# М. ДИНЕЙХАН<sup>1</sup>, В. В. СУМИН<sup>2</sup>, Д. Т. АЗНАБАЕВ<sup>2</sup>, Д. М. ДЖАНСЕЙТОВ<sup>1</sup>, Б. МУХАМЕТУЛЫ<sup>1</sup>, Ч. ДАУЫЛБАЕВ<sup>2</sup>

(<sup>1</sup>Казахский национальный университет им. аль-Фараби, г. Алматы; (<sup>2</sup>Лаборатория нейтронной физики им. И. М. Франка, ОИЯИ, г. Дубна, Россия)

# НЕЙТРОННЫЙ ФУРЬЕ-ДИФРАКТОМЕТР ФСД ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В МАТЕРИАЛАХ И ПРОМЫШЛЕННЫХ ИЗДЕЛИЯХ

#### Аннотация

Изучение остаточных напряжений в материалах при помощи дифракции нейтронов приобрело широкое распространение в мире из-за высокой проникающей способности нейтронов. Поэтому для проведения работ по исследованию остаточных напряжений на канале №11а реактора ИБР-2 в ЛНФ им. И. М. Франка ОИЯИ (Дубна, Россия) создан нейтронный фурье-дифрактометр ФСД, который благодаря специальной корреля-ционной методике (использование быстрого фурье-прерывателя для модуляции интенсивности первичного нейтронного пучка и применение RTOF-метода для накопления данных) позволяет получать дифракционные спектры высокого разрешения  $\Delta d/d = 4 \cdot 10^{-3}$ . Данный дифрактометр создавался с учетом мирового опыта в исследовании остаточных напряжений в материалах, также использовался опыт создания подобного типа приборов в России и за рубежом. В работе дано описание дифрактометра ФСД и текущее состояние прибора.

**Ключевые слова:** кристаллическая решетка, микронапряжение, фактор Дебая-Валлера.

Кілт сөздер: кристалдық тор, микрокернеу, Дебай-Валлер факторы.

Keywords: crystal lattice, microstrain, Debye-Waller factor.

**Введение.** Для исследования внутренних напряжений в материалах уже много лет используются различ-ные методики неразрушающего контроля: дифракция рентгеновских лучей, ультразвуковое сканирование, различные магнитные методики (измерение магнитной индукции, проницаемости, анизотропии, эффекта Баркхаузена, магнитоакустических эффектов). Однако все эти методы имеют определенные ограничения. Например, с помощью рассеяния рентгеновских лучей и магнитных методов можно исследовать напряжения только вблизи поверхности материала вследствие их

малой глубины проникновения; кроме того, применение магнитных методов ограничено ферромагнитными материалами. Также на магнитные и ультразвуковые методы сильное влияние оказывает наличие текстуры в образце. Среди всех этих методик изучение напряжений при помощи дифракции нейтронов стоит на особом месте, так как в отличие от традиционных методов нейтроны могут проникать в материал на глубину до 2-3 см для сталей и до 10 см для алюминия. Результаты нейтронных экспериментов используются при производстве материалов с необходимыми для оптимизации технологии механическими свойствами. В ЛНФ имени И.М. Франка ОИЯИ с середины 90-х годов началась систематическая работа по определению внутренних напряжений в объемных изделиях на нейтронном фурье-дифрактометре высокого разрешения ФДВР [1, 2] на импульсном реакторе ИБР-2. Были проведены исследования остаточных напряжений как в различных изделиях [3], используемых в промышленности, в том числе и атомной [4], так и в композитных (WC/Co [5] и A1/A12O3 [6]) и градиентных (W/Cu [7]) материалах. Кроме того, с помощью дифракции нейтронов изучались механические свойства аустенитной стали X6CrNiTil810 при одноосном растяжении, а также остаточные напряжения, содержание мартенсита и текстура в этом же материале, подвергнутом циклической нагрузке [8]. Накопленный опыт исследований в этой области позволил приступить к созданию специализированного фурье-дифрактометра для изучения внутренних напряжений-дифрактометра ФСД (фурье-стресс-дифрактометр) [9- 11]. В данной работе дано краткое описание метода исследования внутренних напряжений с помощью дифракции нейтронов, рассмотрены требования к параметрам дифрактометра на импульсном источнике нейтронов, приведено описание созданной на реакторе ИБР-2 установки ФСД и результаты тестовых экспериментов.

1. Метод измерения внутренних напряжений на источнике нейтронов с широким импульсом. Внут-ренние напряжения, существующие в материале, вызывают соответствующую деформацию кристаллической решетки, что, в свою очередь, выражается в сдвиге брэгговских пиков на дифракционном спектре. Это дает прямую информацию об изменении межплоскостных расстояний в выделенном объеме, которую можно легко преобразовать в данные о внутренних напряжениях, используя известные упругие константы материала:

$$(d_{exp}-d_0)/d_0 = \Delta a/a_0 \approx \sigma/E, \tag{1}$$

где  $d_{exp}$  – измеренное значение межплоскостного расстояния;  $d_0$  – это же межплоскостное расстояние в образ-це без внутренних напряжений;  $\Delta a/a_0$  – деформация как относительное изменение параметра элементарной ячейки материала, E – модуль Юнга вещества;  $\sigma$  – напряжение.

Таким образом, суть дифракционного метода изучения напряжений исключительно проста и в стан-дартной постановке эксперимента состоит в формировании падающего и рассеянного пучков нейтронов с помощью диафрагм и/или радиальных коллиматоров и в выделении в образце малого рассеивающего объема–gauge volume. При этом измеряются относительные смещения дифракционных пиков от положений, определяемых параметрами элементарной ячейки недеформированного материала [12].

Принцип определения деформации кристаллической решетки основан на применении закона Брэгга:

$$2d_{hkl}\sin\theta = \lambda$$

где λ – длина волны нейтрона, *d*<sub>hkl</sub> – межплоскостное расстояние,θ–угол Брэгга. При этом деформация кристаллической решетки определяется как

$$E_{hkl} = (d_{hkl} - d_{hkl}^0) / d_{hkl}^0 = -\Delta\theta ctg\theta$$
 или 
$$E_{hkl} = (d_{hkl} - d_{hkl}^0) / d_{hkl}^0 = \Delta t/t,$$
(2)

где  $d_{hkl}$  и  $d_{hkl}^0$  – межплоскостные расстояния для деформированной и недеформированной решеток соответственно, t – время пролета нейтрона. При использовании двухосного дифрактометра на источнике с непрерывным потоком деформация определяется по изменению в угле рассеяния –  $\Delta\theta ctg\theta$ . В случае применения метода времени пролета (ТОF-метод) на импульсном источнике деформация определяется по относительному изменению времени пролета нейтронов  $\Delta t/t$ . В зависимости от длины волны положение пиков на шкале времени определяется условием:

$$t = L/v = \lambda m L/h = 2mL \ d_{hkl} \sin\theta/h, \tag{3}$$

где L – полное пролетное расстояние от источника нейтронов до детектора; v – скорость нейтрона;  $\lambda$  – длина волны нейтрона, m – масса нейтрона; h – постоянная Планка;  $d_{hkl}$  – межплоскостное расстояние;  $\theta$  – угол Брэгга.

Анализ формы (в простейшем случае ширины) дифракционных пиков может дать сведения об искаже-ниях кристаллической решетки внутри отдельных зерен (микронапряжениях) и их размерах. Особенно удобно это можно выполнить на TOFдифрактометре по функциональной зависимости ширины пиков от межплоскостного расстояния:

$$W = C_1 + C_2 d^2 + C_3 d^2 + C_4 d^4 , \qquad (4)$$

где W – ширина пика;  $C_1$  и  $C_2$  – константы, определяющие функцию разрешения дифрактометра и известные из измерений со стандартным образцом;  $C_3 = (\Delta a/a)^2$  – дисперсия параметра элементарной ячейки (микро-напряжение);  $C_4$  – константа, связанная с размером кристаллитов. Разрешение нейтронного дифрактометра по времени пролета в первом приближении определяется тремя слагаемыми:

$$R = \Delta d/d = \left[ (\Delta t_0/t)^2 + (\Delta \theta/tg\theta)^2 + (\Delta L/L)^2 \right]^{1/2},$$
(5)

где  $t_0$  – ширина нейтронного импульса;  $t = 252.778L\lambda$  – полное время пролета (в мкс); L – пролетное расстояние от источника до детектора (в м);  $\lambda$  – длина волны нейтрона (в Е);  $\theta$  – угол Брэгга. Первое слагаемое представляет неопределенность во времени пролета, второе – включает все геометрические неопределенности, связанные с процессом рассеяния на разные углы, третье является неопределенностью в пролетной базе. Разрешение будет улучшаться при приближении угла Брэгга к 90°, при уменьшении ширины импульса и увеличении пролетного расстояния. На импульсных нейтронных источниках с коротким им-пульсом быстрых нейтронов ширина импульса тепловых нейтронов может быть уменьшена до ~20 мкс/Å, и при увеличении пролетной базы до 100 м разрешение может быть доведено до 0.001, а при необходимости – до 0.0005.

Для нейтронных источников с большой длительностью импульса, каким является ИБР-2, такой путь достижения высокого разрешения заведомо неприемлем, и единственным практическим путем является применение обратного метода времени пролета в сочетании с фурье-прерывателем (RTOF-метод) [13], который обеспечивает большую светосилу эксперимента по сравнению с другими корреляционными методиками. В RTOF-методе накопление спектра ведется при непрерывном изменении частоты вращения фурье-прерывателя от нулевой до некоторой максимальной частоты  $\omega_m$ . При этом временная компонента функции разрешения определяется функцией разрешения фурье-прерывателя  $R_c$ , которая зависит от конкретного распределения частот  $g(\omega)$ , и может быть представлена в виде:

$$\Delta t_0/t \sim \int_0^\Omega g(\omega) \cos(\omega t) d\omega, \tag{6}$$

где  $\Omega = N\omega_m$  – максимальная частота модуляции интенсивности нейтронного пучка; N – число щелей фурье-прерывателя. При разумном выборе  $g(\omega)$  полная ширина  $\Delta t_0/t$  на половине высоты равна  $\Omega^{-1}$  и при N = 1024,  $\omega_{\rm m} = 100$  кГц составляет около 10 мкс. Это означает, что уже при пролетном расстоянии от прерывателя до детектора  $\sim 6.5$  м и угле рассеяния  $2\theta = 90^{\circ}$  вклад временной компоненты в функцию разрешения может быть  $\Delta t_0/t$  $\approx 2.5 \cdot 10^{-3}$  при d = 2Å. При использовании тонких детекторов третье слагаемое в (5) становится пренебрежимо малым, а геометрический вклад может быть оптимизирован, исходя из желаемого соотношения между разрешением и интенсивностью. Обычным решением является выбор фокусирующей геометрии в расположении детекторных элементов с параметрами, обеспечивающими величину геометри-ческого вклада, равного временному вкладу в полную функцию разрешения. Для увеличения светосилы ТОГдифрактометра и уменьшения уровня фона первичный пучок нейтронов формируется с помощью изогнутого зеркального нейтроновода. Расчет показывает, что при полной пролетной базе от источника до образца ~20 м и горизонтальном сечении нейтрона вода ≤1 см радиус кривизны может быть достаточно большим, чтобы пропускались нейтроны вплоть до  $\lambda \approx 1$  Å. В этом случае число одновременно наблюдаемых дифракционных пиков, в том числе при дифракции на веществах с малыми размерами элементарной ячейки (сталь, алюминий), составляет около десяти, что достаточно для анализа анизотропии напряжений. Кроме того, на дифрактометре для измерения внутренних напряжений должна быть специальная организация места образца, включающая возможность установки объемного и тяжелого оборудования (гониометр, нагрузочная машина и так далее).

2. Дифрактометр ФСД на импульсном реакторе ИБР-2. Фурье-дифрактометр для измерения внутренних напряжений ФСД (рисунок 2) на быстром импульсном реакторе ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ создавался с учетом мирового опыта в постановке исследований внутренних механических напряжений в объемных образцах и изделиях. Использовался опыт ПИЯФ, Гатчина (дифрактометр мини-СФИНКС [14]), GKSS, Геестхахт (дифрактометр FSS [15]) и ЛНФ ОИЯИ, Дубна (дифрактометр ФДВР [1]) с применением фурье-техники в дифракции нейтронов. Все три перечисленные прибора являются TOFдифрактометрами с использованием быстрого фурье-прерывателя для модуляции интенсивности первичного пучка и применением RTOF-метода для накопления данных. функциональными узлами дифрактометра ФСД являются: источник Основными нейтронов (реактор ИБР-2 с водяным гребенчатым замедлителем), производящий импульсы тепловых нейтронов с частотой 5 Гц и длительностью ~320 мкс; длинный изогнутый зеркальный нейтроновод, очищающий пучок от быстрых нейтронов и у-лучей; быстрый фурье-прерыватель, обеспечивающий модуляцию интенсивности нейтронного пучка; прямой зеркальный нейтроновод, формирующий пучок тепловых нейтронов на

образце; детекторная система, состоящая из детекторов на углах рассеяния  $\pm 90^{\circ}$  и детектора обратного рассеяния; механические системы, включающие платформу для расположения гониометрических и нагрузочных машин, и коллимационные устройства, задающие расходимость первичного пучка и выделяющие рассеивающий объем в образце; электроника накопления данных, включающая RTOF-анализатор. Система автоматизации дифрактометра  $\Phi$ CД [16] создана на основе VME-компьютера и позволяет осуществлять локальное или дистанционное управление ходом эксперимента.



Рисунок 2 – Схема фурье-дифрактометра ФСД на импульсном реакторе ИБР-2

**3.** Определение пространственного распределения деформаций. Для того чтобы продемонстрировать возможность точного определения пространственного распределения деформаций кристаллической решетки материала, на дифрактометре ФСД был выполнен эксперимент по четырехточечному изгибу пластины. Согласно теории упругости, зависимость найденной деформации є от координаты *X* измеряемых точек, лежащих вдоль линии нагружения, должна представлять собой линейную функцию, при этом выгнутая сторона находится в состоянии чистого растяжения (без сдвига), а вогнутая – в состоянии чистого сжатия. Величина измеряемой деформации є в пластине определяется следующим выражением:

$$\varepsilon = -24f I / k^3 (3a/k - 4a^3/k^3) \tag{7}$$

где f – величина прогиба пластины, измеряемой индикатором прогиба; k – расстояние между нижними точками опоры; b – ширина пластины; a – расстояние между нижней и эта пластины;  $I = b \cdot h^3 / 12 - b \cdot h^3 / 12$ верхней точками опоры п ε, 10<sup>-4</sup> 15 момент инерции сечени мации в зависимости от координаты z вдоль верти выражением: 10 \$\$<sup>\$</sup> (8) 5 где *P* – приложенная нагр 0 -5 10 -1520 -1010 20

Х. мм

Рисунок 3 – Зависимость деформации образца от координаты Х измеряемой точки.

Начало координат помещено в центр пластины

Вычисление среднего экспериментально полученного значения модуля Юнга дает значение с довери-тельными границами случайной погрешности при доверительной вероятности P = 0.95,  $\langle E \rangle_{cp} = 68.62 \pm 0.82$  ГПа, при этом ошибка не превышает 3.5%

Экспериментально полученные значения модуля Юнга для сплава Д16

Е, ГПа	67.212	69.948	68.788	68.511
$\sigma^2$	1.968	1.778	0.03	0.011

Полученное экспериментальное значение. Экспериментально полученная на ФСД зависимость дефор-мации є от координаты X (расстояние до центра образца) показана на рисунке 6. Из этого рисунка хорошо видно, что экспериментально полученные значения

деформации на различных расстояниях до центра пластины хорошо описываются линейной функцией, соответствующей теоретической.

Заключение. Проведенные эксперименты показали, параметры ФСЛ что соответствуют ожидаемым. Достигнут необходимый для измерений внутренних напряжений уровень разрешающей способности для 90-градусных и ВЅ-детекторов, что делает возможным проведение физических экспериментов. Имеющееся вспомогательное оборудование (нагрузочные машины, зеркальная печь MF2000, ниометр HUBER) позволяет в широких пределах варьировать условия экспериментов. Ближайшие планы развития ФСД включают дальнейшее развитие детекторной системы, электроники и программного обеспечения.

#### ЛИТЕРАТУРА

1 Aksenov V.L., Balagurov A.M., Simkin V.G. et al. // J. Neutron Res. – 1997. – Vol. 5. – P. 181.

2 Balagurov A.M. // Neutron News. - 2005. - Vol. 16. - P. 8.

3 Bokuchava G.D., Tamonov A.V., Shamsutdinov N.R. et al. // J. Neutron Res. – 2001. – Vol. 9. – P. 255.

4 Tamonov A.V., Sumin V.V. // J. Neutron Res. - 2004. - Vol. 12 (1-3). - P. 69.

5 Schreiber J., Richter V., Bokuchava G. et al. // Proc. Eur. Conf. «Hard Materials and Diamond Tooling». – Eur. Powder Metallurgy Association, 2002. – P. 114.

6 Аксенов В.Л., Балагуров А.М., Бокучава Г.Д. и др. // Матер. Нац. конф. РСНЭ'97. – Дубна, 1997. – Т. 1. – С. 69.

7 Bokuchava G.D., Schreiber J., Shamsutdinov N. et al. // Physica B: Condens. Matter. – 2000. – Vol. 276-278. – P. 884.

8 Bokuchava G.D., Luzin V.V., Schreiber J. et al. // Textures and Microstructures. – 1999. – Vol. 33. – P. 279.

9 Bokuchava G.D., Aksenov V.L., Balagurov A.M. et al. // Appl. Phys. A: Mater. Sci. Processing. – 2002. – Vol. 74. – Suppl. 1. – P. s86.

10 Balagurov A.M., Bokuchava G.D., Kuzmin E.S. et al. // Z. Kristallographie. – 2006. – Supplement Issue N 23. – P. 217.

11 Аксенов В.Л., Балагуров А.М., Бокучава Г.Д. и др. // Сообщения ОИЯИ. – 2001. – № P13\_2001\_30.

12 Allen A.J., Hutchings M.T., Windsor C.G. // Adv. Phys. - 1985. - Vol. 34, N 4. - P. 445.

13 Hiismaki P., Poyry H., Tiitta A. // J. Appl. Cryst. - 1988. - Vol. 21. - P. 349.

14 Hiismaki P., Trounov V.A., Antson O. et al. // Proc. Conf. «Neutron Scattering in the Nineties». – Vienna, IAEA. 1985. – P. 453.

15 Schroder J., Kudryashev V.A., Keuter J.M. et al. // J. Neutron Research. – 1994. – Vol. 2. – P. 129

16 Богдзель А.А., Бокучава Г.Д., Бутенко В.А. и др. // Препринт № Р10\_2004\_21. – ОИЯИ. 2004.

### REFERENCES

1 Aksenov V.L., Balagurov A.M., Simkin V.G. et al. J. Neutron Res. 1997, V. 5. P.181.

2 Balagurov A.M. Neutron News. 2005, V. 16. P. 8.

3 Bokuchava G.D., Tamonov A.V., Shamsutdinov N.R. et al. *J. Neutron Res.* **2001,** V. 9. P. 255.

4 Tamonov A.V., Sumin V.V. J. Neutron Res. 2004. V. 12 (1-3). P.69.

5 Schreiber J., Richter V., Bokuchava G. et al. *Proc. Eur. Conf. "Hard Materials and Diamond Tooling". Eur. Powder Metallurgy Association*, **2002**, P. 114.

6 Aksenov V.L., Balagurov A.M., Bokuchava G.D. i dr. *Mater. Nac. konf. RSNJe'97, Dubna*, **1997**, T.1. S. 69. (in Russ.)

7 Bokuchava G.D., Schreiber J., Shamsutdinov N. et al. *Physica B: Condens. Matter.* **2000**, V.276 -278. P.884.

8 Bokuchava G.D., Luzin V.V., Schreiber J. et al. *Textures and Microstructures*. **1999**, V.33. P.279.

9 Bokuchava G.D., Aksenov V.L., Balagurov A.M. et al. Appl. Phys. A: Mater. Sci. Processing. 2002, V. 74. Suppl.1. P. s86.

10 Balagurov A.M., Bokuchava G.D., Kuzmin E.S. et al. Z. Kristallographie. 2006, Supplement Issue № 23, P.217.

11 Bogdzel' A.A., Bokuchava G.D., Butenko V.A. i dr. Preprint № R10, 2004, 21. (In Russ.).

12 Allen A.J., Hutchings M.T., Windsor C.G. Adv. Phys. 1985, V. 34, №4, P.445.

13 Hiismaki P., Poyry H., Tiitta A. J. Appl. Cryst. 1988, V.21. P.349.

14 Hiismaki P., Trounov V.A., Antson O. et al. *Proc. Conf. "Neutron Scattering in the Nineties", Vienna. IAEA.* **1985,** P. 453.

15 Schroder J., Kudryashev V.A., Keuter J.M. et al. J. Neutron Research. 1994, V. 2. P. 129

16 Bogdzel' A.A., Bokuchava G.D., Butenko V.A. i dr. *Preprint № R10*, **2004**, 21. OIJaI. **2004**, (in Russ.).

### Резюме

М. Дінейхан<sup>1</sup>, В. В. Сумин<sup>2</sup>, Д. Т. Азнабаев<sup>2</sup>, Д. М. Жансейітов<sup>1</sup>, Б. Мұхаметұлы<sup>1</sup>, Ч. Дауылбаев<sup>2</sup>

(1әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы қ.;

<sup>2</sup>Франк атындағы Нейтрондық физика зертханасы, Дубна қ., Ресей)

# НЕЙТРОНДЫҚ ФУРЬЕ-ДИФРАКТОМЕТР КӨМЕГІМЕН МАТЕРИАЛДАРДА ЖӘНЕ ӨНДІРІСТЕ ҚОЛДАНЫЛАТЫН БҰЙЫМДАРДА ҚАЛДЫҚ КЕРНЕУДІ ЗЕРТТЕУ

Нейтрондық дифракция көмегімен материалдардағы қалдық кернеуді зерттеу нейтрондардың жоғары ену мүмкіндігінің арқасында әлемде кең қолданысқа ие. Сондықтан қалдық кернеуді зерттеу мақсатында Біріккен ядролық зерттеулер институты И. М. Франк атындағы Нейтрондық физика зертханасының (Ресей, Дубна), ИБР-2 реаторының № 11а каналында нейтрондық-фурье дифрактрометрі құрылған. Бұл құрылғы арнайы корреляциаланған әдіс көмегімен (алғашқы нейтрондық шоқ қарқындылығы модулдеу және мәліметтерді RTOF-әдісін қолдану арқылы жинақтау үшін жылдам фурье – үзгіші қолданылады) жоғары сапалы дифракциялық спектр  $\Delta d/d = 4 \cdot 10^{-3}$  алуға мүмкіндік береді. Бұл дифрактрометр қалдық кернеуді зерттеудегі әлемдік және ресейлік тәжірибелерді ескере жасалды. Бұл жұмыста ФСД дифрактрометрі және оның қазіргі күйі сипатталған.

Кілт сөздер: кристалдық тор, микрокернеу, Дебай-Валлер факторы.

### Summary

M. Dineykhan<sup>1</sup>, V. V. Sumin<sup>2</sup>, D. T. Aznabaev<sup>2</sup>, D. M. Janseitov<sup>1</sup>, B. Muxametuly<sup>1</sup>, Sh. Daulbaev<sup>2</sup>

(<sup>1</sup>Kazakh National University after al-Farabi, Almaty;

<sup>2</sup>Frank Laboratory of Neutron Physics, JINR, Dubna, Russia)

## NEUTRON FOURIER DIFFRACTOMETER FSD FOR RESIDUAL STRESS STUDIES IN MATERIALS AND INDUSTRIAL COMPONENTS.

The study of residual stresses in materials using neutron diffraction has become widespread in the world due to the high penetrating ability of neutrons. Therefore, for studies of residual stresses on the channel number 11a of the IBR-2 in FLNP JINR (Dubna, Russia) created the neutron Fourier diffractometer FSD, which, thanks to a special correlation method (using fast Fourier chopper to modulate the intensity of the primary neutron beam and using RTOF- method for data acquisition) allows high-resolution diffraction spectra  $\Delta d/d = 4.10-3$ . This diffractometer is created taking into account the world experience in the study of residual stresses in materials, also used the experience of creating this type of equipment in Russia and abroad. In this paper, the current status of FSD and the current state of the device are reported.

Keywords: crystal lattice, microstrain, Debye-Waller factor.

Поступила 27.03.2013г.