



中华人民共和国国家标准

GB/T 40307—2021

无损检测 材料织构的中子检测方法

Non-destructive testing—Test method for texture by neutron diffraction

2021-05-21 发布

2021-12-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 2

5 仪器设备 2

6 测量准备 4

7 测量 7

8 数据处理与分析 7

9 检测报告 9

参考文献 10

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由全国无损检测标准化技术委员会(SAC/TC 56)提出并归口。

本文件起草单位：中国工程物理研究院核物理与化学研究所、上海材料研究所、上海交通大学、北京科技大学、中国石油大学(华东)。

本文件主要起草人：李建、钟圣怡、杨钊龙、孙光爱、彭述明、陈哲、陈波、王沿东、丁杰、李洪佳、王虹、张昌盛、张建华、钱达志、龚建、蒋文春。

无损检测 材料织构的中子检测方法

1 范围

本文件规定了在反应堆上采用中子衍射技术检测材料织构的方法。
本文件适用于多晶体材料的织构检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修订单)适用于本文件。

GB/T 12604.8 无损检测 术语 中子检测

GB/T 26140 无损检测 测量残余应力的中子衍射方法

3 术语和定义

GB/T 12604.8 和 GB/T 26140 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

织构 texture

多晶体样品中的晶粒沿不同方向排布差异的取向性特征,表现为样品的择优取向结构。

注:中子检测方法可获取多个晶面的极图,得到准确的取向方向、获取织构强度的定量数据。

3.2

中子织构谱仪 neutron diffractometer for texture measurement

测量材料织构的中子射线检测装置。

3.3

极图 pole figure

材料中各晶粒的选取晶面在样品坐标系的取向分布投影图。

注:样品坐标系指按照样品形貌建立的直角正交坐标系,是织构强度的基本表达形式。

3.4

反极图 inverse pole figure

材料中各晶粒的选取晶面在晶体坐标系中的取向分布投影图。

注:晶体坐标系指按照晶体晶向建立的直角正交坐标系,是织构强度的基本表达形式。

3.5

极密度分布 pole density

多晶体材料作极射赤道投影,球面上各点所代表的晶粒体积的加权密度分布。

3.6

取向分布函数 orientation distribution function

晶体要素三维空间分布的一种优化方位表达形式。

4 原理

原子规则排列的多晶体样品在受到中子射线照射后,将在特定角度产生相干散射,这一过程称为布拉格衍射,过程由公式(1)给出:

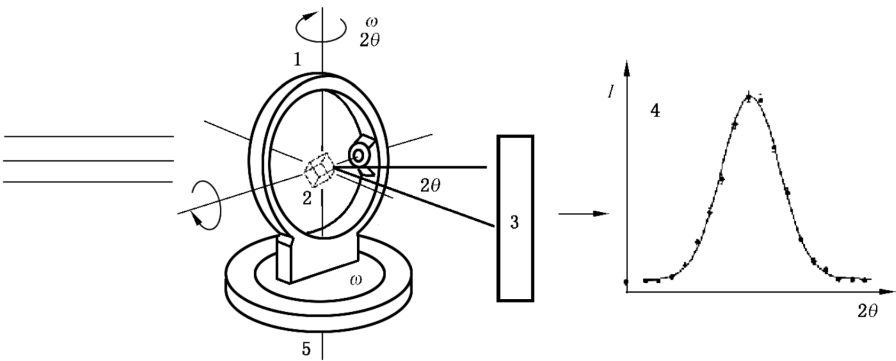
$$\lambda = 2d \sin\theta \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- d —— 晶面间距,单位为纳米(nm);
- θ —— 1/2 衍射角,单位为度(°);
- λ —— 中子波长,单位为纳米(nm)。

织构将导致样品在三维空间下发生布拉格衍射峰,并引起强度变化,通过对三维空间下不同空间角衍射峰进行采集并对衍射峰分析获得材料织构强度。

材料织构中子检测方法是一种用于宏观织构检测分析的主要方法,该方法基于布拉格衍射原理开展实验检测,通过极图或反极图的形式给出材料织构强度数据,给出样品内沿特定方向生长的晶粒数与样品全部晶粒数的占比。相对于常用的电子背散射衍射和 X 射线衍射等微区织构检测方法,采用中子开展样品织构检测具有获取宏观织构、统计性好等优势。材料织构中子检测方法的基本原理如图 1 所示。



- 标引序号说明:
- 1 —— 欧拉环;
 - 2 —— 样品;
 - 3 —— 探测器;
 - 4 —— 衍射谱;
 - 5 —— 样品台;
 - ω —— 样品台自转角;
 - 2θ —— 衍射角;
 - I —— 衍射峰强度。

图 1 材料织构中子检测方法的基本原理

5 仪器设备

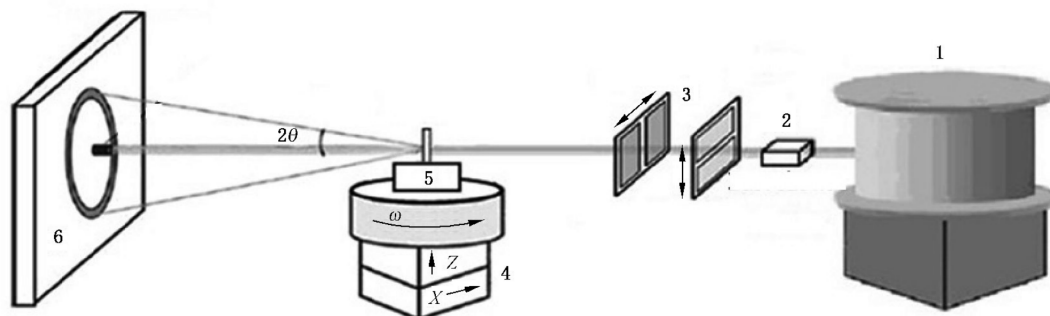
5.1 中子源

中子源按分类包括反应堆中子源、散裂中子源。中子源宜提供能量范围在 5 meV~25 meV 的中子束用于开展材料织构检测。对中子源宜提供的中子束注量率要求:样品处宜在 5×10^5 及以上。

5.2 中子织构谱仪

5.2.1 概述

中子织构谱仪一般由单色器、监视器、样品台、欧拉环、准直器、探测器组成,结构如图2。其中,单色器、样品台、欧拉环、探测器是中子织构谱仪必须包含的部件,其余部件根据实际情况配置。检测中,入射中子由单色器单色化并反射到样品台,与固定于样品台上欧拉环中的样品发生相干散射作用,产生的衍射信号经准直器准直后由探测器接收和记录。



标引序号说明:

1 —— 单色器;

2 —— 监视器;

3 —— 准直器;

4 —— 样品台;

5 —— 欧拉环;

6 —— 探测器;

2θ —— 衍射角;

ω —— 样品台自转角;

Z —— 样品台垂直移动轴;

X —— 样品台水平移动轴。

图2 中子织构谱仪装置构成

5.2.2 单色器

单色器是一种利用晶体对射线进行选取和反射的装置。单色器主要由单晶体、聚焦装置、调节台等部件组成。单色器选取的中子束能量范围宜在 5 meV~25 meV,其对应的中子波长的范围为 0.1 nm~0.3 nm。单色器宜具备垂直聚焦或水平垂直双聚焦能力以增加样品处中子注量率。常用于中子织构谱仪的单色器包括:硅单晶单色器、热解石墨单晶单色器、锗单晶单色器等。

5.2.3 欧拉环

欧拉环用于实现样品装配和定位,以及提供样品三维空间坐标下的转动。欧拉环应实现样品自转方位角 φ 、欧拉环转动方位角 χ 按设定步距转动并保证角精度。其中 φ 角范围宜在 $0^\circ\sim 360^\circ$, χ 角范围宜在 $0^\circ\sim 360^\circ$,角精度优于 0.1° 。

5.2.4 探测器

探测器是一种用于中子信号捕捉和记录的装置。探测器可探测中子能量范围宜在 5 meV~

25 meV。中子织构谱仪上常用的探测器包括³He 计数管探测器、³He 气体多丝位置灵敏探测器等。

6 测量准备

6.1 中子波长选择与标定

6.1.1 确认样品晶体结构信息。

6.1.2 选取样品待测晶面和中子波长。

6.1.3 按照选取的中子波长,设置单色器起飞角、聚焦参数以在样品处获得该波长的中子束。

6.1.4 中子波长设定后,利用标准校正样品测量获得样品多个晶面的衍射谱,通过衍射谱峰位拟合分析计算获得实际使用中子波长,中子波长及误差值的标定由公式(2)给出。按照国际中子散射机构的推荐,中子波长分辨率 $\Delta\lambda/\lambda_{\text{test}}$ 宜优于 1×10^{-2} 。常用的校正样品包括硅粉、铁粉、三氧化二铝粉等。

$$\Delta\lambda = \lambda_{\text{test}} - \lambda_{\text{theory}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

λ ——中子波长,单位为纳米(nm);

λ_{test} ——实测中子波长,单位为纳米(nm);

λ_{theory} ——理论中子波长,单位为纳米(nm)。

6.2 机械定位精度标定

6.2.1 分别设定探测器转角、欧拉环倾转角和样品自转角,并在该角度位置构建角精度检测装置。

6.2.2 驱动各转角控制电机,使各转角从偏离设定位置转移至设定角度,测量获得重复精度。

6.2.3 在各转角对应圆心位置布置经纬仪,测量从转角起始处至设定值间转过的绝对角度值,测量获得绝对精度。

6.3 谱仪分辨率标定

6.3.1 谱仪分辨率通常指晶面间距分辨率。

6.3.2 标准校正样品安装到样品台中心并选定测量晶面及其对应衍射角。

6.3.3 设置谱仪单色器聚焦参数、衍射角,开展选定晶面衍射谱采集。

6.3.4 根据衍射峰位获得标准样品实测 d 值。

6.3.5 利用实测晶面间距 d 值和样品理论晶面间距 d_0 计算谱仪分辨率($\Delta d/d$),由公式(3)给出:

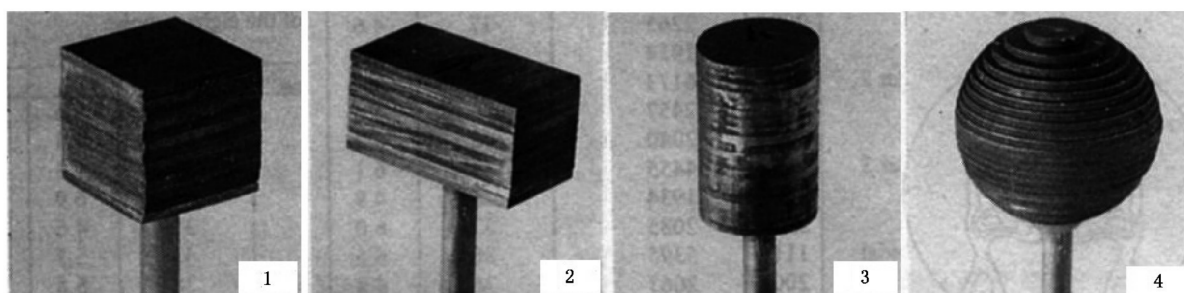
$$\Delta d/d = (d - d_0)/d \dots\dots\dots (3)$$

式中:

d ——晶面间距,单位为纳米(nm)。

6.4 样品选择与制备

测试样品应采用三个方向为 2 mm~20 mm 范围尺寸的块体试样。典型的织构样品形貌包括:球体状、圆柱状、立方状、长方状等,如图 3 所示。用于开展材料织构中子检测的样品制备时,应明确样品在加工制备过程的受力方向。



标引序号说明:

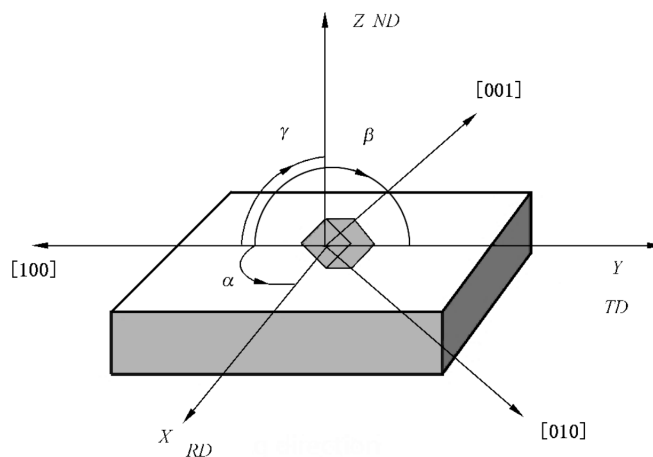
- 1——立方状样品;
- 2——长方状样品;
- 3——圆柱状样品;
- 4——球体状样品。

图3 织构样品形貌示意图

6.5 样品定位与坐标系建立

6.5.1 样品形状或主受力方向已知的情况下,应根据其对称性特点建立样品坐标系或晶体坐标系,如图4:样品坐标系 C_S 和晶体坐标系 C_C ,两者均为直角正交坐标系,并按样品坐标系对样品主受力方向进行定义:轧向(RD)作为坐标系 X 轴(S_1),横向(TD)作为坐标系 Y 轴(S_2),法向(ND)作为坐标系 Z 轴(S_3)。

6.5.2 晶体坐标系 C_C 的三个坐标轴取自晶胞的几何坐标系,对于立方晶系来说, $[100]$ 方向为 C_1 轴, $[010]$ 方向为 C_2 轴, $[001]$ 方向为 C_3 轴。对于斜方晶系及六方晶系,将不正交的三根晶轴经正交化运算,获得晶胞坐标系与晶体正交坐标系间的线性关系。



标引序号说明:

- RD —— 轧向;
- TD —— 横向;
- ND —— 法向;
- α —— 坐标系中 $[100]$ 晶向与 RD 方向夹角,单位为度($^\circ$);
- β —— 坐标系中 $[100]$ 晶向与 TD 方向夹角,单位为度($^\circ$);
- γ —— 坐标系中 $[100]$ 晶向与 ND 方向夹角,单位为度($^\circ$)。

图4 织构检测中的坐标系

样品坐标系 C_s 与晶体坐标系 C_c 之间的关系由公式(4)给出:

$$C_G = g \cdot C_S \dots\dots\dots (4)$$

式中:

g ——因子;

C_s ——样品坐标系;

C_c —— 晶体坐标系。

公式(4)中的 g 值由公式(5)给出:

$$g = \begin{pmatrix} \cos\alpha_1 & \cos\beta_1 & \cos\gamma_1 \\ \cos\alpha_2 & \cos\beta_2 & \cos\gamma_2 \\ \cos\alpha_3 & \cos\beta_3 & \cos\gamma_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{pmatrix} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

α ——坐标系中 $[100]$ 晶向与 RD 方向夹角,单位为度($^{\circ}$);

β ——坐标系中 $[100]$ 晶向与 TD 方向夹角,单位为度($^{\circ}$);

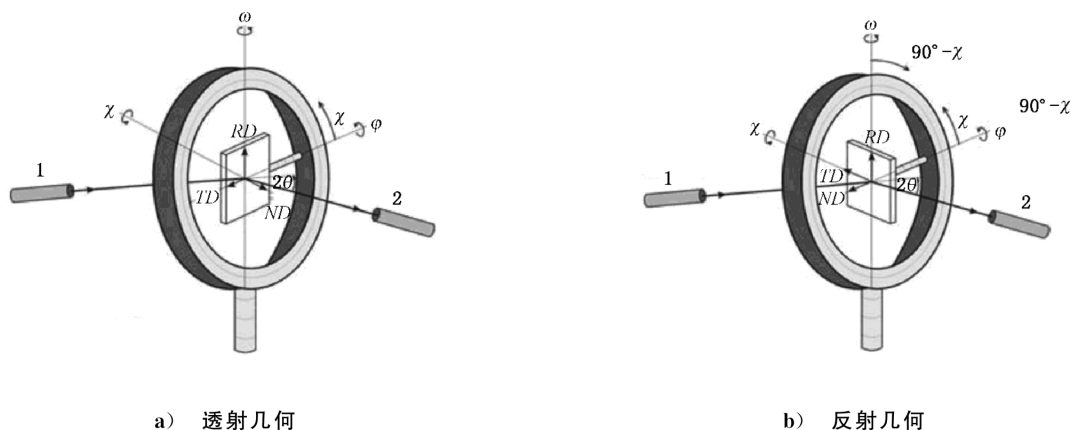
γ ——坐标系中 $[100]$ 晶向与ND方向夹角,单位为度($^{\circ}$)。

6.6 选取测量几何模式

6.6.1 针对不同厚度、不同中子吸收能力的样品,织构的中子检测分析常用两种几何模式开展检测,分别是透射几何和反射几何,如图 5。

6.6.2 透射几何常用于样品被中子完全穿透的情况,如铝、镁或薄样品,作用过程中中子射线完全穿透样品,与之发生相干作用后至探测器接收位置。

6.6.3 反射几何常用于对 neutron 吸收率高的样品或样品厚度大不能完全被 neutron 穿透的情况, neutron 射线与样品近表面层发生相干作用并反射至探测器接收位置,整个过程中 neutron 射线不穿透样品。



标引序号说明:

1 ——入射中子束；

2 ——出射中子束；

ω ——样品台转角；

φ ——样品自转方位角,单位为度($^{\circ}$);

 χ ——欧拉环转动方位角,单位为度($^{\circ}$);

RD——轧向；

TD——横向；

ND ——法向。

图 5 中子织构测试中的透射几何/反射几何

6.7 测量极图的数目

对不同晶系样品采集极图的数目要求是不同的,通常晶系越复杂应采集的极图数目越多。7 种晶系对采集极图数目的要求如表 1。

表 1 各晶系对应的极图数目要求

晶系	极图数目要求
立方	3 幅~4 幅
六方	4 幅~6 幅
四方	6 幅~8 幅
三方	6 幅~8 幅
正交	12 幅~17 幅
单斜	至少 17 幅
三斜	至少 17 幅

7 测量

7.1 制备完毕的样品按照定义的样品方向和坐标系装裱到欧拉环中,样品中心落于欧拉环中心。

7.2 完成样品测量晶面的选取,确认各晶面对应衍射角 2θ 。

7.3 获取各衍射角下样品台转角 ω 、样品自转方位角 φ 的取值范围和步距、欧拉环转动方位角 χ 的取值范围和步距。

7.4 编写测量程序,开启束流闸门,开展检测。

7.5 实验完成后,关闭束流闸门,确认实验现场辐射剂量水平后卸载样品。

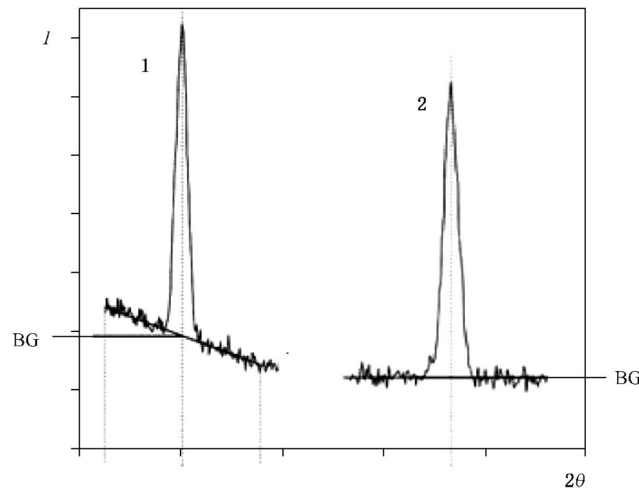
7.6 记录实验参数和数据文件号。

8 数据处理与分析

8.1 本底扣除

8.1.1 中子本底随衍射角变化而变化时,取衍射峰峰位处的本底值作为扣除本底,如图 6 中 1 所示。

8.1.2 中子本底与衍射角变化不相关时,取衍射峰左右本底的平均值作为扣除本底,如图 6 中 2 所示。



标引序号说明:

- 1 ——本底不规则的衍射峰;
- 2 ——本底规则的衍射峰;
- I ——衍射峰强度;
- BG ——衍射本底,由杂散中子引起的信号;
- 2θ ——衍射角,单位为度($^{\circ}$)。

图 6 衍射峰的本底扣除方法

8.2 温度影响修正

8.2.1 实验温度变化引起样品晶格间距 d 的改变,间接导致衍射峰强度变化。

8.2.2 织构检测实验过程温度变化在 $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以内时,温度变化引起的衍射峰强度涨落(统一改成强弱变化)小于万分之一,其影响可忽略不计。

8.2.3 当实验过程温度变化超过 $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,应根据样品热膨胀系数计算晶面间距的变化量,并将该变化导致的衍射峰强度涨落计入织构强度误差分析。测量时应对样品的温度进行监控。

8.3 数据分析

8.3.1 极密度分布函数

极密度分布函数 $p_{\text{hkl}}(\chi, \varphi)$ 由公式(6)给出:

$$p_{\text{hkl}}(\chi, \varphi) = \frac{I_{\text{hkl}}(\chi, \varphi)}{2 \sum_{\chi=0(\Delta\chi)}^{\pi/2} \sum_{\varphi=0(\Delta\varphi)}^{2\pi} I_{\text{hkl}}(\chi, \varphi) \sin\chi \Delta\chi \Delta\varphi} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- χ ——欧拉环转动方位角,单位为度($^{\circ}$);
- φ ——样品自转方位角,单位为度($^{\circ}$);
- $I_{\text{hkl}}(\chi, \varphi)$ ——试件在 (χ, φ) 方向上 (hkl) 晶面衍射峰的积分强度。

8.3.2 取向分布函数和织构强度的计算

确认样品取向方向 y 。样品取向方向 y 与欧拉角 χ 角和 φ 角相关,其关系满足公式(7)和公式(8):

$$y = \{\chi, \varphi\} \dots\dots\dots (7)$$

$$dy = \sin\chi d\chi d\varphi \dots\dots\dots (8)$$

式中：

y ——样品取向方向；

φ ——样品自转方位角，单位为度(°)；

χ ——欧拉环转动方位角，单位为度(°)。

根据极密度分布函数计算取向分布函数，取向分布函数代表样品任意取向方向 y 的织构强度。与样品取向方向 y 平行的晶粒(取向为 h)体积为 dV ，其与总样品体积 V 的比值 dV/V 得到织构强度，如公式(9)。

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} P_h(y) dy \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

y ——样品取向方向；

dV/V ——织构强度定量分析表达式；

$P_h(y)$ ——取向分布函数，由级数展开法(含球谐法)、直接法等方法求得。

9 检测报告

检测报告应详细记录检测过程的有关信息和数据，应包含以下主要内容：

- a) 检测项目名称；
- b) 检测人员；
- c) 检测日期；
- d) 检测要求；
- e) 本文件编号；
- f) 中子源及检测装置信息；
- g) 环境温湿度；
- h) 装置参数；
- i) 实验参数；
- j) 原始文件编号；
- k) 样品信息；
- l) 原始数据；
- m) 分析结果；
- n) 检测结论。

参 考 文 献

- [1] YB/T 4677—2018 钢中织构的测定 电子背散射衍射(EBSD)法
 - [2] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 1: General principles and definitions
 - [3] Bacon, G.E. (1975), Neutron Diffraction, Clarendon Press, Oxford.
 - [4] Bocker, W., Brokmeier, H.-G. and Bunge, H. J. (1995), Textures Microstruc. 24, 239-254.
 - [5] Bunge, H.J. (1969), Mathematische Methoden der Texturanalyse, Akademie Verlag, Berlin.
 - [6] Bunge, H.J. (1989), Textures Microstruc. 10, 265-308.
 - [7] Olaf Engler, Valerie Randle, Introduction to Texture Analysis macrotexture, microtexture, and Orientation Mapping. International standard book number: 978-1-4200-6365-3 (paperback).
 - [8] U.F.Kocks, C.N.Tomé, and H.-R. Wenk, Texture and Anisotropy, Cambridge (1998).
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
无损检测 材料结构的中子检测方法
GB/T 40307—2021

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2021年5月第一版

*

书号: 155066 · 1-67554

版权专有 侵权必究



GB/T 40307-2021



码上扫一扫 正版服务到