

**ВИЗУАЛИЗАЦИЯ ДИФРАКЦИОННОГО КОНТРАСТА МЕЖДУ
ФЕРРИТНОЙ И МАРТЕНСИТНОЙ ФАЗАМИ СТАЛИ МЕТОДОМ
НЕЙТРОННОЙ РАДИОГРАФИИ**© 2021 г. М. М. Мурашев^{а,*}, В. П. Глазков^а, В. Т. Эм^а^а Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”
Россия, 123182, Москва, пл. Академика Курчатова, 1

*e-mail: mihail.mmm@inbox.ru

Поступила в редакцию 26.11.2020 г.

После доработки 13.01.2021 г.

Принята к публикации 14.01.2021 г.

Метод нейтронной радиографии с использованием монохроматического нейтронного излучения позволяет визуализировать дифракционный контраст между различными фазами в поликристаллическом материале благодаря разнице в ослаблении интенсивности нейтронного пучка в этих фазах, обусловленной когерентным рассеянием нейтронов. Хотя этот метод уже зарекомендовал себя в исследованиях распределения фаз в сталях, в литературе приводится информация лишь о сильно отличающихся по структуре фазах, таких как феррит и аустенит, аустенит и мартенсит, аустенит и бейнит. В работе исследованы возможности метода в визуализации дифракционного контраста между ферритной и мартенситной фазами стали с одним и тем же химическим составом и близкими кристаллическими структурами.

DOI: 10.31857/S0032816221030320

ВВЕДЕНИЕ

Метод нейтронной радиографии заключается в том, что при просвечивании нейтронным пучком исследуемого объекта прошедшие нейтроны, ослабленные поглощением и рассеиванием в образце, регистрируются детектором, расположенным в плоскости, перпендикулярной направлению просвечивания, формируя двумерное теневое изображение объекта.

Механизм получения изображения основан на ослаблении нейтронного пучка, проходящего через вещество. Ослабление зависит от полного сечения взаимодействия нейтронов с атомными ядрами материала, которое состоит из сечения когерентного и некогерентного рассеяния, а также сечения поглощения [1].

В поликристаллических образцах зависимость полного сечения рассеяния нейтронов от длины волны имеет пилообразный характер. Это связано с так называемыми брэгговскими скачками, возникающими при упругом когерентном рассеянии нейтронов на различных плоскостях (hkl) кристаллической решетки образца (h, k, l – индексы Миллера). Отражение от плоскости (hkl) происходит согласно закону Вульфа–Брэгга $\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta$, где λ – длина волны нейтронов, d_{hkl} – межплоскостное расстояние, θ – брэгговский угол рассеяния. Из закона следует, что при $\lambda \leq 2d_{hkl}$ с

увеличением длины волны увеличиваются брэгговский угол θ и угол рассеяния 2θ . При $\lambda = 2d_{hkl}$ угол $\theta = 90^\circ$ и нейтроны рассеиваются в обратном направлении (угол рассеяния $2\theta = 180^\circ$). При $\lambda > 2d_{hkl}$ нейтроны не отражаются от плоскости (hkl) и свободно проходят ее. Таким образом, при $\lambda = 2d_{hkl}$ происходит резкий скачок в сечении когерентного рассеяния нейтронов и соответственно скачок в пропускании нейтронов: пропускание нейтронов с длиной волны $\lambda > 2d_{hkl}$ вблизи скачка резко возрастает. Расположение брэгговских скачков зависит от кристаллической структуры материала, поэтому в материалах с различной кристаллической структурой скачки происходят при разных длинах волн. Это дает возможность подобрать длину волны нейтронов, при которой пропускание двух материалов максимально различается, т.е. увеличить контраст. Такая методика с использованием монохроматических нейтронов получила название нейтронной радиографии на брэгговских скачках [2–4].

Наибольший интерес представляют собой стальные изделия, так как в стальных сплавах преобладает именно сечение когерентного рассеяния нейтронов [5, 6]. Это открывает широкие возможности для визуализации текстуры [7], внутренних напряжений [8] и распределения фаз в стальных образцах [9, 10].

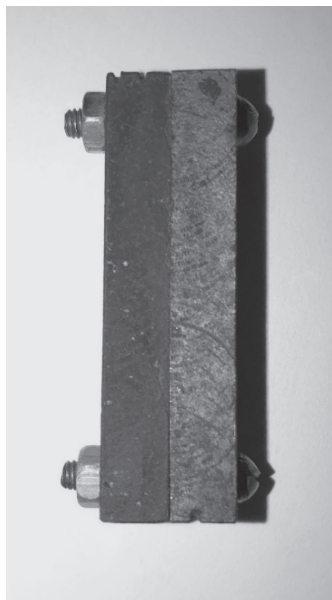


Рис. 1. Исследуемый составной образец: слева – образец ферритной фазы, справа – мартенситной.

На сегодняшний день существует много работ по визуализации дифракционного контраста между фазами стали, сильно отличающимися между собой по кристаллической структуре: аустенит и мартенсит [10], бейнит и аустенит [11]. Но существуют фазы стали и с очень близкими кристаллическими структурами, например: феррит, имеющий объемно-центрированную кубическую (ОЦК) решетку, и мартенсит, имеющий объемно-центрированную тетрагональную (ОЦТ) решетку с близкими параметрами элементарной ячейки.

Цель настоящей работы – исследование возможности визуализации контраста между ферритной и мартенситной фазами стали, имеющими один и тот же химический состав и близкие кристаллические решетки.

ОБРАЗЦЫ

Были изготовлены два одинаковых по размеру образца в форме параллелепипеда с размерами $40 \times 10 \times 10$ мм из углеродистой стали У12. Марка стали была выбрана исходя из содержания углерода ~ 1.2 вес. %. Концентрация углерода определяет разницу в параметрах кристаллических решеток ферритной и мартенситной фаз [12–14]. При низком содержании углерода разница становится небольшой, что затрудняет визуализацию дифракционного контраста между фазами.

Образцы были подвергнуты различной термообработке, чтобы получить ферритную и мартенситную фазы одинакового химического состава. Первый образец был нагрет до 900°C и выдержан при этой температуре 1 ч, после чего охлажден

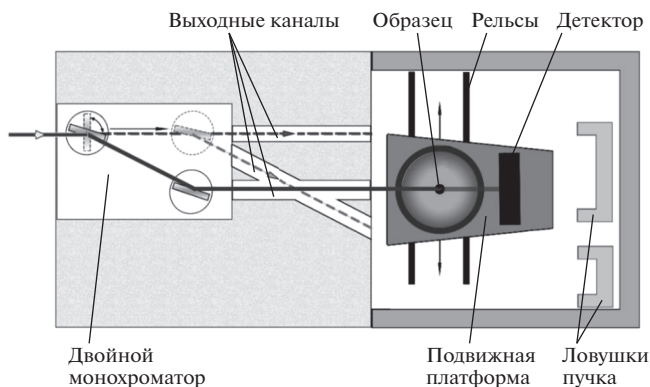


Рис. 2. Схема станции ДРАКОН (ИР-8, НИЦ “Курчатовский институт”).

вместе с печью. Второй образец был также нагрет до 900°C и выдержан при этой температуре 1 ч, но затем закален в воду. По данным нейтронной дифракции после термообработки оба образца были однофазными и не имели примеси аустенитной фазы.

По зависимости параметров решетки от содержания углерода [14] можно было определить, что первый образец после термообработки имел ОЦК-структуру феррита с параметром решетки $a = 2.86 \text{ \AA}$, а второй – ОЦТ-структуру мартенсита с параметрами решетки $a = 2.83 \text{ \AA}$ и $c = 3.08 \text{ \AA}$. Два образца были стянуты винтами (рис. 1), и эксперименты проводились с таким составным образцом.

НЕЙТРОННЫЙ ЭКСПЕРИМЕНТ

Эксперимент проводился на станции нейтронной интроскопии ДРАКОН (рис. 2), расположенной на горизонтальном канале исследовательского реактора ИР-8 в НИЦ “Курчатовский институт” [15]. ДРАКОН является единственной на территории России и стран СНГ станцией нейтронной томографии на монохроматических нейтронах. Выбор длины волны обеспечивает блок двойного монохроматора, состоящий из двух кристаллов пиролитического графита. Монохроматор позволяет выводить монохроматические нейтроны в диапазоне длин волн $1.7\text{--}4.5 \text{ \AA}$. Разрешение по длине волны $\Delta\lambda/\lambda \approx 3\%$, сечение нейтронного пучка на выходе $75 \times 75 \text{ мм}^2$.

На станции используется позиционно-чувствительный детектор фирмы Neutron Optics со сменными пластинами сцинтиллятора (${}^6\text{LiF/ZnS}$) и CCD (charge-coupled device) камерой АТІК-4000 (Kodak KAI 04022 + Nikon 50 мм f/1.2), разрешение CCD-камеры – 2048×2048 . Пространственное разрешение полученных цифровых радиографических изображений составляет ≈ 200 мкм.

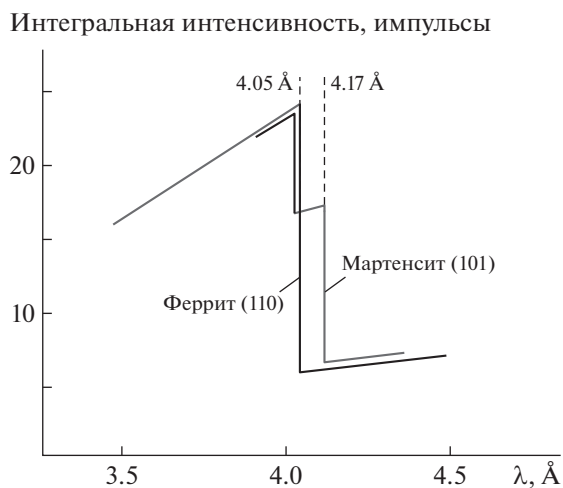


Рис. 3. Расчетные зависимости полного сечения взаимодействия нейтронов от длины волны для ферритной и мартенситной фаз стали У12.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Нами были получены радиографические изображения образцов при длинах волн от 1.7 до 4.5 Å с шагом 0.1 Å. Согласно расчетным данным (рис. 3), в диапазоне от 4 до 4.2 Å происходит первый и самый сильный брэгговский скачок в обеих фазах. В ферритной фазе (ОЦК-структура) с параметром кубической решетки $a = 2.86 \text{ Å}$ первый скачок, со стороны больших длин волн, соответствует отражению от плоскости (110) при длине волны $\lambda = 2d_{110} = 4.05 \text{ Å}$. В мартенситной фазе (ОЦТ-структура) с параметрами тетрагональной решетки $a = 2.83 \text{ Å}$, $c = 3.08 \text{ Å}$ наблюдаются два брэгговских скачка с соотношением высот 1 : 2. Один скачок соответствует отражению от плоскости (110) при длине волны, близкой к длине волны скачка в ферритной фазе, а второй – отражению от плоскости (101) при длине волны $\lambda = 2d_{101} = 4.17 \text{ Å}$.

По полученным радиографическим изображениям была построена зависимость пропускания нейтронов, прошедших через образцы, от длины волны λ (рис. 4). Согласно графику, максимальная разница в пропускании нейтронов наблюдается при длине волны $\lambda \sim 4.1 \text{ Å}$, что согласуется с расчетными данными. Теоретически при брэгговском скачке полное сечение изменяется скачкообразно в вертикальном направлении (см. рис. 3). Однако из-за конечного разрешения по длине волны сечение и соответственно пропускание в эксперименте изменяются в наклонном направлении (см. рис. 4). Видно также, что в мартенситной фазе, где происходят два скачка, изменение пропускания более пологое, чем в ферритной фазе. Разница в пропускании при других брэгговских скачках гораздо меньше (см. рис. 4).



Рис. 4. Зависимости пропускания нейтронов образцами ферритной и мартенситной фаз стали У12 от длины волны нейтронов. Указаны отражающие плоскости ферритной фазы, соответствующие брэгговским скачкам при $\lambda = 4.04 \text{ (110)}$, 2.86 (200) , 2.34 Å (112) .

На радиографических изображениях, полученных при длинах волн нейтронов в интервале 1.7–4.5 Å, наибольшая разница ($\approx 10\%$) в ослаблении интенсивности нейтронного пучка между ферритным и мартенситным образцами наблюдалась при длине волны 4.1 Å (рис. 5а). Разница в ослаблении нейтронного пучка при других длинах волн либо плохо видна (рис. 5б), либо ее нет (рис. 5в). Полученные результаты полностью согласуются с расчетами и свидетельствуют о возможности визуализации дифракционного контраста между ферритной и мартенситной фазами стали.

При использовании в качестве монохроматора пиролитического графита, помимо нейтронов с основной длиной волны λ , отражаются нейтроны высших порядков с длиной волны $\lambda/2$, $\lambda/3$, $\lambda/4$ и т.д. Форма спектра тепловых нейтронов реактора и зависимость отражающей способности монохроматора от длины волны нейтронов приводят к тому, что для основной длины волны нейтронов $\lambda = 4.1 \text{ Å}$ наибольший вклад в интенсивность отраженного пучка из нейтронов высших порядков дают нейтроны второго порядка отражений с длиной волны $\lambda/2 = 2.05 \text{ Å}$. Эти нейтроны не испытывают скачок на плоскости (110) в ферритной и мартенситной фазах и уменьшают контраст.

Для уменьшения вклада нейтронов второго порядка мы использовали фильтр из пиролитического графита. Кристалл пиролитического графита устанавливался на нейтронном пучке перед образцами под углом, соответствующим углу отражения нейтронов с длиной волны 2.05 Å. На

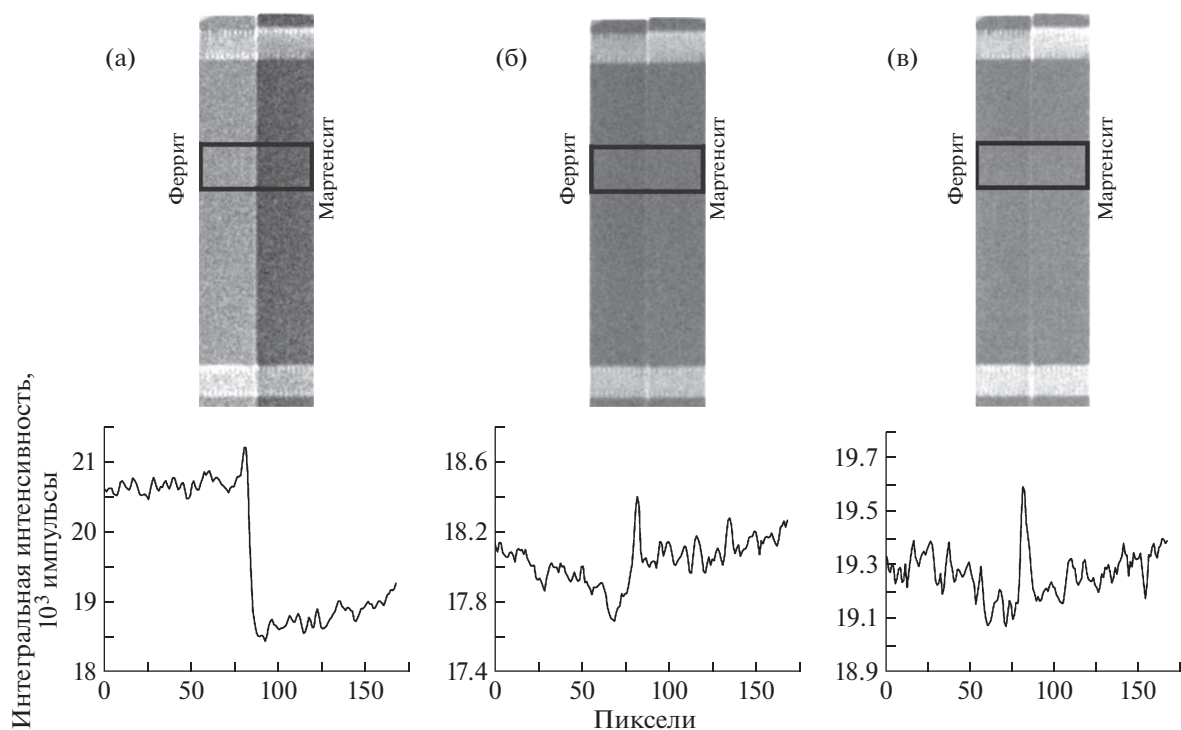


Рис. 5. Вверху – радиографические изображения исследуемых образцов, полученные при длинах волн 4.1 Å (а), 2.86 Å (б), 3.7 Å (в); внизу – профили интенсивности, взятые по выделенной области.

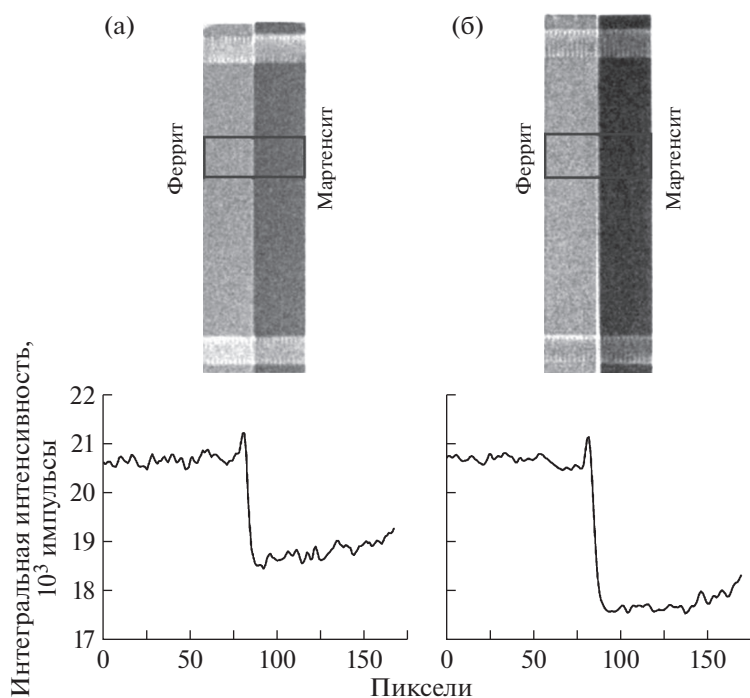


Рис. 6. Вверху – радиографические изображения исследуемых образцов, полученные при длине волны $\lambda = 4.1$ Å без использования фильтра (а) и с фильтром из пиролитического графита (б); внизу – профили интенсивности, взятые по выделенной области.

рис. 6 показаны в сравнении радиографические изображения образцов, полученные при длине волны $\lambda = 4.1 \text{ \AA}$ с использованием фильтра и без него. Разница в ослаблении нейтронного пучка между образцами при использовании фильтра составила $\approx 16.5\%$, а без фильтра, как указывалось выше, $\approx 10\%$.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Продемонстрирована возможность визуализации дифракционного контраста между ферритной и мартенситной фазами стали при использовании монохроматического нейтронного излучения. Показано, что использование нейтронного фильтра из пиролитического графита позволяет улучшить дифракционный контраст.

Исследование пространственного распределения ферритной и мартенситной фаз в сталях с использованием томографии на монохроматических нейтронах может помочь в решении задач, связанных с технологией изготовления и термобработки ответственных изделий из углеродистых сталей.

БЛАГОДАРНОСТИ

Данная работа выполнена на оборудовании УНУ НИК ИР-8.

Работа выполнена при поддержке НИЦ “Курчатовский институт” (приказ № 1886 от 22.08.2019).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Тюфяков Н.Д., Штань А.С. Основы нейтронной радиографии. М.: Атомиздат, 1975.
2. Allman B.E., McMahon P.J., Nugent K.A., Paganin D., Jacobson D.L., Arif M., Werner S.A. // *Nature*. 2000. V. 408. № 6809. P. 158. <https://doi.org/10.1038/35041626>
3. Kockelmann W., Frei G., Lehmann E.H., Vontobel P., Santisteban J.R. // *Nucl. Instrum. and Methods in Phys. Res. Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 2009. V. 603. № 3. P. 429. <https://doi.org/10.1016/j.nima.2009.02.034>
4. Schulz M., Böni P., Calzada E., Mühlbauer M., Schilling B. // *Nucl. Instrum. and Methods in Phys. Res. Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 2009. V. 605. № 1–2. P. 33. <https://doi.org/10.1016/j.nima.2009.01.123>
5. Sears V.F. // *Neutron news*. 1992. V. 3. № 3. P. 26. <https://doi.org/10.1080/10448639208218770>
6. Hsu T.C., Marsiglio F., Root J.H., Holden T.M. // *Journal of Neutron Research*. 1995. V. 3. № 1. P. 27. <https://doi.org/10.1080/10238169508200188>
7. Santisteban J.R., Vicente-Alvarez M.A., Vizcaino P., Banchik A.D., Vogel S.C., Tremsin A.S., Vallerga J.V., McPhate J.B., Lehmann E., Kockelmann W. // *Journal of Nuclear Materials*. 2012. V. 425. № 1–3. P. 218. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2011.06.043>
8. Tremsin A.S., McPhate J.B., Steuwer A., Kockelmann W., Paradowska A.M., Kelleher J.F., Vallerga J.V., Siegmund O.H.W., Feller W.B. // *Strain*. 2012. V. 48. № 4. P. 296. <https://doi.org/10.1111/j.1475-1305.2011.00823.x>
9. Steuwer A., Withers P.J., Santisteban J.R., Edwards L. // *Journal of Applied Physics*. 2005. V. 97. № 7. P. 074903. <https://doi.org/10.1063/1.1861144>
10. Woracek R., Penumadu D., Kardjilov N., Hilger A., Boin M., Banhart J., Manke I. // *Physics Procedia*. 2015. V. 69. P. 227. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2015.07.032>
11. Meggers K., Priesmeyer H.G., Trela W.J., Bowman C.D., Dahms M. // *Nucl. Instrum. and Methods in Phys. Res. Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. 1994. V. 88. № 4. P. 423. [https://doi.org/10.1016/0168-583X\(94\)95394-5](https://doi.org/10.1016/0168-583X(94)95394-5)
12. Kurdumoff G., Kaminsky E. // *Nature* 1928. V. 122. № 3074. P. 475. <https://doi.org/10.1038/122475a0>
13. Хачатурян А.Г., Шаталов Г.А. // *Физика металлов и металловедение*. 1971. Т. 32. № 1–С. С. 5.
14. Хачатурян А.Г. *Несовершенства кристаллического строения и мартенситные превращения*. М.: Наука, 1972.
15. Somenkov V.A., Glazkov V.P., Em V.T., Gureev A.I., Murashev M.M., Sadykov R.A., Axenov S.N., Trunov D.N., Stolyarov A.A., Alexeev A.A., Kravchuk L.V. // *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. 2019. V. 13. № 5. P. 870. <https://doi.org/10.1134/S1027451019050148>