

УДК 54–162.2

ЗАПАСАНИЕ ЭНЕРГИИ НАНОПОРОШКОМ АЛЮМИНИЯ В НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОМ СОСТОЯНИИ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЁТКИ

Мостовщиков Андрей Владимирович,

кандидат технических наук, инженер кафедры общей химии и химической технологии Института физики высоких технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета, Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30. E-mail: pasembellum@mail.ru

Ильин Александр Петрович,

доктор физико-математических наук, профессор кафедры общей химии и химической технологии Института физики высоких технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета, Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30. E-mail: genchem@mail.ru

Маргарита Анатольевна Захарова,

магистрант кафедры общей физики Физико-технического института Национального исследовательского Томского политехнического университета, Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30. E-mail: tibiboreth@gmail.com

При переводе металлов в нанодисперсное состояние наблюдается появление новых свойств нанопорошков, в том числе запасаение нанопорошками энергии. Возрастающий интерес к порошкам и нанопорошкам алюминия обусловлен их использованием в качестве высокоэнергетических добавок в ракетные топлива и пиротехнические смеси. Актуальность исследования связана с необходимостью установления механизмов запасаения энергии нанопорошком алюминия. Вместе с тем существенной проблемой является определение величины запасенной энергии в нанопорошке Al. В работе использовали пассивированный малыми добавками воздуха нанопорошок алюминия, полученный методом электрического взрыва алюминиевых проводников в среде аргона с помощью установки УДП-4Г, разработанной в Томском политехническом университете.

Цель работы: экспериментально установить величину энергии, запасаемой в форме напряженно-деформированного состояния кристаллической решётки нанопорошка алюминия и сравнить с общей величиной запасенной энергии.

Методы исследования: дифракционные рентгеноструктурные исследования, дифференциальный термический анализ.

Результаты. Установлено, что в пассивированном воздухе электровзрывном нанопорошке алюминия кристаллическая решётка находится в напряженном состоянии. Модифицированная функция Лоренца была выбрана в качестве аппроксимирующей, микроскажения кристаллитов, рассчитанные методом аппроксимаций, составляют $8,66 \cdot 10^{-4}$. Величина энергии, запасаемой в напряженно-деформированном состоянии кристаллической решётки электровзрывного нанопорошка алюминия – $0,385$ Дж/г, в то время как определенная с помощью дифференциального термического анализа запасенная энергия составляет 348 Дж/г. Таким образом, вероятным механизмом запасаения значительной энергии нанопорошком алюминия является формирование более энергонасыщенных структур в твердом теле (в том числе, за счёт формирования на поверхности нанопорошка алюминия при пассивировании двойного электрического слоя, обладающего псевдоемкостью).

Ключевые слова:

Нанопорошок алюминия, запасенная энергия, рентгеноструктурный анализ, двойной электрический слой, микродеформации, напряженно-деформированное состояние.

Введение

Явление запасаения нанопорошками металлов энергии является новым свойством, возникающим при переводе металлов в нанодисперсное состояние. При этом запасенная энергия связана с энергией поверхности наночастиц, также энергия может запасаться в их структуре. Запасенная поверхность энергия ограничена устойчивостью наночастиц: если диаметр наночастицы металла меньше 30 нм, то такая частица не может стабилизироваться в воздухе из-за значительной величины удельной запасенной энергии [1]. Известно, что толщина защитной пленки при уменьшении диаметра частиц снижается. Это явление не может быть объяснено диффузией окислителя через слой защитной пленки. В работе [2] было выдвинуто

предположение о существовании двойного электрического слоя, обладающего псевдоемкостью, разрушение которого сопровождается выделением запасенной энергии. Возрастающий интерес к порошкам и нанопорошкам алюминия (НП Al) [3, 4] обусловлен перспективой их использования в качестве высокоэнергетических добавок в ракетные топлива и пиротехнические смеси. Кроме того, содержание в нем запасенной энергии позволяет использовать НП Al в качестве спекающей добавки при получении различных материалов вместо микрпорошка алюминия [5–9], а также в 3D-печати. Вместе с тем существенной проблемой является определение величины запасенной энергии и структурно-энергетического состояния металлической составляющей в наночастице. Основной ме-

трологической проблемой является точность измерения величины запасенной энергии, которая зависит от способа измерения: бомбовая калориметрия, растворная калориметрия, дифференциальный термический анализ [10]. Они дают различные результаты вследствие измерения тепловых эффектов процессов, имеющих различную физико-химическую природу. Бомбовая калориметрия позволяет определить тепловой эффект сгорания порошка в кислороде при высоком давлении – интегральное энерговыделение. Тепловой эффект сгорания алюминия в кислороде составляет 837 кДж/моль [11], а величина запасенной энергии – примерно 90...120 кДж/моль, поэтому на фоне большого теплового эффекта точно определить величину запасенной энергии не представляется возможным. Кроме того, при проведении экспериментов по бомбовой калориметрии необходимо проверять целостность оборудования из-за сгорания частей бомбы при сгорании алюминия и взаимодействия несгоревшего алюминия с материалом бомбы. Дифференциальный термический анализ (в зависимости от газовой атмосферы) дает возможность измерить тепловой эффект окисления, а также скрытую теплоту фазовых переходов (при их наличии) и энергию рекомбинации некоторых типов дефектов. Растворная калориметрия позволяет определить тепловой эффект при растворении кристаллической решетки в данном растворителе – при этом отдельной задачей является подбор растворителя и изотермического режима взаимодействия растворителя с порошком алюминия. Таким образом, каждый из существующих методов позволяет измерить тепловыделение, протекающее сразу по нескольким механизмам. Следовательно, возникает необходимость оценки величины энергии, запасенной в различных формах.

Целью настоящей работы является экспериментальная оценка величины запасенной энергии в напряженно-деформированном состоянии кристаллической решетки нанопорошка алюминия с использованием метода рентгеноструктурного анализа микродеформаций и напряжений 2-го рода.

Методики экспериментов

В работе использовали нанопорошок алюминия, полученный методом электрического взрыва алюминиевого проводника в среде аргона с использованием установки УДП-4Г, разработанной в Томском политехническом университете. Нанопорошок алюминия представлял собой совокупность сферических частиц, распределение которых близко к нормально-логарифмическому, с максимумом 120 нм. Формирование наночастиц в условиях электрического взрыва проводника характеризуется экстремальными параметрами: максимальная температура атомной подсистемы – до 10^4 К, скорость охлаждения $\sim 10^{10}$ °С/с. Пассивированный малыми добавками воздуха после получения нанопорошок алюминия не пирофорен, но при нагревании взаимодействует практически со всеми

известными веществами, а в воздухе сгорает в режиме теплового взрыва [12–16]. В пассивированном нанопорошке алюминия содержание металлического алюминия составляло 88 мас. %, оксидов и гидроксидов ~ 6 мас. %, общее содержание ад- и абсорбированных газов ~ 6 мас. %. При этом содержание металлических примесей (железо, марганец, медь) не превышает 0,3 мас. % [17]. Насыпная плотность исследуемого образца нанопорошка алюминия равна 200 кг/м³.

Величину запасенной энергии в нанопорошке алюминия определяли с помощью метода дифференциального термического анализа (ДТА) в Научно-аналитическом центре Томского политехнического университета (термоанализатор STD Q600) по изменению величины экзотермического эффекта окисления при нагревании навески нанопорошка алюминия в воздухе массой около 5 мг и со скоростью 10 °С/мин. Рентгеноструктурные исследования проводили с использованием дифрактометра Shimadzu XRD 7000 (излучение $\text{Cu}_{K\alpha}$). Для определения параметров кристаллической структуры использовали международную картотеку ASTM (Американское общество испытаний материалов), выпуски которой издаются Объединенным комитетом порошковых дифракционных стандартов (JCPDS ICDD, каталог PDF4+). В картотке-определителе указывается химическая формула соединения, пространственная группа, периоды элементарной ячейки, межплоскостные расстояния и индексы Миллера, соответствующие дифракционным рефлексам.

Результаты экспериментов

При нагревании нанопорошка алюминия в воздухе происходила десорбция воды и газов с поверхности и из объема наночастиц с уменьшением массы на 1 %. Низкотемпературное окисление нанопорошка алюминия (до 660 °С) сопровождалось экзотермическим эффектом (3549 Дж/г). Затем происходило расплавление алюминия внутри наночастиц, что сопровождалось эндозффектом (60,29 Дж/г) [18].

На рис. 1 представлены результаты дифференциального термического анализа нанопорошка алюминия (нагрев в воздухе).

Согласно данным дифференциального термического анализа, тепловой эффект окисления нанопорошка алюминия при нагреве до температуры плавления алюминия составлял 3549 Дж/г, при этом температура начала окисления ~ 440 °С, а степень окисленности при нагревании до 1000 °С – 53,7 мас. %. На второй стадии окисления нанопорошка алюминия (увеличение массы на 31 %) происходило только окисление алюминия: после плавления (654 °С) алюминий переходит в жидкую фазу и все дефекты структуры металла релаксируют. Поэтому дальнейшее окисление алюминия не сопровождается выделением запасенной энергии. Согласно данным термограммы (рис. 1), удельный тепловой эффект окисления на первой стадии (3549 Дж/г) больше соответствующего теплового

эффекта на второй стадии (3201 Дж/г) на 348 Дж/г. Таким образом, процесс окисления нанопорошка алюминия в твердой фазе (до плавления) сопровождается выделением запасенной энергии, а во время второй стадии окисления жидкого алюминия тепло выделяется только за счет протекания окисления.

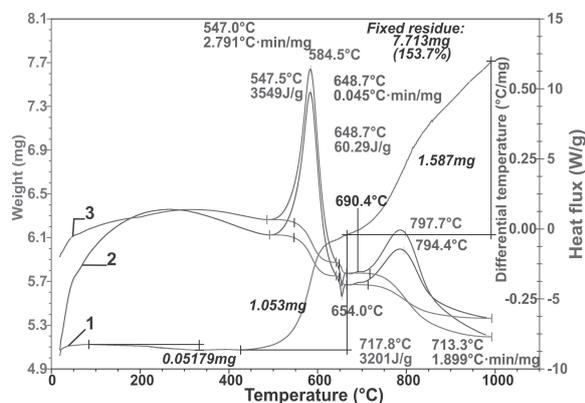


Рис. 1. Результаты дифференциального термического анализа нанопорошка алюминия: 1 – изменение массы; 2 – тепловой эффект; 3 – тепловой поток

Fig. 1. The results of differential thermal analysis of aluminum nanopowder: 1 is the change of weight, 2 is the thermal effect, 3 is the heat flux

На рис. 2 приведена дифрактограмма нанопорошка алюминия, полученная в условиях симметричной съемки (геометрия Брегга–Брентано) [19]. С использованием методов рентгеноструктурного анализа были определены величины микродеформаций и остаточных напряжений в образце нанопорошка алюминия.

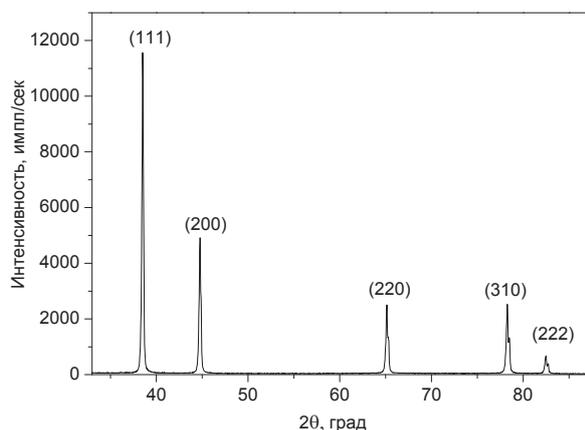


Рис. 2. Дифрактограмма нанопорошка алюминия

Fig. 2. Diffraction pattern of aluminum nanopowder

Для разделения вкладов в физическое уширение рентгеновских рефлексов от малости областей когерентного рассеяния и микродеформаций использовали метод аппроксимаций [20], основанный на том, что физическое уширение дифракционной линии обусловлено малыми размерами ОКР и наличием микродеформаций решетки и

связано с напряжениями второго рода. Для рентгенограммы нанопорошка алюминия наименьшая погрешность аппроксимации достигается для функции $(1+kx^2)^{-1.5}$. Для данной функции физическое уширение $\beta(2\theta)$ линий определяется соотношением

$$\left(\frac{\beta(2\theta)\cos\theta_{hkl}}{\lambda} \right)^{1.5} = \left(\frac{1}{D_{hkl}} \right)^{1.5} + \left(4\varepsilon \frac{\sin\theta_{hkl}}{\lambda} \right)^{1.5}, \quad (1)$$

где λ – длина волны рентгеновского излучения ($K_{\alpha 1}$); θ_{hkl} – угол дифракции для плоскости (hkl); D_{hkl} – размер области когерентного рассеяния; ε – микродеформации.

Таким образом, разделение вкладов в физическое уширение дифракционных линий производилось посредством построения линейных зависимостей $\left(\frac{\beta(2\theta)\cos\theta}{\lambda} \right)^{1.5} = \varphi(\sin^{1.5}\theta)$ с использованием

пар линий $(111)_{\text{ГЦК}}$ и $(222)_{\text{ГЦК}}$. Величины микродеформаций ε были определены как тангенс угла наклона прямой. Микронапряжения второго рода были рассчитаны в соответствии с законом Гука:

$$\sigma = \varepsilon \frac{E}{\nu}, \quad (2)$$

где модуль Юнга для алюминия $E = 70$ ГПа, коэффициент Пуассона $\nu = 0,34$.

Таким образом, в соответствии с формулами (1) и (2) рассчитанное значение относительной микродеформации составило $\varepsilon = 8,66 \cdot 10^{-4}$, а соответствующая величина микронапряжений второго рода $\sigma = 178$ МПа.

Расчет объемной плотности энергии W , запасенной в напряженно-деформированном состоянии микрочастиц в наночастицах, проводили по формуле

$$W = \frac{\sigma\varepsilon}{2}. \quad (3)$$

Расчет величины энергии W по формуле (3) дает значение $77,0$ кДж/м³. Таким образом, принимая плотность алюминия равной $2,7$ г/см³, величина запасенной в механической форме энергии в НП Al составляет $0,385$ Дж/г. В то же время величина запасенной энергии, определенная путем вычитания теплового эффекта окисления (до плавления алюминия), сопровождающегося релаксацией микронапряжений и тепловым эффектом только окисления (выше температуры плавления алюминия), составляет 348 Дж/г. Рассмотренный в данной статье метод позволяет количественно оценить величину запасенной энергии, связанной со структурно-энергетическим состоянием металлической составляющей наночастицы.

Заключение

С помощью метода рентгеноструктурного анализа установлено, что в пассивированном воздухе электровзрывном нанопорошке алюминия кристаллическая решётка находится в напряжен-

ном состоянии (относительные микроискажения кристаллитов составляют $8,66 \cdot 10^{-4}$), и в виде механических искажений запасается относительно небольшая величина энергии (0,385 Дж/г). Общая величина запасенной энергии, определенная с помощью дифференциального термического анализа, составляет 348 Дж/г. Эта величина включает в себя как энергию напряженно-деформированного состояния микрокристаллитов в наночастице, так и энергию поверхности наночастицы.

Таким образом, согласно данным рентгеноструктурного и дифференциального термического анализов, формами запасания энергии наночастиц являются как её поверхность, так и напряженно-деформированное состояние металлической составляющей, сформированное в экстремальных условиях получения наночастиц при электрическом взрыве проводника.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке гранта РФФИ 15-03-05385.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Korshunov A.V., Heyrovsky M. Voltammetry of aluminum nanoparticles in aqueous media with hanging mercury drop electrode // *Electroanalysis*. – 2010. – V. 22. – P. 1989–1993.
- Хауффе К. Реакции в твердых телах и на их поверхности. Ч. 1. – М.: ИЛ, 1962. – 416 с.
- Beaumont F.V. Aluminum P/M: Past, present and future // *Inter. J. Powd. Metal*. – 2000. – V. 6. – P. 41–44.
- Beckstead M.W. A summary of aluminum combustion. RTO/VKI Special Course on «Internal Aerodynamics in Solid Rocket Propulsion»: Report number RTO-EN-023, 2002. – 45 p.
- Khabas T.A. Solid-phase synthesis and sintering in oxide-metal mixtures of highly dispersed powders // *Glass and Ceramics*. – 2002. – V. 59. – P. 404–408.
- Hunt W.H. New directions in aluminum-based P/M materials for automotive applications // *International Journal of Powder Metallurgy*. – 2000. – V. 36. – P. 50–56.
- Chun-Nan Lin, Shyan-Lung Chung. Combustion synthesis of aluminum nitride powder using additives // *J. Mater. Res*. – 2001. – V. 16 – P. 2200–2208.
- Shyan Lung Chung, Chun Hung Lai. Combustion Synthesis of Aluminum Nitride: a review. *Key Eng. Mat.* – 2012. – V. 521 – P. 101–111.
- Salt-Assisted SHS Synthesis of Aluminium Nitride Powders for Refractory Applications / A. Wilmański, M. Bućko, Z. Pędzich, J. Szczerba // *J. Mater. Sci. Chem. Eng.* – 2014. – V. 2. – P. 26–31.
- Уэндландт В. Термические методы анализа. – М.: Мир, 1978. – 527 с.
- Cox J.D., Wagman D.D., Medvedev V.A. CODATA Key Values for Thermodynamics. – New York, USA: Hemisphere Publishing Corp., 1989. – 528 p.
- Gromov A.A., Chukhlomina L.N. Nitride Ceramics: Combustion Synthesis, Properties and Applications. – Weinheim: Wiley-VCH, 2014. – 332 p.
- Il'in A.P., Mostovshchikov A.V., Root L.O. Growth of Aluminum Nitride Single Crystals under Thermal Explosion Conditions // *Tech. Phys. Lett.* – 2011. – V. 37/10. – P. 965–966.
- Ильин А.П., Мостовщиков А.В., Тимченко Н.А. Изучение последовательности фазообразования при горении прессованного нанопорошка алюминия в воздухе с применением синхротронного излучения // *Физика горения и взрыва*. – 2013. – Т. 49. – № 3. – С. 72–76.
- Swihart M.T., Catorie L. Thermochemistry of aluminum species for combustion modeling from Ab Initio molecular orbital calculation // *Combust. Flame*. – 2000. – V. 121. – P. 210–222.
- Gromov A.A., Teipel U. Metal Nanopowders: Production, Characterization and Energetic Applications. – Weinheim: Wiley-VCH, 2014. – 440 p.
- Состав примесей и микропримесей в нанопорошке алюминия и продуктах его сгорания в воздухе / А.П. Ильин, А.А. Громов, В.Г. Меркулов, А.В. Мостовщиков // *Известия вузов. Физика*. – 2015 – Т. 58. – № 6/2. – С. 101–105.
- The kinetics of oxidation of aluminum electroexplosive nanopowders during heating in air / A.V. Korshunov, A.P. Il'in, N.I. Radishevskaya, T.P. Morozova // *Russ. J. Phys. Chem. A*. – 2010. – V. 84. – P. 1576–1584.
- Рентгенодифракционные исследования структурно-фазовых состояний в поверхностных слоях никелида титана, модифицированных электронно-пучковой обработкой / М.Г. Остапенко, Л.Л. Мейснер, А.И. Лотков, Е.Ю. Гудимова, М.А. Захарова // *Известия Томского политехнического университета. Химия*. – 2014. – Т. 324. – № 3. – С. 36–43.
- Genzel Ch. A Study of X-Ray Residual Stress Gradient Analysis in Thin Layers with Strong Fibre Texture // *Phys. stat. sol. (a)*. – 1998. – V. 165. – P. 347–360.

Получена 16.12.2015 г.

UDC 54–162.2

ENERGY STORAGE IN ALUMINUM NANOPOWDER IN STRESS-STRAIN STATE OF CRYSTAL LATTICE**Andrey V. Mostovshchikov,**

Tomsk Polytechnic University,

30, Lenin Avenue, Tomsk, 634050, Russia. E-mail: pasembellum@mail.ru

Alexander P. Ilyin,

Tomsk Polytechnic University,

30, Lenin Avenue, Tomsk, 634050, Russia. E-mail: genchem@mail.ru

Margarita A. Zakharova,

Tomsk Polytechnic University,

30, Lenin Avenue, Tomsk, 634050, Russia. E-mail: tibiboreth@gmail.com

When transforming metals into nanodispersed state nanopowders acquire new properties, including the storage of energy by nanopowders. The increasing interest to aluminum powders and nanopowders is caused by their application as a high-energy additive in rocket fuels and pyrotechnic mixtures. Thus, the investigation of energy storage in Al nanopowder is of great importance. Besides, it is not easy to determine the amount of stored energy in Al nanopowder. The authors have used the aluminum nanopowder obtained by electrical explosion of aluminum wire in argon, using UDP-4D installation developed in Tomsk Polytechnic University.

The main aim of the study is to assess experimentally the value of energy, stored in the form of stress-strain state of the crystal lattice of Al nanopowder and to compare the obtained value to a general value of stored energy.

The methods used in the study are the X-Ray diffraction, differential thermal analysis.

It was ascertained that the crystal lattice is in stressed state in air-passivated electroexplosive aluminum nanopowder. The modified Lorenz function was used as a profile function; crystalline microdistortions, calculated by the approximation technique, amount to $8,66 \cdot 10^{-4}$. The value of energy, stored in the stress-strain state of the crystal lattice of electroexplosive aluminum nanopowder, is 0,385 J/g, while the value of stored energy, determined by means of differential thermal analysis, is 348 J/g. Thus, the most feasible mechanism of storing significant energy in aluminum nanopowder is the formation of more energy-saturated structures in solid (the formation of a double electric layer with pseudocapacity during passivation).

Key words:

Aluminum nanopowder, stored energy, X-Ray diffraction, double electric layer, microstrain, stress-strain state.

The reported study was funded by RFBR according to the research project no. 15–03–05385

REFERENCES

- Korshunov A.V., Heyrovsky M. Voltammetry of aluminum nanoparticles in aqueous media with hanging mercury drop electrode. *Electroanalysis*, 2010, vol. 22, pp. 1989–1993.
- Hauffe K. *Reaktsii v tverdykh telakh i na ikh poverkhnosti* [Reactions in and on solids]. Moscow, IL, 1962. 416 p.
- Beaumont F.V. Aluminum P/M: Past, present and future. *Inter. J. Powd. Metal.*, 2000, vol. 6, pp. 41–44.
- Beckstead M.W. *A summary of aluminum combustion. RTO/VKI Special Course on «Internal Aerodynamics in Solid Rocket Propulsion». Report number RTO-EN-023.* 2002. 45 p.
- Khabas T.A. Solid-phase synthesis and sintering in oxide-metal mixtures of highly dispersed powders. *Glass and Ceramics*, 2002, vol. 59, pp. 404–408.
- Hunt W.H. New directions in aluminum-based P/M materials for automotive applications. *International Journal of Powder Metallurgy*, 2000, vol. 36, pp. 50–56.
- Chun-Nan Lin, Shyan-Lung Chung, Combustion synthesis of aluminum nitride powder using additives. *J. Mater. Res.*, 2001, vol. 16, pp. 2200–2208.
- Shyan Lung Chung, Chun Hung Lai, Combustion Synthesis of Aluminum Nitride: A Review. *Key Eng. Mat.*, 2012, vol. 521, pp. 101–111.
- Wilmański A., Bućko M., Pędzich Z., Szczerba J. Salt-Assisted SHS Synthesis of Aluminium Nitride Powders for Refractory Applications. *J. Mater. Sci. Chem. Eng.*, 2014, vol. 2, pp. 26–31.
- Wendlandt W.W. *Thermal Methods of Analysis*. NY, John Wiley & Sons, 1974. 527 p.
- Cox J.D., Wagman D.D., Medvedev V.A. *CODATA Key Values for Thermodynamics*. New York, USA, Hemisphere Publishing Corp., 1989. 528 p.
- Gromov A.A., Chukhlomina L.N. *Nitride Ceramics: Combustion Synthesis, Properties and Applications*. Weinheim, Wiley-VCH, 2014. 332 p.
- Il'in A.P., Mostovshchikov A.V., Root L.O. Growth of Aluminum Nitride Single Crystals under Thermal Explosion Conditions. *Tech. Phys. Lett.*, 2011, vol. 37, no. 10, pp. 965–966.
- Il'in A.P., Mostovshchikov A.V., Timchenko N.A. Phase Formation Sequence in Combustion of Pressed Aluminum Nanopowder in Air Studied by Synchrotron Radiation. *Combust., Expl., Shock Waves*, 2013, vol. 49 (3), pp. 320–324.
- Swihart M.T., Catorie L. Thermochemistry of aluminum species for combustion modeling from Ab Initio molecular orbital calculation. *Combust. Flame*, 2000, vol. 121, pp. 210–222.
- Gromov A.A., Teipel U. *Metal Nanopowders: Production, Characterization, and Energetic Applications*. Weinheim, Wiley-VCH, 2014. 440 p.
- Ilyin A.P., Gromov A.A., Merkulov V.G., Mostovshchikov A.V. *Sostav primesey i mikroprimesey v nanoporoshke aluminiya i produktakh ego sgoraniya* [Composition of impurities and trace substances in aluminum nanopowder and its combustion products in air]. *Russian Physics Journal*, 2015, vol. 58, no. 6/2, pp. 101–105.
- Korshunov A.V., Il'in A.P., Radishevskaya N.I., Morozova T.P. The kinetics of oxidation of aluminum electroexplosive nanopowders during heating in air. *Russ. J. Phys. Chem. A.*, 2010, vol. 84, pp. 1576–1584.

19. Ostapenko M.G., Meisner L.L., Lotkov A.I., Gudimova E.Yu., Zakharova M.A. Rentgenodifraktsionnye issledovaniya strukturo-fazovykh sostoyaniy v poverkhnostnykh sloyakh nikelida tita-na, modifitsirovannykh elektronno-puchkovoy obrabotkoy [X-Ray diffraction study of structural phase states in TiNi near-surface layers irradiated with pulsed electron beams]. *Bulletin of the Tomsk Polytechnic University*, 2014, vol. 324, no. 3, pp. 36–43.
20. Genzel Ch. A Study of X-Ray Residual Stress Gradient Analysis in Thin Layers with Strong Fibre Texture. *Phys. stat. sol. (a)*, 1998, vol. 165, pp. 347–360.

Received: 16 December 2015.