———— ОБЗОРЫ ———

УДК 539.171.4, 539.3

НЕЙТРОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ В МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

© 2021 г. В. Т. Эм^{1,*}

¹ Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", Москва, Россия *E-mail: Em_VT@nrcki.ru Поступила в редакцию 15.06.2020 г. После доработки 30.09.2020 г. Принята к публикации 30.09.2020 г.

Рассмотрены развитие и современное состояние приборной базы исследований внутренних напряжений методом дифракции нейтронов. За последние 15 лет достигнут значительный прогресс в методике эксперимента на стационарных и импульсных источниках нейтронов. Были созданы специализированные стресс-дифрактометры, которые позволяют решать широкий круг инженерных и технологических задач и задач фундаментального материаловедения. Рассмотрены действующие в России два нейтронных стресс-дифрактометра: ФСД на импульсном реакторе ИБР-2 в ОИЯИ и СТРЕСС на реакторе ИР-8 в НИЦ "Курчатовский институт". Приведены примеры исследований на этих приборах.

DOI: 10.31857/S002347612102003X

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение

1. Нейтрон-дифракционный метод исследования внутренних напряжений

2. Развитие стресс-дифрактометрии на стационарных реакторах

2.1. Выбор монохроматора и длины волны нейтронов

2.2. Позиционно-чувствительный детектор

2.3. Система позиционирования образца

2.4. Выделение пробного объема

3. Развитие стресс-дифрактометрии на импульсных источниках нейтронов

3.1. Дифрактометры по времени пролета

3.2. Оптимизация ТОF стресс-дифрактометров

3.3. Режимы работ ТОГ стресс-дифрактометров

4. Исследование напряжений на импульсном реакторе ИБР-2

4.1. Фурье-стресс-дифрактометр ФСД

4.2. Примеры исследований

5. Исследование напряжений на реакторе ИР-8

5.1. Дифрактометр СТРЕСС

5.2. Примеры исследований

Заключение

введение

Внутренние или остаточные напряжения - это напряжения, которые уравновешены в неподвижном теле в отсутствие приложенных к нему внешних сил. Они возникают при неоднородной деформации в объеме тела и в большинстве случаев образуются в деталях в процессе их изготовления (механическая обработка, термообработка, сварка и т.д.) или эксплуатации. Внутренние напряжения, складываясь с напряжениями, прилагаемыми при эксплуатации детали, могут стать причиной ее преждевременного разрушения. Кроме того, остаточные напряжения могут значительно ухудшить коррозионную стойкость, стойкость к образованию трещин, усталостную прочность материала. С другой стороны, остаточные напряжения могут быть полезными и специально внесены в деталь (например, при поверхностной обработке), чтобы увеличить срок ее службы. Поэтому количественная информация об остаточных напряжениях важна для выбора оптимальной технологии изготовления и конструкции детали.

После открытия рентгеновских лучей в 1896 г. начиная с 20-х годов прошлого столетия начал развиваться метод измерения остаточных напряжений, основанный на дифракции рентгеновских лучей. В настоящее время рентгеновский метод хорошо развит и широко применяется в науке и технике. Однако из-за малой проникающей способности рентгеновских лучей (в стали неЭМ

сколько десятков микрон) рентгеновский метод дает информацию о напряжениях на поверхности или приповерхностных слоях материала. Проникающая способность нейтронов в большинстве материалов значительно выше (в стали несколько десятков миллиметров), поэтому с появлением интенсивных источников нейтронов, с 80-х годов прошлого столетия, начал развиваться нейтрондифракционный метод измерения остаточных напряжений.

На начальном этапе нейтронная стресс-дифрактометрия развивалась как единственный прямой и неразрушающий метод определения микро- и макронапряжений внутри материалов для решения прикладных инженерных и технологических задач. Однако поскольку дифракционные методы основаны на измерении упругих деформаций в кристаллической решетке отдельных зерен, составляющих материал, нейтронный метод дает информацию о реакции зерен на напряжения в зависимости от их ориентации, состава, окружения другими зернами или аморфной матрицей, внешних условий и т.д. То есть нейтронный метод позволяет "заглянуть" внутрь поликристаллического материала и на микроскопическом уровне изучить формирование напряженнодеформированного состояния в нем. Поэтому в последнее десятилетие стресс-дифрактометрия стала мощным инструментом в изучении фундаментальных вопросов материаловедения. В частности, в последнее время интенсивно развиваются работы, связанные с изучением распределения напряжений между упрочняющими добавками и матрицей в сплавах, изучением концентрации дислокаций и связанных с ними напряжениями в сильно деформированных сплавах с повышенной пластичностью, изучением напряжений, возникающих при фазовых переходах, изучением процессов развития трещин и их связи с напряжениями; интенсивно проводятся работы с целью верификации различных теоретических моделей формирования напряжений.

Недостатком нейтронного метода является относительно слабая яркость нейтронных источников. Даже современные источники нейтронов имеют яркость на 3 порядка меньше, чем яркость лабораторной рентгеновской трубки. Первые нейтронные эксперименты по исследованию внутренних напряжений были проведены на порошковых нейтронных дифрактометрах. При этом максимальная толщина стальной пластины, в которой можно было измерить напряжения за разумное время, была около 20 мм. Как только была показана возможность измерения напряжений нейтронным методом, были разработаны специализированные стресс-дифрактометры. Благодаря оптимизации компонент и оптических схем установок максимальная толщина была доведена до 40 мм в стали, чего вполне достаточно

для исследования большинства промышленных образцов. В настоящее время нейтронный метод является единственным неразрушающим методом, который позволяет изучить распределение всех компонент тензора напряжений в объеме массивных материалов [1, 2]. Метод имеет международный стандарт ISO/TS 21432 [3].

В связи с важностью стресс-дифрактометрии для решения прикладных и фундаментальных задач практически во всех ведущих центрах, имеющих источники нейтронов для экспериментов на выведенных пучках, были созданы специализированные стресс-дифрактометры (табл. 1). Показательным является и то, что на всех источниках нейтронов, построенных в последние годы (OPAL, Австралия, SNS, США, JSNS, Япония, CARR, KHP), стресс-дифрактометры входили в список приборов, запускаемых в первую очередь.

В настоящее время в России активно функционируют два стресс-дифрактометра. Первый стресс-дифрактометр, работающий по методике времени пролета ФСД, был запущен около 20 лет назад в **ОИЯИ** (Объединенный институт ядерных исследований, Дубна) на импульсном реакторе ИБР-2 [4, 5]. Стресс-дифрактометр EPSILON на том же реакторе из-за худших характеристик [5] использовался мало и в данном обзоре не рассматривается. В 2016 г. в НИЦ "Курчатовский институт" на реакторе ИР-8 был введен в строй первый стресс-дифрактометр на монохроматических нейтронах СТРЕСС [6, 7].

1. НЕЙТРОН-ДИФРАКЦИОННЫЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ

Нейтронный метод измерения напряжений основан на законе Вульфа–Брэгга:

$$2d_{hkl}\sin\theta_{hkl} = \lambda,\tag{1}$$

где d_{hkl} — расстояние между атомными плоскостями кристаллической решетки с миллеровскими индексами *hkl*, θ_{hkl} — брэгговский угол рассеяния от плоскостей *hkl*, λ — длина волны нейтронов (далее для простоты индексы *hkl* опущены).

Из закона следует, что если известны длина волны нейтронов λ и Брэгговский угол рассеяния θ , то можно определить межплоскостное расстояние *d*. Из сравнения межплоскостных расстояний в напряженном образце *d* и образце без напряжений *d*₀ можно определить относительную деформацию ε в направлении нормали к этим плоскостям (в направлении вектора рассеяния **Q**):

$$\varepsilon = \Delta d/d = (d - d_0)/d_0.$$
⁽²⁾

Таким образом, кристаллическую решетку, или вернее межплоскостное расстояние, можно ис-

Тип источника	Стресс-дифрактометр	Реактор, год запуска или модернизации Мощность, МВт		Месторасположение	
СИ	SALSA	HFR ILL, 1995	57	Франция, Гренобль	
	STRESS-SPEC	FRM II, 2005	20	Германия, Мюнхен	
	SS	LVR – 15, 1965	15	Чехия, Ржеж	
	HRSD				
	CTPECC	ИР-8, 1981	8	Россия, Москва	
	NRSF	HFIR, 1966	85	США, Ок-Ридж	
	RSD	NBSR-NIST, 1985	20	США, Гейтерсберг	
	RSI	HANARO, 1995	30	Южная Корея, Даеджон	
	KOWARI	OPAL, 2007	20	Австралия, Сидней	
	RESA-1	JRR-3M, 1991	20	Япония, Токай	
	RSND	CMRR, 2012	20	Китай, Мьян-Янг	
	RSD	CARR, 2010	60	Китай, Пекин	
	MPISI	SAFARI-1, 2012	20	ЮАР, Пелиндаба	
ИИ	ENGIN X	ISIS I, 1985	0.2	Великобритания, Чилтон	
	ФСД	ИБР-2, 2012	2	Россия, Дубна	
	SMARTS	LANSCE, 1985	0.1	США, Лос-Аламос	
	VULCAN	SNS, 2006	1	США, Ок-Ридж	
	TAKUMI	JSNS, 2009	1	Япония, Ибараки	

Таблица 1. Наиболее часто упоминаемые в литературе стресс-дифрактометры на стационарных (СИ) и импульсных (ИИ) источниках нейтронов

Примечание. SALSA – Strain Analyzer for Large and Small scale engineering Applications, SS – Strain Scanner, HRSD – High Resolution Stress Diffractometer, NRSF – Neutron Residual Stress Facility, RSD – Residual Stress Diffractometer, RSI – Residual Stress Instrument, RESA – Residual Stress Analyzer, RSND – Residual Stress Neutron Diffractometer, MPISI – Materials Probe for Internal Strain Investigations, $\Phi C I = \varphi y_{DE}$ – стресс-дифрактометр, SMARTS – Spectrometer for Materials Research at Temperature and Stress; HFR ILL – High Flux Reactor at the Institut Laue Langevin, FRM II – Forschungsreaktor Munchen II, LVR – Легководный исследовательский реактор, HFIR – High Flux Isotope Reactor, NBSR-NIST – Neutron Beam Split-core Reactor at the National Institute of Standards and Technology, HANARO – High-Flux Advanced Neutron Application Reactor, OPAL – Open Pool Australian Light-water reactor, JRR-3M – Japan Research Reactor 3M, CMRR – China Mianyang Research Reactor, CARR – China Advanced Research Installation-1, *ИБР-2* – Импульсный Быстрый Реактор-2, LANSCE – Los-Alamos Neutron Scattering Center, SNS – Spallation Neutron Source, JSNS – Japan Spallation Neutron Source.

пользовать как встроенный датчик относительной деформации.

На дифрактометре с постоянной длиной волны λ межплоскостному расстоянию *d* соответствует дифракционный пик на угле рассеяния 20 так, что относительную деформацию вдоль вектора рассеяния **Q** можно определить по сдвигу Брэгговского угла рассеяния для напряженного образца относительно ненапряженного:

$$\varepsilon = (d - d_0)/d_0 = -(2\theta - 2\theta_0)/2\operatorname{ctg}\theta_0.$$
 (3)

На рис. 1 показана принципиальная схема измерения внутренних напряжений нейтрон-дифракционным методом. С помощью щелей в кадмиевых экранах (кадмий сильно поглощает тепловые нейтроны), установленных в падающем и отраженном пучках нейтронов, выделяется пробный объем (ПО) на оси дифрактометра и измеряется дифракционный пик от маленькой части образца, находящейся в ПО. Обычно в ПО со-

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 66 № 2 2021

держится большое число кристаллитов (~10⁷), которые статистически ориентированы по направлению. Поэтому при любой ориентации образца в ПО найдутся кристаллиты, ориентированные так, что плоскости (*hkl*) перпендикулярны вектору рассеяния и удовлетворяют условиям закона Вульфа–Брэгга. Поскольку измеряется дифракционный пик нейтронов, отраженных ПО, то определяется деформация, усредненная по этому объему. Совмещая точки образца, в которых нужно измерить напряжения, с центром ПО, можно измерить распределение деформаций по образцу.

Деформация, как и напряжение, является тензором второго ранга. Поэтому чтобы определить тензор деформации, необходимо измерить три компоненты тензора деформации ε_x , ε_y , ε_z вдоль трех взаимно-перпендикулярных главных направлений *x*, *y*, *z* в образце. Для этого, поворачивая образец на 90° вокруг вертикальной и гори-



Рис. 1. Принципиальная схема измерения внутренних напряжений на дифрактометре с постоянной длиной волны нейтронов на стационарном реакторе: Щ1, Щ2 – щели, ПЧД – позиционно-чувствительный детектор.

зонтальной осей, проходящих через центр ПО, и совмещая соответствующую ось x, y, z с направлением вектора рассеяния, измерения проводят в трех положениях образца. Чтобы минимизировать изменение объема образца, находящегося в ПО, при измерении различных компонент деформации, угол рассеяния 20 должен быть равен 90°. Поэтому для измерения напряжений подбирают отражение и длину волны нейтронов, чтобы угол рассеяния был близок к 90°. Отметим, что при разных положениях образца нейтроны отражаются разными кристаллитами, находящимися в ПО.

По измеренным значениям компонент тензора деформаций ε_x , ε_y , ε_z , пользуясь обобщенным законом Гука, можно вычислить компоненты тензора напряжений σ_x , σ_y , σ_z вдоль трех главных направлений [1]:

$$\sigma_x = E[(1-2\nu)\varepsilon_x + \nu(\varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z)]/(1+\nu)(1-2\nu),$$

$$\sigma_y = E[(1-2\nu)\varepsilon_y + \nu(\varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z)]/(1+\nu)(1-2\nu), \quad (4)$$

$$\sigma_z = E[(1-2\nu)\varepsilon_z + \nu(\varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z)]/(1+\nu)(1-2\nu),$$

где *Е* – модуль Юнга, v – коэффициент Пуассона.

Отметим, что для расчетов нужно использовать дифракционные упругие постоянные E_{hkl} и v_{hkl} для тех плоскостей (*hkl*), которые использовались при измерении деформаций. Рассчитанные или определенные экспериментально значения E_{hkl} и v_{hkl} приведены в литературе.

В стресс-дифрактометрах на импульсных источниках нейтронов (рис. 2) используется метод времени пролета, **ТОF**-метод (Time-of-Flight) [1].



Рис. 2. Принципиальная схема измерения напряжений по времени пролета на импульсном источнике нейтронов: 3 – замедлитель; Щ – щель; ПО – пробный объем; РК1, РК2 – радиальные коллиматоры; Д1, Д2 – детекторы; L_1 – расстояние от 3 до ПО; L_2 – расстояние от ПО до Д1, Д2.

Используется фиксированный угол рассеяния $2\theta = 90^{\circ}$, зависимость интенсивности рассеянных нейтронов от длины волны нейтронов измеряется как зависимость интенсивности от времени пролета рассеянными нейтронами одного и того же расстояния. Положение дифракционного пика, соответствующее межплоскостному расстоянию отражающих плоскостей, *d*, на шкале времени определяется условием

$$t = L/v = \lambda m L/h = 2mLd\sin\theta/h,$$
 (5)

где L — полное пролетное расстояние от источника нейтронов до детектора, v — скорость нейтрона, λ — длина волны нейтрона, m — масса нейтрона, h — постоянная Планка, d — межплоскостное расстояние, θ — угол Брэгга.

Деформация определяется по сдвигу дифракционного пика на шкале времени:

ε

$$= (d - d_0)/d_0 = (t - t_0)/t_0.$$
 (6)

В дифрактометрах по времени пролета в равной степени можно использовать угол рассеяния $2\theta = +90^{\circ}$ или $2\theta = -90^{\circ}$. Обычно используют два детектора для регистрации нейтронов, рассеянных под углами $2\theta = \pm 90^{\circ}$ (рис. 2), что позволяет одновременно измерять компоненты деформации в двух взаимно перпендикулярных главных направлениях. Для выделения ПО на отраженных пучках перед детекторами вместо щелей необходимо устанавливать радиальные соллеровские коллиматоры.

Измерения напряжений на стационарных и импульсных источниках нейтронов основаны на одном и том же принципе — измерении упругих деформаций кристаллической решетки. Однако методически дифрактометры на этих источниках

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 66 № 2 2021

ЭМ

сильно различаются. В настоящее время успешно используются как дифрактометры на монохроматических нейтронах на стационарных реакторах, так и дифрактометры по времени пролета (TOFдифрактометры) на импульсных источниках нейтронов. Основным достоинством первых является высокая светосила и, соответственно, возможность исследования образцов большой толщины или сканирования с высоким пространственным разрешением. Во втором случае легко реализуется наиболее оптимальная 90°-ная геометрия эксперимента и в отличие от первого случая одновременно измеряются несколько дифракционных пиков. Это значительно упрощает проведение исследований образцов под нагрузкой в нагрузочной машине и позволяет провести анализ анизотропии напряжений и изучить микронапряжения.

2. РАЗВИТИЕ СТРЕСС-ДИФРАКТОМЕТРИИ НА СТАЦИОНАРНЫХ РЕАКТОРАХ

Из соотношения (3) следует, что точность определения деформации зависит от точности измерения угловых положений дифракционных пиков θ и θ_0 . Если дифракционный пик имеет форму распределения Гаусса, что обычно справедливо в случае прибора на стационарном реакторе, то ошибка в определении положения дифракционного пика определяется соотношением [8]:

$$\Delta \theta \approx u/I^{1/2},\tag{7}$$

где u — стандартное отклонение профиля пика по θ , I — интегральная интенсивность пика. Отсюда следует, что время, необходимое для измерения положения пика с заданной точностью $\Delta\theta$, будет определяться выражением

$$t = u^2 / [I_C(\Delta \theta)^2], \qquad (8)$$

где I_C — интегральная интенсивность в единицу времени. Для оценки возможностей различных приборов или различных конфигураций одного и того же прибора для измерения внутренних деформаций был предложен фактор качества, FOM (figure of merit), определяемый как величина, обратно пропорциональная времени, которое необходимо для измерения деформации с заданной погрешностью [9]:

$$FOM = I/W^2 \cot^2 \theta, \tag{9}$$

где *W* – ширина дифракционного пика по 20 на половине высоты.

Геометрия эксперимента в стресс-дифрактометрии сильно отличается от геометрии эксперимента в порошковой дифрактометрии: измеряется один дифракционный пик на угле рассеяния вблизи 90°. Поэтому развитие данных методик шло разными путями. Оптимальные для стресс-

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 66 № 2 2021

Таблица 2. Длины волн нейтронов, соответствующих углу рассеяния $2\theta = 90^\circ$, для отражающих плоскостей, рекомендованных при измерении напряжений в материалах, широко применяемых в промышленности и технике

Металл	hkl	<i>d</i> , Å	$\lambda_{l}, {\rm \AA}$	$\lambda_2, Å$
Fe (OЦK)	110	2.022		2.86
	112	1.168	1.65	
Fe (ГЦК)	111	2.084		2.94
	311	1.088	1.54	
Си (ГЦК)	111	2.088		2.95
	311	1.090	1.54	
Ni (ГЦК)	111	2.035		2.88
	311	1.063	1.5	
Al (ГЦК)	220	1.432		2.02
	311	1.221	1.73	
Ті (ГПУ)	$10\overline{1}2$	1.726		2.4
	$10\overline{1}3$	1.332	1.9	

дифрактометрии монохроматоры и детекторы, в основном определяющие светосилу и разрешение, оказались не эффективными в порошковой дифрактометрии.

2.1. Выбор монохроматора и длины волны нейтронов

В различных материалах есть отражающие плоскости (hkl), которые наименее чувствительны к микронапряжениям и рекомендованы для измерения напряжений нейтронным методом [1]. В табл. 2 приведены отражающие плоскости, рекомендованные для измерения напряжений в материалах, наиболее используемых в промышленности и технике, и длины волн нейтронов, соответствующие углам рассеяния 20 ≈ 90°. Из таблицы видно, что измерение напряжений в перечисленных материалах можно проводить, либо используя монохроматические нейтроны с "короткими" длинами волн λ_1 в интервале 1.5–1.9 Å (для d в интервале 1–1.3 Å), либо нейтроны с "длинными" длинами волн λ_2 в интервале 1.9–3 Å (для *d* в интервале 1.3–1.7 Å). Обычно используют длины волн λ₁, поскольку они находятся вблизи максимума (~1.5 Å) спектра тепловых нейтронов реактора. Если использовать нейтроны в интервале длин волн 1.5–3 Å, то напряжения можно измерить, используя все отражения, приведенные в табл. 2.

На начальном этапе развития стресс-дифрактометрии в качестве монохроматоров использовались мозаичные монокристаллы германия, оптимальные для порошковых дифрактометров. Позднее, в работах [10–14] было предложено использовать для стресс-дифрактометрии фокусирующие в горизонтальной плоскости изогнутые совершенные кристаллы (ИСК) кремния. Иссле-

Таблица 3. Возможные плоскости отражения монокристалла кремния (Si) и длины волн монохроматических нейтронов, λ, при углах монохроматора 2θ_m

Si (<i>a</i> = 5.4312 Å)		θ_m , град/ λ , Å					
hkl	d	40°	50°	60°	70°	80°	90°
(111)	3.14	2.15	2.65	3.13	3.6	4.03	4.44
(220)	1.92	1.31	1.62	1.92	2.2	3.47	2.71
(311)	1.64	1.12	1.38	1.64	1.88	2.1	2.32
(004)	1.36	0.92	1.15	1.36	1.56	1.75	1.92

дования показали, что, подобрав оптимальную геометрию отражения, радиус кривизны и толшину кристалла, можно почти на порядок повысить интенсивность дифракционного пика при том же разрешении по сравнению с плоским мозаичным кристаллом. Оптимальный радиус кривизны зависит от угла рассеяния дифракционного пика, и разрешение резко ухудшается при отклонении от угла рассеяния. для которого оптимизировался радиус кривизны. В отличие от порошкового дифрактометра для стресс-дифрактометра такое поведение разрешения вполне допустимо, поскольку измеряется один дифракционный пик в узком диапазоне углов рассеяния. В отличие от мозаичных кристаллов перед ИСКмонохроматором нет необходимости устанавливать соллеровский коллиматор для получения высокого разрешения.

В табл. 3 приведены возможные плоскости отражения (hkl) монокристалла кремния и соответствующие им длины волн монохроматических нейтронов λ в зависимости от угла монохроматора $2\theta_m$. Из табл. 3 видно, что одну и ту же длину волны нейтронов можно получить, используя разные отражающие плоскости (hkl) монохроматора под разными углами 20_m. С увеличением угла монохроматора $2\theta_m$ разрешение улучшается, а интенсивность падает. В [15, 16] было показано, что для одной и той же длины волны нейтронов $\lambda =$ = 1.64 Å фактор FOM для монохроматора Si(220) (угол монохроматора $2\theta_m = 50.6^\circ$) в 1.7 раза выше, чем для Si(113) (угол монохроматора $2\theta_m = 60^\circ$). Поэтому для получения монохроматических нейтронов с длинами волн в интервале 1.5–2 Å оптимальным является монохроматор Si(220) [16]. Плоскость (220) не используется в порошковой дифрактометрии, поскольку она отражает нейтроны второго порядка. В случае стресс-дифрактометрии второй порядок не вреден, а наоборот, полезен, поскольку дает вклад в интенсивность дифракционного пика. Из табл. 3 видно, что, поскольку интенсивность резко падает с углом монохроматора, а разрешение при угле монохроматора $2\theta_m \approx 50^\circ$ вполне приемлемо (~3 × 10⁻³) [6, 16] для измерения макронапряжений, оптимальным является использование двух монохроматоров Si(111) и Si(220) с углом монохроматора в интервале $40^{\circ} \le 2\theta_m \le 70^{\circ}$. При этом можно подобрать длину волны нейтронов и угол монохроматора так, чтобы для межплоскостных расстояний *d* в интервале 1–2.5 Å на углах рассеяния, близких к 90°, фактор качества был максимален.

Интенсивность потока нейтронов на образце можно увеличить в несколько раз без ухудшения разрешения за счет использования фокусировки монохроматора в вертикальной плоскости. Вертикальная фокусировка часто используется в порошковых дифрактометрах. Однако отметим, что при вертикальной фокусировке увеличивается расходимость пучка и ухудшается пространственное разрешение в вертикальном направлении. Поэтому когда требуется хорошее вертикальное разрешение, монохроматор необходимо выпрямить (дефокусировать) в вертикальном направлении и использовать коллиматор, ограничивающий вертикальную расходимость пучка.

В табл. 4 приведены данные о монохроматорах на некоторых действующих стресс-дифрактометрах [17–23]. Видно, что в большинстве случаев используются несколько плоскостей ИСК-монохроматоров из кремния. Используется двойная фокусировка в горизонтальной и вертикальной плоскости и имеется возможность изменять угол монохроматоро $2\theta_m$. Отметим, что использование монохроматоров Si (220) и Si(111) в большинстве приборов не предусмотрено.

В [24] предложен метод, позволяющий значительно (на ~15 мм) увеличить возможную глубину измерения напряжений в сталях, что эквивалентно увеличению мощности реактора на порядок. Метод основан на использовании нейтронов с длинами волн вблизи минимумов полного сечения взаимодействия нейтронов в сталях, соответствующих брэгговским скачкам. Идея метода проста, но ее реализация стала возможной благодаря использованию оптимизированных ИСКмонохроматоров Si(111) и Si(220). С помощью этого метода впервые было измерено распределение напряжений в стальных сварных швах толщиной 50 мм [25]. Развитие метода [26, 27] позволило изучить распределение напряжений в стальных сварных швах толщиной 70 [28] и 80 мм [29].

2.2. Позиционно-чувствительный детектор

Для измерения деформации нет необходимости в точном измерении абсолютных значений положений дифракционных пиков θ и θ_0 , достаточно точно измерить сдвиг $\theta - \theta_0$. Поэтому удобно использование позиционно-чувствительного детектора (ПЧД). Поскольку сдвиг можно измерить в неподвижном ПЧД, исключается ошибка, связанная с углом поворота детектора.

Дифрак- тометр	Реактор	Монохроматор	20 _{<i>m</i>} , град	λ, Å	ПЧД В × Ш, мм ²
RSD	NBSR	ДФ Si(400), (311), (511);			50×100
	20 МВт	Cu(200), (220)	$40^{\circ} - 120^{\circ}$	0.8-3.2	
NRSF	HFIR	ДФ Si(400), (311), (511), (331)		1.45, 1.73	500×500
	85 МВт		88°	1.89, 2.28	
SALSA	HFR	ДФ Si(400), (111), (311), (511)			
	57 МВт		55°-125°	1.3–3	80×80
STRESS-SPEC	FRM II	ДФ Si(400);			
	20 МВт	ΠΓ(002); Ge(511)	35°-110°	1 - 2.4	300×300
RSND	CMRR	ДФ Si(311)	31°-119°	0.9-2.82	200×200
	20 МВт				
RSD	CARR	ДФ Si(311)	41°-109°	1.14-2.5	50×128
	60 MВт				
MPISI	SAFARI-1	ДФ Si(220), (551), (331), (553)	83.5°	2.53, 1.01	
	20 МВт			1.65, 0.93	300×300
KOWARI	OPAL	ДФ Si(400), (111), (311), (511)		1.2 - 2.85	
	20 МВт		55°-165°		300×300
RSI	HANARO	ΓΦ Si(220),	0°-54°	1.3-2.6	200×100
	30 MBt	ΓΦ Si(111)			
CTPECC	ИР-8	$\Pi\Gamma(002) + \Gamma\Phi \operatorname{Si}(220)$	$2\theta_{m1} = 26.9^{\circ}$		
	8 MBт		$2\theta_{m2} = 47.9^{\circ}$	1.56	250×150

Таблица 4. Монохроматоры и позиционно-чувствительные детекторы (ПЧД) на некоторых действующих стресс-дифрактометрах

Примечание. ДФ – двойная фокусировка, ГФ – горизонтальная фокусировка; В – высота, Ш – ширина; расшифровка других аббревиатур дана в табл. 1 и тексте выше.

Позиционно-чувствительные детекторы с гелиевым наполнением, используемые в современных приборах, имеют пространственное разрешение ~2 мм. Поэтому так же, как и в порошковых дифрактометрах, между образцом и детектором выбирается расстояние $L_{SD} \sim 1$ м, чтобы эквивалентная расходимость третьего коллиматора между образцом и детектором была $\alpha_3 \approx \pm 0.1^\circ$, чего вполне достаточно для дифрактометра высокого разрешения.

Специфика стресс-дифрактометрии, связанная с измерением одного дифракционного пика на угле рассеяния, близком к 90°, привела к необходимости создания ПЧД с увеличенной эффективностью и высотой рабочего объема [30] по сравнению с ПЧД для порошковых дифрактометров. При угле рассеяния $2\theta = 90^{\circ}$ дифракционный конус вырождается в плоскость. Поэтому увеличение высоты рабочего объема детектора пропорционально увеличивает интенсивность регистрируемых нейтронов [20, 30] без заметного ухудшения разрешения прибора. Однако высоту детектора нельзя делать слишком большой. С увеличением высоты детектора увеличивается неопределенность в направлении измеряемой компоненты деформации (направлении вектора рассеяния), поскольку детектор стягивает больший угол в вертикальном направлении. Эксперименты показали, что деформации слабо изменяются при изменении направления в пределах $\pm 10^{\circ}$. Поэтому оптимальными для стресс-дифрактометрии являются ПЧД высотой ~300 мм, что для расстояния $L_{SD} \sim 1$ м дает неопределенность в направлении компоненты деформации $\pm 8^{\circ}$.

В табл. 4 представлены данные о ПЧД в некоторых действующих стресс-дифрактометрах.

2.3. Система позиционирования образца

Для измерения напряжений в объеме образца необходимо перемещать образец и совмещать каждую измеряемую точку внутри образца с центром ПО на оси дифрактометра. Для этого на стол дифрактометра устанавливается *XYZ*-позиционер для перемещения образца вдоль трех взаимно перпендикулярных направлений *X*, *Y*, *Z*. В большинстве случаев *XYZ*-позиционер – это сборка из трех взаимно перпендикулярных линейных позиционеров. В некоторых случаях перемещение вдоль вертикальной оси *Z* осуществляется путем изменения высоты стола дифрактометра. На верхней платформе *XYZ*-позиционера устанавливается гониометр образца с тремя взаимно перпендикулярными осями вращения. Гониометр образца необходим, чтобы оси координат x, y, z в образце совместить с осями X, Y, Z позиционера. Система позиционирования обычно обеспечивает точность ±5 мкм линейных перемещений и ±0.01° угловых перемещений. Максимальный вес образца на приборах с *XYZ*-позиционерами ~150 кг, а на приборах с переменной высотой стола дифрактометра ~1000 кг.

В дифрактометре SALSA в Институте Лауэ– Ланжевена (Гренобль, Франция) вместо позиционера с гониометром образца используется гексапод, обеспечивающий шестикоординатное позиционирование образца (весом до 500 кг): три линейных перемещения и три вращения [16]. По сравнению с традиционной схемой позиционирования образца гексапод значительно компактнее, обеспечивает большее рабочее пространство для образца и более эффективен при исследовании образцов сложной формы.

2.4. Выделение пробного объема

Вопросы выделения ПО в стресс-дифрактометрах на стационарных и импульсных источниках подробно рассмотрены в [32]. Размеры ПО определяются размерами щелей и расходимостью нейтронных пучков, падающего на образец и отраженного от образца.

На дифрактометрах с постоянной длиной волны расходимость нейтронного пучка, отраженного от образца, определяется разрешением прибора. Ширина отражающего объема, w, больше, чем ширина кадмиевой щели, s, в отраженном пучке. Разница зависит от расстояния между щелью и пробным объемом, l_{SG} , и шириной дифракционного пика на полувысоте, W[30]. Расчеты, сделанные по результатам [32], показали, что разница между *s* и *w* в 20% (w/s = 1.2) для типичной в измерениях ширины s = 2 мм и расстояния $l_{SG} =$ = 100 мм получается при ширине лифракционного пика $W = 0.4^{\circ}$, что при угле рассеяния $2\theta = 90^{\circ}$ соответствует разрешению $\Delta d/d \approx 3 \times 10^{-3}$. Таким образом, при использовании шелей можно считать приемлемым разрешение $\Delta d/d \approx 3 \times 10^{-3}$. Эксперименты показали [6, 15], что такое разрешение на угле рассеяния 90° достигается при угле монохроматора из изогнутого монокристалла кремния $2\theta_m \approx 50^\circ$. В последние годы разработаны конструкции с переменной шириной щели (0.5-10 мм) [31].

Для выделения ПО вместо щели в отраженном пучке часто используется радиальный соллеровский коллиматор, состоящий из радиально направленных тонких (~50 мкм) пленок, хорошо поглощающих нейтроны. В случае использования радиального соллеровского коллиматора между образцом и детектором ширина ПО вдоль падающего пучка определяется параметрами коллиматора и не зависит от расходимости рассеянного пучка. Каждый элемент широкого детектора "видит" один и тот же ПО, определяемый угловой расходимостью щели между соседними пленками. Параметры коллиматоров могут быть рассчитаны методом моделирования [33]. Большое преимущество радиального коллиматора в том, что расстояние от него до измеряемой точки l_{SG} может быть сравнительно большим (до ~500 мм), что облегчает исследование крупных образцов. Использование радиальных коллиматоров особенно необходимо при исследовании приповерхностных слоев, когда ПО погружен в материал не полностью [32]. Отметим, что радиальный коллиматор ослабляет интенсивность проходящего нейтронного пучка, особенно при малой (≤1 мм) ширине ПО [31]. При использовании радиального коллиматора изменение ширины ПО требует замены коллиматора. В современных стресс-дифрактометрах предусмотрена возможность, в случае необходимости, сравнительно легко заменить щель на радиальный коллиматор [17-19].

Отметим, что из-за большой расходимости рассеянного пучка, падающего на детектор, выделение ПО с помощью щели в отраженном пучке в ТОГ-дифрактометрах неудобно из-за необходимости придвигать щель вплотную к образцу, что потенциально ограничивает диапазон перемещений при сканировании образца. Поэтому в ТОГ-стресс-дифрактометрах между образцом и детектором, как правило, используются радиальные коллиматоры, которые располагаются на довольно большом фиксированном расстоянии (обычно 150—450 мм) от образца.

Высота ПО определяется высотой щели в падающем пучке, поэтому вертикальная расходимость пучка, падающего на образец, не может быть очень большой. В типичных экспериментах вертикальная расходимость около $\pm 0.5^{\circ}$.

Для проведения исследований под нагрузкой были разработаны специальные нагрузочные машины (± 100 кн) для нейтронных исследований, в том числе с циклической нагрузкой, с нагревом образца (до 1000°C).

3. РАЗВИТИЕ СТРЕСС-ДИФРАКТОМЕТРИИ НА ИМПУЛЬСНЫХ ИСТОЧНИКАХ НЕЙТРОНОВ

3.1. Дифрактометры по времени пролета

В обзорах [35, 36] проведен подробный анализ развития и перспектив времяпролетной дифрактометрии, в том числе фурье-дифрактометрии, на импульсных источниках нейтронов. Поэтому здесь отметим лишь основные моменты.

В методическом плане можно выделить два направления в развитии времяпролетной ди-

фрактометрии: создание дифрактометров на импульсных источниках с коротким (до 40 мкс) и длинным (более 300 мкс) импульсом.

Разрешение ТОF-дифрактометра улучшается при уменьшении длины импульса и увеличении пролетного расстояния [37]. На реакторах с коротким импульсом высокое разрешение достигается за счет уменьшения длительности импульса и увеличения пролетного расстояния (более 50 м). Например, в порошковом дифрактометре высокого разрешения **HRPD** (High Resolution Powder Diffractometer) на импульсном источнике ISIS (Англия) [38] за счет уменьшения толщины замедлителя длительность импульса тепловых нейтронов была уменьшена до 15 мкс Å⁻¹ и при пролетном расстоянии $L \approx 100$ м было достигнуто разрешение $\Delta d/d \approx 6 \times 10^{-4}$. При этом светосила упала примерно в 15-20 раз. Потеря в светосиле складывается из неполного замедления нейтронов в тонком замедлителе, потерь в телесном угле и потерь, связанных с необходимостью удаления части импульсов источника (в HRPD четырех из пяти), чтобы предотвратить перекрытие импульсов на большом пролетном расстоянии.

В дифрактометрах на источниках с длинным импульсом получение высокого разрешения за счет увеличения длины пролетного расстояния практически невозможно. так как требуется значительно увеличить пролетное расстояние (до 1000 м для реактора ИБР-2 с длительностью импульса 320 мкс). Поэтому длительность импульса уменьшается с помощью механического прерывателя. Эффективным оказалось использование так называемого фурье-прерывателя, представляющего собой диск с большим количеством регулярно расположенных по периметру щелей одинаковой ширины для прохождения нейтронов. Для получения дифракционного спектра проводится корреляционный анализ сигналов от источника, прерывателя и детектора, что осуществляется либо онлайн с помощью специальной электроники, либо посредством компьютерных вычислений после накопления исходных данных. Фурье-дифрактометрия, основанная на использовании фурье-прерывателя и корреляционного анализа, наиболее успешно развивалась на реакторе ИБР-2 в ОИЯИ. В фурье-дифрактометре высокого разрешения (ФДВР) на реакторе ИБР-2 [39-41] за счет уменьшения длительности импульса можно достичь исключительно высокого разрешения (5 \times 10⁻⁴) при сравнительно небольшом (~20 м) пролетном расстоянии, что способствует увеличению потока на образце ($\sim 10^7$ н см⁻² с⁻¹). Недостатком фурье-дифрактометров является присущий им корреляционный фон.

Увеличение светосилы времяпролетных дифрактометров в основном достигается за счет улучшения покрытий и конструкции нейтроно-

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 66 № 2 2021

водов, проводящих нейтронный пучок от замедлителя до образца, и увеличения телесного угла детекторных систем. Последнее становится возможным благодаря использованию временной геометрической и электронной фокусировки. Например, в дифрактометре WISH на реакторе ISIS детектор охватывает интервал углов рассеяния от 10° до 175° [36].

Отметим, что поскольку во времяпролетной методике не используется монохроматор, нет дисперсионного уширения дифракционного пика. Поэтому в отличие от дифрактометров с монохроматорами разрешение TOF-дифрактометров слабо зависит от межплоскостного расстояния. Другим серьезным преимуществом метода является фиксированная геометрия эксперимента.

3.2. Оптимизация ТОГ-стресс-дифрактометров

ТОF-дифрактометры в основном создавались для исследования структуры поликристаллов. Для успешного решения структурных задач необходимо в эксперименте одновременно точно измерить угловое положение, интенсивность и ширину как можно большего числа дифракционных пиков. Поэтому очень важно высокое разрешение.

В случае стресс-дифрактометрии нужно точно измерить один параметр — межплоскостное расстояние или параметр кристаллической решетки. Поэтому характеристики специализированных стресс-дифрактометров оптимизировались для решения этой узкой задачи. Вопросы оптимизации TOF-стресс-дифрактометров на примере создания дифрактометра третьего поколения ENGIN-X на ISIS подробно рассмотрены в [9, 42].

Как указывалось выше, в качестве критерия оптимизации дифрактометра для измерения напряжений выбирается минимальное время, необходимое для измерения деформации с заданной точностью [9]. Погрешность в определении деформации пропорциональна погрешности в определении положения дифракционного пика. В [8] показано, что время *T*, необходимое для измерения положения дифракционного пика произвольной формы с точностью бє при нулевом уровне фона, определяется выражением

$$T = \frac{1}{I_{hkl}} \left(\frac{\delta t_{hkl}}{t_{hkl} \delta \varepsilon} \right)^2 = \frac{1}{I_{hkl}} \left(\frac{\delta \varepsilon t_{hkl}}{\delta \varepsilon} \right)^2, \tag{9}$$

где I_{hkl} – интегральная интенсивность пика в единицу времени, t_{hkl} – положение пика, δt_{hkl} – ширина пика. В правой части уравнения введено обозначение относительной ширины пика $\delta \varepsilon t_{hkl}$ = $\delta t_{hkl}/t_{hkl}$, безразмерного параметра, позволяющего сравнивать пики с разным временем пролета при погрешности $\delta \varepsilon$. Обратная величина *T* может быть использована как фактор качества при оптимизации стресс-дифрактометра [9].

296

$$(\delta_{\varepsilon} t_{hkl})^{2} = (\delta_{\varepsilon} t)_{mod}^{2} + \frac{\cot^{2} \theta_{B}}{4} [(\alpha_{in}^{x})^{2} + (\alpha_{det}^{z})^{2}] + (10)$$

+ $(\delta_{\varepsilon} d_{hkl})^{2}$,

где (δ_{ϵ})_{mod} — вклад замедлителя в разрешение, α_{in}^{x} и α_{det}^{z} — соответственно расходимость пучков, падающих на образец и детектор в горизонтальной плоскости дифракции, $\delta_{\epsilon}d_{hkl}$ — уширение, вносимое образцом из-за микронапряжений или градиентов концентраций.

Вклад в разрешение от замедлителя определяется выражением [43]:

$$\left(\delta_{\varepsilon}t\right)_{\text{mod}}^{2} = \left[\frac{h\Delta t_{0}}{\left(L_{1} + L_{2}\right)m\lambda}\right]^{2},\tag{11}$$

где Δt_0 — длина импульса тепловых нейтронов (мера времени, которое нейтрон провел в замедлителе); L_1 , L_2 — пролетные расстояния от замедлителя до образца и от образца до детектора. Для замедлителя из метана на реакторе ISIS справедливо соотношение [9]: Δt [мкс] $\approx 7\lambda$ [Å].

Результаты оптимизации [9] показали, что в диапазоне длин волн 1–3 Å, который в основном используется в стресс-дифрактометрии, для замедлителя ISIS оптимальными являются пролетное расстояние $L_1 \approx 50$ м и расходимость падаю-

щего на образец пучка $\alpha_{in}^x \approx 0.002$.

Анализ выражения (9), полученного с учетом расчета интегральной интенсивности *I*, показал [42], что минимум времени измерения *T* получается при условии

$$\frac{\cot^2 \theta_B}{4} [(\alpha_{in}^x)^2 + (\alpha_{det}^z)^2] = (\delta_{\varepsilon} t)_{mod}^2 + (\delta_{\varepsilon} d_{hkl})^2.$$
(12)

Таким образом, в оптимизированном стрессдифрактометре вклад в разрешение, связанный с расходимостью пучков, должен быть равен суммарному вкладу от замедлителя и образца. Это означает, что при малом вкладе от образца разрешение в основном определяется замедлителем (длиной импульса) и пролетной базой. Это также означает, что необходимо иметь возможность изменять расходимость пучков. В стресс-дифрактометре ENGIN-X настройка расходимости пучка, падающего на образец, осуществляется с помощью двух щелей с переменными шириной и высотой, установленных на расстоянии 1.5 и 4 м от образца.

Светосила времяпролетных стресс-дифрактометров существенно увеличивается за счет увеличения телесного угла, охватываемого детектором. При угле рассеяния, близком к 90°, вертикальный и горизонтальный размеры детектора ограничены допустимой неопределенностью в направлении измеряемой компоненты деформации (направлении вектора рассеяния). В ENGIN-X расстояние от образца до детектора $L_2 = 1.5$ м, и используется детектор, охватывающий угловой интервал ~30° по вертикали и горизонтали.

Как указывалось выше, для выделения пробного объема в TOF-стресс-дифрактометрах на отраженном пучке необходимо использовать радиальные коллиматоры. На дифрактометре ENGIN-X имеется набор радиальных коллиматоров с горизонтальным размером ПО 0.5, 1, 2, 3 и 4 мм. Таким образом, в зависимости от решаемой задачи с помощью щели с регулируемыми высотой и шириной на падающем пучке и набором коллиматоров на отраженном пучке можно выбрать оптимальный ПО.

В случае определения деформации по нескольким дифракционным пикам или по всем наблюдаемым пикам методом Ритвельда [44, 45] необходимое время измерения уменьшается [9]. В некоторых случаях, например при исследовании анизотропии, необходимо измерить с хорошей точностью положение нескольких дифракционных пиков. Параметры дифрактометра, оптимальные для этих измерений, могут различаться [42].

3.3. Режимы работ ТОГ-стресс-дифрактометров

Можно выделить два типичных режима измерений на TOF-стресс-дифрактометрах. Первый это сканирование напряжений в объеме образцов различной формы и размеров. Второй — исследование деформации в образце стандартной формы *in situ* в нагрузочной машине, как правило, по нескольким дифракционным пикам.

За счет оптимизации нейтроновода, оптики прибора, детектора и набора сменных коллиматоров фактор качества дифрактометра ENGIN-X увеличился в ~25 раз по сравнению со своим предшественником, дифрактометром ENGIN. Отметим, что ENGIN имел только один радиальный коллиматор с шириной ПО 2 мм. В табл. 5 даны типичные времена измерений на ENGIN-X.

В настоящее время на новых, самых мощных (~ 10^{16} н см⁻² с⁻¹) источниках нейтронов с коротким импульсом SNS (Ок-Ридж, США, 2006 г.) и JSNS (Ибараки, Япония, 2009 г.) введены в строй соответственно стресс-дифрактометры VULCAN и TAKUMI (табл. 1). Источники имеют примерно одинаковые характеристики [2]. В табл. 6 даны типичные времена измерений на TAKUMI [46]. Из сравнения табл. 5 и 6 видно, что время измерения в режиме *in situ* стали с ПО 125 мм³ (5 × 5 × × 5 мм³) на TAKUMI (~30 с) в 3 раза меньше, чем время измерения на ENGIN X (1.5 мин) с почти тем же ПО 128 мм³ (4 × 8 × 4 мм³). Однако время

Режим измерения	Материал	Пробный объем, мм ³	Длина пути нейтронов, мм	Время измерения ENGIN-X
Сканирование	Al	$2 \times 2 \times 2$	50	5 мин
	Fe	$2 \times 2 \times 2$	14	5 мин
	Fe	$2 \times 2 \times 2$	30	20 мин
	Fe	$4 \times 4 \times 4$	60	1ч
In situ	Fe	$4 \times 8 \times 4$		1.5 мин
	Ti	$4 \times 8 \times 4$		7 мин

Таблица 5. Типичные времена измерений на дифрактометре ENGIN-X при работе в режиме *in situ* и при сканировании деформаций [42]

Примечание. В случае сканирования обрабатывались все пики методом Ритвельда. При измерении *in situ* указано время, необходимое для определения положения каждого из пяти самых интенсивных пиков, с погрешностью 50 $\mu\epsilon$ (1 $\mu\epsilon = 10^{-6}$).

Таблица 6. Типичные времена измерения на стресс-дифрактометре TAKUMI при работе в режиме *in situ* и при сканировании деформаций [46]

Режим измерения	Материал	Пробный объем, мм ³	Длина пути нейтронов, мм	Разрешение, %	Время измерения
Сканирование	Fe	$2 \times 2 \times 2$	5	0.2	>5 мин
	Fe	$2 \times 2 \times 2$	10	0.2	>10 мин
	Fe	$2 \times 2 \times 2$	15	0.2	>20 мин
In situ	Fe	$5 \times 5 \times 5$		0.3	>30 c
	Ti	$5 \times 5 \times 5$		0.3	>3 мин
	Mg	$5 \times 5 \times 5$		0.3	>1 мин

измерения в режиме сканирования с одним и тем же ПО 8 мм³ ($2 \times 2 \times 2$ мм³) при длине пути 15 мм в стали на ENGIN-X (5 мин) примерно в 4 раза меньше, чем на TAKUMI (~20 мин).

Отметим, что в режиме сканирования оба прибора значительно уступают дифрактометрам на стационарных средне-поточных реакторах. Например, на ТАКИМІ для измерения ПО стали объемом 8 мм³ с погрешностью 50µє (1 µє = 10⁻⁶) нужно 5 мин, т.е. для измерения 1 мм³ потребуется минимум 40 мин. В то же время на дифрактометре KOWARI (OPAL, Австралия) для измерения 1 мм³ стали с той же погрешностью 50 µє достаточно 1 мин [23]. Максимальная длина пути нейтронов в стали для измерения напряжений на ENGIN-X равна 60 мм, а на СТРЕСС (ИР-8, НИЦ КИ) [7] и RSI (НАNARO, Южная Корея) [24] на 15 мм больше, что равносильно увеличению светосилы примерно на порядок.

Таким образом, для измерений *in situ*, где можно использовать большой (~100 мм³) ПО, слабое ослабление пучка нейтронов материалом образца (малая длина пути), удобна фиксированная геометрия, а с другой стороны, при необходимости можно измерить несколько дифракционных пиков одновременно, неоспоримое преимущество имеют времяпролетные стресс-дифрактометры.

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 66 № 2 2021

Для работы в режиме сканирования напряжений, где часто необходимо высокое пространственное разрешение или измерение на большой глубине и достаточно измерять один дифракционный пик, преимущество имеют более светосильные стрессдифрактометры на стационарных реакторах.

Среди фурье-дифрактометров, предназначенных для исследования внутренних напряжений, лучшим является фурье-стресс-дифрактометр ФСД на пульсирующем реакторе ИБР-2 в ОИЯИ (Дубна), который описан ниже.

4. ИССЛЕДОВАНИЕ НАПРЯЖЕНИЙ НА ИМПУЛЬСНОМ РЕАКТОРЕ ИБР-2

4.1. Фурье-стресс-дифрактометр ФСД

Первые в России работы по исследованию напряжений нейтронным методом [47–51] были выполнены в середине 1990-х годов на фурье-дифрактометре высокого разрешения ФДВР на импульсном реакторе ИБР-2. Накопленный опыт был использован при создании и модернизации фурье-стресс-дифрактометра ФСД [52–55]. В обзорах [56, 57] дано подробное описание современного состояния дифрактометра ФСД и исследований на нем. Поэтому для полноты картины состояния исследований напряжений в России отметим лишь основные моменты из этих работ. ЭМ



Рис. 3. Схема фурье-дифрактометра ФСД на импульсном реакторе ИБР-2 [55].

Схема фурье-дифрактометра ФСД показана на рис. 3 [55].

Зеркальный нейтроновод и фурье-прерыватель. Нейтроновод состоит из двух участков: изогнутого с радиусом кривизны R = 2864.8 м и длиной 19 м и прямого длиной 5.01 м. Нейтроновод сделан сходящимся в вертикальной плоскости с поперечными сечениями: на входе изогнутого участка – 10 × × 155 мм, на выходе изогнутого и на входе прямого участков – 10 × 91.8 мм, на выходе прямого участка – 10 × 75 мм. Расстояние от прерывателя до образца ~5.5 м, расстояние от образца до детектора ~1.2 м. Полный поток тепловых нейтронов на месте образца составляет около 1.8 × × 10⁶ н см⁻² с⁻¹ (без фурье-прерывателя).

Фурье-прерыватель состоит из диска ротора диаметром 540 мм, закрепленного на оси двигателя, и пластины статора, установленной на платформе неподвижно. Диск и пластина изготовлены из высокопрочного алюминиевого сплава. На периферии диска имеются 1024 радиальные щели длиной 60 мм и шириной 0.7026 мм на радиусе 229 мм, заполненные слоем Gd₂O₃ толщиной 0.8 мм. Аналогичные щели сделаны на пластине статора.

Детекторная система и радиальный коллиматор. В качестве детектора используется оригинальный, разработанный для ФСД, многоэлементный детектор ASTRA с комбинированной электронно-геометрической фокусировкой [58]. Каждый элемент детектора представляет собой счетчик на базе сцинтиллятора ZnS(Ag) с конвертором 6LiF в оптической матрице, экране из полиметилметакрилата толщиной 0.42 мм. Расстояние от образца до экрана 1.2 м. В финальном варианте детекторная система ФСД будет состоять из двух детекторов ASTRA при углах рассеяния $2\theta = \pm 90^{\circ}$, каждый из детекторов включает в себя семь независимых, т.е. с отдельным выводом электронного сигнала, элементов [59]. В настоящее время в каждый детектор установлено по четыре элемента. Эффективность детектора составляет около 60%. Телесный угол каждого из детекторов ASTRA ~0.16 ср. Перед каждым детектором

установлен радиальный коллиматор с шириной ПО 1.8 мм.

Окружение образца. Позиционирование образца осуществляется с помощью четырехосного (X, Y, Z, Ω) гониометра HUBER с точностью 0.1 мм и выше. Предельная нагрузка на гониометр 300 кг.

Имеется нагрузочная машина LM-29 (максимальная нагрузка — до ±29 кН) для одноосного растяжения/сжатия образцов в нейтронном пучке при температурах от комнатной до 800°С.

Для исследования маленьких (~1 см³) образцов при высоких (до 1000°С) температурах используется зеркальная печь MF2000 на основе галогенных ламп.

Тестовые эксперименты. Анализ нейтронограмм стандартного образца Fe показал, что параметры дифрактометра позволяют достичь разрешения $\Delta d/d \approx 4 \times 10^{-3}$ и оно может варьироваться путем изменения скорости вращения фурье-прерывателя. Разрешение практически не зависит от межплоскостного расстояния. Эксперименты с радиальным коллиматором показали, что он обеспечивает заявленное пространственное разрешение 1.8 мм. Исследование международного стандартного образца VAMAS (Versailles Project on Advanced Material and Standards) [60] подтвердило чувствительность дифрактометра к градиентам напряжений и высокую точность измеряемых деформаций [57].

4.2. Примеры исследований

Сварные швы. В [61, 62] исследовали восстановленные различными методами сварки образцы-свидетели корпуса реактора. Нейтронные измерения показали, что наименьший уровень остаточных напряжений наблюдается в образцах, восстановленных методом электронно-лучевой сварки. Анализ уширения дифракционных пиков показал, что в области сварных швов и зон теплового воздействия наблюдается сильное изменение размеров областей когерентного рассеяния и плотности дислокаций по сравнению с исходным материалом, что может оказать значительное влияние на изменение предела текучести материала.

В [63, 64] проведено подробное изучение остаточных напряжений в пластине толщиной 2.5 мм из конструкционной стали C45 со сварным швом, полученным методом лазерной сварки. Исследование (ПО $2 \times 2 \times 10$ мм³) распределения деформаций/напряжений поперек сварного шва (координата X) показало, что распределение имеет типичный для сварных швов в тонких пластинах знакопеременный характер (рис. 4а). Экспериментальные результаты хорошо согласуются с рассчитанными методом конечных элементов, что указывает на достоверность разработанной теоретической модели процесса лазерной сварки.

Анализ поведения ширин дифракционных пиков показал, что уширение пиков носит анизотропный характер и зависит от направления [*hkl*] в кристалле. Данное поведение является характерным проявлением фактора ориентации дислокаций по отношению к вектору рассеяния, что позволяет количественно оценить плотность дислокаций в исследуемом материале. Максимальный уровень микродеформации 4.8 × 10⁻³ наблюдался в центре сварного шва. Из полученных данных о микродеформациях были оценены значения плотности дислокаций в материале (рис. 46), которые достигают довольно больших значений ~ 5.4×10^{15} м⁻², характерных для сильно деформированных материалов сварных швов.

Исследование свойств материалов под нагрузкой. В [56] исследовалось поведение сталей и алюминиевого сплава Д16 *in situ* в нагрузочной машине при различных приложенных растягивающих напряжениях σ. По линейным участкам нагрузочных кривых $\varepsilon_{hkl}(\sigma)$ для разных отражающих плоскостей (рис. 5а) были определены модули Юнга для различных направлений в кристаллической решетке ферритной стали. Обратная величина модуля Юнга линейно зависит от фактора анизотропии $\Gamma_{hkl} = (h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2)/(h^2 + k^2 + l^2)^2$, где *h*, *k*, *l* – индексы Миллера. Из полученных зависимостей $E_{hkl}^{-1}(\Gamma_{hkl})$ (рис. 5б) можно определить модуль Юнга для любого кристаллографического направления [hkl]. Можно также оценить константы упругой жесткости C_{11} , C_{12} и C_{44} материала в рамках выбранной модели упругости (Reuss, Hill, Kröner) и рассчитать коэффициент Пуассона для любого кристаллографического направления [*hkl*].

В области пластической деформации наблюдалось заметное уширение дифракционных пиков, увеличивающееся с ростом внешней нагрузки. Было установлено, что наблюдаемое уширение дифракционных пиков носит сильно анизотропный характер и обусловлено вариацией фактора контраста дислокаций. Для ферритной стали уровень плотности дислокаций при максимальной нагрузке около 570 МПа достигает ~2.1 × 10¹⁴ м⁻². Вклада в уширение пиков из-за размерных эффектов не наблюдалось.

В аналогичном эксперименте с аустенитной сталью 12X18H10T проведено несколько десятков циклов пластической деформации материала при максимальной нагрузке ~650 МПа. Дифракционные пики от исходной аустенитной фазы соответствовали кубической ГЦК-решетке. С увеличением степени циклической усталости материала в спектрах появлялись дифракционные пики, характерные для кубической мартенситной ОЦК-



Рис. 4. Зависимость от координаты *X* для стальной пластины со сварным швом, полученным лазерной сваркой: а – компонент тензора остаточных деформаций $\varepsilon_x(I)$, $\varepsilon_y(2)$, $\varepsilon_z(3)$: символы – результаты экспериментов по дифракции нейтронов, сплошные линии – расчет методом конечных элементов; б – плотности дислокаций, оцененные по уширению дифракционных пиков [56].

решетки. По результатам анализа анизотропных ширин дифракционных пиков установлено, что плотность дислокаций в аустенитной фазе достигает значительно уровня ~7.2 × 10¹⁴ м⁻², размерные эффекты отсутствуют. Напротив, фаза мартенсита демонстрирует характерное уширение дифракционных пиков из-за малых размеров кристаллитов, по результатам анализа которых их размер был оценен как $\langle D \rangle \approx 650$ Å.

Была изучена деградация упругих характеристик алюминиевого сплава Д16 при одноосном растяжении при различных температурах образца (рис. 6а). По результатам экспериментов было установлено, что в диапазоне температур 13— 150°С модуль упругости материала монотонно уменьшается от 76 до 62 ГПа (рис. 6б). Аналогич-



Рис. 5. Продольная и поперечная деформации кристаллической решетки ферритной стали для плоскостей (200) (кружки), (310) (ромбы), (110) (квадраты), а также деформации, усредненные по всем плоскостям (*hkl*) по результатам обработки методом Ритвельда (треугольники), в зависимости от нагрузки (а); обратная величина модуля Юнга E_{hkl} для плоскостей (110), (200), (211), (220), (310), (321), а также величина, усредненная по всем плоскостям (*hkl*) по результатам обработки методом Ритвельда в зависимости от фактора анизотропии (ориентации) Γ_{hkl} (б); символы – экспериментальные значения, сплошная линия – результат подгонки методом наименьших квадратов [56].

ная температурная зависимость наблюдалась для предела прочности материала.

В работах, посвященных градиентным композиционным материалам W/Cu [65, 66], было изучено перераспределение нагрузки при одноосном сжатии между "твердой" и "мягкой" фазами и анизотропия деформаций кристаллической решетки в гомогенном (без градиента) композиционном материале W/Cu, изготовленном методом инфильтрации. Анализ интенсивностей дифракционных рефлексов показал, что фаза меди демонстрирует умеренную текстуру, в то время



Рис. 6. Деформация кристаллической решетки для пика 111 в алюминиевом сплаве Д16 в зависимости от приложенной нагрузки, измеренная при различных температурах: 13 (1), 100 (2), 150°С (3) (а). Зависимость модуля упругости сплава Д16 от температуры $E = E_0 - BT_{exp}(-T_0/T)$: точки – эксперимент, сплошная линия – подгонка [56] (б).

как в фазе вольфрама текстура практически отсутствует. По результатам экспериментов установлено, что в фазе вольфрама до ~350 МПа деформация носит упругий характер, в то время как в фазе меди пластическая деформация начинается от ~85 МПа (рис. 7). Таким образом, при слабом росте напряжений в вольфраме происходит перераспределение основной нагрузки в пластически деформированную медную фазу.

В [67] исследовалось влияние пластической деформации на микроструктуру и механические свойства **TRIP** (transformation induced plasticity – пластичность, наведенная превращением) материала на основе аустенитной матрицы с упрочняющей добавкой из диоксида циркония ZrO₂. Методом порошковой металлургии были приготов-



Рис. 7. Зависимость деформации в поперечном направлении кристаллических решеток меди (*1*) и вольфрама (*2*) в композите W/Cu от внешней нагрузки (г) для различных плоскостей (*hkl*): (200) (квадраты), (220) (кружки), определенной методом Ритвельда (пунктир) для меди; (110) (квадраты), (200) (кружки), (211) (треугольники), определенной методом Ритвельда (пунктир) для вольфрама [56].

лены две серии образцов. В каждой серии содержание керамической фазы ZrO_2 было 0, 10, 20, 30 и 100 мас. %, образцы обозначены как S1, S2, S3, S4 и S5 соответственно.

С образцами серии 1 были проведены эксперименты *ex-situ*, в ходе которых образцы подвергались пластической деформации с помощью одноосного сжатия при различных нагрузках: $\sigma = 0$, 500, 650, 800, 950, 1100, 1250, 1400, 1580 МПа. После каждого цикла деформации нагрузку снимали и измеряли дифракционные спектры деформированного образца. Для серии 2 были проведены эксперименты *in-situ*, в ходе которых образцы подвергались одноосному растяжению/сжатию до разрушения в нагрузочном устройстве LM-29 непосредственно в нейтронном пучке.

В области пластических деформаций при нагрузке свыше 650 МПа в аустенитной матрице наблюдалось образование двух фаз: кубического α' мартенсита (пр. гр. $Im\overline{3}m$) и гексагонального ε мартенсита (пр. гр. $P6_3/mmc$) (рис. 8а). Содержание фаз в образцах, полученное в результате обработки измеренных спектров методом Ритвельда, показано на рис. 8б.

В керамическом образце S5 из чистого диоксида циркония (100% ZrO_2) наблюдались две фазы: кубическая ($f \approx 55\%$) и тетрагональная ($f \approx 45\%$). Соотношение между фазами практически не менялось от степени деформации. В области деформации наблюдалось значительное уширение дифракционных пиков. Было установлено, что



Рис. 8. Изменение дифракционного спектра TRIPкомпозита в зависимости от пластической деформации (образец S4, $\sigma = 0-1580$ МПа). Указаны миллеровские индексы основных пиков аустенитной и мартенситной фаз (а); массовое содержание наблюдаемых фаз в зависимости от степени деформации для всех исследованных образцов [57] (б).

наблюдаемое уширение носит сложный анизотропный характер, обусловленный упругими полями дислокаций в материале и, соответственно, вариацией фактора контраста дислокаций при рассеянии нейтронов или рентгеновских лучей. Для аустенитной матрицы из уширения дифракционных пиков были оценены плотности дислокаций. Все образцы демонстрируют похожие зависимости — максимальные значения в диапазоне (12–20) × 10¹⁴ м⁻² в зависимости от содержания диоксида циркония в композите.

Результаты экспериментов, проведенных *in situ* с образцами серии 2, приведены на рис. 9а. Моду-



Рис. 9. Продольные и поперечные решеточные деформации аустенитной матрицы TRIP-композита в образцах S1–S4 и образце керамики S5 (100% ZrO₂) (а). Зависимость предела прочности TRIP-композита от содержания ZrO₂ [67] (б).

ли Юнга и коэффициенты Пуассона, полученные по результатам экспериментов, сильно зависели от содержания диоксида циркония и различались для экспериментов на сжатие и растяжение. Предел прочности материала также демонстрировал зависимость от содержания диоксида циркония (рис. 96).

По-видимому, основной фактор, объясняющий такое поведение материала, — образование микротрещин по межфазным границам в процессе деформации, признаком которого является внешний вид поверхности излома образцов, характерный для хрупкого разрушения. В пользу этого предположения свидетельствуют наблюдаемые на кривых деформации $\varepsilon(\sigma)$ небольшие скачки напряжений вследствие микрорастрескивания. Вероятнее всего микротрещины локализуются в остаточных порах керамической фазы, что приводит к дальнейшему упругому деформированию композита.

Поведение аустенитной матрицы в области пластической деформации в целом аналогично поведению, наблюдаемому в образцах серии 1 с приблизительно таким же уровнем плотности дислокаций в материале. Образование мартенситной фазы в образце S1 (чистая аустенитная матрица) начинается при напряжении 350 МПа и выше, в то время как в образцах S2–S4 мартенситная фаза не образуется. Очевидно, причинами такого поведения являются перераспределение напряжений между аустенитной фазой и керамикой ZrO_2 и образование микротрещин в межфазных границах, в результате чего напряжение в аустенитной фазе не достигает уровня, достаточного для мартенситного превращения.

Таким образом, результаты регулярных экспериментов по изучению остаточных напряжений в промышленных изделиях и свойств новых перспективных материалов показали, что нейтронный фурье-дифрактометр по времени пролета ФСД является уникальным инструментом, а его основные характеристики – светосила, разрешающая способность, диапазон межплоскостных расстояний, дополнительное оборудование для создания условий на образце – находятся на лучшем мировом уровне.

5. ИССЛЕДОВАНИЕ НАПРЯЖЕНИЙ НА РЕАКТОРЕ ИР-8

5.1. Дифрактометр СТРЕСС

В 2016 г. на горизонтальном экспериментальном канале № 3 (ГЭК-3) реактора ИР-8 (максимальная мощность 8 МВт) НИЦ "Курчатовский институт" был запущен дифрактометр СТРЕСС для исследования внутренних напряжений в поликристаллических материалах [6, 7]. Анализ показал, что из-за ограниченного места разместить на ГЭК-3 традиционный стресс-дифрактометр с одним кристаллом-монохроматором не удается. Поэтому была предложена схема монохроматизации нейтронного пучка с двойным (двухкристальным) монохроматором. Схема установки показана на рис. 10.

Монохроматор. В качестве первого монохроматора был выбран пиролитический графит с отражающей плоскостью (002) под углом монохроматора $2\theta_{m1} = 27^{\circ}$ ($\lambda = 1.56$ Å), поскольку плоскости (002) графита имеют максимальный коэффициент отражения нейтронов. В качестве



Рис. 10. Схема дифрактометра СТРЕСС [7]: ЩП – щель в падающем пучке, ЩО – щель в отраженном пучке, *D* – диаметр торца канала, *d* – диаметр выходного отверстия первого коллиматора. Размеры даны в миллиметрах.

второго монохроматора был выбран оптимальный для стресс-дифрактометрии [15, 16] фокусирующий монохроматор Si (220) под углом $2\theta_{m2} = 48^{\circ}$ ($\lambda = 1.56$ Å). При такой схеме монохроматизации угол между выходящим монохроматическим пучком нейтронов и осью канала составил $\varphi = 21^{\circ}$, что позволило компактно разместить прибор на канале и установить его близко (~3 м) к торцу канала. По сравнению с традиционным однокристальным монохроматором выигрыш в интенсивности (~4 раза) за счет уменьшения расстояния между монохроматором и торцом горизонтального канала больше, чем потеря интенсивности (~2 раза), связанная с использованием двойного монохроматора.

Была выбрана длина волны $\lambda = 1.56$ Å, для которой угол рассеяния для металлов, широко используемых в промышленности, находится вблизи 90°. Эта длина волны лежит вблизи локального минимума полного сечения нейтронов в ферритной стали, соответствующего брэгговскому скачку (321) при $\lambda = 1.53$ Å [24], и позволяет измерить напряжения в ферритной стали на значительно большей глубине. Измерения показали [7], что максимальный фактор качества достигается при радиусе кривизны кристалла $R \approx 8.5$ м и разрешении $\Delta d/d \approx 0.3\%$.

Детектор. Двухкоординатный ПЧД с гелиевым наполнением имеет рабочее окно размером 250 (в) × 150 (ш) мм², пространственное разрешение 2 мм по горизонтали и 3 мм по вертикали. Эффективность регистрации нейтронов – 60% при $\lambda = 1.6$ Å. Естественная коллимация пучка нейтронов, падающего на ПЧД, равна 7', чего вполне достаточно для дифрактометра высокого разрешения. Позиционно-чувствительный детектор покрывает угловой интервал ±7° по вертикали и ±3.5° по горизонтали, а также может вращаться вокруг оси дифрактометра в интервале углов рассеяния 20°–110° с точностью ±20". Система позиционирования. Стол образца имеет диаметр 400 мм и может вращаться вокруг вертикальной оси в интервале углов 0°–360° с точностью 20". Максимальная нагрузка на стол образца – 665 кг. На столе образца установлен *XYZ*позиционер ($\pm 150, \pm 150, \pm 45$ мм) с точностью перемещения ± 5 мкм и допустимой нагрузкой 150 кг. На *Z*-платформе может быть установлен трехосный гониометр с вращением вокруг вертикальной (0°–360°) и горизонтальных ($\pm 14^{\circ}$) осей гониометра с точностью $\pm 20''$. Прибор снабжен двумя гониометрами с допустимой нагрузкой 50 и 100 кг.

Щели. Выделение ПО осуществляется с помощью кадмиевых диафрагм со щелями в падающем и отраженном пучках нейтронов. Для уменьшения фона кадмиевые диафрагмы устанавливаются на торцах (со стороны образца) подвижных коллиматоров, которые могут перемещаться соответственно вдоль падающего и отраженного пучков.

Тестовые эксперименты. Для оценки возможностей дифрактометра СТРЕСС и сравнения с другими приборами были проведены тестовые эксперименты.

Измеренный за один час дифракционный пик Fe112 от ферритной стали с ПО = 120 мм³ при длине пути нейтронов в материале $l_m = 80$ мм показан на рис. 11. Отношение высоты пика к фону ($H_0/y_0 = 2.3$) несколько лучше, чем отношение ($H_0/y_0 = 1$), полученное при тех же условиях на стресс-дифрактометре RSD на реакторе NBSR-NIST (США) мощностью 20 MBT [22].

Измерение дифракционного пика от ферритной стали объемом 1 мм³ в течение одной минуты дало ошибку в измерении деформации (80×10^{-6}), сравнимую с ошибкой (50×10^{-6}) для стресс-дифрактометра KOWARI на реакторе OPAL (Австралия) мощностью 20 MBт [19].



Рис. 11. Отражение Fe 112 от ферритной стали объемом 120 мм³ при длине пути в материале $l_m = 80$ мм, измеренное за 1 ч. Отношение высоты пика к фону $H_0/y_0 = 2.3$, ошибка в определении деформации $\text{Er}(\varepsilon) = 100 \times 10^{-6}$ [6].

На рис. 12 представлена зависимость ошибки в определении деформации от длины пути l_m в ферритной стали, полученная при измерении с ПО = = 80 мм³, и времени измерения 1 ч. Видно, что ошибке деформации ±100 × 10⁻⁶ соответствует длина пути $l_m = 76$ мм, очень близкая к длине пути (77 мм), полученной при тех же условиях измерения на стресс-дифрактометре RSI на реакторе HANARO (Южная Корея) мощностью 30 МВт. Отметим, что возможная длина пути $l_m = 76$ мм означает, что с ошибкой ±100 × 10⁻⁶ можно измерить деформации в пластине из ферритной стали толщиной 50 мм.

С целью тестирования прибора были измерены напряжения в международном стандартном образце VAMAS [68]. Время измерения было сравнимо со временем измерения этого же образца на стресс-дифрактометре RSI на реакторе HANARO [69].

Таким образом, несмотря на сравнительно малую мощность реактора ИР-8, дифрактометр СТРЕСС по светосиле и разрешению сравним с современными стресс-дифрактометрами на более мощных реакторах.

5.2. Примеры исследований

Сварные швы. Растягивающие напряжения могут существенно ухудшить прочностные и эксплуатационные характеристики сварных соеди-



Рис. 12. Зависимость погрешности в определении деформации от пути нейтронов в ферритной стали. В эксперименте проводилось сканирование по глубине в геометрии на отражение (время измерения в каждой точке – 1 ч, $\Pi O - 80 \text{ мм}^2$) рефлекса 112. Ошибка 100 × × 10⁻⁶ соответствует длине пути 76 мм [7] © 2018 с разрешения Elsevier.

нений. Напряжения в сварном шве можно значительно уменьшить, если использовать в качестве материала-наполнителя металл, испытывающий низкотемпературный фазовый переход с увеличением объема. В случае сталей это обычно низкотемпературный переход аустенита в мартенсит. В последние годы появилось много публикаций на эту тему. Результаты этих работ показывают, что, подбирая материал наполнителя и режим сварки, можно значительно изменить картину распределения напряжений в сварном соединении.

В [70] изучалась возможность изменения распределения напряжений в сварном шве с помощью двух наполнителей с высокотемпературным и низкотемпературным фазовым переходом.

Исследовалось распределение напряжений в пластине из ферритной стали толщиной 25 мм с V-образным сварным швом Ш2, в котором при сварке использовались два материала наполнителя: первые три прохода выполнялись с использованием электродов из обычной ферритной стали с высокой (~670°С) температурой фазового перехода, а с четвертого по двенадцатый проходы выполнялись с использованием аустенитной стали (10.2 Ni – 9.6 Cr) с низкой (~100°С) температурой перехода в мартенсит (рис. 13). Образец размером $300 \times 300 \times 25$ мм³ со сварным швом в середине исследовался нейтронным методом на установке СТРЕСС. Для сравнения с обычной сваркой аналогичным образом были приготовлены образцы со сварным швом Ш1, в котором все семь проходов



Рис. 13. Распределение напряжений в сварном шве: а – Ш1 – наполнитель – ферритная сталь с высокотемпературным фазовым переходом (ВТП); б – Ш2 – наполнитель – ВТП + НТП (аустенитная сталь с низкотемпературным фазовым переходом). Слева показана схема заполнения сварочного шва валиками [70].

были выполнены с использованием обычного материала-наполнителя из ферритной стали (рис. 13).

Результаты экспериментов свидетельствуют о том, что использование наполнителя из аустенитной стали кардинально изменяет картину распределения напряжений, наблюдаемую в шве с наполнителем из ферритной стали (рис. 13). Например, растягивающие продольные напряжения вблизи верхней поверхности шва (430 МПа) изменились на сжимающие напряжения (-500 МПа). В центре шва продольные напряжения уменьшились от 490 до -80 МПа. Однако вблизи нижней поверхности шва напряжения значительно vвеличились: от 200 до 600 МПа. По интенсивности дифракционных отражений 311 аустенитной фазы и отражений 112 ферритной и мартенситной фаз была построена картограмма распределения объемного содержания остаточного аустенита. Выявлена корреляция между объемным содержанием остаточного аустенита и напряжениями.

Полученные нейтронные данные о распределении остаточных напряжений были использованы для верификации различных расчетных моделей остаточных напряжений в сварных швах с металлом наполнителя, испытывающим низкотемпературный фазовый переход [71].

Изделия аддитивных производств. Одной из проблем аддитивных технологий является образование в получаемых материалах больших остаточных напряжений, которые даже в небольших деталях размером в несколько сантиметров могут достигать предела текучести. Поэтому изучение напряжений в материалах аддитивных производств является одним из основных направлений исследований на дифрактометре СТРЕСС. В [72] проведено исследование остаточных напряжений в призме из стали CL20ES, выращенной методом селективного лазерного сплавления (СЛС). Образец в виде призмы (рис. 14) был изготовлен из металлического порошка аустенитной стали CL 20ES. Слои наносились в плоскости x-y, а образец выращивался вдоль оси z.

Компоненты деформаций вдоль главных направлений x, y, z были измерены в точках, расположенных вдоль семи линий, параллельных оси z(рис. 14а). Координаты x, y линий показаны на рис. 146. Измерялся дифракционный пик (311) на угле рассеяния 20 около 91° с ПО 2 × 2 × 2 мм³.



Рис. 14. Схема призмы и линии точек, в которых измерялись напряжения (а); координаты линий точек, в которых измерялись напряжения (*X*, *Y* – координата измеренных точек) [72] (б).

306



ЭМ

Рис. 15. Картограммы распределения продольных напряжений вдоль направления σ_z в вертикальных z - x- и z - y- сечениях [72].



Рис. 16. Схема образцов пластин из сплава Ti-6Al-4V, выращенных методом прямого лазерного выращивания на жесткой подложке (а); схема сечений, в которых измерялись напряжения. Размеры даны в миллиметрах [73, 74] (б).

Расчеты по измеренным деформациям показали, что компоненты напряжений σ_{y} и σ_{y} близки к нулю. Карты распределений продольных напряжений о₂, направленных вдоль высоты (длины) призмы в вертикальных сечениях z - x и z - y, показаны на рис. 15. Видно, что в средней части высоты призмы ($18 \le z \le 55$ мм) максимальные растягивающие напряжения (~320 МПа) вблизи ребер призмы, которые несколько ниже предела текучести этой стали (470 МПа), компенсируются сжимающими напряжениями (~-300 МПа) вблизи центральной линии призмы. При приближении к нижней и верхней граням призмы напряжения уменьшаются. На расстоянии 3 мм от центральных осей боковых граней напряжения малы. Таким образом, при выращивании прямоугольной призмы методом СЛС в большей ее части формируется одноосное напряженное состояние вдоль направления выращивания. Максимальные растягивающие напряжения образуются у ребер призмы, где наиболее вероятно разрушение детали при приложенной нагрузке.

В [73, 74] было изучено распределение напряжений в модельных образцах тонких пластин из сплава Ti-6Al-4V, выращенных методом прямого лазерного выращивания. Пластины размером 28×70 мм, имеющие толщину 3.2 и 8.4 мм, выращивались на жесткой подложке из того же сплава (рис. 16а). Тонкие (3.2 мм) пластины были выращены путем одного прохода в слое, а толстые (8.4 мм) путем четырех проходов в слое. При выращивании между проходами делался перерыв, чтобы смоделировать технологию изготовления

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 66 № 2 2021



Рис. 17. Распределение продольной (σ_x) и нормальной (σ_y) компонент напряжений на высоте 2 мм от подложки в пластине толщиной 3.4 мм [73].

крупногабаритных деталей, когда лазеру необходимо пройти некоторый путь, чтобы вернуться в ту же точку. Так же, как и в реальном производстве, пластины были выращены на жесткой подложке, которая сохранялась при нейтронных измерениях и термообработке. Отметим, что исследование титановых сплавов нейтронным методом затруднено из-за слабой рассеивающей способности титана. Однако светосила дифрактометра СТРЕСС была достаточной, чтобы просканировать образец толщиной 3.2 мм с ПО \sim 7 мм³ (1.5 × \times 1.5 \times 3 мм³). Для увеличения статистики зерен в ПО, дающих вклад в дифракционный пик, при измерении тонкой пластины использовалась "осцилляция" образца в пределах ±4° вокруг вертикальной оси дифрактометра. Референсные значения межплоскостных расстояний d_0 определялись в каждой измеряемой точке из условия равенства нулю компоненты напряжения σ₂, перпендикулярной плоскости пластины, что справедливо для тонких пластин.

Исследовалось распределение напряжений вдоль горизонтальной линии на расстоянии 2 мм от подложки и вдоль вертикальной линии в середине пластины (рис. 166).

На рис. 17, 18 представлены результаты измерений и результаты расчетов напряжений, полученных методом конечных элементов. Видно, что в целом расчетные кривые распределения напряжений удовлетворительно согласуются с экспериментальными кривыми. В обеих пластинах



Рис. 18. Распределение остаточных напряжений в пластине толщиной 8.4 мм: а – вдоль горизонтальной оси x на высоте 2 мм от подложки, б – вдоль вертикальной оси y в середине пластины при x = 35 мм [74]; FEM – finite element method.

максимальные растягивающие напряжения (нормальные) формируются у бокового ребра пластины вблизи подложки (рис. 17, 18а). Максимальные расчетные напряжения примерно на 15–20% выше предела текучести сплава при комнатной температуре ($\sigma_{0.2} = 1070$ МПа). Максимальные измеренные напряжения близки (в тонкой пластине) или немного ниже (в толстой пластине) предела текучести. Поэтому стык бокового ребра с подложкой – это место, где с наибольшей вероятностью может произойти разрушение пластины, ее отрыв от подложки. Видно также, что в целом напряжения в толстой пластине ниже, чем в тонкой пластине.

Расчетные напряжения вдоль вертикальной линии в середине пластины почти линейно растут с расстоянием от подложки и максимальны у верхнего ребра пластины в последнем слое (рис. 18б). Расчетные напряжения также растут с расстоянием от подложки, однако в верхней половине пластины наблюдается расхождение между расчетными и экспериментальными напряжениями, которое увеличивается с расстоянием от подложки и максимально вблизи верхнего ребра.

Отметим, что наблюдаемое расхождение межлу экспериментальными и расчетными напряжениями нельзя объяснить разницей в объемах, по которым усреднялись напряжения, потому что расчетные напряжения усреднялись по ПО, который использовался при нейтронных измерениях. Одной из причин расхождений может быть то. что в расчетах использовались значения механических свойств литого сплава, которые могут значительно отличаться от значений для сплава, полученного методом прямого лазерного вырашивания. Другой причиной может быть то, что образцы имели сильную текстуру, которая не учитывалась при обработке экспериментальных данных и проведении расчетов методом конечных элементов.

Исследование образцов после различных термообработок показало, что отжиг при температуре 630°С в течение одного часа приводит к полному отпуску остаточных напряжений (рис. 17).

Таким образом, тестовые эксперименты и первые результаты исследований напряжений в промышленных образцах большой и малой толщины показали, что дифрактометр СТРЕСС является высоко-светосильным прибором, который по светосиле и разрешению сравним с лучшими стресс-дифрактометрами на стационарных реакторах.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Нейтрон-дифракционный метод измерения внутренних напряжений является единственным неразрушающим методом, позволяющим измерить напряжения в объеме материала. Благодаря развитию методики эксперимента и созданию специализированных нейтронных дифрактометров на стационарных и импульсных источниках нейтронов в последние 15 лет стали возможными регулярные исследования в этом направлении. Начали интенсивно развиваться работы по исследованию остаточных напряжений в промышленных изделиях и работы по исследованию свойств материалов под нагрузкой.

В настоящее время стресс-дифрактометры по времени пролета на импульсных источниках нейтронов имеют преимущества для исследования свойств материалов под нагрузкой. Стресс-дифрактометры с фиксированной длиной волны нейтронов на стационарных реакторах имеют преимущество при исследовании распределения остаточных напряжений в образцах большой толщины или в приповерхностных слоях материала.

В России имеются оба типа стресс-дифрактометров: ФСД на импульсном реакторе ИБР-2 в ОИЯИ и СТРЕСС на реакторе ИР-8 в НИЦ "Курчатовский институт". Поэтому российские исследователи имеют экспериментальные возможности для решения широкого круга научных и прикладных задач.

Автор выражает благодарность Г.Д. Бокучаве за обсуждение и ценные замечания.

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

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. *Hutchings M.T., Withers P.J., Holden T.M., Lorentzen T.* Introduction to the characterization of residual stress by neutron diffraction. 1st ed. Boca Raton London; New York; Singapore: CRC Press Taylor and Francis Group, 2005. 420 p.
- Withers P.J., Bhadeshia H.K. // Mater. Sci. Technol. 2001. V. 17. P. 366.
- Non-destructive testing Standard test method for determining residual stress by neutron diffraction. Technical Specification. 1st ed. ISO/TS 21432:2005. 2005. 40 p.
- 4. Bokuchava G.D., Aksenov V.L., Balagurov A.M. et al. // Appl. Phys. A. 2002. V. 74. Suppl. 1. P. s86.
- 5. http://flnph.jinr.ru/ru/facilities/ibr-2/instruments
- 6. Эм В.Т., Балагуров А.М., Глазков В.П. и др. // Приборы и техника эксперимента. 2017. № 4. С. 75.
- Em V.T., Karpov I.D., Somenkov V.A. et al. // J. Physica B. 2018. V. 551 P. 413. https://doi.org/10.1016/j.physb.2018.02.042
- Withers P.J., Daymond M.R., Johnson M.W. // J. Appl. Cryst. 2001. V. 34. P. 737.
- Johnson M.W., Daymond M.R. // J. Appl. Cryst. 2002. V. 35. P. 49.
- 10. *Mikula P., Kulda J., Lukáš P. et al.* // Nucl. Instrum. Methods A. 1994. V. 338. P. 18.
- Mikula P., Kulda J., Lukas P. et al. // Physica B. 2000.
 V. 174. P. 276.

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 66 № 2 2021

- Stoica A.D., Popovici M., Hubbard C.R., Spooner S. // Proc. Intern. Conf. Residual Stresses (ICRS-6). Oxford. UK. 2000. P. 1264.
- 13. Popovici M., Yelon W.B., Berliner R. et al. // Nucl. Instrum. Methods A. 1994. V. 338. P. 99.
- 14. *Popovici M., Stoica A.D.* // J. Appl. Phys. A. 2000. V. 74. P. 273.
- Moon M.K., Lee C.H., Em V.T. et al. // Physica B. 2005.
 V. 369. P. 1.
- Moon M.K., Em V.T., Lee C.H. et al. // Physica B. 2005.
 V. 368. P. 70.
- Pirling T., Bruno G., Withers P.J. // Mater. Sci. Eng. A. 2006. V. 437. P. 139.
- Hofmann M., Schneider R., Seidl G.A. et al. // Physica B. 2006. V. 385–386. P. 1035.
- Kirstein O., Garbe U., Luzin V. // Mater. Sci. Forum. 2010. V. 652. P. 86.
- 20. *Lee C.H., Moon M.K., Em V.T. et al.* // Nucl. Instrum. Methods A. 2005. V. 545. P. 480.
- Seong B.S., Em V., Mikula P. et al. // J. Appl. Cryst. 2010. V. 43. P. 654.
- 22. http://www.ncnr.nist.gov/instruments/bt8/19
- http://www.ansto.gov.au/ResearchHub/Bragg/Facilities/Instruments/
- 24. Woo W., Em V.T., Seong B.S. et al. // J. Appl. Cryst. 2011. V. 44. P. 747.
- Woo W., Em V.T., Mikula P. et al. // Mater. Sci. Eng. A. 2011. V. 528. P. 4120.
- Em V., Woo W., Seong B. S. et al. // J. Phys.: Conf. Ser. 2012. V. 340. P. 012025.
- Woo W., Em V.T., Seong B.S. et al. // J. Mater. Sci. 2012.
 V. 47. P. 5617.
- Woo W., An G.B., Kingston E. et al. // Acta Mater. 2013.
 V. 61. P. 3564.
- 29. Woo W., An G.B., Em V.T. et al. // J. Mater. Sci. 2015. V. 50. P. 784.
- 30. *Moon M.K., Lee C.H., Em V.T. et al.* // IEEE Trans. Nucl. Sci. 2002 V. 49. № 5. P. 2411.
- Rebelo Kornmeier R., Hofman M., Gan W.M. et al. // Mater. Sci. Forum. 2017. V. 905. P. 151.
- Withers P.J., Johnson M.W., Wright J.S. // Physica B. 2000. V. 292. P. 273.
- Reid M., Olsen S., Luzin V. et al. // Mater. Res. Proceedings. 2016 V. 2. P. 371.
- Wang D.Q., Wang X.L., Robertson J.L. et al. // J. Appl. Cryst. 200. V. 33. P. 334.
- 35. Аксенов В.Л., Балагуров А.М. // Успехи физ. наук. 1996. Т. 166. № 9. С. 955.
- Аксенов В.Л., Балагуров А.М. // Успехи физ. наук. 2016. Т. 186. № 3. С. 293.
- Уиндзор К. Рассеяние тепловых нейтронов от импульсных источников. М.: Энерго-атомиздат, 1985. 351 с.
- David W.I.F., Harrison W.T.A., Johnson M.W. // Mater. Sci. Forum. 1986. V. 9. P. 89.

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 66 № 2 2021

- 39. Aksenov V.L., Balagurov A.M., Simkin V.G. et al. // Communications of JINR. 1992. № E13-92-456. (Dubna: JINR)
- 40. Aksenov V.L., Balagurov A.M., Simkin V.G. et al. // RAL Report, ICANS-XII Proc. (Abingdon: RAL) 1993. V. I. № 94-025. P. 124.
- 41. *Balagurov A.M.* // Mater. Sci. Forum. 1994. V. 166–169. P. 261.
- 42. Santisteban J.R., Daymond M.R., James J.A., Edwards L. // J. Appl. Cryst. 2006. V. 39. P. 812.
- 43. *Ikeda S., Carpenter J.M.* // Nucl. Instrum. Methods A. 1985. V. 239. P. 536.
- 44. Daymond M.R., Bourke M.A.M., Von Dreele R.B. et al. // J. Appl. Phys. 1997. V. 82. P. 1554.
- 45. Daymond M.R., Edwards L. // Neutron News. 2004. V. 15. P. 24.
- 46. https://j-parc.jp/c/en/facilities/mlf/index.html
- 47. Аксенов В.Л., Балагуров А.М., Бокучава Г.Д. и др. // Матер. нац. конф. РСНЭ'97, Дубна, 1997. Т. 1. С. 69.
- 48. Bokuchava G.D., Schreiber J., Shamsutdinov N. et al. // Physica B. 2000. V. 276–278. P. 884.
- 49. Bokuchava G.D., Tamonov A.V., Shamsutdinov N.R. et al. // J. Neutron Res. 2001. V. 9. P. 255.
- Schreiber J., Richter V., Bokuchava G. et al. // Proc. Eur. Conf. "Hard Materials and Diamond Tooling". Eur. Powder Metallurgy Associ. 2002. P. 114.
- 51. *Tamonov A.V., Sumin V.V.* // J. Neutron Res. 2004. V. 12 (1–3). P. 69.
- 52. Аксенов В.Л., Балагуров А.М., Бокучава Г.Д. и др. // Сообщения ОИЯИ. 2001. № Р13-2001-30.
- 53. Bokuchava G.D., Papushkin I.V., Tamonov A.V. et al. // Rom. J. Phys. 2016. V. 61. № 3–4. P. 491.
- Bokuchava G. // Nucl. Instrum. Methods. A. 2020. V. 964. 163770.
- 55. Бокучава Г.Д., Балагуров А.М., Сумин В.В. и др. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исследования. 2010. № 11. С. 9.
- 56. Бокучава Г.Д., Папушкин И.В. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исследования. 2018. № 2. С. 25.
- 57. Bokuchava G.D. // Crystals. 2018. № 8. 318.
- Kudryashev V.A., Trounov V.A., Mouratov V.G. // Physica B. 1997. V. 234–236. P. 1138.
- Kuzmin E.S., Balagurov A.M., Bokuchava G.D. et al. // J. Neutron Res. 2002. V. 10. № 1. P. 31.
- 60. Webster G.A. // Neutron Diffraction Measurements of Residual Stress in A Shrink-Fit Ring and Plug; VAMAS Report № 38; National Physical Laboratory: Middlesex, UK, 2000. P. 65.
- 61. Бокучава Г.Д., Петров П., Папушкин И.В. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исследования. 2016. № 11. С. 22.
- Bokuchava G., Petrov P. // Metals. 2020. V. 10. № 5. P. 632. https://doi.org/10.3390/met10050632

- 63. *Petrov P., Bokuchava G., Papushkin I. et al.* // Proceed. SPIE. 2017. V. 10226. P. 102260D.
- 64. *Bokuchava G.D.* // Rom. J. Phys. 2016. V. 61. № 5–6. P. 903.
- 65. Bokuchava G.D., Schreiber J., Shamsutdinov N. et al. // Physica B. 2000. V. 276–278. P. 884.
- 66. Bokuchava G.D., Schreiber J., Shamsutdinov N.R. et al. // Mater. Sci. Forum. 1999. V. 308–311. P. 1018.
- 67. Бокучава Г.Д., Горшкова Ю.Е., Папушкин И.В. и др. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исследования. 2018. № 3. С. 11.
- 68. *Карпов И.Д., Эм В.Т., Сумин В.В.* // Дефектоскопия. 2019. № 4. С. 62.

- 69. *Em V.T., Moon M.K., Lee C.H.* // Neutron News. 2006. V. 12. № 4. P. 28.
- 70. Wang H., Woo W., Kim D.K., Em V. et al. // Mater. Charact. 2018. V. 144. P. 345.
- Wang H., Woo W., Kim D.K. et al. // Mater. Des. 2018.
 V. 160. P. 384.
- 72. *Karpov I.D., Em V.T., Mazalov P.B. et al.* // J. Phys.: Conf. Ser. 2018. V. 1109. P. 012046.
- *Em V.T., Ivanov S.Y., Karpov I.D. et al.* // J. Phys.: Conf. Ser. 2018. V. 1109. P. 012049.
- 74. *Ivanov S., Zemlyakov E., Babkin K. et al.* // Procedia Manufacturing. 2019. 36. P. 240.