

УДК 620.172.21

**НАНОИНДЕНТИРОВАНИЕ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИФРАКЦИЕЙ НЕЙТРОНОВ ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ МАТЕРИАЛА***С. А. ЧИЖИК<sup>1</sup>, М. Л. ХЕЙФЕЦ<sup>2</sup>, Д. А. ВИНТОВ<sup>2</sup>, В. Т. ЭМ<sup>3</sup>, И. В. КАРПОВ<sup>3</sup>*<sup>1</sup>Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси<sup>2</sup>Институт прикладной физики НАН Беларуси

Минск, Беларусь

<sup>3</sup>Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»

Гатчина, Россия

UDC 620.172.21

**NANOINDENTATION AND DETERMINATION OF THE STRAIN STATE OF A MATERIAL BY NEUTRON DIFFRACTION***S. A. CHIZHIK, M. L. KHEIFETZ, D. A. VINTOV, V. T. EM, I. V. KARPOV*

**Аннотация.** При имеющейся необходимости для калибровки приборов, предназначенных для оценки напряженно-деформированного состояния металлических конструкций, в странах СНГ и за рубежом отсутствует эталон механического напряжения. На уровне атомарно-кристаллической решетки измерения ее деформации можно проводить только по результатам дифракции излучения. Наиболее точные измерения деформации возможны при использовании дифракции нейтронов.

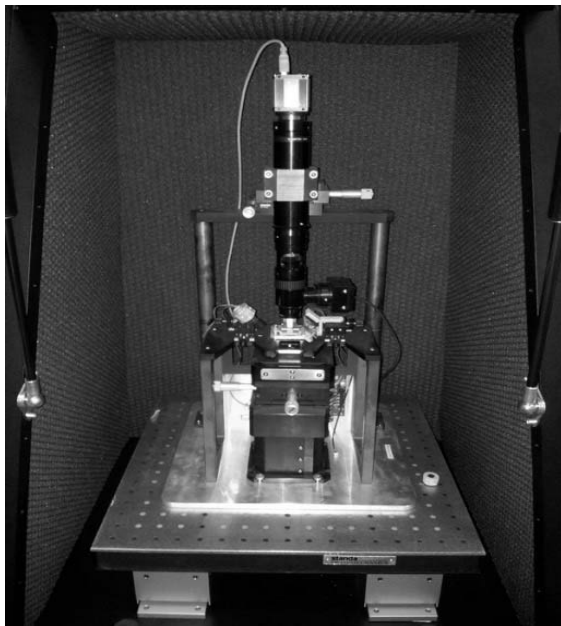
**Ключевые слова:** наноиндентирование, дифракция нейтронов, деформированное состояние материала.

**Abstract.** In the CIS countries and abroad, there is no standard of mechanical stress, which is necessary for calibrating instruments designed to assess the stress-strain state of metal structures. At the level of the atomic-crystal lattice, its deformation can be measured only from the results of radiation diffraction. The most accurate strain measurements are possible using neutron diffraction.

**Keywords:** nanoindentation, neutron diffraction, strain state of a material.

**Введение.** Изучение физико-механических характеристик на различных структурных уровнях вещества твердого тела – важнейшее направление современного материаловедения. На макроуровне материал чаще всего характеризуют твердостью, т. е. сопротивлением проникновению в тело образца другого тела – индентора. Твердость определяется по отпечатку на поверхности материала от воздействия индентора (размерность в квадратных метрах) под прилагаемой нагрузкой (с усилием в ньютонах). Соответственно, на микроуровне определяют микротвердость, а индентором является алмазный наконечник (чаще всего в форме пирамиды). На наноуровне измерение напряженно-деформированного состояния производится сканирующим зондовым микроскопом (рис. 1, а). Проникновения индентора (рис. 1, б) в твердое тело не происходит, а нанотвердость измеряют по упругому отклонению измерительной консоли зонда с алмазным наконечником-иглой.

a)



б)

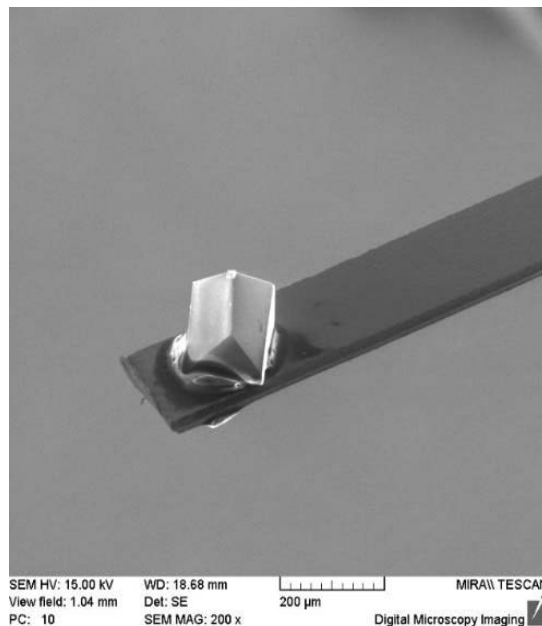


Рис. 1. Метрологический сканирующий зондовый микроскоп (а), алмазный индентор и его острие (б): характерный размер – 70...100 мкм; радиус острия – 250 нм

На уровне атомарно-кристаллической решетки измерения ее искажений (деформации) можно определить только по результатам дифракции рентгеновского или другого излучения. Наиболее точные измерения деформации решетки в настоящее время возможны при использовании дифракции нейтронов (рис. 2). Деформация решеток кристаллических и поликристаллических материалов определяет их напряженное состояние, измеряемое и рассчитываемое в ньютонах на квадратный метр.

Проблема измерения механического напряжения является сегодня весьма актуальной, особенно когда под действием нагрузок или вследствие большого срока эксплуатации происходят техногенные катастрофы.

При отсутствии эталона механического напряжения, с помощью которого должны поверяться приборы для измерения напряженно-деформированного состояния (НДС) конструкций, это сделать невозможно, т. к. каждое средство измерения имеет свою погрешность определения численного значения измеряемой величины.

Относительно недавно разработаны и приняты в международной практике нормативные документы, регламентирующие измерения механического напряжения конкретными методами неразрушающего контроля. Однако в общем случае представленные нормативные документы носят рекомендательный характер и не могут быть использованы при создании эталона механического напряжения. В то же время потребности практики требуют постоянной оценки надежности конструкций, мерой которой может служить удаленность действующих напряжений от задаваемых их предельных значений.

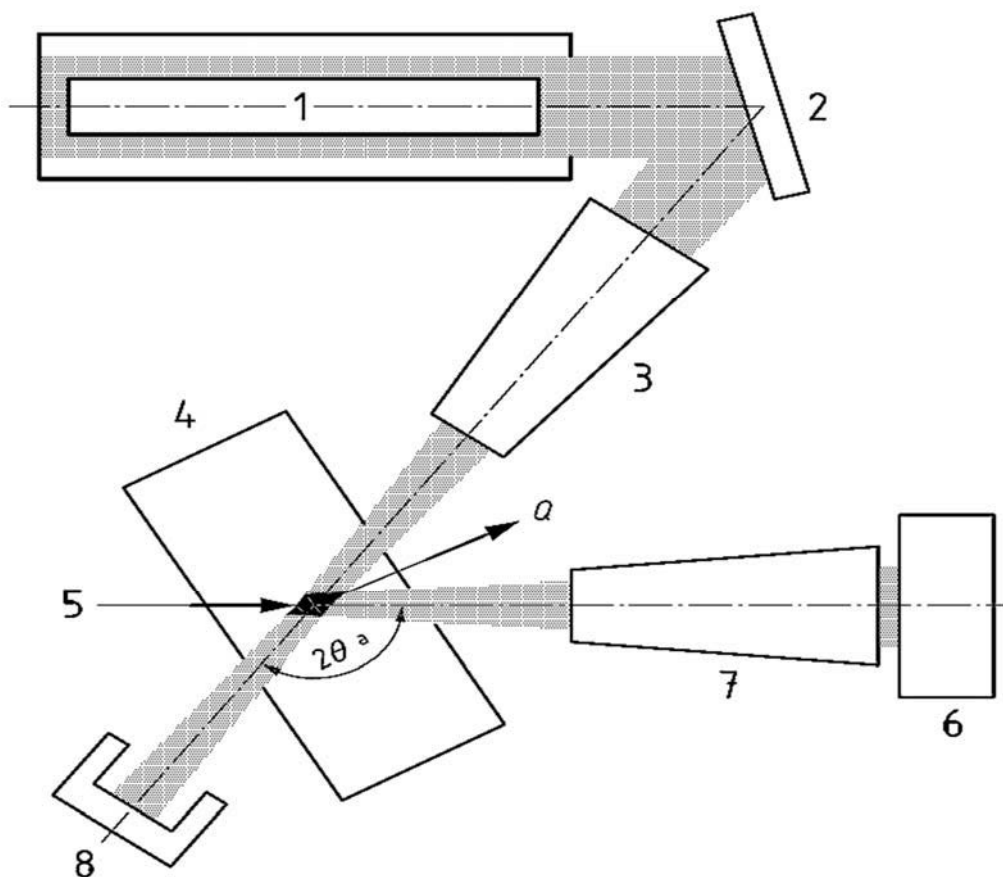


Рис. 2. Схематическое изображение дифрактометра на основе стационарного источника для определения упругой деформации кристаллической решетки: 1 – источник пучка нейтронов; 2 – монохроматор; 3 – оптическая система для фокусировки пучка нейтронов и экранирования; 4 – образец; 5 – измерительный объем; 6 – детектор; 7 – оптическая система для дифрагированного пучка и экранирования; 8 – ограничитель пучка;  $Q$  – вектор рассеяния;  $2\theta$  – угол рассеяния

**Методика и приборы измерений.** В настоящее время методы неразрушающего контроля (магнитный, вихретоковый и др.) позволяют произвести относительную оценку НДС стальных конструкций. Поскольку любое измерение есть сравнение с эталоном, то отсутствие последнего не позволяет производить измерения внутренних напряжений в сталях. Одноосный эталон не подходит для этой цели вследствие того, что в нем напряжения не зависят от величины другого главного напряжения, действующего в перпендикулярном направлении, а в реальных конструкциях напряжения всегда как минимум двухосны [1].

В связи с этим разработана концепция двухосного эталона напряжений и проведены необходимые для его изготовления аналитические расчеты. Конструктивно эталон представляет собой механическое устройство для растяжения крестообразного образца во взаимно перпендикулярных направлениях (рис. 3, а).

Форма и размеры центральной части образца подбираются таким образом, чтобы при приложенной к образцу двухосной нагрузки возникающее в центральной части НДС было наиболее однородным. Величина создаваемого

механического напряжения контролируется с помощью тензодатчиков (ТД), наклеенных на одну из сторон центральной части крестообразного образца (рис. 3, б). Противоположная сторона образца используется для проведения измерений и калибровки средств неразрушающего контроля. Толщина центральной части образца составляет 2 мм [2].

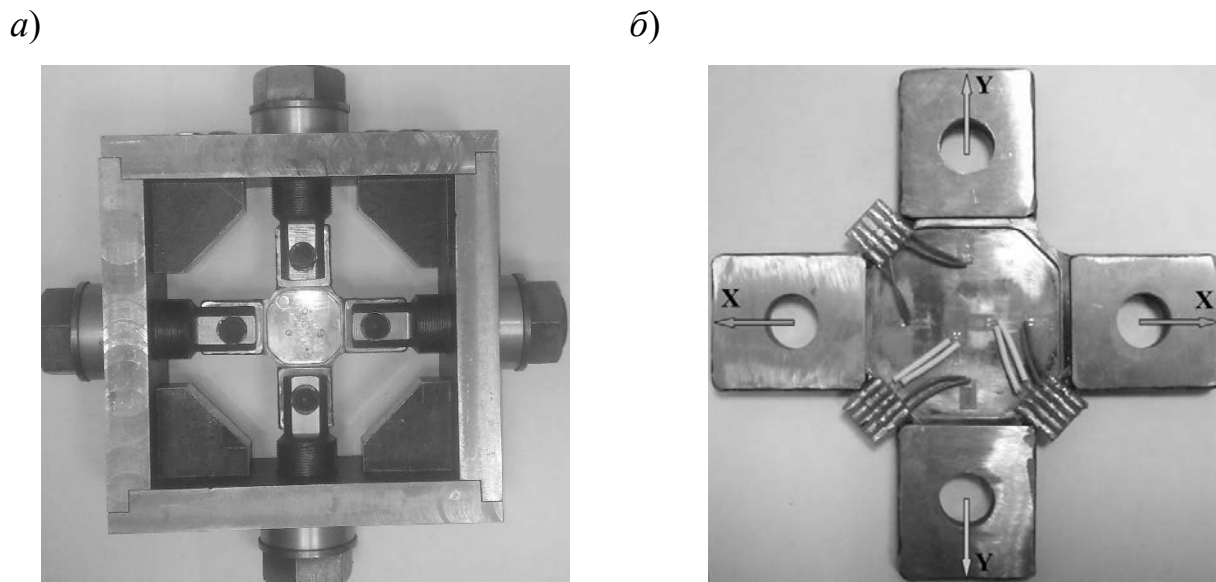


Рис. 3. Прототип двухосного эталона механического напряжения (а) и расположение тензодатчиков на поверхности одной из сторон центральной части образца (б)

Прототип двухосного эталона механического напряжения был изготовлен в Институте прикладной физики НАН Беларуси (г. Минск) и испытан на стресс-дифрактометре в НИЦ «Курчатовский институт» (г. Москва).

Стресс-дифрактометр представляет собой совокупность нескольких взаимосвязанных устройств: реактор ИР-8, горизонтальный экспериментальный канал (ГЭК-3), коллиматор, монохроматор, *Cd*-щель, гониометр для позиционирования образца, детектор ПЧД. На рис. 4 представлена схема стресс-дифрактометра, собранная в НИЦ «Курчатовский институт» [3].

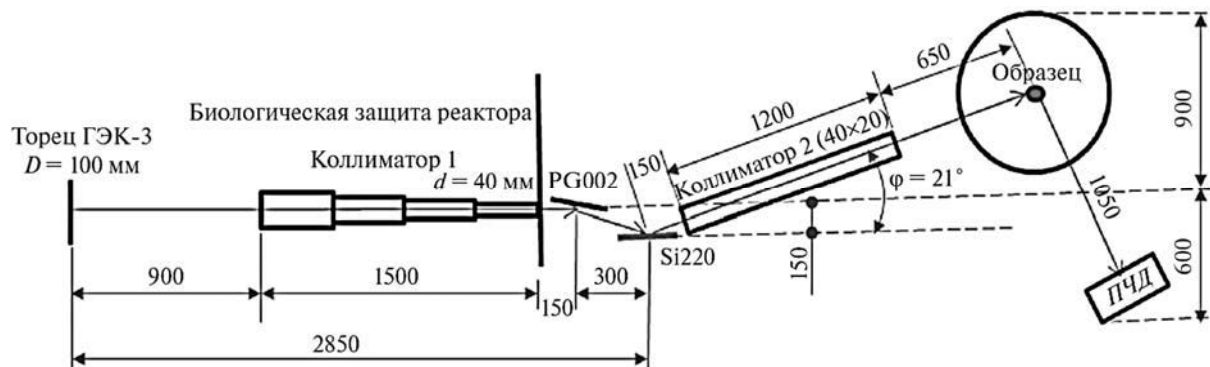


Рис. 4. Схема стресс-дифрактометра на ГЭК-3 реактора ИР-8 с двухкристалльным монохроматором PG002/Si/220 [3]

Важной задачей при исследовании напряженного состояния образца методом дифракции нейтронов (МДН) является точное определение параметра  $d_0$  для продольной и поперечной составляющей компонент тензора напряжения, который характеризует начальное состояние образца при отсутствии нагрузки.

В исследовании этот параметр используется для определения деформации нагруженного образца согласно следующему выражению:

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0}, \quad (1)$$

где  $d$ ,  $d_0$  – межплоскостные расстояния для деформированной и недеформированной решеток соответственно.

Для определения параметра  $d_0$  крестообразный образец устанавливается на гониометре. Пробный объем измерения выбирается равным  $1 \times 1 \times 3$  мм<sup>3</sup>. Путем точных перемещений движущихся частей гониометра достигается условие полного расположения пробного объема в материале образца, что должно обеспечить высокую точность измерения компонент тензора деформации.

После измерения параметра  $d_0$  крестообразный образец устанавливается в нагрузочное устройство (см. рис. 3). Затем происходит пошаговое нагружение образца и измерение в нем компонент тензора деформации (продольной и поперечной составляющей, т. к. изменение нормальной составляющей считается равным нулю из-за малой толщины исследуемой области образца).

**Результаты измерений, расчетов и обсуждение.** По вычисленным величинам компонент тензора деформации  $\varepsilon_x$ ,  $\varepsilon_y$ ,  $\varepsilon_z$  вдоль трех взаимно перпендикулярных направлений  $x$ ,  $y$ ,  $z$  при трех ориентациях образца [4], используя обобщенный закон Гука, вычисляют компоненты тензора напряжения  $\sigma_x$ ,  $\sigma_y$ ,  $\sigma_z$ :

$$\begin{cases} \sigma_x = E \left[ (1 - 2\nu)\varepsilon_x + \nu(\varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z) \right] / (1 + \nu)(1 - 2\nu); \\ \sigma_y = E \left[ (1 - 2\nu)\varepsilon_y + \nu(\varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z) \right] / (1 + \nu)(1 - 2\nu); \\ \sigma_z = E \left[ (1 - 2\nu)\varepsilon_z + \nu(\varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z) \right] / (1 + \nu)(1 - 2\nu). \end{cases} \quad (2)$$

Проблемой МДН является то, что из-за недостаточной яркости существующих источников нейтронов измерения занимают сравнительно длительное время, и это ограничивает возможности метода по пространственному разрешению ( $\sim 1$  мм<sup>3</sup>) и по глубине ( $\sim 40$  мм для стали). Также к недостаткам метода можно отнести невозможность исследования материалов, содержащих нейтронпоглощающие элементы, такие как  $B$ ,  $Cd$  [5]. Тем не менее на практике

МДН считается одним из самых точных в области измерения величины механического напряжения в образце, находящемся под нагрузкой. Поэтому ожидается, что результаты проведенного исследования будут близки к реальным значениям напряжения, к которым можно отнести показания ТД, наклеенных на исследуемый образец.

**Заключение.** Анализ проведенных исследований показал относительно небольшое расхождение результатов, полученных с помощью измерения тензодатчиками (ТД) и методом дифракции нейтронов (МДН).

Установлено некоторое выравнивание результатов измерения при увеличении нагрузки в исследуемом образце. Выравнивание результатов продольной компоненты тензора напряжений происходит быстрее по сравнению с поперечной компонентой, что может быть связано со слабо выраженной анизотропией образца.

Определение малых величин возникающего в образце напряжения МДН пока еще проблематично вследствие того, что на результаты измерения оказывает влияние статистическая погрешность.

Начальные результаты проведенного анализа позволили наметить направления дальнейших исследований, в частности, такие как уточнение влияния параметров нейтронной дифрактометрии на точность воспроизведения единицы напряжений, стабильность изучаемых свойств и др.

#### СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Sablik, M. J.** Modeling the Effects of Biaxial Stress on Magnetic Properties of Steels with Application to Biaxial Stress NDE / M. J. Sablik // *Nondestructive Testing and Evaluation*. – 1995. – Vol. 12, № 2. – P. 87–102.
2. Особенности измерения напряжений в ферромагнетиках методом эффекта Баркгаузена / В. Л. Венгринович [и др.] // *Контроль. Диагностика*. – 2017. – № 8. – С. 10–17.
3. Двухкристальный монохроматор для нейтронной стресс-дифрактометрии / В. Т. Эм [и др.] // *Приборы и техника эксперимента*. – 2017. – № 4. – С. 75–81.
4. *Introduction to the Characterization of Residual Stress by Neutron Diffraction* / M. T. Hutchings [et al.]. – London: Taylor and Francis. – 2005.
5. Исследования внутренних напряжений в материалах для атомной науки и техники / А. В. Тамонов [и др.] // *Вопросы атомной науки и техники*. – 2004. – С. 359–366.