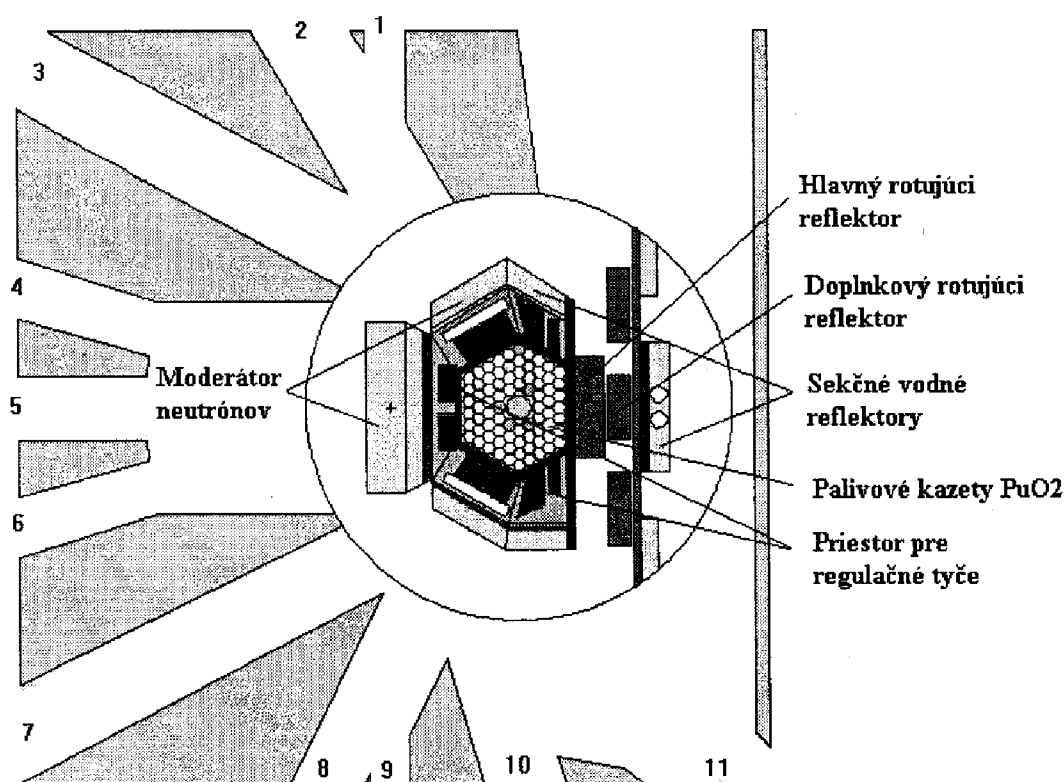


# NEUTRÓNOVÝ DIFRAKTOMETER S VYSOKÝM ROZLIŠENÍM A JEHO VYUŽITIE PRI MERANÍ ZVYŠKOVÝCH NAPÄTÍ

Róbert HINCA,

Katedra jadrovej fyziky a techniky FEI STU, Bratislava

Neutrónový difraktometer s vysokou rozlišovacou schopnosťou je technologicky náročné zariadenie, ktoré využíva intenzívny zdroj neutrónov, akým je aktívna zóna výskumného reaktora alebo neutrónový terčik urýchľovača. Difraktometer HRFD, ktorý je zostrojený v JINR Dubna, pracuje so zväzkom neutrónov, zdrojom ktorých je impulzný rýchly reaktor IBR-2. Reaktor má unikátnu konštrukciu s rotujúcim reflektorom, plutóniovým palivom a sodíkovým chladením a v oblasti materiálového výskumu je ojedinelým pracujúcim impulzným reaktorovým zdrojom neutrónov vo svete.



Obr. 1 Schéma reaktora IBR-2 s experimentálnymi kanálmi 1 až 11

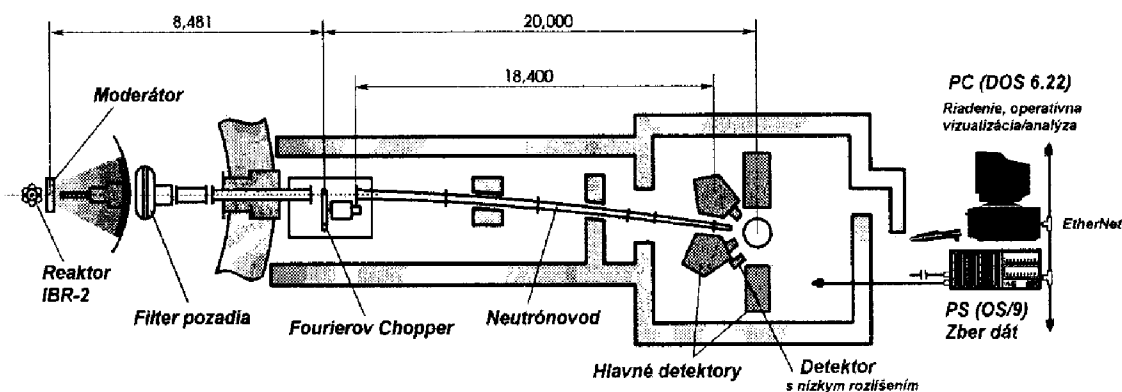
Aktívna zóna reaktora má tvar nepravidelného šesťhranu, vytvoreného z palivových kaziet (obr. 1). V každej palivovej kazete je 7 palivových článkov ( $\text{PuO}_2$ ). Reaktor má dve chladiace slučky zložené z troch okruhov. V prvom a druhom okruhu je chladiacim médiom tekutý sodík, v treťom je vzduch. Aktívna zóna je umiestnená v nádobe s dvojitou oceľovou stenou v ktorej sa nachádza stacionárny moderátor a kontrolné a riadiace tyče. Okolo reaktora sa nachádza vodný moderátor do ktorého vyúsťuje 14 horizontálnych kanálov. Pulzujúci výkon s frekvenciou 5 Hz sa dosahuje dvojicou pohyblivých moderátorov. Základné charakteristiky reaktora sú uvedené v tabuľke č. 1.

Tabuľka 1. Základné charakteristiky reaktora IBR-2

Priemerný tepelný výkon	2 MW
Špičkový výkon v pulze	1500 MW
Výkon medzi píkmi	0.12 MW
Frekvencia pulzov	5 Hz
Šírka neutrónového pulzu	320 $\mu\text{s}$
Priestorovo ustredená hustota toku neutrónov na povrchu orebreného moderátora: časovo ustredená maximum v pulze	$8 \times 10^{12}$ n/( $\text{cm}^2\text{sec}$ ) $5 \times 10^{15}$ n/( $\text{cm}^2\text{sec}$ )
Hustota toku neutrónov v centrálnom kanále reaktora: časovo ustredená maximum v pulze	$3 \times 10^{14}$ n/( $\text{cm}^2\text{sec}$ ) $2.6 \times 10^{17}$ n/( $\text{cm}^2\text{sec}$ )

### Princípy činnosti difraktometra HRFD

Schéma práškoveho difraktometra s vysokou rozlišovacou schopnosťou na reaktore IBR-2 je na obrázku 2. Základné parametre HRFD sú v tabuľke č.2.



Obr. 2 Difraktometer s vysokou rozlišovacou schopnosťou HRFD na IBR-2.

Tab. 2. Základné parametre HRFD

Rozmery zväzku	10x100 mm
Neutrónovod	58Ni - pokrytie
Vzdialenosť moderátor - vzorka	30 m
Vzdialenosť chopper - vzorka	20 m
Disk Fourier - choppera vonkajší priemer šírka priezoru počet priezorov max. rýchlosť max frekvencia modulácie zväzku	Zliatina Ti-Zr 540 mm 0.6 mm 1024 9000 ot./min 150 kHz
Šírka impulzu tepelných neutrónov: režim s nízkym rozlíšením režim s vysokým rozlíšením	320 $\mu$ s 7 $\mu$ s
Detektory s vysokým rozlíšením	6Li časovo fokusované
Detektory s nízkym rozlíšením	3He pozične citlivé
Interval využiteľných vlnových dĺžok	0.9-12 Å
Interval parametrov mriežky d	0.5-60
Hustota toku neutrónov na vzorke	$10^7$ n.cm <sup>-2</sup> s <sup>-1</sup>
Objem vzorky	2 cm <sup>3</sup>
Rozlišovacia schopnosť pre $2\theta = 156^\circ$ a $d = 2$ Å	0.0005
$2\theta = 90^\circ$ a $d = 2$ Å	0.002

Zrkadlový neutrónovod je mierne zakrivený, čo umožňuje jednoduchým spôsobom odseparovať gama žiarenie a rýchle neutróny a vytvoriť intenzívny zväzok tepelných neutrónov. Dĺžka neutrónovodu vytvára bázu preletu neutrónov a svojim spôsobom vplýva na rozlišovaciu schopnosť prístroja.

Kvalita difraktometra pre štruktúrne analýzy polykryštálov sa určuje niekoľkými parametrami:

- dostupná škála vlnových dĺžok a parametrov mriežky. Minimálna vlnová dĺžka je určená kontrastnosťou priezračných a nepriezračných štrbín diskov prerušovača a maximálnu vlnovú dĺžku určuje vplyv konečnej hrúbky prerušovača. Ich veličiny sú približne rovné 0,9 a 12 Å. Zodpovedajúca vzdialenosť kryštalických rovín pre režim s vysokým rozlíšením 0,5-6 Å a pre režim s nízkym rozlíšením 4-60 Å,
- hustota toku neutrónov na vzorke v prípade HRFD dosahuje  $10^7$  n.cm<sup>-2</sup>s<sup>-1</sup>. Hustota toku neutrónov z moderátora reaktora IBR-2 dosahuje  $8 \cdot 10^{12}$  cm<sup>-2</sup>s<sup>-1</sup>. Straty neutrónového toku sú spôsobené Fourier-prerušovačom a vzdialenosťou do vzorky,

- rozlišovacia schopnosť. Pre optimálnu vzorku s rozmermi  $5 \times 10 \times 40 \text{ mm}^3$  rozlíšenie HRFD pre  $d = 2 \text{ \AA}$  bude  $R = \Delta d/d = 5 \cdot 10^{-4}$ .

- Intenzita práškových difraktometrov sa oceňuje parametrom  $J = \Phi_0 \cdot V_s \cdot \Omega_d$ , kde  $\Phi_0$  je hustota toku neutrónov na vzorke,  $V_s$  možný objem vzorky a  $\Omega_d$  je telesný uhol detektora. U HRFD sa tento parameter upravuje koeficientom  $k_{\text{cor}} \approx 0.1$ , ktorý zahŕňa zníženie intenzity závislé od priemerného toku neutrónov a korelačnej podstaty experimentálnej metódy (5). Najvýkonnejšie difraktometre sú porovnané v tabuľke 3 (5).

Tab. 3 Porovnanie základných parametrov difraktometrov s vysokým rozlíšením

Parameter	D2B HFR	HRPD ISIS	mSFINKS VVR-M	HRFD IBR- 2
$\lambda, \text{ \AA}$	1.4-5.7	0.8-12	0.8-4	0.9-12
L, m	-	96	6.5	20
d, \AA	0.7-30	0.5-5	0.5-2.5	0.5-6
$\Phi_0$ (na vzorke), $\text{n.s}^{-1}\text{m}^{-2}$	$10^7$	$10^6$	$1,2 \cdot 10^7$	$10^7$
$V_s, \text{ cm}^3$	5	2	5	2
$\Omega_d, \text{ srad}$	0.008	0.1	0.09	0.16
$J = \Phi_0 \cdot V_s \cdot \Omega_d$	4.105	2.105	5.104	3.5.105
$\Delta d/d$	0.0005	0.0005	0.002	0.0005

### Meranie zvyškových napätí v konštrukčných materiáloch jadrovej techniky použitím neutrónovej difrakcie

Zo širokej škály meraní na difraktometroch s vysokým rozlíšením je jednou z aplikácií meranie zvyškových napätí v materiáloch na základe merania deformácií kryštalickej mriežky. Neutrónová difrakcia s vysokým rozlíšením umožňuje nedeštruktívnym spôsobom merať zvyškové napätia vo vzorkách ocelí až do hĺbky 1 - 2 cm.

Poznanie zvyškových napätí v tepelne alebo mechanicky opracovávaných alebo zvaraných komponentoch je pre konštrukčných návrhárov a výrobných technológov dôležitá informácia z pohľadu stanovenia dovoleného namáhania vyrábanej produkcie [1, 2]. Významnú úlohu hrá poznanie zvyškových napätí na spojoch dvoch rôznych materiálov ako je to napríklad v prípade zvarov resp. antikoročných návarov [3]. Pevnosť a húževnatosť materiálov je zvyškovými napätiami značne ovplyvnená [4] a limituje životnosť namáhaných komponentov. Zváranie a naváranie je bežný úkon pri údržbe a oprave konštrukčných prvkov technologického systému jadrovej elektrárne. Nie vždy je možné po takom úkone

vykonať vyžihanie zvyškových napätí v okolí zvaru, vzniknutých v tepelne ovplyvnenej zóne základného materiálu. Práve táto oblasť je kritická z pohľadu vzniku a šírenia trhliny v namáhanom materiále. Znalosť napätosti v okolí zvarov je možné využiť pri posudzovaní bezpečnosti z pohľadu zabezpečenia integrity primárneho okruhu.

Všetky konštrukčné prvky s ktorými prichádza do styku chladivo primárneho okruhu JE sú vyrobené z nehrdzavejúcej ocele s vysokým obsahom chrómu a niklu. Tlaková nádoba je vyrobená z nízkolegovanej žiaruvzdornej ocele so sorbitickou štruktúrou [5] a jej vnútorná stena je opatrená výstieľkou z nehrdzavejúcej ocele 08Cr18Ni10Ti. Základným materiálom vnútro-reaktorových konštrukčných prvkov, potrubí primárneho okruhu, kolektorov parogenerátorov a teplovýmenných rúrok je austenitická nehrdzavejúca oceľ 08Cr18Ni10Ti. Na meranie boli použité vzorky z uvedenej nehrdzavejúcej austenitickej ocele, špeciálne vyrobené na tento účel, opatrené návarom z jednej strany.

### Základy určovania zvyškových napätí

Napätia spôsobujú deformáciu kryštalickej mriežky. Na zistenie parametrov kryštalickej štruktúry sa používa neutrónová difrakcia. Tepelné neutróny majú vlnovú dĺžku  $\lambda$  porovnateľnú s parametrom mriežky a pri prechode látkou podliehajú difrakcii, pričom platí Braggov zákon:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \cdot \sin \theta \quad (1)$$

kde  $d_{hkl}$  je vzdialenosť kryštalografických rovín  $hkl$  a  $\theta$  je uhol difrakcie.

Vzdialenosť kryštalografických rovín  $d_{hkl}$  sa dá určiť z difrakčného spektra neutrónov (obr. 1). Spektrálne maximá zodpovedajú difrakcii na kryštalických rovinách  $hkl$ . Číslo kanálu je úmerné času, za ktorý neutróny priletia z aktívnej zóny reaktora do detektora a teda nepriamo úmerné ich energii, z čoho sa dá určiť vlnová dĺžka a z Braggovho zákona aj vzdialenosť kryštalografických rovín.

Deformácie kryštalickej mriežky  $\varepsilon_{hkl}$  v smere rovín  $hkl$  môžeme určiť zo vzťahu:

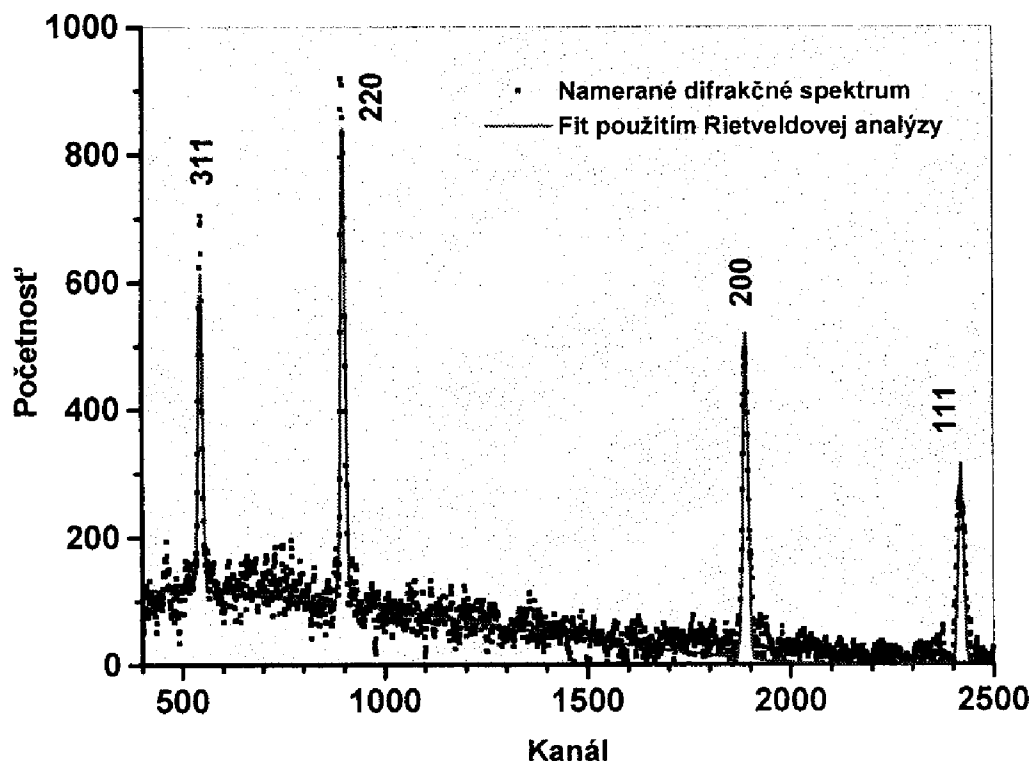
$$\varepsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_0}{d_0} \quad (2)$$

kde  $d_0$  je vzdialenosť kryštalografických rovín v referenčnej vzorke (napätia sú odstránené žiňaním). Presné určenie  $d_0$  je veľmi dôležité, lebo môže spôsobiť systematickú chybu pri všetkých neskorších meraniach napätia.

Napätia vo vzorke sa počítajú na základe Hookovho zákona, pričom sa pre oceľ používa elastický izotropný model, ktorý výrazne zjednoduší vzťah medzi napätím  $\sigma$  a deformáciou  $\varepsilon$ :

$$\sigma_x = \frac{E}{(1+\nu)} \cdot \left[ \varepsilon_x + \frac{\nu}{1-2\nu} (\varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z) \right] \quad (3)$$

kde  $E = 214$  MPa je Youngov modul pružnosti a  $\nu=0,3$  je Poissonov pomer. Zložky  $\sigma_y$  a  $\sigma_z$  sa počítajú analogicky.



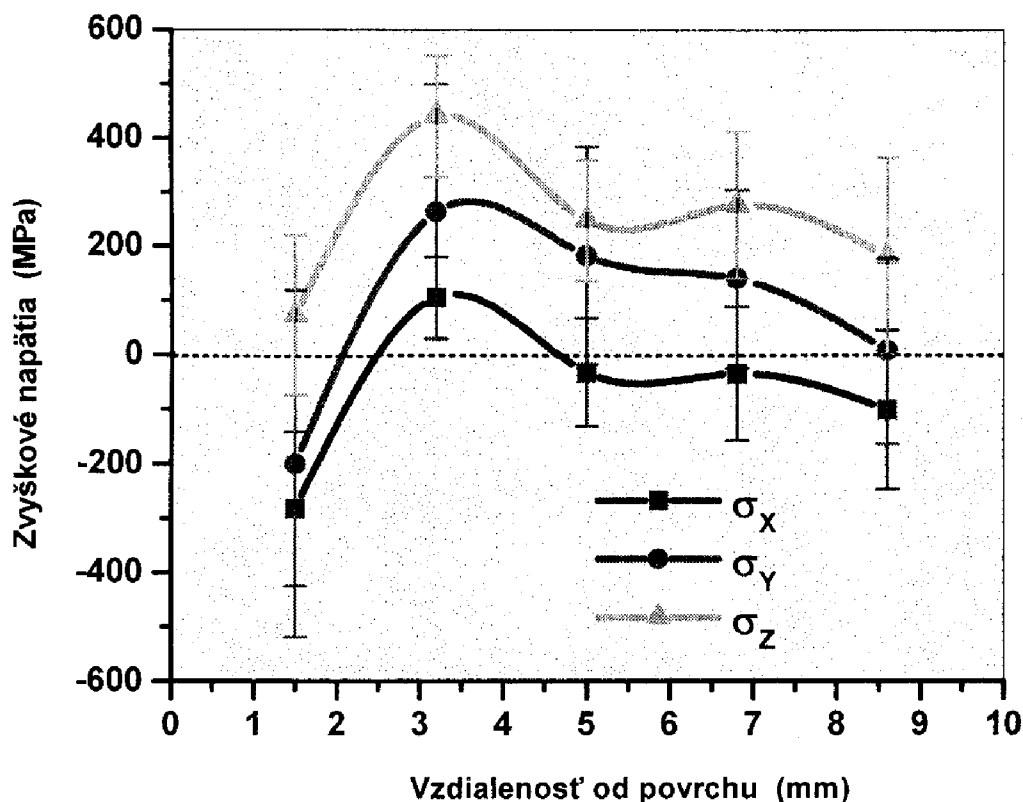
**Obr. 1** Difrakčné spektrum austenitickej nehrdzavejúcej ocele 08Cr18Ni10Ti namerané metódou merania doby preletu neutrónov (TOF).

### Výsledky meraní

Experimentálne vzorky boli pripravené oddelením metalurgie VÚZ Bratislava z ocele 08Cr18Ni10Ti. Platne s rozmermi  $15 \times 100 \times 100$  mm<sup>3</sup> boli vyžihané na odstránenie napätí. Jedna bola ponechaná ako referenčná a druhá bola opatrená návarom zo zvarového kovu s vysokým obsahom niklu.

Mriežkové deformácie boli určené pre tri smery: kolmý na rovinu zvaru  $\epsilon_x$  (normálový), priečny  $\epsilon_y$  (kolmý na smer zvarovania, transversálny) a pozdĺžny  $\epsilon_z$  (rovnobežný so zvarom, longitudinálny). Ak zoberieme do úvahy geometriu vzorky a celého experimentu, môžu sa tieto tri komponenty považovať za hlavné v tenzore deformácií a pre výpočet napätí nám postačia. Pri výpočte napätí berieme do úvahy kubickú štruktúru ocele, materiál považujeme za izotropný a homogénny.

Meracie body boli vybrané pod návarom v hĺbke 1.5, 3.2, 5, 6.8, a 8.6 mm. Komponenty napätia sa počítali podľa vzťahu (3). Namerané hodnoty zvyškových napätí sú uvedené na obrázku č. 4.



Obr.4 Namerané komponenty zvyškových napätí vo vzorke austenitickej nehrdzavejúcej ocele v rôznych hĺbkach pod návarom

Vo vzorke prevládajú ťahové napätia a badateľná je aj oblasť typická pre zvary, kde sú napätia nulové a prechádzajú do tlakových. Takýto priebeh je spôsobený skutočnosťou, že pri zvarení sa časť základného materiálu roztaví a časť je tuhá. Tuhá časť je vystavená vysokému teplotnému gradientu a tepelná rozťažnosť spôsobí v základnom materiále deformácie kryštalickej mriežky. Namerané hodnoty jednotlivých komponentov zvyškových napätí dosahujú maximum 400 MPa v ťahovej oblasti pre  $\sigma_z$  a 300 MPa v tlakovej oblasti  $\sigma_x$ . Tieto hodnoty prevyšujú medzu klzu daného materiálu, ktorá je pri 20°C 259 MPa.

### Záver

Meraná vzorka má jednoduchú geometriu a návar je vytvorený ako jedna húsenica paralelná hrane skúmanej dosky. Taká geometria bola vybraná s ohľadom na neskoršie vytvorenie a overenie počítačového modelu tepelného zdroja pri zvaraní. Počítačové modelovanie umožní určiť stav napätosti po údržbárskych zásahoch na geometricky zložitých prvkoch, v ktorých by meranie bolo zložité alebo nemožné, už pri plánovaní takeého zásahu.

### Literatúra:

- [1.] HUTCHINGS M. T.: *Neutron Diffraction Measurement of Residual Stress fields - The Answer to the Engineers Prayer?* Nondestr. Test. Eval., vol.5, pp. 395-413, 1990
- [2.] WANG K. F., CHANDRASEKAR S., YANG H. T. Y.: *Experimental and Computational Study of the Quenching of Carbon Steel*. J. of Manufacturing Science and Engineering, vol. 119, p. 257, August 1997
- [3.] YAN G., WHITE J. R.: *Residual Stresses in Marine Coating Under Simulated Service Conditions*. Polymer Engineering and Science, vol. 39, i.10, p. 1866, Oct. 1999
- [4.] KUPPERMAN D. S., MAJUMDAR S., SINGH J. P.: *Residual Strain in Advanced Composites*. Neutron News, vol. 2, No. 3, 1991
- [5.] ALEKSEENKO N. N. et al.: *Radiation Damage of Nuclear Power Plant Pressure Vessel Steels*. American Nuclear Society, Illionois USA, 1997
- [6.] KUPČA L., BEŇO P., BŘEZINA M.: *Analýza príčin porušovania materiálov zariadení primárneho okruhu JE VVER 440*. Jaderná energie č. 9, 1991