转,原位试样采用 $\phi 4$ mm的螺纹狗骨头状试件。

CARR 织构谱仪是国内首台专用于织构测量的中子衍射仪, 该谱仪中子波长为 0.148 nm , 样品处最大中子通量为 $5.6 \times 10^7\text{ cm}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$, 谱仪配备了直径 400 mm 的欧拉环和 $200\text{ mm} \times 200\text{ mm}$ 的位置灵敏探测器, 且样品台到探测器的距离在 $800\sim 1200\text{ mm}$ 范围内连续可调^[10]。CARR 织构谱仪高的中子通量、大尺寸的欧拉环和探测器及样品台周围足够大的空间为配备原位加载装置提供了必要条件。本文基于 CARR 中子织构谱仪, 结合国内外用户需求, 设计研制中子织构专用加载装置, 建立原位中子织构演化测试方法, 开展镁合金原位拉伸过程中织构演变测量研究。

1 中子织构测量原理

图 1 为 CARR 中子织构谱仪照片和织构测量

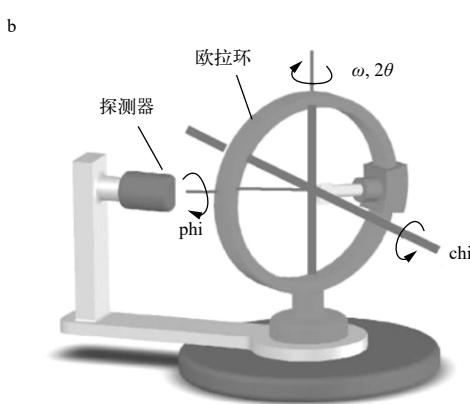
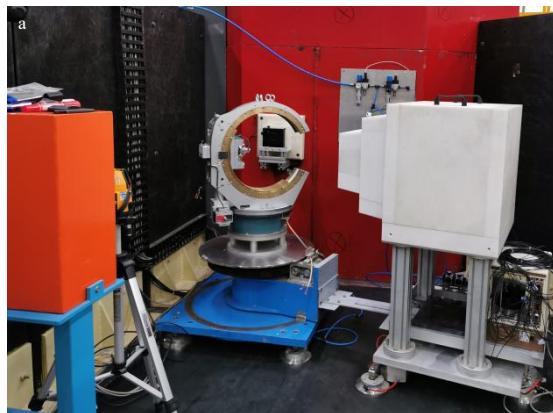


图 1 CARR 中子织构衍射仪(a)和欧拉环转动示意图(b)

Fig. 1 Photo of CARR neutron texture diffractometer (a) and schematic diagram of Eulerian cradle rotation (b)

2 中子织构原位加载装置设计

2.1 总体设计

与其他中子实验原位测量装置不同, 中子织构谱仪原位加载装置安装在织构谱仪的欧拉环上, 在测量过程中随着样品绕 chi ($0^\circ\sim 90^\circ$)、 phi ($0^\circ\sim 360^\circ$) 和 ω 角转动, 同时对测量的试样进行原位拉伸和压缩。该装置的设计和研制需着重考虑以下几方面因素: 1) 受限于配套的欧拉环尺寸和样品台上空间及束流高度, 要求装置在达到特定加载力的同时对尺寸也提出了严苛要求; 2) 织构测量过程中加载装置随样品在 4π 方向旋转时不能阻挡中子束流, 这就需对装置的结构和布线进行专门设计; 3) 原位加载装置材料的选取

过程中欧拉环转动示意图^[11-12]。试样位于欧拉环中心位置, 通过调整入射中子束与衍射中子束之间的夹角(即衍射角 2θ)确定所测晶面的探测器角度。实际开展织构测量时, 被测试样在波长为 λ 的单色中子束照射下, 只有试样中晶面法向与散射矢量方向一致的晶粒才能参与衍射, 且这些晶粒反射的中子能被位于 2θ 角度处的探测器记录, 通过调整样品自转的 phi 角、样品沿欧拉环旋转的 chi 角以及样品台自转的 ω 角, 使样品的不同取向依次沿散射矢量的方向, 分析样品在不同取向处探测器记录的衍射信号强弱变化得出晶粒取向分布情况, 即样品织构信息。原位加载过程中织构演化的测量与常规条件下测量原理相同, 只是在不同阶段根据实验需求对样品施加不同的载荷。

要满足一定的强度需求, 同时要尽量减少实验本底。综合考虑以上几点因素, 完成了 CARR 中子织构谱仪原位加载装置的设计, 其总体设计和安装在中子织构谱仪欧拉环上的示意如图 2 所示。装置的尺寸可保证加载装置能安装在欧拉环上, 且通过微调可使测量的样品中心位置与中子束流中心位置重合。由图 2 可看出, CARR 中子织构谱仪原位加载装置主要由主机框架、驱动单位、拉伸夹具、负载施加单元和计算机控制系统等组成。

2.2 主要部件设计

主机框架是整个装置的承力机构, 采用卧式结构, 满足功能的前提下, 使尺寸尽量小, 当与欧

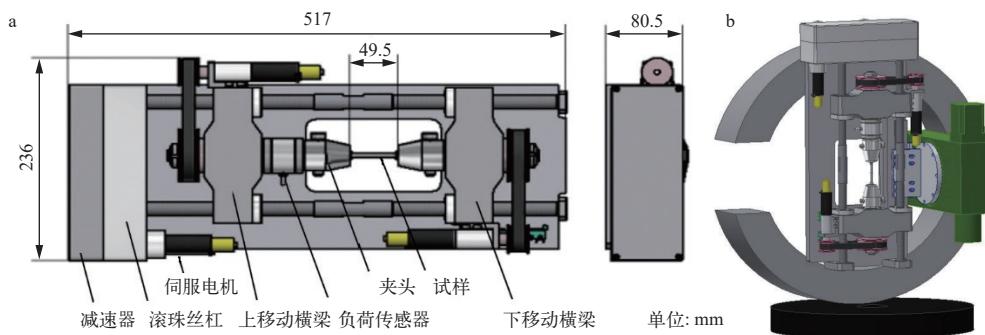


图 2 CARR 中子织构谱仪原位加载装置的结构示意图(a)和安装在织构谱仪欧拉环上的示意图(b)

Fig. 2 Sketch of in-situ loading device structure for neutron texture diffractometer at CARR (a) and schematic diagram of installation on Euler cradle of texture diffractometer (b)

拉环配合使用时,由于设计小巧,可实现拉伸装置绕着欧拉环旋转 $0^\circ\sim 90^\circ$ (chi 角)。其紧凑的设计使其具有高度便携性,可在其他仪器上使用。为降低实验本底和装置重量,选取密度较低和对中子活化低的高强度铝合金作为主材。为与欧拉环匹配,主机框架侧面设计安装与欧拉环链接的配件。

驱动单元采用高转速、运行平稳、响应能力强和定位精度及可靠性高的伺服电机及微型减速器。实验测量过程中,沿 chi 角和 ω 角的转动由谱仪欧拉环的驱动装置带动加载装置完成,因为 phi 角转动范围较大,因此在旋转过程中为了使装置不会阻挡中子束流,沿 phi 角的转动则由加载装置自身配备的两台同步旋转电机驱动,这样在实际测量过程中只有夹头带动试样旋转,主机框架并未运动,且同步旋转电机使样品不会受到扭转的力矩。驱动单元上还设有位移检测单元,用于检测在拉伸实验中试样产生的位移。

图 3 给出了拉伸夹具和试样尺寸示意图,可看出该拉伸夹具为螺纹连接夹具,主要包括夹具体、螺母和连接销。连接销的作用是将夹具固定

在加载装置两端的横梁上,而螺母的作用是使拉伸试样更稳固的固定在两端的夹具上。因为拉伸装置整体较紧凑,在开展原位实验时,首先拆卸连接销,将横梁移动到适当的位置,取下夹具组件,将试样装到两个夹具主体上,锁紧螺母,将组装好的夹具体组件安装到上拉杆内穿入连接销,然后移动横梁,将夹具主体另一侧安装到下拉杆内,穿入连接销。用于拉伸实验的样品为圆柱形,两端带有外径为 10 mm 的螺纹,中间部位的直径为 6 mm。由于螺纹结构和螺母锁紧连接,所以试样在拉伸及旋转过程中,保持了试验力和同步旋转的可靠性。通过高精度、高刚度滚珠丝杠的旋转带动上下移动横梁相对中心位置同时向相反/相对方向运动,从而对试样进行拉伸/压缩,并保证了试样观测点始终在视野中间位置。拉伸单元同时设有用于测定对试样进行拉伸的拉力的负荷测试装置。

负载施加单元由伺服电机、减速器和皮带传动等部件组合构成,负载测量通过安装在夹头上的负荷传感器实现。装置拉伸过程中最大负载达

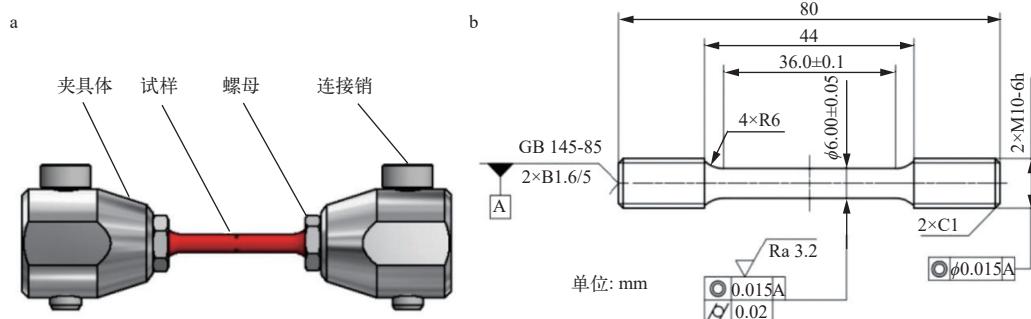


图 3 模型拉伸夹具(a)和拉伸试样尺寸(b)

Fig. 3 Schematic of wedge-shaped tensile fixture (a) and size of tensile sample (b)

10 kN。表1列出了原位加载装置主要设计参数。

表1 原位加载装置主要参数
Table 1 Specifications of in-situ loading device

技术指标	数值
最大加载力, kN	10
试验力测量范围, FS%	4~100
试验力测量精度, %	示值±1
横梁位移分辨率, μm	0.01
横梁试验速度范围, mm/min	0.01~3
chi 角转动范围, (°)	0~90
phi 角转动范围, (°)	0~360
加载最大行程, mm	20

中央控制器用于计算位移检测单元提供的位移信号和负荷测试装置所提供的拉力信号,并进行模拟转换后输出。拉伸实验软件则通过与测量控制系统进行通信来实现对试验过程的数据采集和控制。通常可通过负荷、位移和应力等不同的方式完成拉伸实验,以上控制方式可进行自由组合,分段控制完成1个复杂的拉伸试验。通过将phi旋转轴集成到谱仪运动控制软件中,实现中子原位加载过程中织构演化的自动测试。

中子织构谱仪原位加载装置还设计了多种保护功能以确保实验安全高效进行,如实验时超过最大负荷10%时自动停机;移动横梁位移速度驱动系统过流时自动停机;移动横梁位移超过上、下限位置时启动自动保护功能。装置还安装行程

开关及机械限位作为系统保护。

3 中子织构原位拉伸实验测量

镁合金作为最轻的工程结构金属材料,具有高比强度、高比刚度、良好的阻尼和减震性等优点,在汽车、航空、通讯以及生物等领域具有广阔的应用前景[13-14]。然而,镁合金在变形过程中存在着一些挑战,如变形局部化、断裂和应变失稳等。为更好理解和解决这些问题,了解微观结构与力学性能的关系,尤其是在外部负载条件下材料结构演化的规律和机理对于理解变形机制和合金设计具有重要意义。目前,对镁合金变形过程中变形模式和织构类型之间的关系仍存在不确定性并缺乏直接的证据,中子原位拉伸实验能直观有效地研究变形行为对镁合金织构演化的影响,为改善镁合金断裂行为提供理论指导。

通过热挤压方式制备了MMK1镁合金样品,并利用中子原位拉伸技术对MMK1不同位移下的织构演化进行研究。图4为中子拉伸实验安排和拉伸试样照片,图5给出了不同拉伸位移下MMK1合金样品中子织构测试结果。可看出,当拉伸位移速率为0.216 mm/min时,MMK1合金样品的(0002)基面织构为典型的挤压丝织构,即(0002)面平行于挤压方向。未加载时,基面最大织构强度为4.5,当拉伸变形量为3%时,增加到4.7,随着变形量进一步增加到10%,最大织构强度达5.2,说明随着应变的增加基面滑移活性也随之增加。

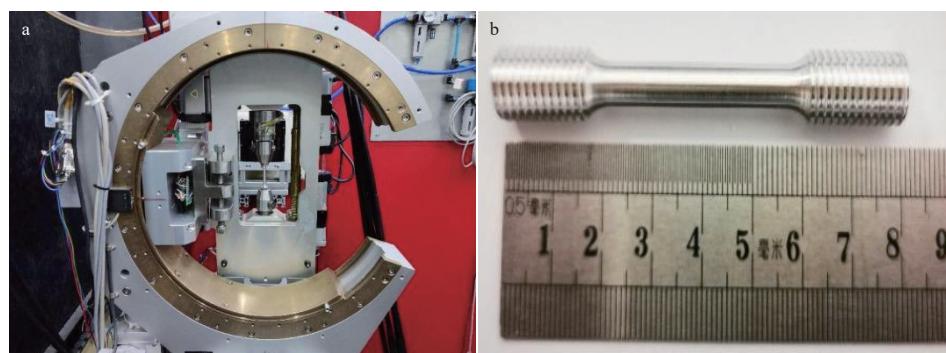


图4 中子原位拉伸织构测试实验安排(a)和原位拉伸试样(b)

Fig. 4 Experiment alignment for in-situ tension texture measurements (a) and MMK1 sample for neutron texture measurements (b)

4 结论

基于CARR中子织构谱仪,设计并研制了一

套最大加载力为10 kN、加载速率在0.01~3 mm/min范围内连续可调的专用原位加载样品环境装置,

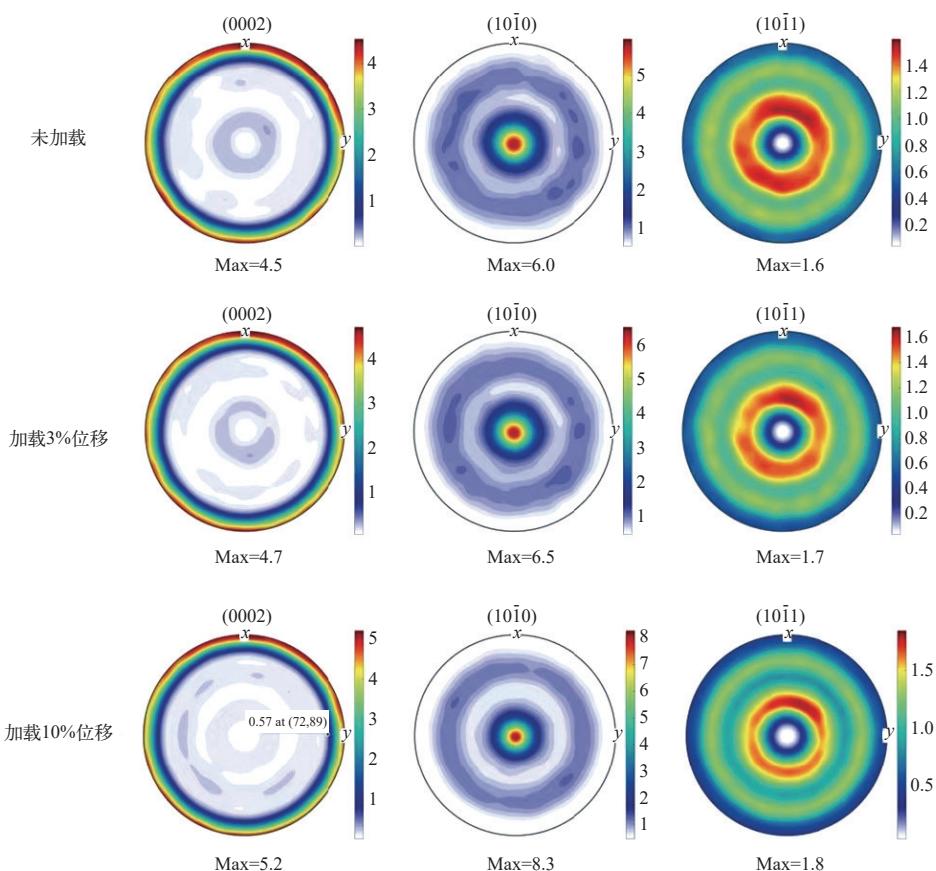


图5 不同位移下 MMK1 合金的原位拉伸中子织构测试的极图

Fig. 5 Pole figure of MMK1 alloy measured at different elongations

可实现金属和合金等多晶材料在原位拉伸和压缩过程中微观结构及体织构演变的精确测量。选用 MMK1 热挤压镁合金作为研究对象, 对中子织构原位加载装置的功能进行了验证, 发现当拉伸位移速率为 0.216 mm/min 时, 随着拉伸位移的增加, (0002) 基面织构强度不断增加, 表明该装置可实现原位加载过程中织构演化规律的测量。该装置的成功研制为拓展 CARR 中子织构谱仪应用领域、探索变形模式与织构的相互关系及合金设计提供了先进的技术支撑手段。

参考文献:

- [1] 毛卫民, 张新明. 晶体材料织构定量分析[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1993.
- [2] WENK H R, van HOUTTE P. Texture and anisotropy[J]. *Reports on Progress in Physics*, 2004, 67(8): 1367-1428.
- [3] 刘蕴韬, 李眉娟, 刘晓龙, 等. 中子无损表征技术及其在失效分析中的应用[J]. 失效分析与预防, 2021, 16(1): 70-75, 82.

LIU Yuntao, LI Meijuan, LIU Xiaolong, et al. Neutron nondestructive techniques and applications on failure analysis[J]. *Failure Analysis and Prevention*, 2021, 16(1): 70-75, 82(in Chinese).

- [4] BUNGE H J. Advantages of neutron diffraction in texture analysis[J]. *Textures and Microstructures*, 1989, 10(4): 265-307.
- [5] BROKMEIER H G. Neutron diffraction texture analysis[J]. *Physica B: Condensed Matter*, 1997, 234/235/236: 977-979.
- [6] LI M J, LIU X L, LIU Y T, et al. The neutron texture diffractometer at the China Advanced Research Reactor[J]. *Chinese Physics C*, 2016, 40(3): 036002.
- [7] 朱桂杰, 刘晓龙, 田庚方, 等. 中国先进研究堆中子织构谱仪二维位置灵敏探测器数据分析与处理方法[J]. 原子能科学技术, 2023, 57(4): 857-864.
- ZHU Guijie, LIU Xiaolong, TIAN Gengfang, et al. Data analysis and processing method for two-dimensional position sensitive detector of neutron texture diffractometer at China Advanced Research Reactor[J]. *Atomic Energy Science and Technology*, 2023, 57(4): 857-864(in Chinese).

- nese).
- [8] GAN W M, RANDAU C, HOFMANN M, et al. Peak broadening and peak shift pole figures investigations by STRESS-SPEC diffractometer at FRM II [J]. *Journal of Physics: Conference Series*, 2012, 340: 012100.
- [9] AN K, SKORPENSKE H D, STOICA A D, et al. First in-situ lattice strains measurements under load at VULCAN[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2011, 42(1): 95-99.
- [10] 李眉娟, 刘晓龙, 刘蕴韬, 等. 中国先进研究堆中子织构衍射仪的研制与调试[J]. 原子能科学技术, 2014, 48(3): 532-537.
- LI Meijuan, LIU Xiaolong, LIU Yuntao, et al. Construction and adjustment of neutron texture diffractometer at China Advanced Research Reactor[J]. *Atomic Energy Science and Technology*, 2014, 48(3): 532-537(in Chinese).
- [11] BROKMEIER H G, GAN W M, RANDAU C, et al. Texture analysis at neutron diffractometer STRESS-SPEC[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 2011, 642(1): 87-92.
- [12] ROY S, KANNAN G, SUWAS S, et al. Effect of extrusion ratio on the microstructure, texture and mechanical properties of (Mg/AZ91)m-SiCp composite[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2015, 624: 279-290.
- [13] SASAKI T T, YAMAMOTO K, HONMA T, et al. A high-strength Mg-Sn-Zn-Al alloy extruded at low temperature[J]. *Scripta Materialia*, 2008, 59(10): 1111-1114.
- [14] 朱桂杰. 新型挤压镁合金板材织构调控及力学性能研究[D]. 北京: 中国原子能科学研究院, 2023.