

**ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ**

14-2002-22

На правах рукописи  
УДК 539.171.4,  
539.3 + 539.4

Б - 748

**БОКУЧАВА**  
Гизо Дазмирович

**ИССЛЕДОВАНИЕ  
ВНУТРЕННИХ МЕХАНИЧЕСКИХ НАПРЯЖЕНИЙ  
В МАТЕРИАЛАХ МЕТОДОМ НЕЙТРОННОЙ ДИФРАКЦИИ**

Специальность: 01.04.07 — физика конденсированного  
состояния

Автореферат диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Дубна 2002

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики им. И.М.Франка Объединенного института ядерных исследований

**Научные руководители:** доктор физико-математических наук  
А.М. БАЛАГУРОВ  
профессор Ю. ШРАЙБЕР

**Официальные оппоненты:** доктор физико-математических наук,  
профессор Д.М. ЛЕВИН  
  
доктор физико-математических наук,  
профессор В.А. СОМЕНКОВ

**Ведущая организация:**  
Московский государственный инженерно-физический институт (Технический университет), г. Москва

Защита состоится " 9 " апреля 2002 г. в 10 час. на заседании диссертационного совета Д.720.001.06 при Лаборатории нейтронной физики им. И.М. Франка и Лаборатории ядерных реакций им. Г.Н. Флерова Объединенного института ядерных исследований (141980, г. Дубна, Московская область).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ОИЯИ.

Автореферат разослан "26" февраля 2002 г.

Ученый секретарь диссертационного совета



А.Г. Попеко

### Общая характеристика работы

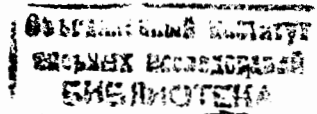
#### Актуальность темы

Исследование внутренних механических напряжений в материалах имеет как фундаментальное научное, так и прикладное значение. К фундаментальным проблемам обычно относят изучение деформаций и микродеформаций в кристаллах, возникающих при структурных фазовых переходах, деформаций, образующихся в многофазных системах, влияния текстуры материала на его механические свойства, а также задачу определения размеров кристаллитов и плотности дислокаций и их связи с внутренними напряжениями. Прикладные исследования направлены на изучение внутренних напряжений в промышленных изделиях для оптимизации соответствующих технологических процессов. К ним, например, относятся экспериментальное определение остаточных напряжений, возникающих после различных технологических операций (сварки, проката, отжига, закалки и т.д.), деформаций, возникающих под воздействием циклических нагрузок (механических и термических), радиационного облучения (например, воздействия нейтронного облучения на мартенситные превращения), гидрогенизации и др. Быстро развивающимся направлением является также исследование механических свойств новых перспективных материалов (композитов, градиентных материалов, армированных систем, металлокерамик, сплавов с памятью формы и т.д.) с целью выявления их пригодности для применения в тех или иных промышленных изделиях. Кроме того, представляет интерес экспериментальная проверка различных теоретических методов расчета напряжений.

Для исследования внутренних напряжений в материалах уже много лет используются различные методики неразрушающего контроля: дифракция рентгеновских лучей, ультразвуковое сканирование, различные магнитные методики (измерения 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 этот метод, по сравнению с остальными, практически не имеет ограничений. Данный метод появился около 15 лет назад и получил широкое распространение из-за ряда существенных преимуществ по сравнению с традиционными методиками. В отличие от традиционных методов, нейтроны могут проникать в материал на глубину до 2-3 см для сталей и до 10 см для алюминия. Достоинства метода дифракции нейтронов настолько существенны, что в течение последних 15 лет практически во всех современных нейтронных центрах созданы специализированные дифрактометры для изучения внутренних напряжений. Они созданы как на реакторах постоянной мощности - наиболее известные в Chalk River (Канада), ILL (Франция), HMI (Германия), так и на импульсных источниках нейтронов - в Los Alamos (США), RAL (Великобритания).

В ЛНФ ОИЯИ с середины 90-х годов началась систематическая работа по определению внутренних напряжений в объемных изделиях и новых перспективных материалах на нейтронном фурье-дифрактометре высокого разрешения ФДВР, установленном на 5-м канале реактора ИБР-2. Выполненные эксперименты показали эффективность фурье-дифрактометра для решения поставленных задач. За несколько лет работы на дифрактометре ФДВР проведен ряд экспериментов, характеризующих основные направления в этой области исследований: изучение механических свойств



материалов при различных режимах нагрузки, различных сварных соединений, структурных компонент различных промышленных изделий, новых перспективных материалов, градиентных структур и композитов. Результаты нейтронных экспериментов используются для оптимизации промышленных технологий.

#### Основные цели и задачи работы

Целью работы являлась разработка нового метода анализа внутренних механических напряжений в материалах с использованием нейтронной корреляционной фурье-дифрактометрии на импульсном источнике нейтронов ИБР-2, разработка и создание необходимого оборудования, проведение экспериментов по исследованию внутренних механических напряжений в конкретных материалах с целью апробирования разработанной методики и определения потенциального круга задач.

#### Научная новизна и основные результаты, выносимые на защиту

Создание нейтронного фурье-дифрактометра высокого разрешения ( $\Delta d/d \approx 1 \times 10^{-3}$ ) ФДВР на высокопоточном импульсном реакторе ИБР-2 позволило приступить к реализации программы по исследованию внутренних механических напряжений в материалах и изделиях методом дифракции нейтронов. С этой целью на базе ФДВР была создана установка для измерения внутренних механических напряжений. Данная работа проводилась в ЛНФ ОИЯИ впервые, интерес к этой теме вызван отсутствием в России аналогичных установок и острой потребностью в освоении и внедрении нового неразрушающего метода контроля внутренних напряжений в промышленных изделиях и образцах, аттестации новых перспективных материалов, исследования корреляции их микроструктуры с физическими свойствами, что весьма актуально для физического материаловедения и развития новых технологий. В диссертации приведены примеры экспериментов, иллюстрирующих области применения дифрактометра ФДВР для исследования внутренних напряжений методом дифракции нейтронов.

#### Практическая значимость работы

Полученные в диссертационной работе экспериментальные результаты важны для развития нейтронного метода определения остаточных напряжений в объемных изделиях и новых композиционных материалах. На созданной установке уже ведутся исследования сварных швов и сложнопереформированных изделий, изучается поведение материалов при усталостных испытаниях и деформировании вплоть до разрушения.

#### Структура диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы (68 наименований). Работа содержит 102 страницы, 74 рисунка и 7 таблиц.

#### Апробация работы

Основные результаты диссертационной работы докладывались на 1-й Европейской конференции по рассеянию нейтронов (Интерлакен, Швейцария, 1996), Международной конференции "Neutron Texture and Stress Analysis" (Дубна, 1997), Национальной конференции по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования материалов (РСНЭ'97) (Дубна, 1997), 2-й Европейской конференции по рассеянию нейтронов (Будапешт, Венгрия, 1999), семинарах Лаборатории нейтронной физики им. И.М. Франка.

#### Публикации

Основные материалы диссертации опубликованы в 8 работах.

#### Содержание работы

Во Введении обоснована актуальность темы исследования, сформулированы цели и задачи работы, основные положения, выносимые на защиту, и дано краткое содержание диссертации по главам.

Первая глава посвящена основным понятиям теории упругости, взаимосвязи между деформациями и напряжениями для различных теоретических моделей, классификации остаточных механических напряжений, а также проблеме влияния текстуры на остаточные напряжения в материалах. Приводится краткая сравнительная характеристика современных методов исследования остаточных напряжений.

Вторая глава посвящена экспериментальному методу исследования напряжений с помощью дифракции нейтронов. Традиционная схема нейтронного эксперимента по изучению внутренних напряжений состоит в формировании падающего и рассеянного пучков нейтронов с помощью диафрагм и/или радиальных коллиматоров и выделении в образце малого рассеивающего объема – gauge volume. При этом измеряется деформация в направлении параллельном вектору рассеяния нейтронов  $Q$ . Сканирование исследуемой области в образце с помощью gauge volume достигается перемещением образца в нужных направлениях. Суть метода состоит в измерении относительных смещений дифракционных пиков от положений, определяемых параметрами элементарной ячейки недеформированного материала. Внутренние 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, которая может быть легко преобразована в данные о внутренних напряжениях используя известные упругие константы материала. Регистрация дифракционных спектров детекторами при углах рассеяния  $2\theta = \pm 90^\circ$  позволяет одновременно определять напряжения в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Принцип определения деформации кристаллической решетки основан на применении закона Брэгга:

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

где  $\lambda$  - длина волны нейтрона,  $d_{hkl}$  - межплоскостное расстояние,  $\theta$  - угол Брэгга.

При этом деформация кристаллической решетки определяется как:

$$\varepsilon_{hkl} = (d_{hkl} - d_{hkl}^0) / d_{hkl}^0 = -\Delta\theta \cdot \operatorname{ctg} \theta \quad \text{или} \quad \varepsilon_{hkl} = (d_{hkl} - d_{hkl}^0) / d_{hkl}^0 = \Delta t / t \quad (2)$$

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  $-\Delta\theta \cdot \operatorname{ctg} \theta$ . В случае применения метода времени пролета (TOF-метод) на импульсном источнике деформация определяется по относительному изменению времени пролета нейтронов  $\Delta t / t$ . При этом в зависимости от длины волны положений пиков на шкале времени определяется условием

$$t = L/v = \lambda m L / h = 2m L d_{hkl} \sin \theta / h, \quad (3)$$

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.

Уникальность нейтронного метода исследования внутренних напряжений обусловлена следующими важнейшими особенностями:

- сохранение целостности исследуемого объекта (неразрушающий контроль);
- большая глубина сканирования исследуемого материала (до 3 см для стали);

- высокое пространственное разрешение (до 1 мм в любом направлении) при выделении gauge volume внутри исследуемого образца;
- использование TOF-метода позволяет наблюдать несколько брэгговских рефлексов одновременно и, таким образом, определять деформации для разных направлений [hkl] в кристалле для изучения анизотропии напряжений материала;
- для многофазного материала нейтроны дают информацию о распределении напряжений для каждой фазы отдельно;
- использование профильного анализа по методу Ритвельда позволяет судить о деформации, усредненной по всему gauge volume и по всем кристаллографическим направлениям [hkl], и соотношении фаз для многофазных материалов;
- величины деформаций обычно имеют порядок  $\Delta d/d \sim 10^{-3} \div 10^{-4}$ , поэтому для измерений необходимо высокое разрешение дифрактометра;
- характерные точности определения остаточных напряжений составляют  $20 \div 40$  МПа;
- наиболее оптимальная (квадратная в сечении) форма gauge volume достигается при угле рассеяния  $2\theta = 90^\circ$ ;
- анализ формы и ширины дифракционных пиков позволяет оценить микронапряжения, размер кристаллитов, плотность дислокаций и точечных дефектов в материале;
- систематические отклонения интенсивностей брэгговских пиков исследуемого материала от интенсивностей пиков для изотропного порошкового образца дают информацию о текстуре в образце для каждой фазы отдельно.

Далее дано краткое описание и основные характеристики обратного метода времени пролета с использованием быстрого фурье-прерывателя (RTOF-метод) [1], который используется на фурье-дифрактометре ФДВР для достижения высокого разрешения по межплоскостному расстоянию на нейтронном источнике с большой длительностью импульса, каким является импульсный реактор ИБР-2. Сравнительный анализ двухосных, TOF- и RTOF-дифрактометров позволяет сделать вывод о том, что основным достоинством двухосного дифрактометра является довольно большая светосила и, соответственно, возможность сканирования образца с хорошим пространственным разрешением. Поэтому для задач, требующих измерения одного определенного брэгговского пика при заданной длине волны, двухосные дифрактометры с кристаллическими монохроматорами на источнике с непрерывным потоком наиболее эффективны. В остальных случаях, когда необходимо проводить измерения в широком диапазоне по  $d_{hkl}$  для одновременной регистрации нескольких дифракционных пиков, а также когда требуется фиксированная геометрия рассеяния, метод времени пролета, используемый на TOF- и RTOF-дифрактометрах, является более предпочтительным.

На базе нейтронного фурье-дифрактометра высокого разрешения ФДВР создано оборудование для проведения экспериментов по исследованию внутренних механических напряжений. Фурье-дифрактометр ФДВР (Рис. 1) расположен на 5-м канале высокопоточного импульсного реактора ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ [2]. Источником нейтронов является реактор ИБР-2 с водяным гребенчатым замедлителем, производящий импульсы тепловых нейтронов с частотой 5 Гц и длительностью  $\sim 320$  мкс. За биологической защитой в кольцевом коридоре зала реактора расположен механический прерыватель-фильтр, предназначенный для подавления фона от быстрых нейтронов и  $\gamma$ -лучей между основными впускными реактора, вспомогательный металлический нейтронпровод и участок прямого зеркального нейтронвода. За второй стеной биологической защиты реактора расположен быстрый фурье-прерыватель, обеспечивающий модуляцию интенсивности нейтронного пучка. Фурье-прерыватель состоит из вращающегося диска ротора диаметром 540 мм и неподвижной пластины статора, которые изготовлены из

высокопрочного алюминиевого сплава. На периферии диска ротора имеются 1024 радиальные щели длиной 60 мм и шириной в середине 0.7 мм, заполненные  $Gd_2O_3$ . Аналогичные щели сделаны на пластине статора. На оси двигателя установлен оптический датчик для измерения скорости и ускорения диска, а также для формирования pick-up сигнала, поступающего на RTOF-анализатор. При максимально достижимой скорости вращения 9000 об/мин частота модуляции пучка нейтронов составляет 150 кГц, а эффективная ширина импульса нейтронов - 7 мкс, что и определяет малую ширину функции разрешения.

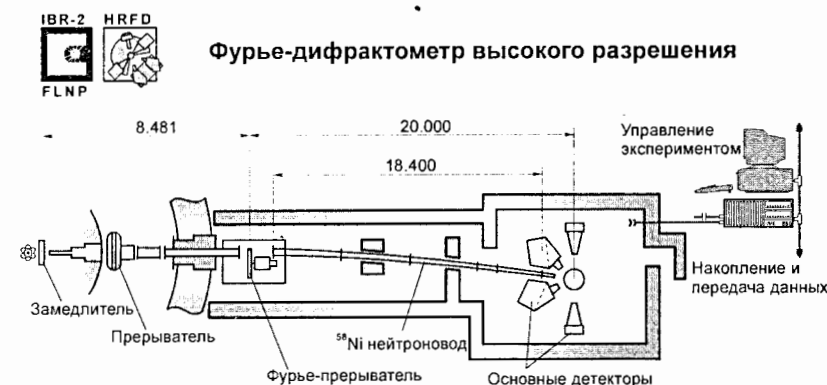


Рис. 1. Схема фурье-дифрактометра ФДВР на реакторе ИБР-2.

Для увеличения светосилы дифрактометра и уменьшения уровня фона от быстрых нейтронов и  $\gamma$ -лучей пучок тепловых нейтронов на образце формируется с помощью фокусирующего изогнутого зеркального нейтронвода длиной 18.4 м и с радиусом кривизны 2000 м, покрытого изотопом  $^{58}Ni$ . Детекторная система высокого разрешения состоит из двух детекторов при средних углах рассеяния  $2\theta = \pm 152^\circ$  и двух детекторов при средних углах рассеяния  $2\theta = \pm 90^\circ$ . Детекторы представляют собой ансамбли из сцинтилляционных  $^6Li$ -стекло, пространственное расположение которых соответствует условию временной фокусировки рассеянных на образце нейтронов. Для выделения gauge volume внутри исследуемого образца используются диафрагмы с регулируемым щелями из нитрида бора, которые устанавливаются на падающем и рассеянном пучках нейтронов и позволяют варьировать размеры gauge volume от  $1 \times 1 \times 1$  мм<sup>3</sup> до  $10 \times 10 \times 100$  мм<sup>3</sup>. Электроника накопления спектров высокого разрешения (RTOF-анализаторы), разработанная на основе современных цифровых сигнальных процессоров, позволяет регистрировать дифракционные спектры длиной до 8000 каналов. Для локального или дистанционного управления экспериментом, накопления и первичной обработки данных используется система автоматизации на основе VME. Для проведения экспериментов на ФДВР используются 5-осный гониометр "Huber" для точного позиционирования образца, нагрузочное устройство "TIRAtest" (максимальная нагрузка - 60 кН) и зеркальная печь "MF2000" на основе галогенных ламп (максимальная температура - до 1000°C).

Полный поток тепловых нейтронов на образце составляет около  $10^7$  нейтр./см<sup>2</sup>/сек. Спектральное распределение интенсивности падающего пучка нейтронов позволяет эффективно работать при  $\lambda \geq 1.12$  Å, что соответствует в шкале межплоскостных расстояний  $d_{hkl} \geq 0.58$  Å. При постоянной ширине канала RTOF-анализатора 4 мкс и длине

спектра в 8000 каналов доступный интервал в шкале  $d_{hkl}$  составляет 3.09 Å, что позволяет регистрировать дифракционные спектры в интервале  $d_{hkl} = 0.58+3.67$  Å. Характерный дифракционный спектр высокого разрешения, измеренный на стандартном образце Ge при максимальной скорости вращения фурье-прерывателя  $V_{max}=4000$  об/мин, показан на Рис. 2. Соответствующая зависимость функции разрешения от межплоскостного расстояния  $d_{hkl}$  представлена на Рис. 3. При максимальной скорости вращения фурье-прерывателя  $V_{max}=4000$  об/мин эффективная ширина импульса нейтронов составляет 14.65 мкс, и, соответственно, полное разрешение ФДВР равно  $\Delta d/d=1.67 \cdot 10^{-3}$  при  $2\theta=152^\circ$  и  $\Delta d/d=4.20 \cdot 10^{-3}$  при  $2\theta=90^\circ$  (для  $d_{hkl} = 2$  Å). Эффективная ширина импульса нейтронов, а, следовательно, и временной вклад в функцию разрешения, уменьшается как  $1/V_{max}$ . Однако при этом уменьшается и амплитуда дифракционных пиков высокого разрешения, что обусловлено наличием геометрического вклада в функцию разрешения. Таким образом, возможен выбор оптимальных параметров дифрактометра в ходе эксперимента, исходя из необходимого уровня разрешения и интенсивности дифракционных пиков.

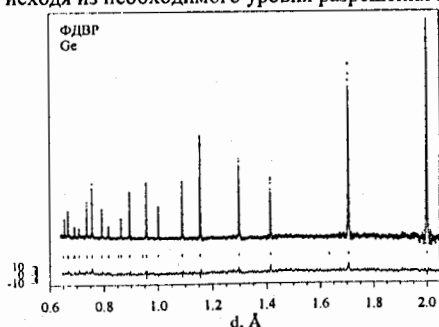


Рис. 2. Участок дифракционного спектра высокого разрешения от стандартного образца Ge, измеренного на ФДВР и обработанного по методу Ритвельда. Штрихами указаны положения дифракционных пиков.

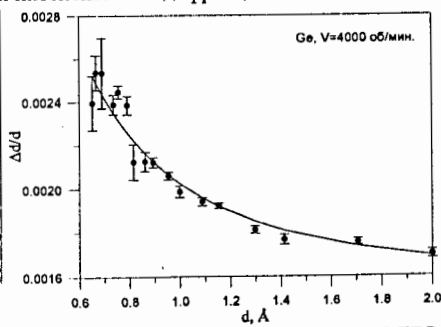


Рис. 3. Функция разрешения ФДВР, измеренная на образце Ge при максимальной скорости вращения фурье-прерывателя  $V_{max}=4000$  об/мин. Сплошной линией представлена расчетная кривая.

В третьей главе рассмотрены результаты экспериментов по изучению механических свойств аустенитной стали X6CrNiTi1810, имеющей широкое технологическое применение из-за высокой прочности и устойчивости к коррозии. Исследуемый материал имел следующий химический состав (об. %): C - 0.04, Si - 0.44, Mn - 1.14, P - 0.033, S - 0.004, Cr - 17.74, Ni - 9.30, Ti - 0.35.

В первой части третьей главы приведены результаты по изучению упругих свойств данного материала при одноосной внешней нагрузке. Тестовый образец подвергался растяжению в специальном нагрузочном устройстве "TIRAtest" в нейтронном пучке, при этом регистрировались дифракционные спектры при определенных значениях внешней нагрузки. Деформации измерялись при двух различных ориентациях образца в пучке: при направлении внешней нагрузки параллельном и перпендикулярном вектору рассеяния Q (Рис. 4). Величина деформации в продольном и перпендикулярном направлениях также независимо определялась по относительному изменению размеров образца с помощью двух тензометрических датчиков. Деформации для всех рефлексов (hkl) определялись из относительных смещений пиков, а также из относительных изменений параметра решетки

по результатам обработки дифракционных спектров методом профильного анализа по Ритвельду, что соответствует усредненно деформации по всем кристаллографическим направлениям [hkl]. В пластической области при величине приложенной нагрузки ~250 МПа наблюдалось отклонение показаний тензометрических датчиков от линейного закона. При этом деформации, определенные из нейтронных спектров, такого явного отклонения от линейной зависимости не обнаруживают, но при этом происходит уширение дифракционных пиков (Рис. 5). Данное поведение дифракционных пиков является характерным для режима пластической деформации.

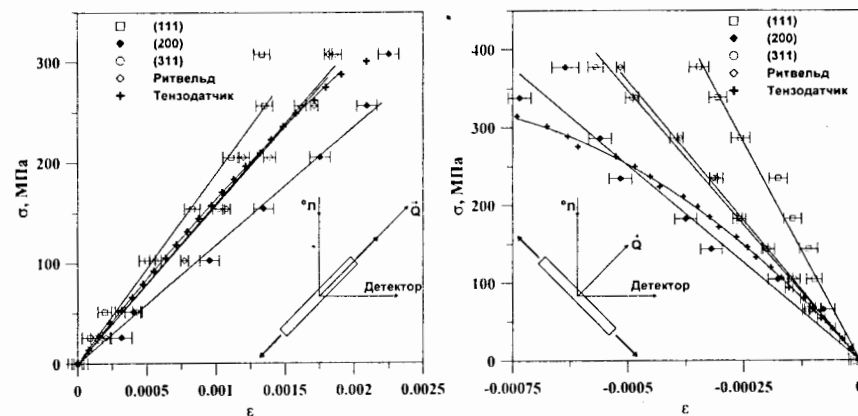


Рис. 4. Деформации, измеренные в направлении параллельном (слева) и перпендикулярном (справа) приложенной нагрузке. Также показаны деформации, определенные тензометрическими датчиками и по результатам профильного анализа.

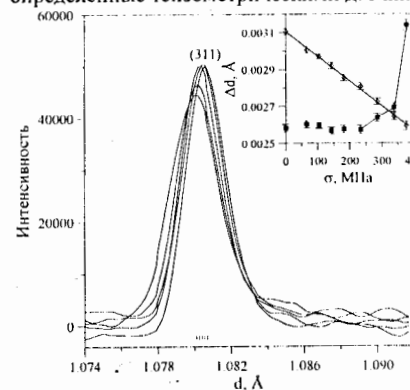


Рис. 5. Влияние внешней нагрузки на смещение и ширину дифракционного пика (311). На вставке показаны зависимости положения  $d$  и ширины  $\Delta d$  пика (311) от внешней нагрузки. Вектор рассеяния Q перпендикулярен нагрузке.

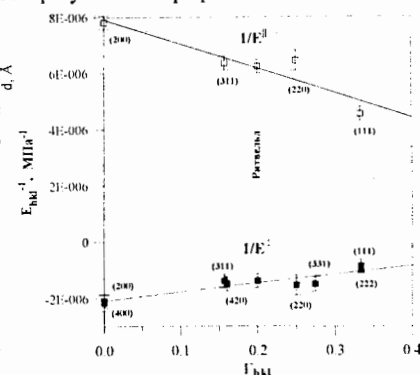


Рис. 6. Зависимости упругих модулей  $E_{hkl}^{II}$  и  $E_{hkl}^I$  от фактора деформации  $\Gamma_{hkl}$ .

В упругой области из линейных зависимостей деформации от напряжения были вычислены модули Юнга  $E_{hkl}^{||}$  и  $E_{hkl}^{\perp}$  для двух направлений. Для определения упругих констант  $S_{11}$ ,  $S_{12}$  и  $S_{44}$  была выбрана модель Хилла [3], согласно которой модули Юнга  $E_{hkl}^{||}$  и  $E_{hkl}^{\perp}$  линейно зависят от фактора анизотропии  $\Gamma_{hkl}$  (Рис. 6). Таким образом, для исследуемого материала были получены следующие значения упругих констант:  $S_{11} = 6.70 \times 10^{-6}$  МПа<sup>-1</sup>,  $S_{12} = -2.24 \times 10^{-6}$  МПа<sup>-1</sup> и  $S_{44} = 12.43 \times 10^{-6}$  МПа<sup>-1</sup>.

Во второй части третьей главы рассмотрены результаты экспериментов по определению остаточных механических напряжений для двух серий образцов LCF и HCF с различной степенью циклической усталости материала, изготовленных из той же стали. Серия цилиндрических образцов LCF подвергалась различному числу циклов растяжения-сжатия с максимальной амплитудой деформации  $\pm 0.6\%$  и частотой 0.1 Гц. Экспериментально определенное число циклов, соответствующее полной усталости материала с появлением трещин и началом усталостного разрушения, оказалось равным  $N_{max} \approx 1020$ . С ростом степени усталости материала  $N/N_{max}$  наблюдалось появление мартенситной фазы (Рис. 7), вызванное пластической деформацией исходного аустенита.

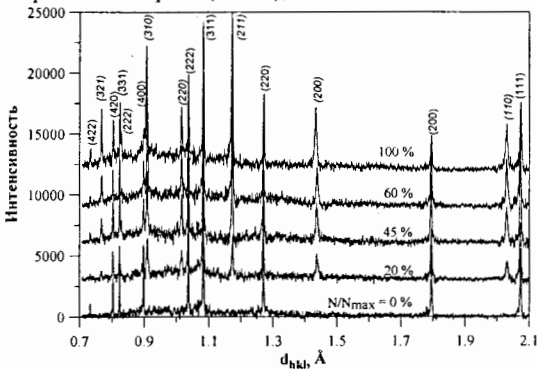


Рис. 7. Изменение дифракционного спектра аустенитной стали в зависимости от степени усталости материала. Индексы Миллера для мартенситной фазы указаны курсивом.

Для фазы мартенсита наблюдались дифракционные пики, характерные для кубической структуры  $\alpha$ -железа (пр. гр. Im3m), т.к. для изучаемого материала степень тетрагональности мартенситной фазы незначительна из-за низкого содержания углерода в данной марке стали - 0.04%. При увеличении степени усталости материала  $N/N_{max}$  наблюдался рост объемной доли мартенсита (Рис. 8). Остаточные деформации для обеих фаз были измерены в радиальном и осевом направлениях в предположении цилиндрической симметрии распределения напряжений в данных образцах. Для расчета напряжений из измеренных остаточных деформаций (Рис. 9) в аустените использовались упругие константы, определенные в предыдущем эксперименте с нагрузочным устройством, для мартенсита использовались данные из литературы [4]. Следует заметить, что в аустенитной фазе преобладают главным образом сжимающие напряжения, в то время как в мартенсите - растягивающие. Анализ поведения ширины пиков указывает на частичную релаксацию микронапряжений при увеличении степени усталости материала. Наиболее вероятно, что данное явление связано с ростом микротрещин в материале. Этот эффект сильнее выражен для более хрупкого мартенсита.

Обычно рост мартенситной фазы начинается на границах зерен в исходной аустенитной структуре после термической обработки или пластической деформации. Образующийся при этом мартенсит формирует структуру в виде ориентированных игл или пластин, что может привести к появлению текстуры в материале. В самом деле, измеренные дифракционные спектры указывают на наличие текстуры в образце и ее изменении с ростом степени усталости материала. На дифрактометре HCBP на реакторе

ИБР-2. были измерены полюсные фигуры для аустенитной и мартенситной фаз в зависимости от степени усталости. После обработки полюсных фигур методом Бунге получены зависимости индексов текстуры (Рис. 10) для обеих фаз в зависимости от степени усталости, что позволяет количественно охарактеризовать текстуру материала. Примечательно, что с ростом усталости острота текстуры для мартенсита падает, а для аустенита - возрастает. Следует заметить, что острота текстуры для обеих фаз довольно мала, о чем свидетельствуют абсолютные величины текстурного индекса. Как известно, влияние текстуры в наибольшей степени сказывается на распределении напряжений в материалах с низкой симметрией кристаллической решетки и в наименьшей степени - для материалов с кубической структурой. Таким образом, в данном случае влияние текстурных поправок на величину остаточных напряжений является незначительным, и ими можно пренебречь при оценке напряжений.

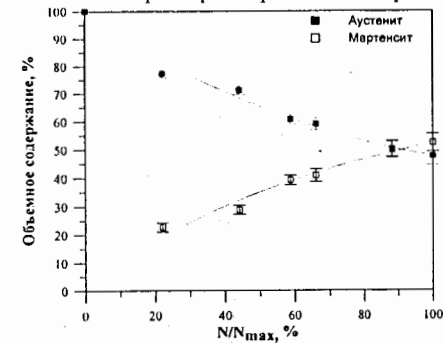


Рис. 8. Зависимости объемных долей аустенитной и мартенситной фаз от степени усталости, полученные из результатов профильного анализа по методу Ритвельда.

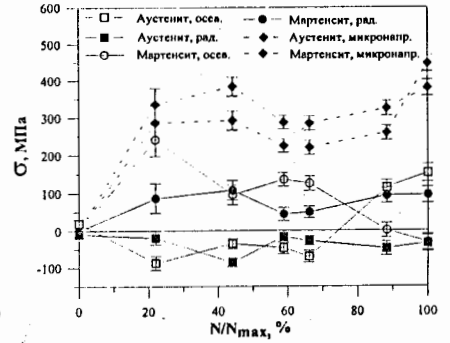


Рис. 9. Остаточные механические напряжения и микронапряжения в аустенитной и мартенситной фазах в зависимости от степени усталости.

Серия цилиндрических образцов HCF была подвергнута большому количеству циклов растяжения-сжатия ( $N_{max} = 2 \cdot 10^6$ ) с меньшей максимальной амплитудой деформации ( $\pm 0.1\%$ ) в отличие от серии LCF. Частота циклов растяжения-сжатия была такой же - 0.1 Гц. В данном эксперименте для образцов с числом циклов нагрузки  $N < 10^6$  наблюдались только дифракционные пики от аустенитной фазы. Для образцов с  $N \geq 10^6$  помимо аустенитной фазы также наблюдались рефлексы от кубической мартенситной структуры. Причем согласно результатам профильной подгонки спектров по методу Ритвельда объемная доля мартенсита линейно возрастает при увеличении числа циклов нагрузки  $N$ , тем не менее, абсолютное значение объемного содержания мартенсита в данной серии образцов невелико: от 5% до 12%. Анализ интенсивностей дифракционных пиков показал, что в аустенитной фазе текстура отсутствует. Что касается мартенситной фазы, то и в этом случае заметной преимущественной ориентации не выявлено. Однако количественно оценить текстуру в мартенсите довольно затруднительно вследствие малого объемного содержания этой фазы. Как и в серии LCF, остаточные напряжения в аустените являются главным образом сжимающими и имеют величину порядка 100 МПа. Ширины дифракционных рефлексов аустенита имеют тенденцию к увеличению с ростом  $N$ , что свидетельствует о росте микронапряжений в материале. Сравнение зависимостей ширины дифракционных пиков  $\Delta d$  от межплоскостного расстояния  $d$  для исследуемых

образцов с эталонным образцом позволило определить величины микродеформаций в аустените (Рис. 11), которые были использованы для оценки плотности дислокаций, которая увеличивается с ростом  $N$  от  $2 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$  до  $3 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$  для аустенита.

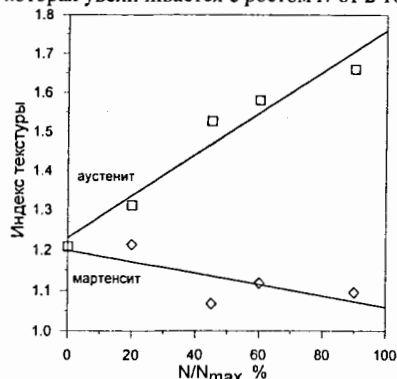


Рис. 10. Зависимости индексов текстуры, определенных методом Бунге, для аустенитной и мартенситной фаз в зависимости от степени усталости.

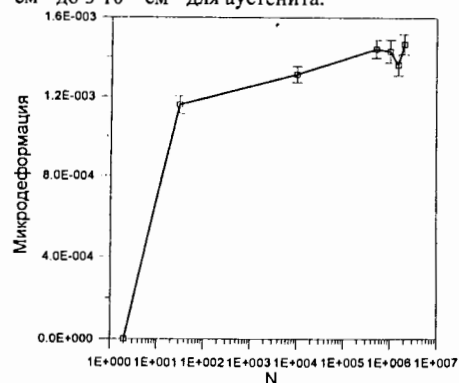


Рис. 11. Зависимость микродеформаций в аустените, определенных из анализа функции разрешения, от числа циклов растяжения-сжатия  $N$ .

Четвертая глава посвящена изучению напряжений в новых перспективных композиционных и градиентных материалах, которые могут использоваться в различных промышленных изделиях. В первой части этой главы анализируются остаточные напряжения в композитах с керамической матрицей  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$  в зависимости от содержания металлической фазы и микроструктуры. Развитие технологии получения передовых материалов привело к новому способу изготовления композитов, при котором металл инфильтрируется в пористую керамическую матрицу при помощи газового давления [5], формируя глубоко проникающую сетчатую микроструктуру. При этом хрупкие керамические материалы упрочняются включением эластичной фазы, обычно металлом, что позволяет улучшать механические характеристики таких композитов. Обычно металл инфильтрируется в матрицу при температурах немного превышающих температуру плавления металла. Типичными материалами такого рода являются композиты  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ , в которых металлическая Al фаза инфильтрирована в пористую керамическую  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  матрицу. Вследствие существенной разности в коэффициентах теплового расширения двух фаз (для  $\text{Al}_2\text{O}_3$  -  $\alpha=8.3 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ , для Al -  $\alpha=22.5 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ) в композитах  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$  возникают значительные по величине остаточные напряжения. Это явление исследовалось и ранее в композитах с металлической матрицей [6], в керамических композитах  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$  [7] и т.д. Отмечалось, что зачастую растягивающие остаточные напряжения в более мягкой фазе в несколько раз превышают напряжение пластического течения, что объясняется высокой степенью механической стесненности в такого рода микроструктурах.

На ФДВР были исследованы две серии композитов  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$  со средним размером металлических включений 0.1 мкм и 1 мкм. В каждой из этих серий пористость матрицы и, соответственно, объемная доля Al была 15%, 25% и 35%. По результатам обработки спектров по методу Ритвельда для матрицы были определены изменения параметров решетки  $a$  и  $c$  в зависимости от содержания и среднего размера металлических

включений, а также соответствующие остаточные деформации, усредненные по всем доступным рефлексам (hkl). В исследуемых композитах фаза  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , в основном, находилась под действием напряжений сжатия, а металлическая фаза - под действием напряжений растяжения (Рис. 12). С увеличением объемной доли Al-фазы величина растягивающего напряжения в этой фазе линейно уменьшается. Аналогичное уменьшение растягивающего напряжения в Al-фазе наблюдается также при увеличении среднего размера металлических включений. При этом поведение сжимающего напряжения в матрице носит более сложный характер и существенно зависит от микроструктуры композита. Анализ ширины дифракционных пиков позволил оценить уровень микронапряжений для обеих фаз. Примечательно, что в этом случае величина микронапряжения в Al-фазе возрастает с увеличением объемной доли этой фазы в отличие от напряжений, определенных по смещениям дифракционных пиков. При увеличении среднего размера металлических включений величина микронапряжения в Al-фазе уменьшается, как и в случае макронапряжений.

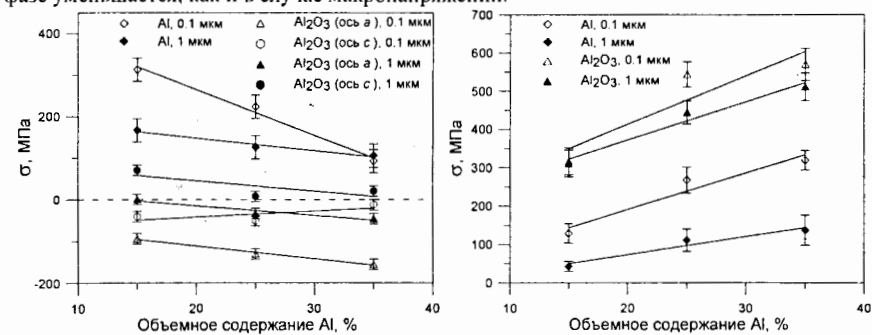


Рис. 12. Остаточные напряжения (слева) и микронапряжения (справа) в композите  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$  в зависимости от объемной доли и среднего размера включений Al.

Эксперименты, проведенные на текстурном дифрактометре СКАТ на реакторе ИБР-2, показали наличие острой текстуры в Al-фазе, в то время как в  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -матрице текстура отсутствовала. Для Al-фазы были измерены полюсные фигуры для рефлексов (111), (200) и (220). Было обнаружено, что текстура Al-фазы не имеет какого-либо определенного распределения и представляет собой набор отдельных  $\delta$ -функций разных интенсивностей. Данные результаты могут интерпретироваться как рассеяние от небольшого числа монокристаллических зерен различного размера, которые не имеют какой-либо предпочтительной ориентации. Таким образом, оказалось невозможным представить текстуру Al-фазы в виде непрерывной функции и проанализировать ее стандартными методами. В принципе, учитывая технологию изготовления таких композитов, возможно предположить образование сетчатой структуры Al-фазы при ее кристаллизации в виде небольшого числа монокристаллических кластеров достаточно больших размеров. Аналогичные результаты были получены при измерении текстуры для данного композита и на рентгеновском дифрактометре Seifert XRD 3000 PTS во Фраунгоферовском институте неразрушающих методов контроля (Дрезден, Германия). Как оказалось, текстура такого рода является характерной для материалов, полученных с помощью инфильтрации жидкого металла под давлением, что подтверждается на примере материалов W/Cu.



Во второй части четвертой главы приведены результаты исследований остаточных напряжений в градиентных материалах W/Cu. В современных технологиях зачастую требуется применение материалов с уникальным набором свойств, которыми не обладают отдельно взятые химические элементы. Решение данной проблемы достигается изготовлением композиционных материалов, состоящих из компонент, которые по отдельности обладают необходимым набором свойств. Одним из таких перспективных материалов являются W/Cu композиты. Вольфрам характеризуется высокой температурой плавления, прочностью, но, в то же время, и довольно низкой теплопроводностью. Медь, в свою очередь, обладает высокой тепло- и электропроводностью, но имеет сравнительно низкие прочностные свойства и невысокую температурой плавления. Совмещение данных свойств в едином композите W/Cu делает его весьма перспективным для применения в качестве конструкционного материала в реакторостроении, контактного материала в высоковольтных переключателях, контактного материала для охлаждения подложек в микроэлектронике и т.д. Кроме того, для различных технологических нужд весьма перспективно применение композитов W/Cu с градиентом объемного содержания фаз вдоль какого-либо направления в образце - так называемых градиентных материалов, которые в последнее время находят все большее применение [8].

Одним из способов изготовления градиентных образцов W/Cu является метод горячего изостатического прессования порошков меди и вольфрама со ступенчато увеличивающимся содержанием вольфрама. Для исследования остаточных напряжений в Техническом университете Дрездена (Германия) был изготовлен цилиндрический образец со ступенчатым градиентом из 8-ми слоев. Экспериментально определенное распределение остаточных напряжений в меди вдоль градиента носит достаточно гладкий характер, величина напряжений превышает предел текучести для меди 60 МПа, что указывает на пластический характер деформации. При этом напряжения в меди являются в основном сжимающими, что противоречит ожиданиям. В фазе вольфрама распределение носит знакопеременный ступенчатый характер, при этом величина напряжений не превышает предел текучести для вольфрама 550 МПа. Аналогично ведет себя и макронапряжение. При этом распределение фазового состава вдоль градиента носит практически линейный характер. Такое поведение связано со скачками напряжений на границах слоев и пластическим характером деформации меди. Анализ интенсивностей дифракционных пиков показал отсутствие текстуры в обеих фазах. Одним из недостатков образцов, изготовленных по данной технологии, является повышенная хрупкость, что не позволило изучить поведение материала при внешней нагрузке. Для сравнения были исследованы остаточные напряжения в градиентных образцах W/Cu, изготовленных методом инфильтрации расплавленной меди в пористую вольфрамовую матрицу при помощи газового давления [9] в Техническом университете Дармштадта (Германия). Было обнаружено, что нейтронные данные имеют некоторое расхождение с теоретическими расчетами по методу конечных элементов, выполненными в предположении только упругих деформаций. Данный факт может объясняться пластическим характером деформаций материала, что не учитывалось при расчетах. Кроме того, как было обнаружено в дальнейших экспериментах, на окончательное распределение остаточных напряжений сильно влияют условия охлаждения (скорость и равномерность) образца после изготовления.

С целью выяснения влияния термообработки на распределение напряжений в градиентном образце W/Cu, изготовленном методом инфильтрации, был выполнен эксперимент на нейтронном дифрактометре D1A в ILL (Гренобль, Франция). С помощью gauge volume  $1 \times 1 \times 1 \text{ mm}^3$  было исследовано распределение остаточных напряжений в фазе вольфрама в зависимости от расстояния до центра образца до и после термообработки,

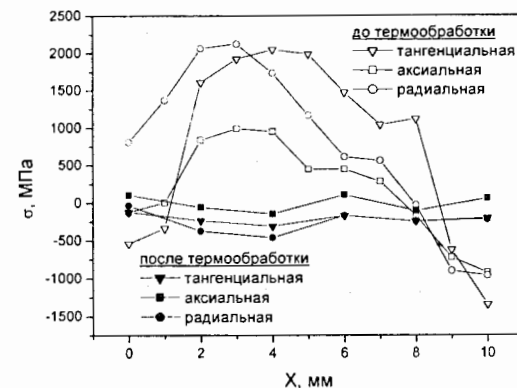


Рис. 13. Остаточные напряжения в W фазе до и после термообработки в зависимости от расстояния до центра образца для градиентного образца W/Cu, изготовленного методом инфильтрации.

термическими процессами, происходящими в образце после инфильтрации меди. Таким образом, наблюдаемые большие значения остаточных напряжений в изготовленных W/Cu образцах могут быть объяснены недостаточно медленным и/или неравновесным процессом охлаждения после изготовления данного материала. Данный факт следует учитывать, когда необходимо избегать нежелательных остаточных напряжений в данном материале при эксплуатации в условиях, где предполагаются циклические термические и механические нагрузки.

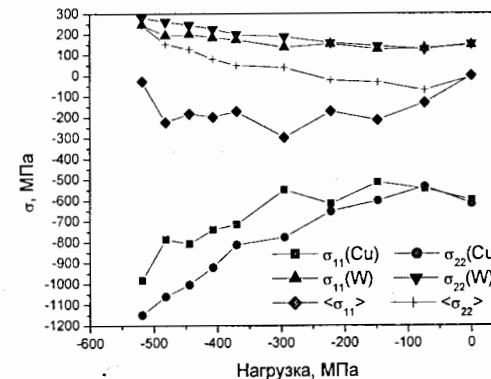


Рис. 14. Микро- и макронапряжения в гомогенном образце W/Cu (80 об. % W), изготовленном методом инфильтрации, при внешней одноосной нагрузке.

оценкам термически индуцированных напряжений, что неоднократно наблюдалось и в материалах с градиентом. В начале цикла нагружения наблюдалась частичная релаксация напряжений в обеих фазах. Причем, начиная с 300 МПа, макронапряжения становятся

которая состояла в отжиге в течение 8 часов при температуре 700°C и последующем медленном охлаждении в течение 16 часов. Было обнаружено, что в исходном состоянии в фазе вольфрама присутствуют очень большие остаточные напряжения (до 2000 МПа). После термообработки уровень остаточных напряжений резко снижается до 500 МПа (Рис. 13). Этот результат позволяет сделать вывод о том, что профиль градиента (т.е. распределение концентрации меди вдоль градиента) не оказывает большого влияния на уровень напряжений. В основном это определяется

Изучение поведения гомогенных (без градиента) образцов W/Cu (80 об. % W), изготовленных методом инфильтрации, при внешней одноосной нагрузке (сжатие) позволило исследовать распределение напряжений между фазами W и Cu. Образцы последовательно нагружались до разрушения при 520 МПа. На Рис. 14 показаны деформации в фазах Cu и W и макродеформации в зависимости от приложенной внешней нагрузки. В исходном состоянии медь находилась в состоянии сжатия, вольфрам - в растяжении. Данный факт противоречит теоретическим



нелинейными, а перераспределение напряжений между фазами носит довольно сложный характер. Это сопровождается уширением пиков в медной фазе, что свидетельствует о пластическом характере деформации в этой фазе. В целом напряжения в вольфраме растут слабо из-за локального растрескивания зерен и частичной релаксации напряжений в этой фазе. При этом основную нагрузку несет пластически деформированная медная фаза.

Кроме того, было изучено поведение гомогенного образца W/Cu (80 об. % W), изготовленного методом инфильтрации, и серии гомогенных образцов W/Cu с различным составом, изготовленных порошковым методом, в диапазоне температур 80°C - 900°C. Было обнаружено, что в области сравнительно низких температур коэффициенты линейного теплового расширения, определенные по изменению параметров решетки, сильно изменяются по сравнению с равновесными значениями для чистой меди и вольфрама. Особенно сильно этот эффект выражен в медной фазе образца, изготовленного методом инфильтрации. Данное явление объясняется наличием достаточно больших остаточных напряжений в материале, которые оказывают существенное влияние на тепловые свойства.

Анализ интенсивностей дифракционных пиков выявил сильную текстуру в медной фазе, характерную для образцов, изготовленных методом инфильтрации. Текстурированные эксперименты показали, что в фазе вольфрама текстура практически отсутствует. Напротив, фаза меди обладает сильной текстурой, которая представляет собой набор отдельных  $\delta$ -функций разных интенсивностей, как и в случае композита  $Al_2O_3/Al$ .

В пятой главе представлены результаты измерений остаточных деформаций в холоднокатаных стальных дисках, которые используются для изготовления сосудов высокого давления. На результаты процесса формовки готового изделия большое влияние оказывают остаточные внутренние напряжения, возникающие в материале после различных этапов обработки. Остаточные напряжения в дисках являются результатом прокатки и вырезания их из стального листа. Наличие остаточных напряжений в дисках выражается, в первую очередь, в отклонении от плоской поверхности краев дисков. Для оценки прочности изделия необходимо контролировать распределение остаточных напряжений быстрым и эффективным неразрушающим методом. Для этой цели успешно используются магнитные и ультразвуковые неразрушающие методы контроля [10, 11]. Однако, в отличие от рентгеновской и нейтронной дифракции магнитный и ультразвуковой методы не позволяют измерять величины деформаций непосредственно. Уровень внутренних напряжений при использовании в этих методов оценивается косвенно из скорости ультразвука или различных характеристик шумов Баркхаузена. Поэтому необходима калибровка этих методов с помощью нейтронной дифрактометрии для надежной оценки абсолютных величин напряжений. Данные эксперименты были выполнены для калибровки магнитных и ультразвуковых измерений, проведенных в Фраунгоферовском институте неразрушающих методов контроля (Дрезден/Саарбрюкен, Германия). Стальные диски № 1 и № 2 толщиной 2.5 мм и диаметром около 500 мм были изготовлены из стали следующего состава: C (0.127 %), Si (0.100 %), Mn (0.760 %), P (0.011 %), S (0.008 %), AlS (0.043 %); модуль Юнга  $E=180$  ГПа, коэффициент Пуассона  $\mu=0.3$ , предел текучести  $R_{p0.2}=276$  МПа.

При проведении нейтронного эксперимента диафрагмами из нитрида бора формировался пучок нейтронов, соответствующий gauge volume  $20 \times 20 \times 2$  мм<sup>3</sup>, что примерно соответствует измеряемому объему при магнитных и ультразвуковых измерениях. Для определения тензора деформаций  $\epsilon_{ij}$  были измерены спектры при различных ориентациях вектора рассеяния  $Q$  в определенных точках дисков на окружности радиусом  $R=230$  мм. В избранной геометрии эксперимента нормальные

компоненты тензора  $\sigma$  взаимно компенсировались из-за усреднения напряжения  $\sigma$  по толщине образца. Таким образом, определение главных компонент тензора  $\sigma$  было сведено к квазидвумерной задаче.

Оказалось, что поведение для радиальной и тангенциальной компонент деформации для дисков довольно сильно коррелирует с зависимостью неровности дисков от положения исследуемой области на окружности диска, определяемого углом  $\phi$ . Известно, что в области упругих деформаций зависимость деформации от фактора анизотропии  $\Gamma_{hkl}$  имеет линейный характер. Для исследованных дисков зависимость  $\epsilon^{hkl}$  от  $\Gamma_{hkl}$  нелинейная, что указывает на пластическую деформацию материала и большие величины межзеренных напряжений. Определенные из измеренных деформаций значения напряжений довольно велики. Величины напряжений вдоль направления прокатки существенно больше, чем предел текучести  $R_{p0.2}$  для данного материала. Значительные деформации для различных плоскостей кристаллической решетки, а также нелинейная зависимость от фактора анизотропии  $\Gamma_{hkl}$  указывают не только на наличие макроскопических остаточных напряжений (остаточные напряжения 1-го рода), но и на наличие остаточных напряжений 2-го рода в зернах.

На Рис. 15 показано поведение разности радиальной и тангенциальной компонент напряжений  $\Delta\sigma^{R-T}$ , изменения скорости ультразвука  $\Delta v$  (частота 800 кГц, расстояние источник-приемник 30 мм) и амплитуды шумов Баркхаузена  $M_{max}$ , измеренной в переменном поле (50 Гц, 10 А/см) в диапазоне частот  $10 \pm 30$  кГц. Наблюдается корреляция вычисленных значений напряжений с величинами  $\Delta v$  и  $M_{max}$ . Более того, угловая зависимость этих величин явно связана с неровностью диска  $z$ , что позволило осуществить калибровку этих методов с помощью результатов нейтронной дифракции. Существующие некоторые отклонения величин  $\Delta\sigma^{R-T}$ ,  $\Delta v$  и  $M_{max}$  от угловой зависимости могут иметь несколько причин. Наиболее вероятная из них заключена в неоднородности микроструктуры исследуемого материала. Также может оказывать влияние процедура усреднения по различным измеряемым объемам, т.к. например, глубина проникновения магнитного поля в образец всего лишь  $0.3 \pm 0.5$  мм.

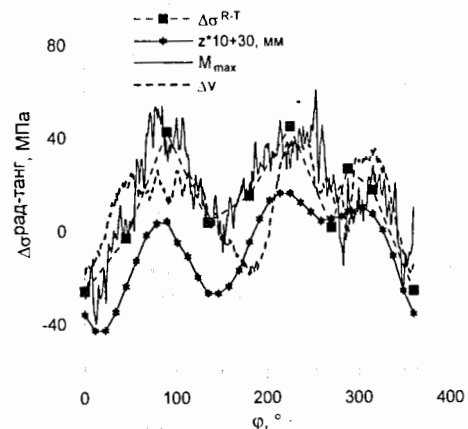


Рис. 15. Сравнение зависимостей разности радиальной и тангенциальной компонент напряжений  $\Delta\sigma^{R-T}$ , определенных для пика (211), изменения скорости ультразвука  $\Delta v$ , амплитуды шумов Баркхаузена  $M_{max}$  и неровности  $z$  диска № 2 от угла  $\phi$ .

### Основные результаты работы

В диссертационной работе приведены результаты исследований внутренних механических напряжений в материалах с помощью дифракции нейтронов и получены следующие основные результаты:

1. Разработан новый метод анализа внутренних механических напряжений в материалах с использованием нейтронной корреляционной фурье-дифрактометрии на импульсном источнике нейтронов ИБР-2, разработано и создано необходимое оборудование, проведены эксперименты по исследованию внутренних механических напряжений в конкретных материалах с целью апробирования разработанной методики и определения потенциального круга задач.
2. Исследованы механические свойства аустенитной стали X6CrNiTi1810, имеющей широкое технологическое применение. Экспериментально определены нейтронные упругие константы стали при одноосном растяжении. Определены остаточные напряжения для серий LCF и HCF образцов с различной степенью циклической усталости. Установлено, что объемная доля мартенситной фазы, возникшей в результате пластической деформации исходного аустенита, возрастает при увеличении степени усталости. Для серии LCF выявлена частичная релаксация микронапряжений в мартенсите при увеличении степени усталости, что наиболее вероятно связано с ростом микротрещин в материале, а также наблюдается изменение текстуры в обеих фазах.
3. Впервые изучены остаточные напряжения в композитах  $Al_2O_3/Al$ , изготовленных с помощью новой технологии инфильтрации металла при помощи газового давления. Наблюдены линейные зависимости остаточных напряжений и микронапряжений в обеих фазах от содержания и среднего размера металлических включений Al. Обнаружено наличие сильной текстуры в фазе Al, представляющей собой набор отдельных  $\delta$ -функций разных интенсивностей, что является характерной особенностью материалов, изготовленных методом инфильтрации.
4. Исследованы остаточные напряжения в новых градиентных материалах W/Cu. Выявлено, что образцы, изготовленные порошковым методом, демонстрируют относительно невысокий уровень остаточных напряжений, но имеют большую хрупкость по сравнению с образцами, изготовленными методом инфильтрации, что ограничивает перспективы их применения. Образцы, изготовленные методом инфильтрации, имеют существенно больший уровень напряжений, которые несут пластический характер. Установлено, что определяющую роль в распределении остаточных напряжений для этих образцов, играют условия охлаждения после изготовления, при этом профиль градиента является второстепенным фактором.
5. При одноосном сжатии в гомогенных (без градиента) образцах W/Cu, изготовленных методом инфильтрации, наблюдается перераспределение основной нагрузки в пластически деформированную медную фазу при слабом росте напряжений в вольфраме. В области температур до 400°C коэффициенты линейного теплового расширения для данных образцов сильно изменяются по сравнению с равновесными значениями для чистой меди и вольфрама из-за значительных остаточных напряжений в материале, что наиболее выражено для медной фазы.
6. Проведено исследование остаточных напряжений в холоднокатаных стальных дисках, которые используются для изготовления газовых баллонов высокого давления. Используемые традиционные методы экспрессного контроля напряжений - магнитный и акустический - являются косвенными и не дают абсолютных значений деформаций. Нейтрон-дифракционные измерения на ФДВР позволили осуществить калибровку этих методов и дать рекомендации по оптимизации технологии изготовления дисков.

### Основное содержание диссертации изложено в работах:

1. A.M.Balagurov, G.D.Bokuchava, J.Schreiber and Yu.V.Taran, "Equipment for Residual Stress Measurements with the High Resolution Fourier Diffractometer: Present Status and Prospects", Materials Science Forum, 228-231 (1996) 265-268.
2. V.L.Aksenov, A.M.Balagurov, G.D.Bokuchava, J.Schreiber and Yu.V.Taran, "Estimation of residual stress in cold rolled iron-disks using magnetic and ultrasonic methods and neutron diffraction technique", Proc. of Materials Research Society Symp., 376 (1995) 415-421.
3. A.M.Balagurov, G.D.Bokuchava, J.Schreiber, Yu.V.Taran, "Neutron diffraction investigations of stresses in austenitic steel", Physica B 234-236 (1997) 967-968.
4. G.D.Bokuchava, V.V.Luzin, J.Schreiber and Yu.V.Taran, "Residual stress investigations in austenitic steel samples with different degree of low cycle fatigue", Textures and Microstructures, 33 (1999) 279-289.
5. В.Л.Аксенов, А.М.Балагуров, Г.Д.Бокучава, А.П.Булкин, В.А.Кудряшов, В.Г.Симкин, Ю.В.Таран, В.А.Трунов, Н.Р.Шамсутдинов, Ю.Шрайбер, "Исследование внутренних механических напряжений материалов и изделий на Фурье-дифрактомере высокого разрешения ФДВР на реакторе ИБР-2", Материалы Национальной конференции по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования материалов (РСНЭ'97), 25-29 мая 1997 г., Дубна, том 1, стр. 69-74.
6. G.D. Bokuchava, N.R.Shamsutdinov, J.Schreiber and M.Stalder, "Determination of residual stresses in WCu gradient materials", Textures and Microstructures, 33 (1999) 207-217.
7. G.Bokuchava, N.Shamsutdinov, J.Schreiber, M.Stalder, "Residual stress states of graded Cu/W materials", Materials Science Forum, 308-311 (1999) 1018-1023.
8. G.D.Bokuchava, J.Schreiber, N.Shamsutdinov, M.Stalder, "Residual stress studies in graded W/Cu materials by neutron diffraction method", Physica B 276-278 (2000) 884-885.

### Цитируемая литература

- [1] P. Hiismäki, H. Poyry, A. Tiitta, *J. Appl. Cryst.* 21 (1988) 349.
- [2] V.L. Aksenov, A.M. Balagurov, V.G. Simkin et al., *J. Neutron Research* 5 (1997) 181.
- [3] R. Hill, *Proc. Phys. Soc.* A65 (1952) 349-354.
- [4] H. Benken, V. Hauk, "Röntgenographische Elastizitätskonstanten (REK) von Stählen mit Mischgefügen aus Martensit/Ferrit und Austenit", *Härterei-Tech. Mitt.*, 49, 1994.
- [5] H. Prielipp, M. Knechtel, N. Claussen, S.K. Streiffer, H. Muellejans, M. Rühle, J. Rödel, *Mat. Sci. & Eng.* A197 (1995) 19.
- [6] T.W. Clyne, P.J. Withers, "An Introduction to Metal Matrix Composites", Cambridge University Press, New York, 1993.
- [7] L.R. Thompson, R. Raj, *Acta Metall. Mater.* 42 (1994) 2447.
- [8] B.H. Rabin, I. Shiota, "Functionally gradient materials", *MRS Bulletin*, Jan.1995.
- [9] R. Jedařizik, A. Neubrand, J. Rödel, Electrochemical processing and characterization of graded tungsten/copper composites, Proc. 15<sup>th</sup> Int. Plansee Seminar, Eds.: Kneringer et. al., Vol. 1, pp. 1-15, 1997.
- [10] G. Dobmann, P. Höller, Nondestructive Determination of Material Properties and Stresses, Proc. of the 10<sup>th</sup> Int. Conf. on NDE in the Nuclear and Pressure Vessel Industries, Ohio: ASM International, 1990, p. 641.
- [11] A.J. Allen, Calibration of Portable NDE Techniques for Residual Stress Measurements, Dordrecht: Kluwer Academic Publishers and NATO Scientific Division, 1992, p. 559.

Получено 14 февраля 2002 г.