

Федеральное государственное бюджетное учреждение «Национальный
исследовательский центр «Курчатовский институт»

На правах рукописи



Мурашев Михаил Михайлович

**РАЗВИТИЕ МЕТОДОВ НЕЙТРОННОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ НА
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОМ РЕАКТОРЕ ИР-8 И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ**

1.3.2. Приборы и методы экспериментальной физики

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических
наук

Научный руководитель

Профессор, доктор физико-математических наук Эм В.Т.

Москва – 2025

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1. МЕТОДЫ НЕЙТРОННОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ, ИСТОРИЯ РАЗВИТИЯ МЕТОДА И ТЕКУЩЕЕ СОСТОЯНИЕ	12
1.1. История развития метода нейтронной визуализации.....	14
1.2. Взаимодействие нейтронов с веществом.....	19
1.3. Методы нейтронной визуализации	23
1.3.1. Метод нейтронной радиографии.....	24
1.3.2. Метод нейтронной томографии	26
1.3.3. Механизм получения изображений в нейтронной визуализации	40
1.4. Приборы нейтронной визуализации	43
1.4.1. Оптическая схема прибора	44
1.4.2. Характеристики прибора, влияющие на качество изображения .	47
1.4.3. Дифракционная оптика	48
1.4.4. Детектирование нейтронов.....	51
1.5. Применение методов нейтронной визуализации, актуальные направления исследований	59
1.6. Выводы к Главе 1	63
ГЛАВА 2. СОЗДАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ БАЗЫ НЕЙТРОННОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ НА РЕАКТОРЕ ИР-8	64
2.1. Станция нейтронной визуализации ДРАКОН	67
2.1.1. Конструкция и основные параметры станции ДРАКОН, ключевые особенности.....	67
2.1.2. Блок двойного монохроматора станции ДРАКОН	69
2.1.3. Система позиционирования образца и детектор	72
2.1.4. Высокоинтенсивный полихроматический нейтронный пучок станции ДРАКОН	74
2.2. Создание стенда нейтронной томографии высокого разрешения «ПОНИ».....	76
2.2.1. Выбор горизонтального экспериментального канала для стенда нейтронной томографии ПОНИ.....	76
2.2.2. Конструкция и основные параметры стенда нейтронной томографии ПОНИ	79
2.3. Экспериментальное определение основных характеристик приборов .	81

2.4. Выводы к Главе 2.....	89
ГЛАВА 3. АПРОБАЦИЯ МЕТОДИК НЕЙТРОННОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ НА СТАНЦИИ ДРАКОН И СТЕНДЕ ПОНИ	90
3.1. Апробация методики дифракционно-контрастной визуализации.....	91
3.2. Визуализация дифракционного контраста между ферритной и мартенситной фазами стали методом нейтронной радиографии	93
3.3. Нейтронная визуализация металлических изделий	99
3.4. Нейтронная томография образца аддитивных производств со сложной симметричной внутренней структурой	103
3.5. Методика съемки габаритных объектов.....	110
3.6. Нейтронная визуализация динамических процессов.....	119
3.6. Выводы к Главе 3.....	122
ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ И ИЗДЕЛИЙ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ МЕТОДАМИ НЕЙТРОННОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ	123
4.1. Исследование изделий аддитивных производств из функционально- градиентных материалов.....	125
4.2. Исследования металлических пластин, изготовленных из стали AISI 316L и AISI 410 методом прямого лазерного выращивания.....	136
4.3. Выводы к Главе 4.....	151
ГЛАВА 5. ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ НЕЙТРОННОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ОБЪЕКТОВ КУЛЬТУРНОГО НАСЛЕДИЯ	152
5.1. Исследования креста-энколпиона из Новодевичьего монастыря естественнонаучными методами.....	153
5.2. Томографические исследования терракотовой головы из Керченской бухты.....	159
5.3. Выводы к Главе 5	166
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	167
БЛАГОДАРНОСТИ.....	169
ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ	171
ЛИТЕРАТУРА	173

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность

Неразрушающие методы визуализации с использованием рентгеновских лучей и нейтронов зарекомендовали себя во многих областях: от медицины, до материаловедения. В случае с изучением структуры материалов указанные методы визуализации дополняют друг друга и позволяют получить взаимодополняющую информацию. Чувствительность нейтронов к легким атомам в совокупности с высокой проникающей способностью в большинство металлов позволяет находить очаги коррозии или наводораживания внутри массивных металлических изделий. Если рассматривать нейтрон, как волну, то длина волны тепловых нейтронов составляет единицы ангстрем, что сравнимо с межплоскостными расстояниями для кристаллических структур многих материалов. Поэтому выполняются условия для дифракции нейтронов на кристаллической структуре. В случае нейтронной визуализации дифракция тепловых нейтронов (дифракционный контраст) позволяет распознавать особенности строения поликристаллических объектов, такие как объемное распределения фаз, визуализация областей с преимущественной ориентацией зерен и т.д.

Одним из первых приборов нейтронной визуализации в России был созданный в 2014 г. на исследовательском реакторе ИР-8 (НИЦ «Курчатовский институт») нейтронный томограф. Прибор располагался на монохроматическом нейтронном пучке трехосного спектрометра АТОС. Довольно быстро применение методов нейтронной визуализации зарекомендовало себя в таких областях, как материаловедение и изучение объектов культурного наследия, где неинвазивность метода наиболее актуальна. В приборах нового поколения помимо классической визуализации, основанной на поглощении нейтронного излучения, предусмотрена возможность использования монохроматических нейтронов с переменной длиной волны (энергодисперсионная визуализация), что

значительно расширяет возможности метода для исследований в области материаловедения.

В связи с высокой потребностью методов нейтронной визуализации для решения научных и прикладных задач в таких областях как материаловедение, археология, геология, изучение объектов культурного наследия очевидным стала задача создания современных специализированных станций, как на полихроматическом нейтронном пучке, так и на монохроматическом с изменяемой длиной волны.

Степень разработанности

Методы нейтронной визуализации известны давно, в 1935 году в Германии Хартмут Кальманн и Эрнст Кун провели первые эксперименты, направленные на получение изображений с использованием нейтронов [1]. С середины XX века методы нашли широкое применение в области изучения материалов, в том числе реакторных.

Начиная с 1990-х годов XX в. появление быстродействующей электроники, компьютерной техники и цифровых детекторных систем, позволило получать серии электронных изображений, что открыло возможность проведения экспериментов методом нейтронной томографии.

О текущем развитии методов и их перспективах пишут такие ученые, как Е.Н. Lehmann [2, 3], N. Kardjilov [4] и др.; в отечественной литературе К.М. Подурец и С.Е. Кичанов [5].

На сегодняшний день большинство мировых нейтронных центров имеют установки для нейтронной визуализации. Они решают широкий спектр задач, связанных с такими областями науки, как материаловедение (визуализация областей с преимущественной ориентацией зерен, распределения фаз и т.д. [6-8]), неразрушающий контроль (изучение объектов, созданных методом аддитивных технологий, материалов для

хранения водорода и т.д. [9]), геология, палеонтология и изучение объектов культурного наследия [10, 11].

Несмотря на широкое применение методов нейтронной визуализации в мире, в России данный метод не получил достаточного распространения. В стране до 2015 года не существовало специализированных установок для нейтронной визуализации, и только в 2016 году был введен в строй такой прибор в Объединенном институте ядерных исследований (ОИЯИ, г. Дубна), использующий только полихроматический пучок нейтронов с возможностью выбора участка спектра с помощью метода времени пролета.

Цели и задачи

Основной целью диссертационной работы являлась разработка и создание современной специализированной экспериментальной базы по нейтронной визуализации на стационарном исследовательском реакторе ИР-8, применение нейтронной визуализации для прикладных исследований в области материаловедения, аддитивных технологий и изучения объектов культурного наследия.

Для достижения цели диссертационной работы требовалось выполнение конкретных задач методического и научного характера:

1. Осуществить ввод в эксплуатацию созданной на исследовательском реакторе ИР-8 (НИЦ «Курчатовский институт») станции нейтронной визуализации ДРАКОН, с возможностью использования монохроматического нейтронного излучения с изменяемой длиной волны;
2. Экспериментально подтвердить возможность использования методики дифракционно-контрастной визуализации на станции ДРАКОН;
3. Разработать и создать компактный прибор нейтронной визуализации на полихроматическом нейтронном пучке ПОНИ с улучшенным пространственным разрешением;

4. Методами нейтронной визуализации изучить внутреннюю структуру важных для промышленности металлических образцов, в том числе полученных с помощью современных аддитивных технологий;

5. Неразрушающими методами нейтронной визуализации изучить внутреннюю структуру объектов культурного наследия, которые трудно или невозможно изучить рентгеновским методом.

Научная новизна

1. Впервые на территории России и стран СНГ введена в эксплуатацию специализированная станция нейтронной визуализации с использованием монохроматических нейтронов с изменяемой длиной волны.

2. Создан компактный прибор нейтронной визуализации на касательном канале исследовательского реактора ИР-8 на полихроматических нейтронах с высоким пространственным разрешением.

3. Впервые показана возможность визуализации дифракционного контраста между ферритной и мартенситной фазами в стали методом нейтронной визуализации на монохроматических нейтронах.

4. Методом нейтронной визуализации впервые изучена структура изделий и материалов, в том числе градиентных, полученных методами аддитивных технологий.

5. Методом нейтронной визуализации изучены уникальные археологические объекты: нательные кресты-энколпионы и терракотовая скульптура.

Практическая значимость

В результате проделанной работы в НИЦ «Курчатовский институт» на исследовательском реакторе ИР-8 введена в эксплуатацию единственная на сегодняшний день на территории России и стран СНГ экспериментальная станция нейтронной визуализации ДРАКОН на монохроматических нейтронах с переменной длиной волны с возможностью визуализации

дифракционного контраста в кристаллических образцах, и создан компактный прибор ПОНИ для нейтронной визуализации на полихроматическом нейтронном излучении с высоким пространственным разрешением.

Научная и практическая значимость диссертационной работы определяется также тем, что созданные новые специализированные станции нейтронной визуализации позволяют решать широкий круг актуальных научных и прикладных задач в таких областях знаний как материаловедение, геология, археология и палеонтология. Станция ДРАКОН с 2016 года успешно работает в пользовательском режиме и входит в состав Уникальной научной установки нейтронного исследовательского комплекса ИР-8 (УНУ НИК ИР-8).

Методология и методы исследования

Основными экспериментальными методами, используемыми на станциях нейтронной визуализации, являются методы нейтронной радиографии и томографии. При проведении экспериментов на станции ДРАКОН использовалась методика дифракционно-контрастной визуализации.

Научные положения, выносимые на защиту

1. Станция нейтронной визуализации ДРАКОН, с реализованной возможностью использования монохроматического нейтронного излучения с изменяемой длиной волны ($\lambda=1.8-5 \text{ \AA}$), позволяет проводить исследования внутренней структуры металлических образцов с применением методики дифракционно-контрастной визуализации.

2. Компактный стенд нейтронной визуализации ПОНИ обеспечивает высокое пространственное разрешение (до 40 мкм) при низком уровне гамма-фона и быстрых нейтронов.

3. С помощью монохроматического пучка нейтронов с переменной длиной волны на станции ДРАКОН визуализирован дифракционный контраст между одинаковыми по химическому составу и близкими по кристаллической структуре ферритной и мартенситной фазами в стали.

4. В образцах аддитивных производств, изготовленных методом прямого лазерного выращивания из функционально-градиентных материалов, формируются макро- и микроскопические дефекты в зоне градиентного перехода.

5. В стальных пластинах, изготовленных из сталей AISI 316L и AISI 410 методом прямого лазерного выращивания возникает сильно выраженная неоднородная текстура.

Степень достоверности и апробации результатов

Достоверность полученных в данной работе результатов подтверждается воспроизводимостью результатов экспериментов, проведенных на созданных приборах нейтронной визуализации, сопоставлением с известными результатами и соответствием результатам других авторов.

Основные результаты диссертационной работы доложены и обсуждены в 25 докладах на следующих российских и международных конференциях: XV Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов», Москва, ИМЕТ РАН (октябрь 2018 г.), Школа ПИЯФ по Физике конденсированного состояния, Сестрорецк, НИЦ «Курчатовский институт» – ПИЯФ (март 2018, 2019, 2020 г.), Конференция по использованию рассеяния нейтронов в исследовании конденсированных сред (РНИКС-2018), Санкт-Петербург, СПбГУ (2018 г.), Конференция по использованию рассеяния нейтронов в исследовании конденсированных сред (РНИКС-2021, РНИКС-2023), Екатеринбург, ИФМ УрО РАН (сентябрь 2021, 2023 г.), Восьмая Международная конференция «Кристаллофизика и деформационное

поведение перспективных материалов», Москва, НИТУ «МИСиС» (ноябрь 2019 г.), V международная конференция «Аддитивные технологии: настоящее и будущее», Москва, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ (март 2019 г.), European Conference on Neutron Scattering (ECNS-2019), Санкт-Петербург (июль 2019 г.), Второе международное рабочее совещание «Применение ядерно-физических методов для исследования объектов культурного наследия», Казань, КФУ (октябрь 2021 г.), Курчатовский форум «Исследования с применением синхротронного излучения, нейтронов и электронов» (Курчатов ФСНЭ), Москва, НИЦ «Курчатовский институт» (октябрь 2023, 2024, 2025 г.), XXXV Уральская конференция «Физические методы неразрушающего контроля (Янусовские чтения)», Екатеринбург, ИФМ УрО РАН (март 2024 г.), Конференция по использованию рассеяния нейтронов в исследовании конденсированных сред (РНИКС-2025), Томск, ТПУ (сентябрь 2025 г.).

Основное содержание работы отражено в 8 научных работах, из них 8 публикаций в изданиях, рекомендованных ВАК РФ (см. ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ).

Кроме того, по части результатов, представленных в данной работе, соискатель в составе коллектива авторов был удостоен звания лауреата премии имени И.В. Курчатова за лучшую работу в области инженерных и технологических разработок 2021 г.

Личный вклад автора

1. Автор внес определяющий вклад в работы по введению в эксплуатацию станции нейтронной визуализации ДРАКОН.
2. Автором разработана новая методика визуализации дифракционного контраста между ферритной и мартенситной фазами в стали, которая была реализована на станции ДРАКОН.

3. Автор принимал активное участие в разработке и последующем создании прибора нейтронной визуализации на полихроматическом нейтронном излучении ПОНИ с необходимыми характеристиками пространственного разрешения.

4. Автор проводил все эксперименты и интерпретировал результаты для всех исследований, представленных в диссертации.

ГЛАВА 1. МЕТОДЫ НЕЙТРОННОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ, ИСТОРИЯ РАЗВИТИЯ МЕТОДА И ТЕКУЩЕЕ СОСТОЯНИЕ

История нейтронной визуализации насчитывает более 80 лет, но только в последние 40 лет к ней наблюдается всплеск интереса как к надежному методу неразрушающего контроля. Возросшие темпы развития метода можно объяснить появлением высокопроизводительной вычислительной техники и цифровых детекторных систем, что облегчило сбор и обработку цифровых экспериментальных данных и открыло возможность проводить томографические эксперименты, а не только работать с радиографическими изображениями.

Нейтроны взаимодействуют с веществом иначе, чем электроны, протоны или рентгеновские лучи, и, следовательно, методы нейтронной визуализации дополняют методы, основанные на других типах излучения. Нейтроны глубоко проникают в наиболее распространенные металлические материалы, но в тоже время они имеют высокую чувствительность к легким элементам, таким как водород или литий. Это делает нейтронное излучение идеальным инструментом для неразрушающих исследований готовых металлических изделий, материалов преобразования и транспортировки энергии (батареи, топливные элементы, вещества для безопасного хранения водорода) для визуализации распределения водородсодержащих веществ в металлических образцах, например, локализация коррозии или органических вложений в объектах культурного наследия. Кроме того, волновые свойства нейтронов можно использовать для проведения исследований кристаллических материалов с применением так называемой методики дифракционно-контрастной визуализации, например, для выявления текстуры, или различных фаз в изделиях как традиционных, так и аддитивных производств.

Возросший интерес к нейтронным методам визуализации привел в начале 2000-х годов к разработке современных приборов на базе

исследовательских реакторов и испарительных нейтронных источниках в крупнейших нейтронных центрах по всему миру. В настоящее время методы нейтронной визуализации стали общедоступными и получили широкое распространение во многих областях науки и производства.

1.1. История развития метода нейтронной визуализации

Зарождение нейтронной визуализации, как экспериментального метода, началось с работы Хартмута Каллмана и Эрнста Куна [1], опубликованной всего через три года после открытия нейтрона английским физиком Джеймсом Чедвиком в 1932 году [12]. В 1935 году они получили первые радиографические изображения объектов, используя нейтронное излучение от небольшого источника на основе Ra-Be. Х. Каллманн и Э. Кун получили совместный патент США в январе 1940 года. В этом патенте, озаглавленном «Фотографическое обнаружение медленно движущихся нейтронов», подробно описана базовая система нейтронной пленки-преобразователя и вакуумная кассета (рисунок 1.1). К концу 1944 года Отто Петер смог уже получить радиографические снимки различных объектов благодаря использованию ускорителя с высокой интенсивностью нейтронного пучка [13].

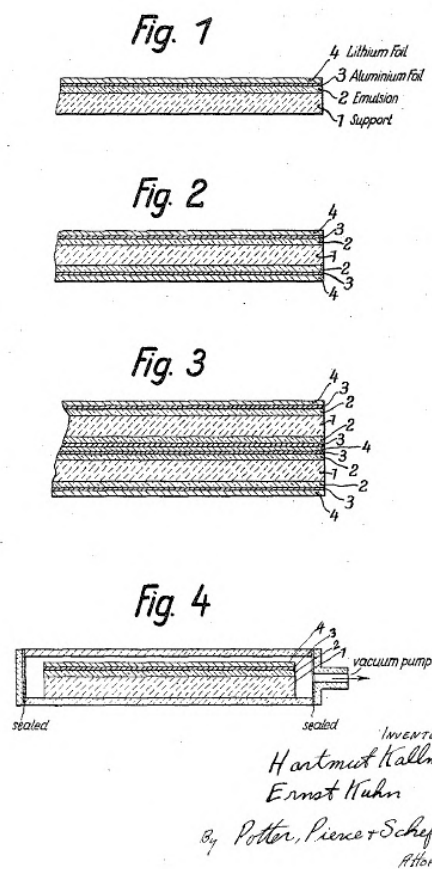


Рисунок 1.1 – Рисунки из патента США № 2186757 Х. Каллмана и Э. Куна от 9 января 1940 г., иллюстрирующие возможные конфигурации конвертера и пленки, а также вакуумную кассету для нейтронной визуализации

Незначительный прогресс был достигнут к середине 1950-х годов, когда Джеймс Тьюлис использовал нейтронный пучок с потоком $10^8 - 10^9$ н/см²×с на реакторе ВЕРО в Харуэлле [14], продемонстрировав возможность использования метода нейтронной визуализации в практических приложениях. По мере совершенствования пленочных систем регистрации нейтронов, метод нейтронной визуализации позволил получать не только качественную, но и количественную информацию о внутренней структуре объекта, что открыло возможность его применения в промышленности и в исследованиях ядерного топлива.

С середины 1960-х по 1970-е годы нейтронной визуализацией начал заниматься ряд исследовательских центров ядерных технологий, большая часть работ включала исследование нового и отработанного ядерного топлива [15, 16]. На сегодняшний день эта тематика практически исчерпана, но может получить очередной всплеск интереса при создании совершенно новых топливных элементов для ядерных реакторов.

В середине 1970-х годов начал возрастать интерес к компьютерной аксиальной томографии с использованием нейтронов. Первые попытки продемонстрировали возможности этой техники, но ее практическому применению препятствовали низкая интенсивность нейтронного пучка, отсутствие цифровых детекторов высокого разрешения и медленные компьютеры с ограниченным объемом памяти. Хотя предварительные результаты были очень плохими по сравнению с сегодняшним уровнем нейтронной томографии, многие ограничения были довольно быстро преодолены за счет использования новых на тот момент систем нейтронной визуализации в реальном времени в сочетании с быстро растущими вычислительными возможностями. Например, в материалах первой Всемирной конференции по нейтронной радиографии (WCNR) в 1981 году была всего одна статья по нейтронной томографии, а на второй конференции WCNR в 1986 году их было уже десять [17, 18]. Метод нейтронной томографии открыл новую область нейтронной визуализации, которая продолжает развиваться и сегодня.

Несмотря на достижения в области нейтронной визуализации, число специалистов и приборов начало сокращаться с середины 1980-х по 1990-е годы. Этому способствовало два основных фактора, которые негативно повлияли на исследования с использованием метода нейтронной визуализации:

- 1) были разработаны новые конкурентоспособные методы неразрушающего контроля (рентгеновская томография, ультразвуковая

дефектоскопия и др.), которые требовали не столь громоздкого оборудования, были менее дорогостоящими (как по капитальным затратам, так и по стоимости услуг), требовали более короткого времени эксперимента и не активировали исследованные образцы;

2) ставшие актуальными проблемы изменения климата, из-за которых было уменьшено финансирование университетских и лабораторных исследовательских реакторов и ядерных исследований в мире.

Начиная с середины 1990-х годов интерес к нейтронной визуализации возобновился, вызванный созданием новых установок, с инновационными детекторными системами и передовой вычислительной техникой. В период с 1994 по 2004 год были введены в эксплуатацию пять новых установок нейтронной визуализации. В 1994 году была запущена станция нейтронной радиографии в Научно-исследовательском институте атомной энергии MҮA KFKI в Будапеште, Венгрия на отремонтированном реакторе ВВР мощностью 10 МВт [19]. В 1997 году введена в эксплуатацию станция нейтронной радиографии NEUTRA на источнике SINQ в Институте Поля Шеррера, Швейцария [20]. Она имеет высокий коэффициент коллимации, низкий гамма-фон и большое сечение нейтронного пучка на месте образца, что долгое время делало ее самой мощной станцией нейтронной визуализации в Европе. Позже к ней была добавлена станция ICON, расположенная на источнике холодных нейтронов, с возможностью использования монохроматического излучения в широком диапазоне длин волн [21]. В США в 2003 году начал работу Центр нейтронной визуализации (NIF), расположенный в Центре нейтронных исследований Национального института стандартов и технологий (NIST) в Гейтерсберге, штат Мэриленд [22]. Целью разработки установки было обеспечение большого сечения нейтронного пучка и высокой плотности потока для получения радиографических изображений динамических процессов. В 2004 году была

запущена станция ANTARES на базе исследовательского реактора FRM II Мюнхенского технического университета [23].

За последние два десятка лет произошло два технологических достижения, которые радикально изменили нейтронную визуализацию, ни одно из которых изначально не было для этого предназначено:

- Резкое улучшение производительности персональных компьютеров и устройств хранения данных. Это позволило использовать методы анализа данных, обработки изображений и томографической реконструкции, которые за 10 лет до этого считались либо невозможными, либо непрактичными. Также резко упала цена на высокопроизводительные компьютеры.

- Разработка ПЗС- и КМОП-матриц с высокой светочувствительностью большого формата в несколько миллионов пикселей. На основе этих матриц были созданы детекторные системы с пространственным разрешением в десятки микрон (рекордное значение ниже 5 мкм [24-26]). Был не только уменьшен размер пикселя, но и увеличена скорость передачи данных, твердотельное охлаждение позволило минимизировать темновой ток.

Одним из важных направлений дальнейшего совершенствования методов нейтронной визуализации является быстро растущая потребность в неразрушающих исследованиях *in-situ* и *in-operando* материалов и устройств. Чтобы обеспечить максимальную интенсивность пучка на станциях нейтронной визуализации используют полихроматический или «белый» пучок (с диапазоном по длине волны в несколько Å). Однако в последнее время было реализовано несколько методик визуализации, в которых используются четко определенные длины волн нейтронов для получения изображений, основанных не только на поглощении нейтронов, но и на дифракционном [27–30] и фазовом контрасте [31–33].

На сегодняшний день, по данным МАГАТЭ Research Reactor Database, в мире функционирует 88 исследовательских реакторов мощностью более 1 МВт. Из 88 реакторов 50 имеют в своем приборном парке станции нейтронной визуализации [34]. В базу данных МАГАТЭ входят только стационарные реакторы, но приборы нейтронной визуализации установлены и на импульсных источниках нейтронов, таких как SINQ в PSI (Швейцария), JPARC (Япония), ISIS (Великобритания) и т.д.

1.2. Взаимодействие нейтронов с веществом

Нейтроны обладают уникальными свойствами:

1. Электрическая нейтральность является одним из важнейших фундаментальных свойств нейтронов, которое позволяет их использовать, как в дифракционных методах исследования, так в методах визуализации. Поскольку нейтрон не имеет заряда, он взаимодействует в первую очередь с ядрами (рисунок 1.2), обладает высокой проникающей способностью и способен исследовать внутреннюю структуру больших (десятки миллиметров) объектов, при этом неразрушающим образом.

2. Нейтроны в основном взаимодействуют с веществом одним из двух способов: через ядерное и/или магнитное взаимодействие. Нейтроны обладают собственным магнитным дипольным моментом, и, следовательно, они чувствительны к магнитным полям (внешним или создаваемым неспаренными электронами). Используя поляризованный нейтронный пучок, магнитный момент нейтрона может быть использован для изучения магнитных характеристик материалов.

3. Длина волны нейтрона зависит от его энергии, и для тепловых нейтронов (единицы Å) она примерно сопоставима с межплоскостными расстояниями в кристаллических материалах. Поэтому нейтроны используются в исследовании структур кристаллических материалов, как дифракционными, так и визуализационными методами.

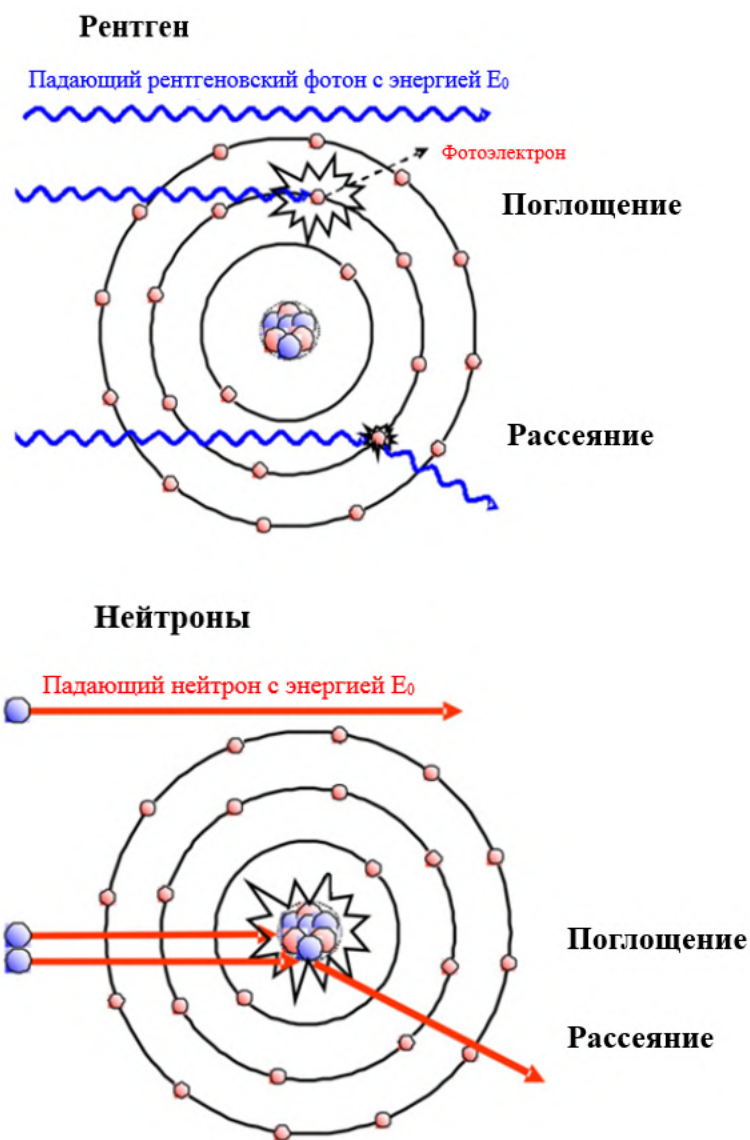


Рисунок 1.2 – Принцип взаимодействия рентгеновского излучения и нейтронов с атомами вещества

На основе взаимодействия нейтронов с веществом (рассеяние, поглощение) были разработаны специализированные приборы, которые являются важными инструментами в современной науке. Благодаря взаимодействию с ядрами атомов (рисунок 1.2) нейтронные методы исследований дополняют рентгеновские с точки зрения изотопной чувствительности и большой длины свободного пробега в веществе.

На рисунке 1.3 представлена разница в сечении поглощения между нейтронным и рентгеновским излучением. Для большинства элементов эта разница весьма значительна, что приводит к существенному отличию

контрастности изображений, полученных с помощью нейтронов, от изображений, полученных с использованием рентгеновского излучения. Зависимость сечения поглощения рентгеновским излучением от атомного номера элемента имеет плавный характер (без учета скачков поглощения), что делает невозможным различить вещества, соседствующие в Периодической таблице, для нейтронов же эта трудность отсутствует ввиду нерегулярной зависимости сечения поглощения от атомного номера.

1a	2a	3b	4b	5b	6b	7b	8					1b	2b	3a	4a	5a	6a	7a	0
H 0.02																		He 0.02	
Li 0.06	Be 0.22												B 0.28	C 0.27	N 0.11	O 0.16	F 0.14	Ne 0.17	
Na 0.13	Mg 0.24												Al 0.38	Si 0.33	P 0.25	S 0.30	Cl 0.23	Ar 0.20	
K 0.14	Ca 0.26	Sc 0.48	Ti 0.73	V 1.04	Cr 1.29	Mn 1.32	Fe 1.57	Co 1.78	Ni 1.96	Cu 1.97	Zn 1.64	Ga 1.42	Ge 1.33	As 1.50	Se 1.23	Br 0.90	Kr 0.73		
Rb 0.47	Sr 0.86	Y 1.61	Zr 2.47	Nb 3.43	Mo 4.29	Tc 5.06	Ru 5.71	Rh 6.08	Pd 6.13	Ag 5.67	Cd 4.84	In 4.31	Sn 3.98	Sb 4.28	Te 4.06	I 3.45	Xe 2.53		
Cs 1.42	Ba 2.73	La 5.04	Hf 19.70	Ta 25.47	W 30.49	Re 34.47	Os 37.92	Ir 39.01	Pt 38.61	Au 35.94	Hg 25.88	Tl 23.23	Pb 22.81	Bi 20.28	Po 20.22	At	Rn 9.77		
Fr	Ra 11.80	Ac 24.47	Rf	Ha															

Lanthanides	Ce 5.79	Pr 6.23	Nd 6.46	Pm 7.33	Sm 7.68	Eu 5.66	Gd 8.69	Tb 9.46	Dy 10.17	Ho 10.91	Er 11.70	Tm 12.49	Yb 9.32	Lu 14.07
*Actinides	Th 28.95	Pa 39.65	U 49.08	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Vf	Es	Fm	Md	No	Lr x-ray

1a	2a	3b	4b	5b	6b	7b	8					1b	2b	3a	4a	5a	6a	7a	0
H 3.44																		He 0.02	
Li 3.30	Be 0.79												B 101.60	C 0.56	N 0.43	O 0.17	F 0.20	Ne 0.10	
Na 0.09	Mg 0.15												Al 0.10	Si 0.11	P 0.12	S 0.06	Cl 1.33	Ar 0.03	
K 0.06	Ca 0.08	Sc 2.00	Ti 0.60	V 0.72	Cr 0.54	Mn 1.21	Fe 1.19	Co 3.92	Ni 2.05	Cu 1.07	Zn 0.35	Ga 0.49	Ge 0.47	As 0.67	Se 0.73	Br 0.24	Kr 0.61		
Rb 0.08	Sr 0.14	Y 0.27	Zr 0.29	Nb 0.40	Mo 0.52	Tc 1.76	Ru 0.58	Rh 10.88	Pd 0.78	Ag 4.04	Cd 115.11	In 7.58	Sn 0.21	Sb 0.30	Te 0.25	I 0.23	Xe 0.43		
Cs 0.29	Ba 0.07	La 0.52	Hf 4.99	Ta 1.49	W 1.47	Re 6.85	Os 2.24	Ir 30.46	Pt 1.46	Au 6.23	Hg 16.21	Tl 0.47	Pb 0.38	Bi 0.27	Po	At	Rn		
Fr 0.34	Ra	Ac	Rf	Ha															

Lanthanides	Ce 0.14	Pr 0.41	Nd 1.87	Pm 5.72	Sm 171.47	Eu 94.58	Gd 1479.04	Tb 0.93	Dy 32.42	Ho 2.25	Er 5.48	Tm 3.53	Yb 1.40	Lu 2.75
*Actinides	Th 0.59	Pa 8.46	U 0.82	Np 9.80	Pu 50.20	Am 2.86	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr neut.

Рисунок 1.3 – Зависимость сечения поглощения рентгеновского (сверху) и нейтронного (снизу) излучения от атомного номера элемента [35]

Нейтроны сыграли очень важную роль во многих научных дисциплинах, обеспечив важные прорывные открытия, тем самым

способствуя современному научному и промышленному прогрессу. Нейтроны участвуют в большинстве известных фундаментальных взаимодействий в природе и, следовательно, являются мощным инструментом для исследования в области квантовой механики, ядерной физики, астрономии и т.д.

При отсутствии заряда и сопутствующих кулоновских взаимодействиях нейтроны взаимодействуют с ядрами атомов по средствам поглощения и/или рассеяния (когерентного или некогерентного). Оба эти взаимодействия, поглощение и рассеяние, сильно зависят от энергии нейтрона. Поглощение нейтронов происходит вследствие ядерного взаимодействия и зачастую приводит к высвобождению гамма-квантов, заряженных частиц, нейтронов или продуктов деления (рисунок 1.4). С другой стороны, рассеяние может быть вызвано ядерным взаимодействием, магнитным взаимодействием неспаренных электронов, брэгговским рассеянием от кристаллической решетки или возбуждением фононов и магнонов. Поскольку длина волны и энергия тепловых нейтронов сопоставимы с расстоянием решетки и энергией различных коллективных возбуждений в кристаллах, они полезны при изучении кристаллических структур (включая магнитную решетку), или возбуждения фононов и магнонов [36].

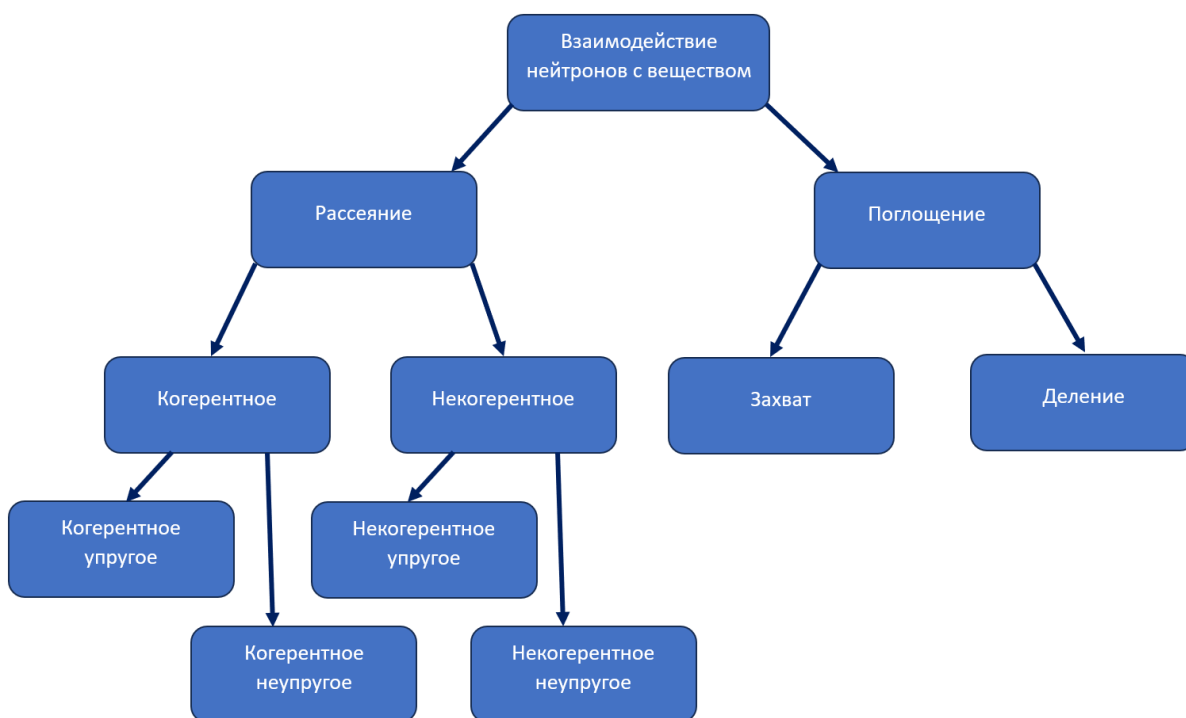


Рисунок 1.4 – Классификация взаимодействия нейтронов с веществом

1.3. Методы нейтронной визуализации

Нейтронная визуализация – это общий термин, используемый для описания процесса формирования изображения с помощью нейтронного излучения. Чаще всего методы традиционной нейтронной визуализации основываются на ослаблении нейтронного излучения в среде для формирования изображения. В последнее время всё чаще используются другие методики формирования изображений, основанные на рефракции, дифракции и т. д.

Когда излучение проходит через объект, оно взаимодействует с веществом и теряет свою интенсивность, можно сказать, что пучок ослабевает в среде. Потеря интенсивности определяется законом Ламберта-Бера:

$$I(x) = I_0 e^{-\mu x} \quad (1)$$

где I_0 – интенсивность падающего излучения, $I(x)$ – интенсивность прошедшего излучения, μ – линейный коэффициент ослабления среды, x – толщина среды. В уравнении (1) предполагается, что μ является постоянным.

Закон Ламберта-Бера лежит в основе методов визуализации с помощью проникающего излучения. Когда такое излучение проходит через объект и регистрируется детектором, формируется двумерное теневое (радиографическое) изображение трехмерного объекта. Такой метод называется радиографией.

1.3.1. Метод нейтронной радиографии

Взаимодействие нейтронов с ядрами материала [36] исследуемого образца определяется полным сечением взаимодействия (σ), которое в свою очередь является мерой вероятности взаимодействия нейтронов с ядрами. Полное сечение ядерного взаимодействия также зависит от других факторов, таких как энергия нейтрона, тип взаимодействия и стабильность ядер материала образца. Интенсивность нейтронного пучка, проходящего через исследуемый образец толщиной x выражается как:

$$I(x) = I_0 e^{-\Sigma_t x} = I_0 e^{-N \sigma_t x} \quad (2)$$

Полное макроскопическое сечение (Σ_t) определяется как:

$$\Sigma_t = N \sigma_t = \sigma_t \rho N_A / A \quad (3)$$

где N – количество атомов, σ_t – это полное макроскопическое сечение, ρ – плотность материала, N_A – число Авогадро. В зависимости от различных типов реакции, полное сечение (σ_t) определяет общую вероятность реакции нейтрона с ядром материала и для тепловых нейтронов выражается как:

$$\sigma_t = \sigma_{coh} + \sigma_{incoh} + \sigma_a \quad (4)$$

где σ_{coh} – сечение когерентного рассеяния, σ_{incoh} – сечение некогерентного рассеяния, σ_a – сечение поглощения.

Сравнивая уравнения 2 и 3, можно заметить, что ослабление нейтронов в среде определяется полным макроскопическим сечением σ_t , что является более удобной номенклатурой, используемой в случае нейтронов, тогда как линейный коэффициент ослабления μ традиционно используется для рентгеновского или гамма-взаимодействия. Основопологающий принцип нейтронной радиографии можно выразить из уравнения 2 как:

$$I(x) = I_0 e^{-\int \Sigma_t(x) dx} = I_0 e^{-\int N \sigma_t(x) dx} \quad (5)$$

В уравнении 5, описывающем интенсивность нейтронного пучка, проходящего через исследуемый образец линейный интеграл справа представляет собой интеграл линейного коэффициента ослабления объекта вдоль линии.

В контексте нейтронной радиографии линейный интеграл представляет собой полное ослабление, испытываемое падающим нейтронным пучком при его прохождении по прямой линии через объект.

На рисунке 1.5, объект представлен функцией $f(x, y)$. В системе координат, показанной на рисунке:

$$\begin{aligned} s &= x \cos \theta + y \sin \theta \\ t &= -x \sin \theta + y \cos \theta \end{aligned} \quad (6)$$

Линейный интеграл определяется как:

$$P_\theta(s) = \int_{(s, \theta) \text{ line}} f(x, y) dt \quad (7)$$

где линия (s, θ) – это линия, вдоль которой вычисляется интеграл (или путь нейтронного пучка через объект), и задается уравнением:

$$s = x \cos \theta + y \sin \theta \quad (8)$$

Используя дельта-функцию, уравнение 7 можно переписать как:

$$P_\theta(s) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) \delta(x \cos \theta + y \sin \theta - s) dx dy \quad (9)$$

Набор линейных интегралов $P_\theta(s)$ объединяется для формирования проекции. Простейшая форма проекции – это набор параллельных линейных интегралов $P_\theta(s)$ при постоянной θ , которую называют параллельной проекцией. Проекции могут быть сформированы для различных углов θ путем вращения либо объекта, либо пары источник-детектор. В случае нейтронной радиографии источником является либо исследовательский реактор, либо испарительный источник, который не может быть перемещен, поэтому вращается образец.

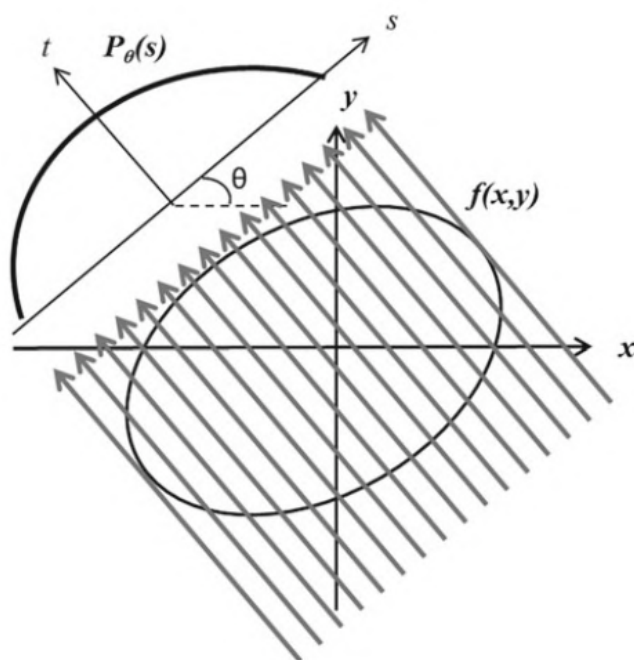


Рисунок 1.5 – Проекционные данные в геометрии параллельного пучка [36]

Полный набор проекций под различными углами используется для получения информации о поперечном сечении объекта, этот метод известен как томография.

1.3.2. Метод нейтронной томографии

Томография происходит от греческих слов $\tau\omicron\mu\eta$ — сечение и $\gamma\rho\acute{\alpha}\phi\omega$ — писать. Компьютерная томография (КТ) [37-39] — метод получения информации о сечении объекта в цифровом виде. Обычное радиографическое изображение в общем случае представляет собой

проекцию изменения плотности и/или толщины образца. Информация об этом интегрируется вдоль падающего пучка на радиографическом изображении, что не позволяет достоверно ее различить. Однако комбинация нескольких проекционных (радиографических) изображений, полученных под разными углами, может быть использована для получения информации о полном объеме объекта. Этот метод известен как компьютерная томография. Информация о поперечном сечении извлекается математически с использованием различных методов реконструкции. Математическая основа томографической реконструкции была впервые объяснена И. Радоном [40].

Рисунок 1.6 показывает схему сбора данных для трансмиссионной (с использованием проникающего излучения) томографии. Нейтронный пучок падает на образец, прошедшие через него нейтроны регистрируются детектором. Образец вращается с помощью поворотной платформы с равным шагом от 0 до 180°, проекция при каждом повороте регистрируется детектором, тем самым накапливается набор проекций. Затем полученный набор проекций используется для реконструкции полного трехмерного объема объекта на трехмерной сетке, которая дискретизируется в элементарные ячейки, называемые «воксели» (сокращение от «объемный пиксель» – VOlume piXEL). Восстановленный объем представляет собой карту ослабляющих центров внутри объекта.

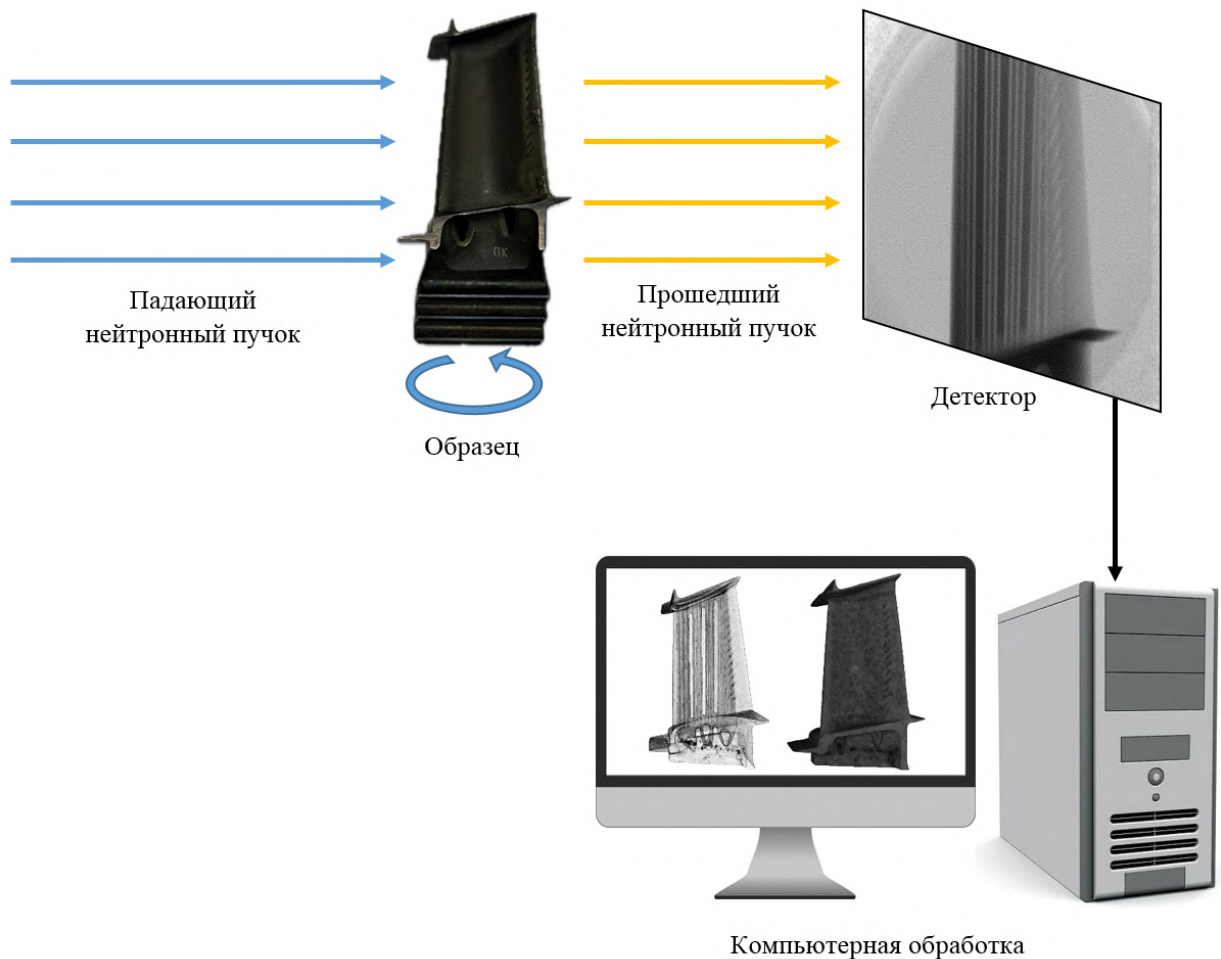


Рисунок 1.6 – Схема томографического эксперимента

Преобразование Радона

Преобразование Радона [40] было описано Иоганном Радонам в 1917 году. Пусть \mathbb{R}^2 — это двумерное евклидово пространство (рисунок 1.7) с точечным представлением $\vec{x} = (x, y)$ в декартовой системе координат.

В повернутой системе координат (s, t) с осями, параллельными векторам $\hat{\theta}(\theta)$ и $\hat{\theta} \perp (\theta)$, получаем:

$$\begin{pmatrix} s \\ t \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos\theta & \sin\theta \\ -\sin\theta & \cos\theta \end{pmatrix} \begin{pmatrix} x \\ y \end{pmatrix} \quad (10)$$

$$\begin{pmatrix} x \\ y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos\theta & -\sin\theta \\ \sin\theta & \cos\theta \end{pmatrix} \begin{pmatrix} s \\ t \end{pmatrix} \quad (11)$$

Функция $f(x, y)$ в \mathbb{R}^2 обозначается, как $f(s, t) = f(x \cos \theta + y \sin \theta, -x \sin \theta + y \cos \theta)$ в повернутой системе координат (s, t) , то есть вращение системы координат (x, y) под углом θ .

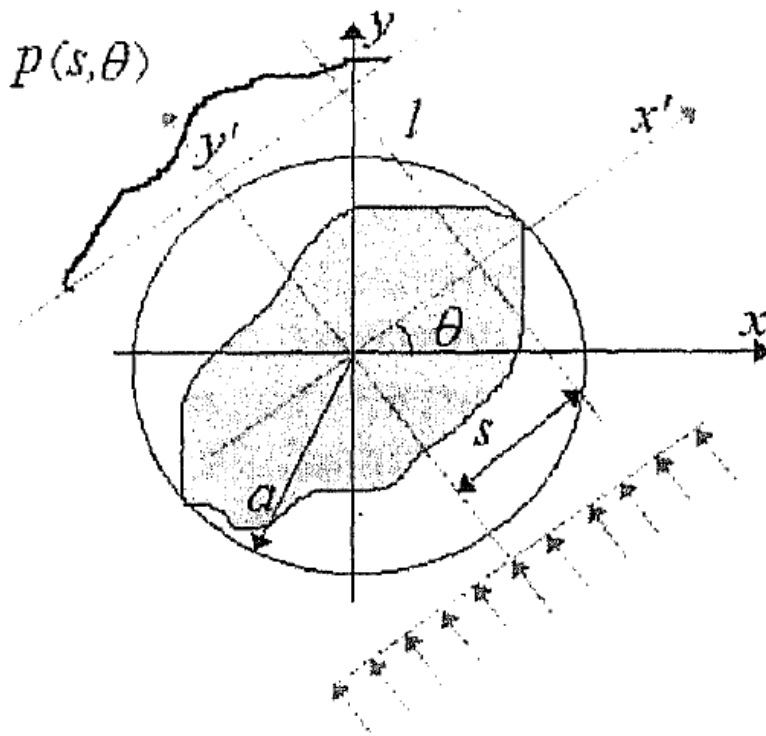


Рисунок 1.7 – Система координат при параллельной геометрии пучка [41]

Двумерный интеграл из уравнения (9) для $f(s, t)$ можно свести к одномерному, воспользовавшись фильтрующим свойством дельта-функции:

$$g(s, \theta) = \int_{-\infty}^{\infty} f(s \cos \theta - t \sin \theta, s \sin \theta + t \cos \theta) dt \quad (12)$$

Проекции $g(s, \theta)$ вычисляются под всевозможными углами θ и для тех значений s , при которых двумерная функция $f(x, y)$ отлична от нуля. На практике величина s ограничивается физическими размерами исследуемого объекта, а угол θ изменяется в пределах от 0 до 180° , удобно ввести в рассмотрение окружность радиусом a , охватывающую исследуемое поперечное сечение. В этом случае интеграл (12) равен:

$$g(s, \theta) = \int_{-\sqrt{a^2-s^2}}^{\sqrt{a^2-s^2}} f(s \cos \theta - t \sin \theta, s \sin \theta + t \cos \theta) dt \quad (13)$$

где $0 \leq \theta < \pi$. Интегралы двумерной функции $f(x, y)$ вдоль всех возможных линий называются (двумерным) преобразованием Радона $f(x, y)$:

$$g(s, \theta) = \int_{-\infty}^{\infty} f(s, t) dt \quad (14)$$

Таким образом, идея алгоритма преобразования Радона состоит в том, что оценку плотности $f(x, y)$ в любой точке с координатами (x, y) находят путем суммирования лучей, проходящих через эту точку.

Можно сделать следующие выводы:

1. Метод компьютерной томографии всегда состоит из двух этапов. На первом – формируются проекционные данные (радоновский образ). На втором – с помощью некоторого алгоритма по полученной информации восстанавливается изображение поперечного сечения исследуемого объекта.
2. Между проекционными данными $g(s, \theta)$ и восстанавливаемым изображением $f(x, y)$ существует однозначная связь, определяемая интегральным уравнением (12) или (13). Поэтому для нахождения алгоритма восстановления томограммы $f(x, y)$ по $g(s, \theta)$ необходимо найти решение интегрального уравнения. Однако изображения, полученные с помощью преобразования Радона, не являются этим решением.
3. Полученные проекционные данные представляют собой дискретное изображение $g(s, \theta)$, значения которого равны интегралам (12) или (13). Дискретность изображения $g(s, \theta)$ по параметрам s и θ обусловлена технической реализацией томографов. Конечное число интегралов приведет к погрешностям восстановления томографических изображений [41].

Теорема Фурье о центральном сечении

В основе большинства алгоритмов восстановления томографических изображений лежит теорема о центральном сечении, которая устанавливает связь между преобразованием Фурье функции $f(x, y)$ и $g(s, \theta)$. Теорема о

центральном сечении утверждает, что одномерный фурье-образ проекции $g(s, \theta)$ равен сечению двумерного фурье-образа $F(u, v)$ функции $f(x, y)$ вдоль прямой, проходящей через начало координат в частотной области под углом θ к оси u . Принцип теоремы Фурье о центральном сечении схематически показан на рисунке 1.8.

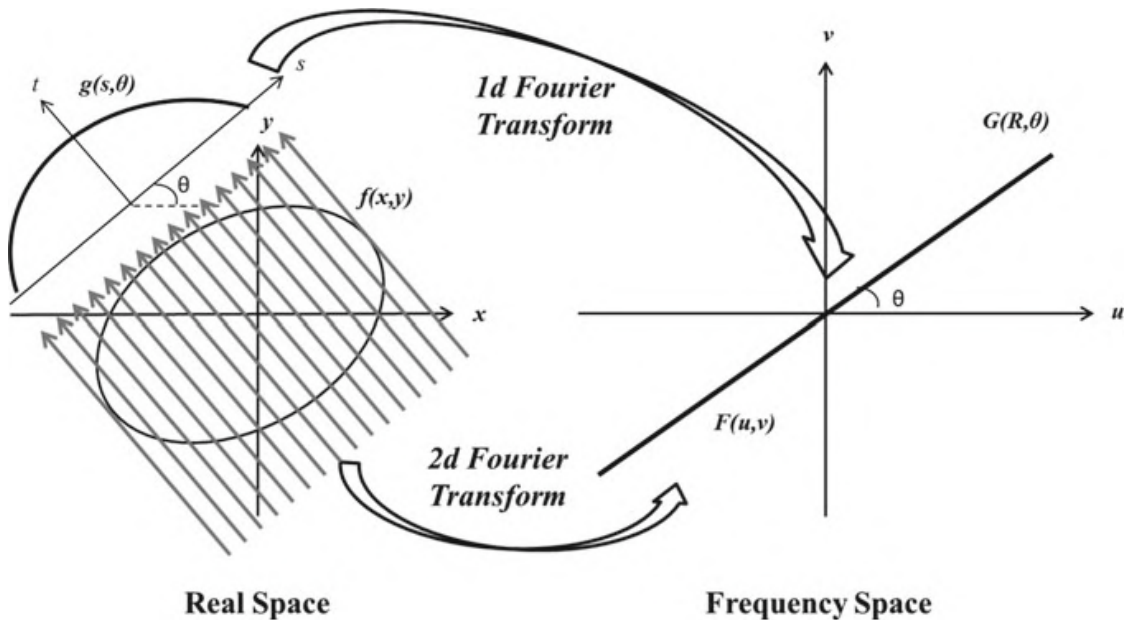


Рисунок 1.8 – Схематическое изображение теоремы Фурье о центральном сечении [36]

Преобразование Фурье от $g(s, \theta)$:

$$G(R, \theta) = \int_{-\infty}^{\infty} g(s, \theta) e^{-i2\pi R s} ds \quad (15)$$

Используя уравнение 11:

$$G(R, \theta) = \int_{-\infty}^{\infty} \left\{ \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) \delta(x \cos \theta + y \sin \theta) dx dy \right\} e^{-i2\pi R s} ds \quad (16)$$

Изменяя порядок интегрирования, получаем:

$$G(R, \theta) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) \left\{ \int_{-\infty}^{\infty} \delta(x \cos \theta + y \sin \theta - s) e^{-i2\pi R s} ds \right\} dx dy \quad (17)$$

Внутренний интеграл в уравнении 17 вносит вклад при условии, указанном в уравнении 10. Таким образом, мы имеем:

$$G(R, \theta) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) e^{-i2\pi(x\cos\theta + y\sin\theta)R} dx dy \quad (18)$$

Заменяя:

$$u = R\cos\theta$$

$$v = R\sin\theta$$

Уравнение 18 становится:

$$G(R, \theta) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) e^{-i2\pi(xu + yv)} dx dy = F(u, v) \quad (19)$$

Таким образом, показано, что одномерное преобразование Фурье $G(R, \theta)$ проекционных данных $g(s, \theta)$ действительно равно двумерному преобразованию Фурье $F(u, v)$ функции $f(x, y)$. Это так называемая теорема Фурье о центральном сечении.

Можно переписать уравнение 18 как:

$$G(R, \theta) = F(R\cos\theta, R\sin\theta) \quad (20)$$

В фурье-алгоритме восстановления томографических изображений вначале вычисляются одномерные фурье-образы $G(R, \theta)$ по проекциям $g(s, \theta)$. Получается двумерный спектр томографического изображения в полярной системе координат (s, θ) . Затем выполняется обратное двумерное преобразование Фурье $F(u, v)$ также в полярной системе координат. Это так называемый метод прямого преобразования Фурье.

Основная трудность в использовании этого метода возникает при его применении к реальным данным. Проекционные данные имеют дискретный характер, так как вычисляются для дискретных значений s, θ и представляют собой массив значений проекций $g(s_i, \theta_j)$. При реализации фурье-алгоритма по дискретным данным используются процедуры двумерного дискретного преобразования Фурье или быстрого преобразования Фурье. Однако эти

преобразования осуществляются на прямоугольной сетке отсчетов, а фурье-образы проекций $g(s_i, \theta_j)$ получаются на полярной сетке, поэтому необходима сложная интерполяция значений.

Метод обратного проецирования

Алгоритмы, основанные на методе обратного проецирования, широко используются благодаря своей простоте и высокой точности.

Если данные проекции – $g(s, \theta)$, то оператор обратной проекции B может быть определен как:

$$[Bf](x, y) = \int_{-\pi/2}^{\pi/2} g(s, \theta) d\theta \quad (21)$$

Качественно, этап обратного проецирования можно сравнить с «размазыванием» данных линейных интегралов (проекционных данных) вдоль тех же линий в реконструируемом объекте, которые создавали линейные интегралы в исходном объекте, с последующим суммированием данных для всех проецируемых лучей. Однако качество реконструированного изображения зависит от количества используемых проекций. На рисунке 1.9 показано влияние количества проекций на итоговое реконструированное изображение. Это проиллюстрировано с использованием фантома Шеппа-Логана [42]. Увеличение количества проекций повышает контрастность изображения и уменьшает полосы, возникающие из-за обратной проекции.

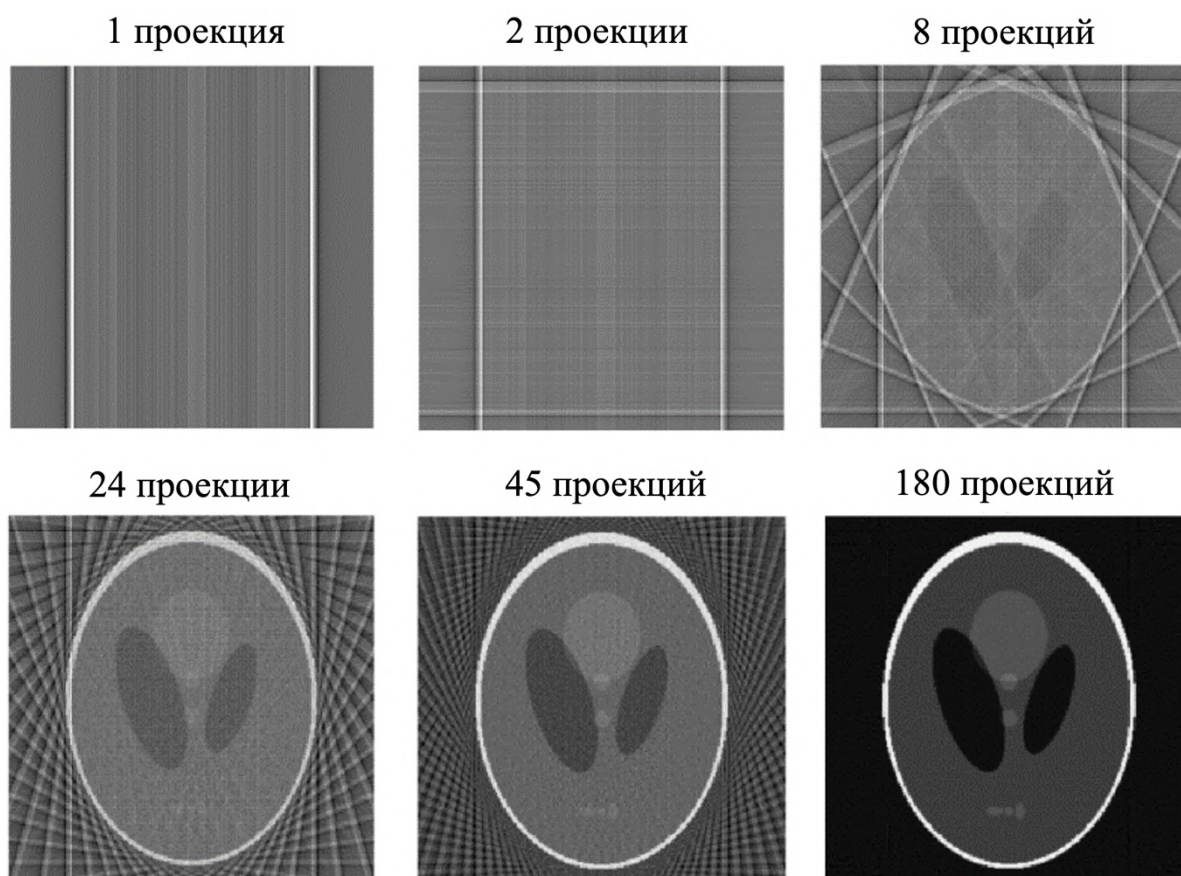


Рисунок 1.9 – Влияние количества проекций на проецируемое изображение (в иллюстрации используется фантом Шеппа и Логана [44])

Алгоритм обратного проецирования с фильтрацией

Если процесс реконструкции состоит только из обратного проецирования, то полезный эффект представляет собой фильтрацию низких частот, которую легко применить к точечному объекту. Чтобы компенсировать потерю информации, связанную с особенностями фильтрации низких частот, необходимо отфильтровать данные проекции с помощью фильтра высоких частот перед этапом обратного проецирования (рисунок 1.10). Это составляет основу схемы алгоритма обратного проецирования с фильтрацией (FBP). FBP является наиболее широко используемым методом для реконструкции в 2D-томографии.

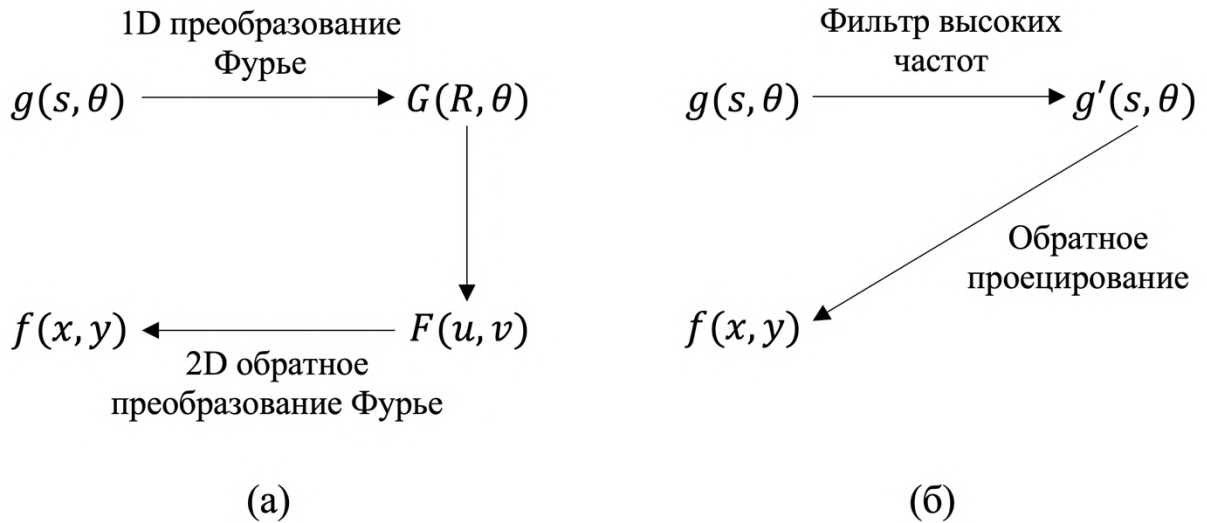


Рисунок 1.10 – Схематическое изображение: (а) метода прямого преобразования Фурье, (б) метода обратного проецирования с фильтрацией

Математически фильтр высоких частот — это не что иное, как высокочастотный фильтр с добавлением к передаточной функции константы, равной половине высоты фильтра. Фильтрованный алгоритм обратной проекции может быть получен следующим образом, используя обратное преобразование Фурье в уравнении 20, функция объекта $f(x, y)$ будет выражена как:

$$f(x, y) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} F(u, v) e^{i2\pi(ux+yv)} dudv \quad (22)$$

Заменяя:

$$u = R \cos \theta$$

$$v = R \sin \theta$$

Уравнение 22 становится:

$$f(x, y) = \int_0^{\pi} \int_0^{\infty} G_{\theta}(R, \theta) e^{i2\pi R(x \cos \theta + y \sin \theta)} R dR d\theta \quad (23)$$

где $G_{\theta}(\cdot)$ – функция Фурье в полярных координатах. Уравнение 23 можно представить как:

$$\begin{aligned}
f(x, y) &= \int_0^\pi \int_0^\infty G_\theta(R, \theta) e^{i2\pi R(x \cos \theta + y \sin \theta)} R dR d\theta \\
&+ \int_0^\pi \int_0^\infty G_\theta(R, \theta + \pi) e^{i2\pi R(x \cos(\theta + \pi) + y \sin(\theta + \pi))} R dR d\theta
\end{aligned} \tag{24}$$

Исходя из того, что функция Фурье $G_\theta(\cdot)$ является периодической с периодом 2π :

$$G_\theta(R, \theta + \pi) = G_\theta(-R, \theta) \tag{25}$$

Используя интервал $0 \leq \theta < \pi$ для $-\infty < R < \infty$, уравнение 25 может быть записано как:

$$f(x, y) = \int_0^\pi \left[\int_0^\infty G_\theta(R, \theta) |R| e^{i2\pi R(x \cos \theta + y \sin \theta)} R dR \right] d\theta \tag{26}$$

Используя теорему Фурье о центральном сечении, двумерное преобразование Фурье $F_\theta(R, \theta)$ равно одномерному преобразованию Фурье проекции под углом θ , из этого следует:

$$\begin{aligned}
f(x, y) &= \int_0^\pi \left[\int_0^\infty G_\theta(R, \theta) |R| e^{i2\pi R(x \cos \theta + y \sin \theta)} R dR \right] d\theta \\
&= \int_0^\pi \left[\int_{-\infty}^\infty \left[\int_{-\infty}^\infty g(s, \theta) e^{-i2\pi R s} ds \right] |R| e^{i2\pi R(x \cos \theta + y \sin \theta)} dR \right] d\theta
\end{aligned} \tag{27}$$

Уравнение 26 описывает полный алгоритм обратного проецирования с фильтрацией. По итогу проекционные данные $g(s, \theta)$ подвергаются преобразованию Фурье $(\int_{-\infty}^\infty g(s, \theta) e^{-i2\pi R s} ds)$, фильтруются с помощью фильтра высоких частот, и производится обратное проецирование с фильтрацией (ФВР).

Алгебраические методы реконструкции

Реконструкция структуры объектов на основе проекционных данных представляет собой задачу, которая изучается уже много лет. Развитие науки и техники способствует постоянному улучшению ранее созданных методов, а также появлению новых подходов к восстановлению [43, 44]. Все

существующие методы реконструкции внутренней структуры объекта по набору нейтронных радиографических изображений можно разделить на два основных типа: аналитические (описанные в предыдущем разделе) и итерационные [43, 45]. Итерационные алгоритмы основаны на представлении объекта в виде массива ячеек одинаковой плотности, которые являются неизвестными величинами. Эти величины связаны системой линейных алгебраических уравнений, где свободные члены соответствуют данным проекций. Основными представителями итерационных алгоритмов являются алгебраические.

Алгебраические алгоритмы образуют большую группу алгоритмов реконструкции. Их название исторически сложилось абсолютно случайно: в них нет чего-либо более «алгебраического», чем в методе, которые рассматривались ранее. В алгебраическом методе реконструкции проекции представляются в виде набора линейных уравнений. Затем методом наименьших квадратов (МНК) вычисляется распределение ослабления по объему для данных линейных уравнений.

Любые томографические данные можно описать следующим уравнением:

$$g = Af \quad (28)$$

где $g = (g_1, g_1, \dots, g_M)^T$ – измеренные данные (проекции), $f = (f_1, f_2, \dots, f_N)^T$ – неизвестное линейное распределение ослабляющих центров в объекте, $A = M \times N$ – это системная матрица. Под проекциями подразумеваются двумерные (радиографические) изображения трехмерных объектов, которые напрямую не используются для анализа. Реконструкция — это алгоритм преобразования проекций в трехмерную картину распределения ослабляющих центров в объекте. С математической точки зрения реконструкция — это обратная задача, цель которой найти неизвестное f при известных g , используя уравнение 28.

В алгебраическом подходе предполагается, что реконструируемый объект состоит из матрицы неизвестных элементов, а проекционные данные моделируются набором линейных уравнений. Реконструкция сводится к решению набора линейных уравнений методом наименьших квадратов.

Рассмотрим вектор линейных коэффициентов ослабления в пикселях теневого изображения $f = (f_1, f_2, \dots, f_N)^T \in \mathbb{R}^{N \times 1}$. Набор проекций $g = (g_1, g_2, \dots, g_M)^T \in \mathbb{R}^{M \times 1}$ можно выразить как систему линейных уравнений:

$$\begin{aligned} g_1 &= a_{11}f_1 + a_{12}f_2 + \dots + a_{1N}f_N \\ g_2 &= a_{21}f_1 + a_{22}f_2 + \dots + a_{2N}f_N \\ &\dots \\ g_M &= a_{M1}f_1 + a_{M2}f_2 + \dots + a_{MN}f_N \end{aligned} \tag{29}$$

В матричном виде уравнение 29 можно записать как:

$$\begin{pmatrix} g_1 \\ g_2 \\ \vdots \\ g_M \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & \dots & a_{1N} \\ a_{21} & a_{22} & \dots & a_{2N} \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ a_{M1} & a_{M2} & \dots & a_{MN} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} f_1 \\ f_2 \\ \vdots \\ f_N \end{pmatrix} \tag{30}$$

Или:

$$g = Af \tag{31}$$

Для двумерного среза $N = n_p^2$ – это общее количество пикселей, $M = n_p \cdot n_\varphi$ – это произведение количества пикселей в одной строке радиографического изображения (n_p) и количества угловых положений образца (n_φ).

Если матрица A смоделирована правильно, она включает все физические особенности системы обнаружения. Формирование проекционных элементов дискретизации, как линейной комбинации коэффициентов ослабления, является дискретной версией интегрирования

коэффициентов ослабления по некоторой длине пути, как представлено в уравнении 31.

В области томографической реконструкции широко применяются итерационные методы восстановления структуры исследуемого объекта, различающиеся стратегией внесения корректировок на каждом шаге итерационного процесса. Наиболее распространёнными среди них являются алгебраический метод реконструкции (ART, Algebraic Reconstruction Technique) [46], алгоритм одновременной итерационной реконструкции (SIRT, Simultaneous Iterative Reconstruction Technique) [47] и итерационный метод наименьших квадратов (ILST, Iterative Least Squares Technique) [48].

Эти методы основаны на принципе последовательного уточнения приближенного изображения путем итеративного сравнения расчётных проекций с экспериментальными данными. На каждом шаге алгоритма сначала вычисляются лучевые суммы на основе текущего распределения плотности в двумерной дискретной модели объекта. Затем, путём сравнения с реальными проекционными данными, определяются поправки, которые вносятся во все точки, соответствующие траектории луча. После обработки всех проекций завершается текущая итерация, и, если разница между расчётными и измеренными значениями остаётся значительной, процесс повторяется.

Итерационные методы обладают рядом преимуществ по сравнению с аналитическими подходами, такими как устойчивость к шумам и возможность работы с ограниченным набором проекций. Однако их вычислительная сложность существенно выше, что требует значительных ресурсов для обработки данных. Критерием остановки итерационного процесса может служить как достижение заданной точности, так и выполнение определённого числа шагов, что позволяет гибко управлять балансом между точностью реконструкции и вычислительными затратами.

Таким образом качество получаемых томографических изображений зависит от выбранного алгоритма реконструкции, количества проекций и их контрастности.

1.3.3. Механизм получения изображений в нейтронной визуализации

Механизм получения проекционного изображения основан на ослаблении нейтронного пучка, проходящего через вещество (рисунок 1.11). Ослабление зависит от полного сечения взаимодействия нейтронов с атомными ядрами материала. Сечение взаимодействия в первом приближении можно рассматривать как площадь проекции поперечного сечения атомного ядра на плоскость, перпендикулярную направлению движения нейтрона. Сечение – мера вероятности столкновения нейтрона с ядром без учета результата взаимодействия. Такое сечение называют полным эффективным сечением σ . В связи с тем, что результат столкновения нейтрона с ядром может сопровождаться различными процессами, как было сказано выше, полное сечение подразделяют на сечение рассеяния $\sigma_s = \sigma_{coh} + \sigma_{incoh}$, характеризующее, как когерентное, так и некогерентное рассеяние, и сечение поглощения σ_a , описывающее процессы поглощения нейтрона ядром. Таким образом, полное эффективное сечение можно записать следующим образом: $\sigma = \sigma_s + \sigma_a$ или $\sigma = \sigma_{coh} + \sigma_{incoh} + \sigma_a$ [49]. Поскольку методы нейтронной визуализации основаны на ослаблении коллимированного нейтронного пучка, рассеяние и поглощение ведет к изменению интенсивности нейтронов, регистрируемых детектором, что позволяет получить контраст, зависящий от химического состава, плотности и кристаллической структуры (при использовании монохроматического нейтронного излучения) исследуемого объекта.

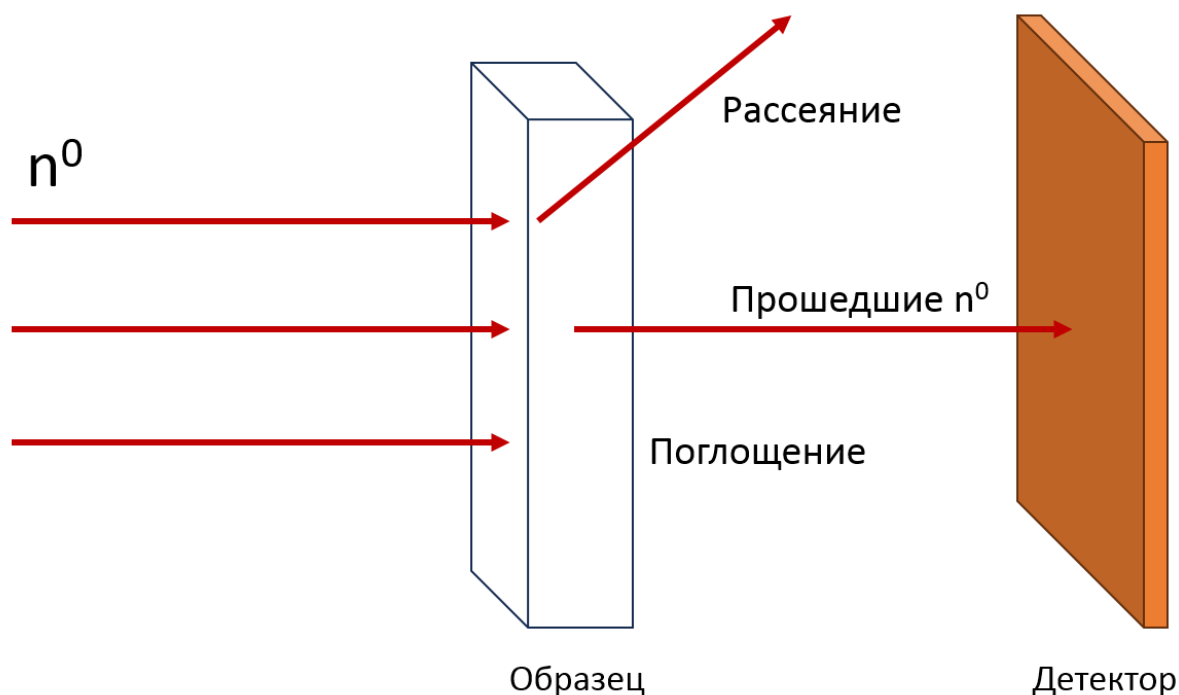


Рисунок 1.11 – Схема механизма получения изображений в нейтронной визуализации

На станциях нейтронной визуализации чаще всего используется полихроматический пучок тепловых нейтронов, поэтому контрастность изображения зависит от всех типов взаимодействия нейтронов с исследуемым образцом.

Как уже было сказано выше, тепловые нейтроны имеют длину волны порядка нескольких \AA , что соответствует межплоскостному расстоянию для большинства кристаллических структур. По этой причине нейтроны (как и рентгеновское излучение) используют для исследования кристаллических структур методом дифракции. Но и в методах визуализации можно получить контраст, основанный на дифракционных эффектах.

Для поликристаллических образцов с изменением длины волны падающих на образец нейтронов изменяется сечение упругого когерентного рассеяния, тем самым изменяется и полное сечение взаимодействия. При $\lambda \leq 2d_{hkl}$ (λ – длина волны нейтронов; d_{hkl} – межплоскостное расстояние; h, k, l – миллеровские индексы плоскости), когда для кристаллической плоскости

(hkl) выполняется условие Вульфа-Брэгга $\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$, (θ – брэгговский угол рассеяния), происходит рассеивание нейтронов, тем самым они отклоняются от траектории прямого пучка и не попадают на детектор (или попадают в область вне прямого пучка). При $\lambda > 2d_{hkl}$ нейтроны не рассеиваются на данной кристаллографической плоскости и проходят через материал, поэтому при $\lambda = 2d_{hkl}$ происходит скачкообразное изменение сечения рассеяния, так называемый брэгговский скачок (рисунок 1.12). Зависимость полного сечения взаимодействия от длины волны нейтронов имеет пилообразную форму. Положение брэгговских скачков определяется межплоскостным расстоянием $2d_{hkl}$ отражающих плоскостей и зависит от кристаллической структуры материала. Для различных кристаллических структур в поликристаллическом образце можно подобрать длину волны нейтронов таким образом, чтобы получить контраст между ними, даже при одинаковом химическом составе. Наибольший интерес представляют собой изделия из сплавов с преобладающим сечением когерентного рассеяния нейтронов. Это открывает широкий круг возможностей для визуализации областей с преимущественной ориентацией зерен и распределения фаз в исследуемых образцах [A2]. Такая методика получила название дифракционно-контрастная визуализация.

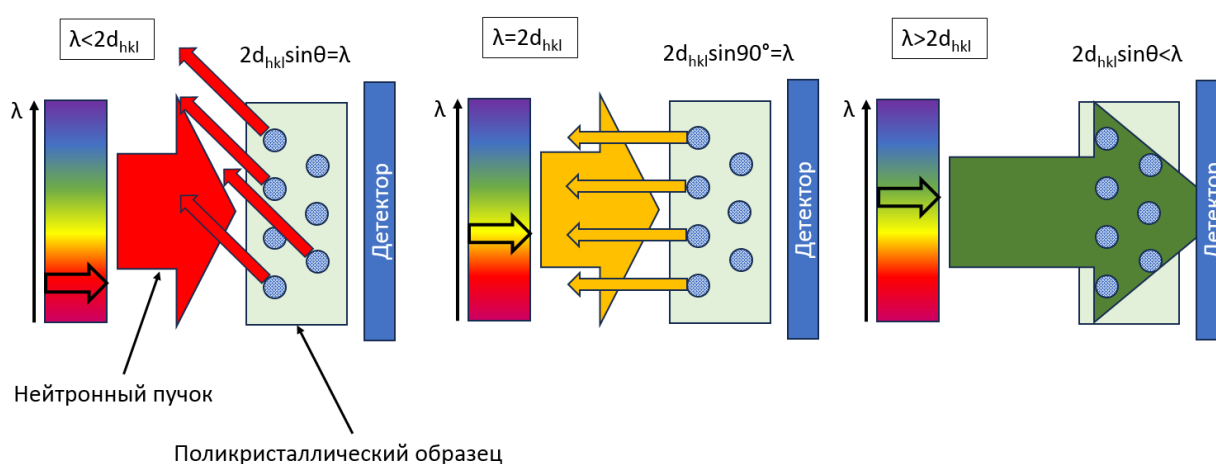


Рисунок 1.12 – Принцип метода дифракционно-контрастной визуализации

Помимо этого, существуют методики получения фазового контраста (для слабо взаимодействующих с нейтронами материалов) [50, 51] и контраста, получаемого с использованием поляризованных нейтронов (для магнитных материалов) [52, 53], но в рамках данной работы они рассматриваться не будут.

1.4. Приборы нейтронной визуализации

Самые ранние исследования по нейтронной радиографии, как было сказано выше, были проведены Х. Каллманном и Э. Куном в Германии в 1935 году с использованием Ra-Be источника с общим выходом нейтронов 4×10^7 н/с. Из-за низкой мощности источника требовалось длительное время экспозиции (почти 4 часа на одно радиографическое изображение). После появления исследовательских реакторов были продемонстрированы гораздо более качественные нейтронные радиографические изображения, полученные с использованием интенсивного пучка тепловых нейтронов на исследовательском реакторе [14].

Даже сегодня исследовательские реакторы остаются основным источником нейтронов для визуализации. Однако ядерные реакторы не являются портативными и ограничиваются небольшим количеством в мире. В сочетании с высокой стоимостью строительства реактора, обслуживания, безопасности и нормативных аспектов, а также ответственности за расходы на утилизацию отходов, это привело к разработке других источников нейтронов, которые могли бы использоваться в промышленности или для полевых применений. Например, источников нейтронов на основе радиоизотопов (^{252}Cf , $^{241}\text{Am-Be}$ и др.) и генераторных источников нейтронов на основе электронных трубок. Эти источники имеют меньшую стоимость и большую портативность, но за счет гораздо более низкого потока нейтронов по сравнению с исследовательскими реакторами и более низкого качества получаемых изображений. Поэтому их применение ограничено несколькими

конкретными приложениями, где портативность, стоимость и использование в полевых условиях, играют более важную роль, чем высокие требования к качеству изображения. Хотя в отдельных исследовательских центрах разрабатываются и уже вводятся в эксплуатацию испарительные источники нейтронов с высокой плотностью потока, исследовательские стационарные реакторы по-прежнему остаются основными площадками для создания приборов нейтронной визуализации.

Большая часть работ по нейтронной визуализации выполняется либо с использованием тепловых нейтронов (с энергией около 25 мэВ), либо с холодными нейтронами (с энергией 5 мэВ и меньше). Тепловые нейтроны по-прежнему являются более предпочтительными для нейтронной визуализации по двум причинам: во-первых, нейтроны в этом диапазоне энергий имеют более высокую проникающую способность, чем холодные нейтроны для большинства материалов; во-вторых, тепловые нейтроны можно легко получить, в отличие от холодных, где необходимо создание на исследовательском реакторе холодного источника. В последующей части литературного обзора характеристики станций нейтронной визуализации на базе исследовательских реакторов будут ограничены тепловыми нейтронами.

1.4.1. Оптическая схема прибора

Замедленные нейтроны из активной зоны реактора движутся через его биологическую защиту по полым каналам или нейтроноводам. Главной задачей в случае прибора нейтронной визуализации является формирование нейтронного пучка определенного размера и расходимости на месте образца. Для этого используются коллиматоры.

Коллиматор — это пассивное устройство, ограничивающее нейтронный пучок, так что через него проходят только те нейтроны, которые имеют заданный телесный угол. Он используется для ограничения расходимости нейтронного пучка, а также служит радиационной защитой от

рассеянных нейтронов и гамма-излучения. Первоначально нейтронный пучок ограничивается апертурой (небольшим отверстием), расположенной на входе коллиматора. Сам коллиматор пропускает только те нейтроны, которые позволяют получить на выходе из него требуемую расходимость нейтронного пучка, остальные поглощаются стенками коллиматора. В нейтронной визуализации принято использовать обратную расходимости величину, а именно коэффициент коллимации. Коэффициент коллимации нейтронного пучка характеризуется отношением L/D , где L — расстояние от входной апертуры коллиматора до детектора, а D — диаметр входной апертуры. Рисунок 1.13 показывает схематическую конфигурацию прибора нейтронной радиографии на исследовательском реакторе. Эксперименты по нейтронной визуализации требуют высокой степени коллимации L/D (т.е. малой расходимости нейтронного пучка), а поперечное сечение самого пучка на выходе из коллиматора должно быть как можно больше.

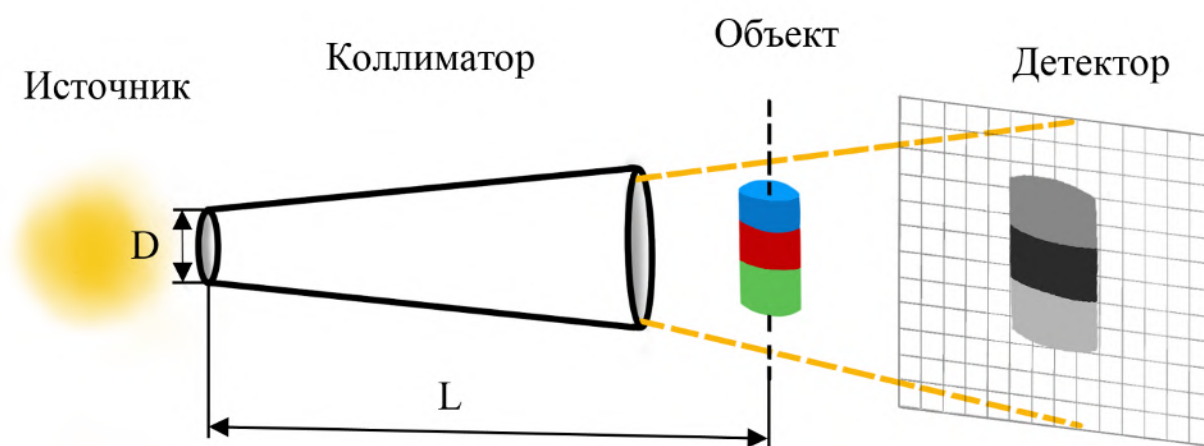


Рисунок 1.13 – Оптическая схема установки нейтронной визуализации. D – апертура, ограничивающая размер источника нейтронов, L – расстояние от апертуры до объекта

На установках нейтронной визуализации в основном используют коллиматоры двух типов: коллиматор Соллера и расходящийся коллиматор.

В коллиматоре Соллера используется несколько параллельных пластин, т.е. нейтроны, которые движутся не параллельно оси коллиматора, поглощаются стенками пластины (рисунок 1.14). Расходимость нейтронного пучка зависит от длины коллиматора и расстояния между пластинами. В качестве параллельных пластин чаще всего используют натянутую фольгу с напылением из гадолиния (имеющем очень высокое сечение поглощения нейтронов). Основным недостатком коллиматора Соллера является его стоимость, а также при размещении его близко к детектору на радиографических изображениях может быть виден рисунок из параллельных полос.

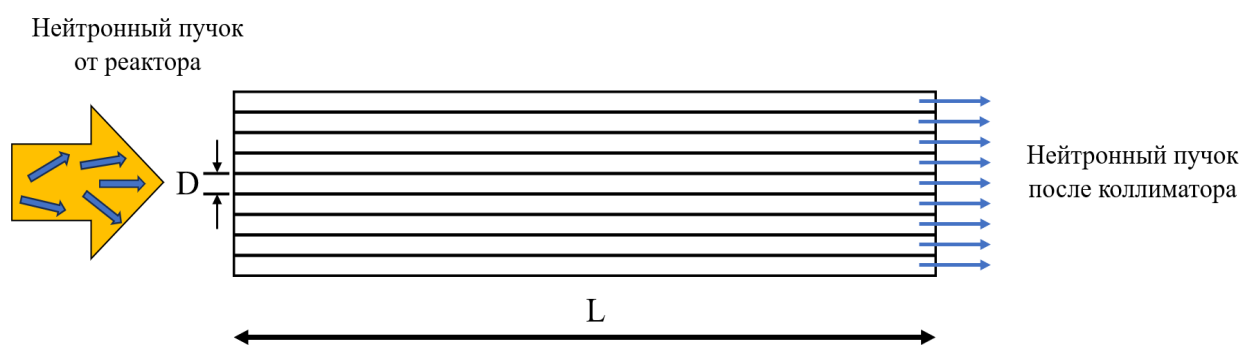


Рисунок 1.14 – Схема коллиматора Соллера

Расходящийся коллиматор (рисунок 1.15) представляет из себя сборку ограничителей, первый (от источника) с наименьшим размером входного отверстия играет роль диафрагмы, у последующих ограничителей размер внутреннего отверстия последовательно увеличивается для формирования на выходе из коллиматора необходимого размера нейтронного пучка. Главным преимуществом расходящегося коллиматора является проста в изготовлении [36].

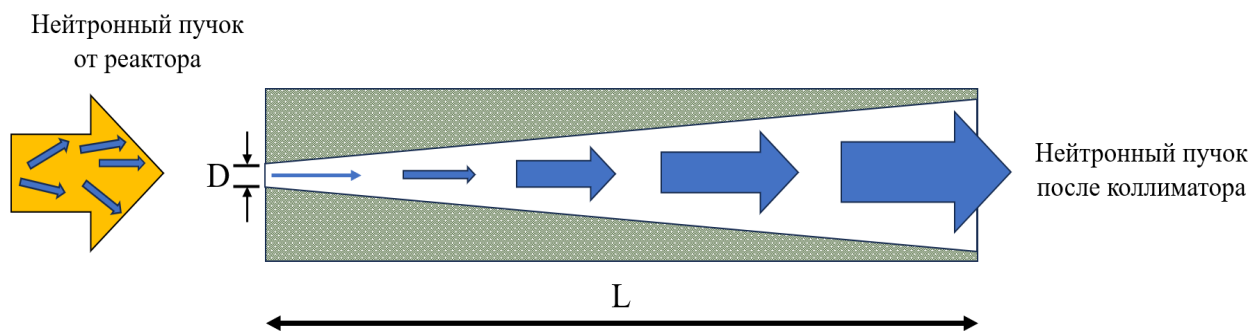


Рисунок 1.15 – Схема расходящегося коллиматора

1.4.2. Характеристики прибора, влияющие на качество изображения

Конструкция коллиматора является главной частью установки нейтронной визуализации, поскольку он будет определять размер и форму пучка на месте образца, его интенсивность, а также вносить вклад в пространственное разрешение прибора. Приходится учитывать множество параметров и идти на некоторые компромиссы, ввиду имеющихся ограничений, что и определяет окончательную конструкцию коллиматора. Ограничения различаются от прибора к прибору, это может быть максимальная плотность потока нейтронов реактора, требования к пространственному разрешению, требования ко времени экспозиции (скорости эксперимента), доступность пространства в экспериментальном зале реактора и т. д.

Плотность потока нейтронов является одним из важнейших параметров, который учитывают при создании установок нейтронной визуализации. Более высокая плотность потока нейтронов приводит к сокращению времени проведения измерений. Однако величина коллимации нейтронного пучка обратно пропорциональна плотности потока. Для расходящегося коллиматора плотность потока нейтронов на выходе из коллиматора φ , связана с параметром L/D как:

$$\varphi = \frac{\varphi_{\text{источник}}}{16 \times (L/D)^2} \quad (32)$$

где $\varphi_{\text{источник}}$ — плотность потока нейтронов на входе в коллиматор [36].

Пространственное разрешение установки нейтронной визуализации складывается из пространственного разрешения детектора и вклада, вносимого расходимостью нейтронного пучка. Этот вклад определяется значением геометрической нерезкости, который зависит от расстояния образец-детектор и параметра L/D . Геометрическая нерезкость d рассчитывается по формуле:

$$d = \frac{l}{L/D} \quad (33)$$

где l – расстояние от центра образца до детектора. В случае тонких образцов, расположенных вплотную к детектору, пространственное разрешение определяется только детектором.

1.4.3. Дифракционная оптика

Помимо коллиматора в оптическую схему прибора могут входить устройства для монохроматизации нейтронного пучка. На установках нейтронной визуализации на стационарных исследовательских реакторах для получения монохроматического нейтронного излучения используются два типа устройств: селектор скоростей и монохроматор, имеющих, как ряд преимуществ, так и ряд недостатков друг перед другом.

Селектор скоростей – это вращающееся, похожее на турбину устройство, которое поглощает неиспользуемую часть нейтронного спектра и пропускает только определенный диапазон длин волн (рисунок 1.16). Поскольку устройство не влияет на пропускаемую часть спектра, коллимация и направление луча не меняются. Чтобы получить разумный размер пучка на позиции детектора, селектор скоростей должен быть установлен близко к апертуре, где пучок все еще достаточно мал, чтобы поместиться во входное окно селектора скоростей. Выбор длины волны для селектора скоростей довольно грубый: $\Delta\lambda/\lambda$ находится в диапазоне от 10% до 20% [54]. Это, конечно, приводит к большей интенсивности пучка по сравнению с монохроматорами, имеющими более высокое разрешение. Однако для

изучения большинства дифракционных эффектов такого разрешения по длине волны недостаточно [55].

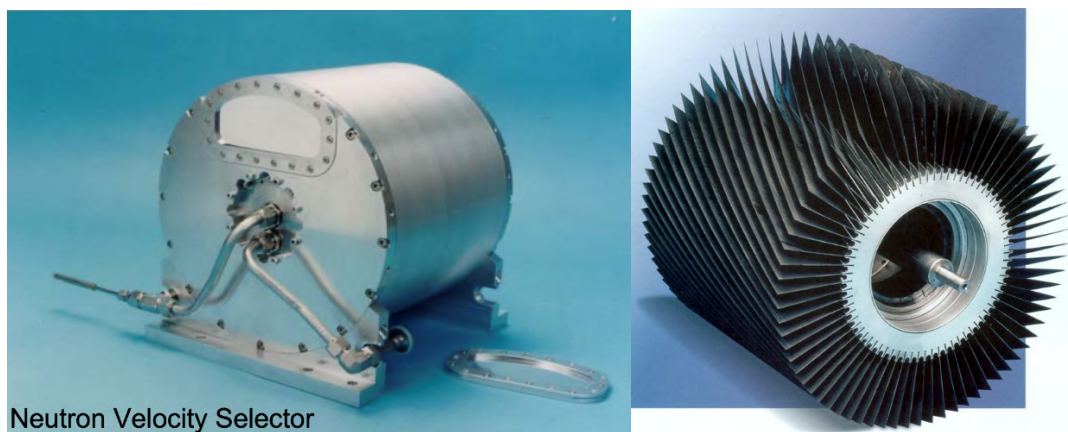


Рисунок 1.16 – Нейтронный селектор скоростей (Astrium GmbH концерна Daimler) [56]

Монохроматор – это устройство, в котором используется брэгговское отражение от кристалла монохроматора для получения требуемой длины волны нейтронов (рисунок 1.17). При использовании одного кристалла монохроматора отраженный (монохроматический) нейтронный пучок отклоняется на угол 2θ относительно падающего.

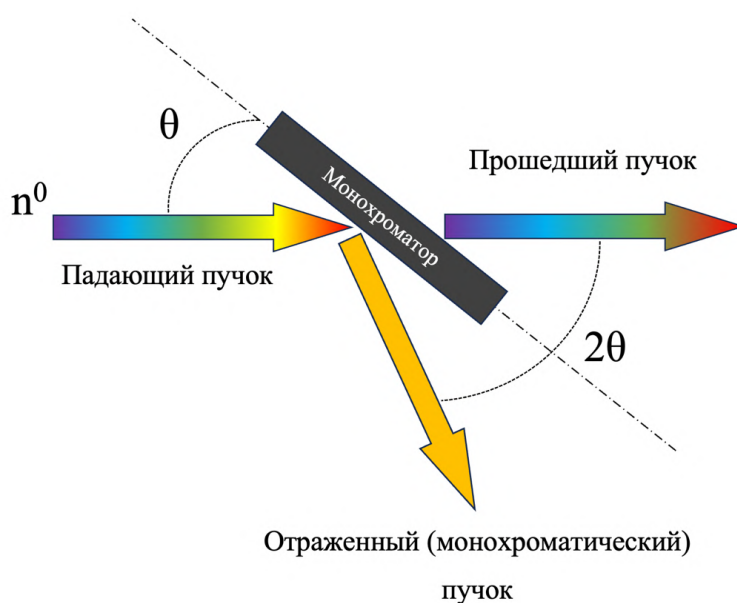


Рисунок 1.17 – Принцип получения монохроматического пучка при использовании кристалла-монохроматора

Такая конфигурация устройства монохроматора лучше подходит, если на установке предполагается использовать фиксированную длину волны монохроматического излучения, без возможности ее изменения. Существуют конфигурации приборов с одним кристаллом-монохроматором, где для изменения длины волны вместе с кристаллом поворачивается и столик образца и детектор, однако такая конфигурация усложняет создание биологической защиты станции и не позволяет использовать многоосевой стол образца. Поэтому для приборов с изменяемой длиной волны нейтронов используют устройства с двумя одинаковыми кристаллами монохроматора [57] (рисунок 1.18). Длина волны выбирается первым кристаллом, оставшийся полихроматический пучок, прошедший через первый кристалл, поглощается ловушкой. Второй кристалл дополнительно устанавливается на линейном столике. При установке второго кристалла в правильное линейное положение и на тот же угол Брэгга, что и у первого кристалла, происходит последовательное отражение монохроматического пучка от двух параллельных кристаллов, при котором выходящий пучок проходит параллельно исходному.

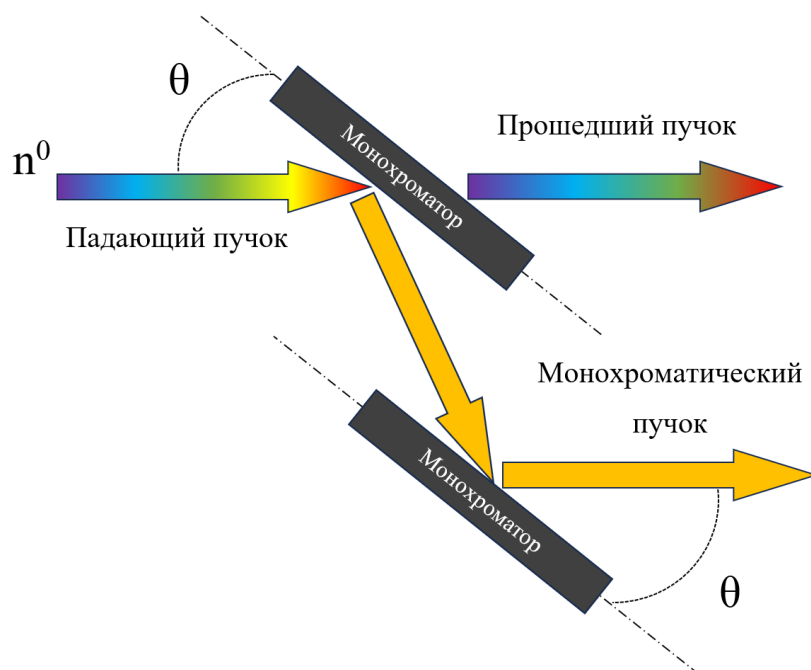


Рисунок 1.18 – Принцип получения монохроматического пучка при использовании двух кристаллов-монохроматора

Отраженная длина волны определяется законом Вульфа-Брэгга: $n\lambda = 2d \times \sin\theta$. Диапазон длин волн, принимаемый монохроматором, определяется его кристаллической структурой и мозаичностью. Более высокая мозаичность увеличивает интегральный поток нейтронов после монохроматора, однако снижает разрешение по длине волны. Как показано в таблице 1.1, наиболее часто используются кристаллы из пиролитического графита (PG), кремния (Si) и меди (Cu). Кристаллы монохроматора обычно выбираются в зависимости от необходимого диапазона длины волны нейтронов, требуемого для эксперимента, и разрешения ($\Delta\lambda/\lambda$).

Таблица 1.1 – Монокристаллы, используемые в качестве кристаллов монохроматоров на установках нейтронной визуализации, и их межплоскостные расстояния

Монокристалл	d, Å
Пиролитический графит (002)	3.36
Cu (220)	1.28
Ge (111)	3.27
Si (220)	1.19
Si (111)	3.13

Коллимация пучка фактически нарушается монохроматором из-за расходимости, вносимой мозаичностью кристаллов монохроматора. Расходимость пучка после монохроматора определяется сверткой мозаичности монохроматора и расходимости первичного пучка. Расходимость пучка после монохроматора может быть улучшена с помощью коллиматора.

1.4.4. Детектирование нейтронов

Как нейтральные частицы, нейтроны проявляют себя через взаимодействия с атомными ядрами. Нейтроны с достаточной кинетической энергией могут генерировать сигналы, когда ядра, отскакивая от упругих столкновений, ионизируют окружающий материал. В частности, отдача

протона является стандартным механизмом обнаружения быстрых нейтронов [58, 59]. Однако нейтроны с кинетической энергией менее нескольких электрон-вольт не могут вызывать ионизацию напрямую, для обнаружения требуется реакция захвата, при которой выделяется большое количество энергии в виде заряженных частиц и/или гамма-излучения. К таким нейтронам относятся тепловые и холодные нейтроны, представляющие наибольший интерес для применения в нейтронной визуализации. На практике нейтронный преобразователь, выбранный для реакции захвата нейтронов, является основой для нейтронного детектора. Главными характеристиками преобразователя нейтронов являются: большое сечение поглощения нейтронов, минимальное сечение взаимодействия с гамма-излучением, продуктами реакции являются заряженные частицы. Также предпочтительно ограниченное или полностью отсутствующее генерирование гамма-излучения. В таблице 1.2 показаны основные преобразователи, используемые в настоящее время в дифрактометрах и приборах визуализации.

Таблица 1.2 – Сечение поглощения и свойства испускаемых частиц в материалах конвертерах тепловых и холодных нейтронов

Изотоп	Реакция	Сечение поглощения нейтрона (барн), при $\lambda=1.8 \text{ \AA}$	Энергия заряженных частиц (КэВ)	Испускание γ -квантов
^3He	$^3\text{He}(n, p)^3\text{He}$	5333	p: 573, ^3He : 191	Нет
^6Li	$^6\text{Li}(n, \alpha)^3\text{He}$	940	^3He : 2727, α : 2055	Нет
^{10}B	$^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$	3835	α : 1472, ^7Li : 480	Да
^{157}Gd	$^{157}\text{Gd}(n, \gamma)$ ^{158}Gd	259000	Электроны конверсии: 29-182	Да

Как ядерные свойства, так и характеристики самого материала влияют на выбор преобразователя для конкретного применения. ^3He и ^6Li имеют относительно большое сечение поглощения нейтронов, но наиболее важной особенностью является то, что эти реакции захвата высвобождают всю свою энергию в заряженных частицах, что делает эти преобразователи лучшим выбором для детекторов с низким уровнем шума и высокой скоростью работы. Газовые пропорциональные счетчики ^3He имеют невысокое пространственное разрешение, но очень низкую чувствительность к гамма-излучению, из-за чего они получили широкое распространение в детекторных системах для приборов по рассеянию нейтронов. ^6Li является очень эффективным сцинтилляционным конвертером и используется в наиболее широко применяемых сцинтилляторах для тепловых нейтронов: стекле ^6Li , сцинтилляционных экранах $^6\text{LiF/ZnS}$ и $^6\text{LiF/CsI}$. ^{10}B имеет большее сечение поглощения, чем ^6Li , и в отличие от ^3He может находиться в твердом состоянии с очень высокой плотностью атомов бора. Реакция захвата ^{10}B имеет недостаток, заключающийся в получении гамма-излучения и более тяжелых продуктов (^7Li). Соединение $^{10}\text{BF}_3$ давно используется в пропорциональных счетчиках, а ^{10}B используется в полупроводниковых детекторах, микроканальных пластинах и некоторых сцинтилляторах.

^{157}Gd имеет ряд недостатков в качестве преобразователя, но представляет интерес для получения проекционных изображений из-за огромного резонанса при энергиях тепловых нейтронов. Захват ^{157}Gd дает спектр гамма-лучей высокой энергии, которые трудно сосчитать или экранировать. В детекторах на основе гадолиния передача энергии люминофору происходит с помощью электронов конверсии.

Детекторы для визуализации тепловых нейтронов должны сочетать хорошее пространственное разрешение и большое поле зрения. На сегодняшний день основными приборами для регистрации нейтронов на

установках нейтронной визуализации являются детекторы на основе экранов сцинтилляторов и микроканальных пластин.

Детекторы на основе сцинтилляторов

В настоящее время на большинстве установок нейтронной визуализации в ведущих научных центрах используются цифровые детекторы на основе сцинтилляционных пластин и светочувствительных матриц с различными их вариациями для разных экспериментальных задач. Типичная система такого рода детекторов состоит из сцинтилляционного экрана, зеркала, фокусирующей линзы и цифровой камеры (рисунок 1.19) [22, 60-63].

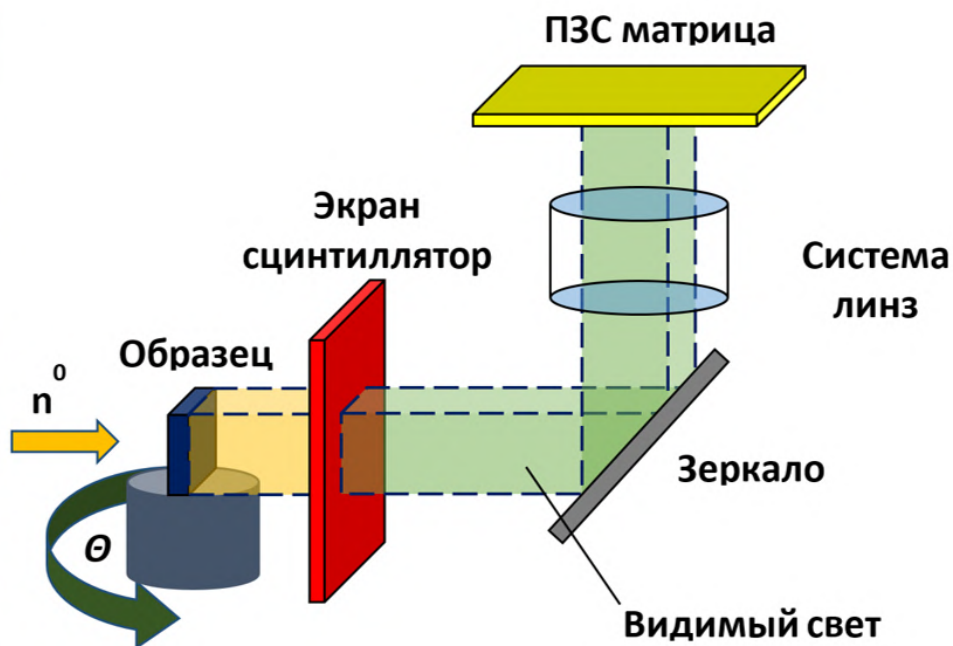


Рисунок 1.19 – Схема работы детекторной системы на основе сцинтиллятора

В качестве цифровой камеры в нейтронных детекторах используют ПЗС- или КМОП-матрицы. Последние в настоящее время стали более эффективными, обладают лучшим отношением сигнал/шум и более быстрой скоростью считывания. Для снижения уровня шума, такие матрицы охлаждаются Пельтье элементами.

Оптическая система детектора (светочувствительная матрица + объектив) должна иметь пространственное разрешение не хуже, чем пространственное разрешение сцинтиллятора.

Сцинтиллятор — это вещество, которое при поглощении ионизирующего излучения испускает низкоэнергетические фотоны (видимый свет). В случае нейтронных сцинтилляторов, работающих в тепловом диапазоне, необходимо наличие преобразователя, который при воздействии нейтронов испускает заряженные частицы, или электроны внутренней конверсии.

В течение долгого времени наиболее распространенными сцинтилляторами тепловых нейтронов были литиевое стекло и ${}^6\text{LiF/ZnS}$ [64, 65]. Активированное церием стекло ${}^6\text{Li}$ является внутренним сцинтиллятором (т.е. атом конвертера и люминофор являются частью одного и того же материала). Литиевое стекло используется в некоторых дифракционных детекторах [66], но довольно редко используется в нейтронной визуализации, поскольку для эффективного захвата тепловых нейтронов требуется толщина > 1 мм, а световыход составляет всего 2.5 фот./ $(\text{н.}\times\text{ср})$.

Бинарный сцинтиллятор ${}^6\text{LiF/ZnS}$ создается путем смешивания частиц конвертера с частицами люминофора, где оба материала имеют размеры зерен в несколько микрон. Стандартный сцинтиллятор ${}^6\text{LiF/ZnS}$ [64, 65] обеспечивает световыход ≈ 500 фот./ $(\text{н.}\times\text{ср})$.

Детекторы на основе сцинтиллятора ${}^6\text{LiF/ZnS}$ имеют ряд преимуществ перед другими сцинтилляторами. ${}^6\text{LiF/ZnS}$ недорог и может наноситься на алюминиевые подложки (прозрачные для нейтронов) любого размера. Толщину нанесенного слоя легко контролировать, что позволяет получить равномерное значение пространственного разрешения и световыхода на всей площади сцинтиллятора. На данный момент наилучшее пространственное

разрешение сцинтилляторов на основе ${}^6\text{LiF/ZnS}$ составляет ≈ 40 мкм при толщине 50 мкм. Все элементы в смеси имеют низкий атомный номер, что делает сцинтиллятор слабо чувствительным к гамма-излучению.

Толщина сцинтиллятора прямо пропорционально пространственному разрешению и имеет экспоненциальную зависимость с эффективностью. То есть чем меньше толщина сцинтиллятора, тем выше пространственное разрешение, но ниже эффективность. В последнее время появились работы с бинарным сцинтиллятором ${}^6\text{LiF/CsI}$ [67]. Из-за столбчатой структуры CsI с уменьшением толщины сцинтиллятора его эффективность уменьшается не так резко, как у ${}^6\text{LiF/ZnS}$, при сравнимом пространственном разрешении.

Сцинтилляторы на основе гадолиния, например $\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S}$ (GOS), Gd_2SiO_5 (GSO), $\text{Gd}_3\text{Al}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ [68-70], имеют ограниченный световой выход, поскольку передача энергии происходит электронами конверсии, а очень большое сечение поглощения нейтронов говорит о высокой эффективности захвата, которая может быть достигнута при толщине материала не больше нескольких десятков микрон. По этой причине сцинтилляторы на основе гадолиния применяются в нейтронной визуализации высокого разрешения (10-30 мкм) [71].

При толщине от нескольких десятков до нескольких сотен микрон эффективность сцинтилляторов для тепловых нейтронов составляет всего несколько процентов. Кроме того, люминофор ZnS имеет длительное послесвечение, что усложняет визуализацию динамических процессов при высокой скорости съемки. Сцинтилляторы на основе Gd не имеют такого долгого послесвечения, но имеют заметно более слабый световой выход и благодаря высокому атомному номеру Gd ($Z = 64$) весьма восприимчивы к гамма-излучению, что вносит вклад в фон.

Детекторы на основе микроканальных пластин

Альтернативой сцинтилляторам, используемых в детекторах нейтронной визуализации, являются микроканальные пластины (МКП). Детекторы на основе МКП с высоким пространственным разрешением (~10 мкм) и временем считывания (~100 нс) широко используются для регистрации электронов, ионов, а также ультрафиолетового и рентгеновского излучения. Многие преимущества МКП применимы также к обнаружению нейтронов с высоким пространственным разрешением. Принцип работы детектора основан на ядерной реакции захвата нейтрона ядром ^{10}B (рисунок 1.20), которая происходит в пределах стенок стеклянных каналов толщиной в несколько микрон, содержащих несколько весовых процента ^{10}B . Продуктами реакции являются α -частица и ^7Li , которые движутся в противоположных направлениях для сохранения импульса, и выходят с поверхности стенок канала в свободное вакуумированное пространство. Когда эти тяжелые частицы пересекают поверхность стенок канала, высвобождается большое количество вторичных электронов и других частиц ($\text{H}^{+/-}$, OH^-) [72], что приводит к сильной электронной лавине [73]. Высокая энергия α -частиц и ^7Li приводит к тому, что они взаимодействуют со стенками канала дважды, сначала при выходе с поверхности стенки, а затем после пересечения вакуумированного канала, с противоположной стенкой, практически гарантируя генерацию обнаруживаемого выходного импульса [74]. МКП могут иметь различную геометрию каналов (рисунок 1.21), которая влияет на эффективность захвата нейтронов, количество высвобождаемых вторичных электронов и т.д. Пространственное разрешение определяется размером каналов и расстоянием между ними, и составляет 50-100 мкм.

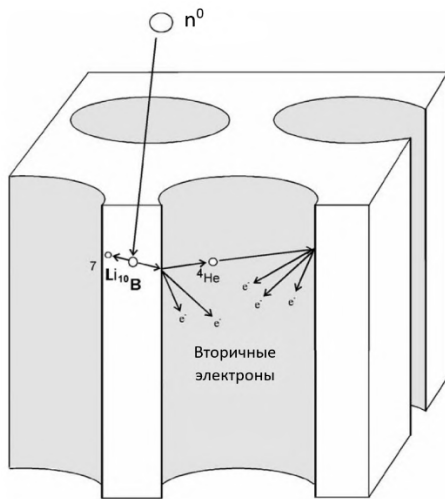


Рисунок 1.20 – Принцип работы микроканальной пластины для детектирования нейтронов

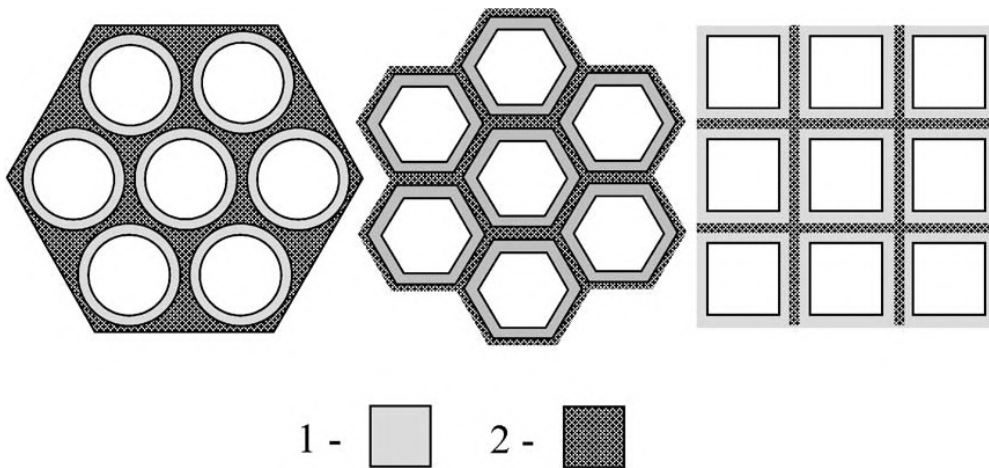


Рисунок 1.21 – Круглая, гексагональная и квадратная геометрия каналов нейтронных МКП. 1 – область захвата нейтронов, 2 – область поглощения нейтронов [74]

На выходе из каналов размещается фотоумножитель и счетчик для регистрации сигнала. Существуют вариации с размещением за МКП сцинтиллятора, что позволяет создать гибридное детекторное устройство с зеркалом, объективом и ПЗС- или КМОП-матрицей (рисунок 1.22) [75].

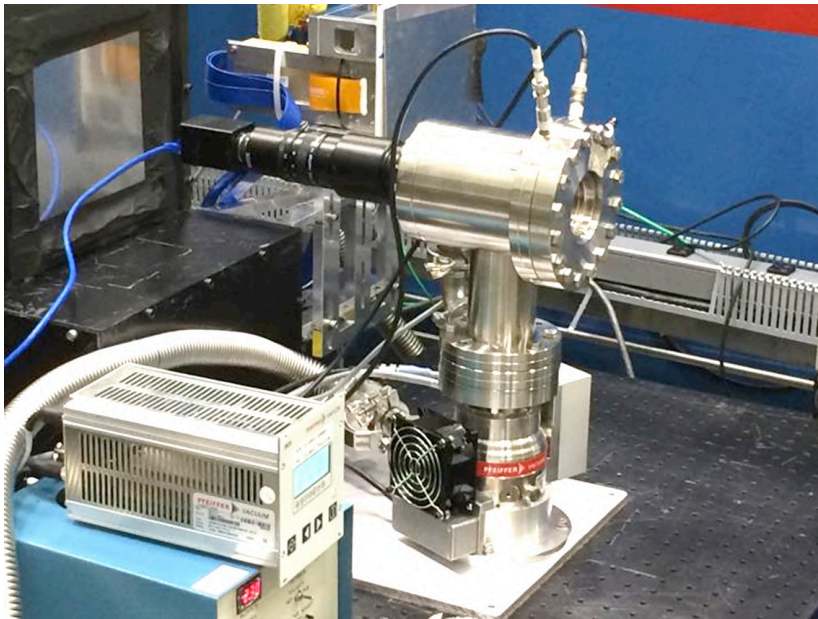


Рисунок 1.22 – МКП детектор на станции CG-1D, Ок-Ридж, США [75]

Преимущество детекторных систем на основе МКП заключается прежде всего в довольно высоком пространственном разрешении в сочетании с хорошей эффективностью обнаружения нейтронов, к тому же между этими характеристиками нет прямой зависимости. Недостатком же является высокая стоимость и сложности в создании МКП большого размера.

Помимо описанных выше существуют и другие детекторы нейтронной визуализации, такие как запоминающие люминофоры (ImagingPlate), детекторы на основе аморфного кремния и др., но они применяются в узкоспециализированных задачах, поэтому в рамках данной работы подробно описаны не будут.

1.5. Применение методов нейтронной визуализации, актуальные направления исследований

В последние годы быстрое развитие методов нейтронной визуализации привело к улучшению как пространственного, так и временного разрешения установок, а также к внедрению методов, использующих новые контрастные механизмы [76–84]. Диапазон текущих и потенциальных применений широк, он включает, как уже ставшими обыденными исследования материалов, так и

исследования в области биологии [85–87], палеонтологии [88–92], изучения объектов культурного наследия [93–96] (рисунок 1.23).



Рисунок 1.23 – Применение методов нейтронной визуализации в зависимости от механизмов получения контраста [10, 16, 97–99]

Одной из актуальных задач, решаемых на установках нейтронной визуализации, является визуализация распределения водорода. Водород имеет аномально высокое сечение некогерентного рассеивания для нейтронов, что позволяет определить небольшие его концентрации даже в толще металлических изделий. На сегодняшний день опубликовано много работ по исследованию процессов водородного охрупчивания стальных изделий, где использовался метод нейтронной визуализации [98, 100]. Ещё одним направлением можно считать исследование материалов для хранения водорода. Метод нейтронной визуализации позволяет проводить in-situ исследования процессов поглощения и отдачи водорода в контейнерах для его хранения [101].

Нейтронная визуализация высокого разрешения успешно используется для отработки технологии производства и совершенствования топливных элементов с протон-обменной мембраной [102, 103]. Динамическая

нейтронная радиография позволяет визуализировать распределение воды в устройствах, работающих в реальных условиях. Вода является конечным продуктом электрохимического процесса в водородных топливных ячейках, которая в жидком виде движется из слоев катализатора к каналам потока газа через газодиффузионный слой (ГДС) под действием капиллярного давления в направлении, противоположном диффузии кислорода. Для улучшения переноса газа и уменьшения скоплений воды в ГДС свойства смачивания используемых материалов могут быть выборочно настроены, что позволит максимально повысить эффективность водородных топливных ячеек.

Нейтронное излучение используется для исследований устройств химического хранения энергии на основе лития. Использование нейтронов позволяет визуализировать движение ионов лития во время циклов зарядки и разрядки батареи. Опубликовано большое количество работ по исследованию литиево-ионных аккумуляторов [104–106] и набирающих популярность литиево-воздушных батарей [107].

Разработка новых методик нейтронной визуализации на высокопоточных нейтронных источниках, позволило проводить быстрые томографические эксперименты (время набора данных порядка 10 с). Новые возможности нашли широкое применение в геологии для трехмерной визуализации движения воды в различных средах (грунт, песок, горная порода) [108, 109].

Использование нейтронного излучения позволяет исследовать радиоактивные объекты. Такого рода объекты помещаются в специальный контейнер, защищающий от γ -излучения, но слабо ослабляющий нейтроны. Таким образом появляется возможность проводить неразрушающий контроль, например, реакторных материалов после их облучения [110, 111].

Еще одной перспективной задачей является исследование объектов культурного наследия. За рубежом использование метода нейтронной

визуализации для исследования археологических и музейных объектов уже зарекомендовало себя [10, 112], в России же только набирает популярность. Так как объект исследования зачастую существует в единственном экземпляре, наиболее важным является необходимость проведения исследования неразрушающими предмет методами, каким является нейтронная визуализация. Нейтронные измерения позволяют получать информацию о технологии изготовления артефактов, восстановить первоначальный облик и последующую возможную трансформацию предмета, связанную с характером его использования во время бытования, после выхода из употребления или при музейном хранении на протяжении длительного времени, а также, при необходимости показать возможные пути реставрации объекта.

Применение монохроматического нейтронного излучения позволяет визуализировать дифракционный контраст, основанный на ослаблении прошедшего сквозь образец нейтронного пучка вследствие дифракционного рассеивания. Для поликристаллических материалов наблюдается скачкообразная картина зависимости полного сечения взаимодействия нейтронов от длины волны. Зная положение этих так называемых брэгговских скачков, можно визуализировать контраст между различными фазами в образце [6, 113], а также получить информацию о его внутренних напряжениях [114–116]. Применение дифракционно-контрастной визуализации также позволяет получить информацию о текстуре поликристаллического объекта [115–119]. Возможность дифракционного контраста в нейтронной визуализации открывает широкие возможности в исследовании металлических изделий до и после термической и механической обработки.

1.6. Выводы к Главе 1

В данной главе были рассмотрены основы методов нейтронной визуализации и их развитие, наиболее актуальные области применения, а также описаны основные узлы приборов нейтронной визуализации на стационарных реакторах.

В последние годы достигнут большой прогресс в разработке новых цифровых детекторных систем с высокими эффективностью и пространственным разрешением и появлением высокопроизводительной вычислительной техники, что открыло возможность проводить томографические эксперименты.

Современные методы нейтронной визуализации стали универсальным инструментом во многих областях науки. Диапазон применений включает в себя самые разнообразные направления исследований: от гражданского строительства до исследований топливных элементов, от геологии и исследований физиологии растений до реакторного материаловедения, от археологии и палеонтологии до медицинских исследований.

Чтобы охватить наибольший круг решаемых задач, необходимо использовать в исследованиях, как монохроматические, так и полихроматические пучки нейтронов. Монохроматизация нейтронного пучка ведет к серьезной потере в интенсивности, что в свою очередь не позволяет достичь высокого пространственного разрешения прибора. По этой причине в ведущих нейтронных центрах, как правило, имеются несколько приборов нейтронной визуализации, как на монохроматическом нейтронном пучке для решения задач в области материаловедения, так и на полихроматическом с высоким пространственным разрешением.

ГЛАВА 2. СОЗДАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ БАЗЫ НЕЙТРОННОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ НА РЕАКТОРЕ ИР-8

Методы нейтронной визуализации, как было сказано в Главе 1, известны довольно давно. В России работы по нейтронной радиографии начали проводить сразу после появления исследовательских ядерных реакторов еще в середине прошлого века. Однако информация об этих работах труднодоступна. В Институте атомной энергии (впоследствии НИЦ «Курчатовский институт») долгое время существовала станция нейтронной радиографии на базе реактора ИР-8, а также были выполнены пионерские работы по нейтронной радиографии с фазовым контрастом [120, 121]. Метод нейтронной томографии в России впервые был реализован на установке, расположенной на базе исследовательского реактора Московского инженерно-физического института [122, 123], но она прекратила свою работу после перевода реактора в режим длительного останова в 2009 году. На исследовательском реакторе ИР-8 в НИЦ «Курчатовский институт» первая станция для нейтронной томографии была создана на монохроматическом пучке нейтронов с длиной волны $\lambda=1.58 \text{ \AA}$ трехосного спектрометра [124] в 2014 году.

Возросший интерес к методам нейтронной визуализации поставил вопрос создания современных специализированных станций. В 2016 была введена в эксплуатацию станция нейтронной радиографии и томографии ДРАКОН [A1], имеющая, как монохроматический нейтронный пучок с изменяемой длиной волны, так и высокоинтенсивный белый пучок. Возможность использования монохроматического нейтронного пучка с переменной длиной волны позволила реализовать на станции методику дифракционно-контрастной визуализации в поликристаллических образцах. Однако такая конфигурация прибора приводит к ограничению плотности потока нейтронов на месте образца из-за использования только небольшой части спектра тепловых нейтронов реактора. Поэтому при создании станции было принято решение ограничиться средним геометрическим

пространственным разрешением (~ 200 мкм) в пользу более высокой интенсивности для приемлемого времени проведения эксперимента на монохроматическом пучке нейтронов, что также позволило получить высокоинтенсивный полихроматический нейтронный пучок для проведения in-situ экспериментов. Стоит отметить, что помимо приборной базы НИЦ «Курчатовский институт» в 2015 г. на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2 (г. Дубна, Россия) была введена в эксплуатацию специализированная станция нейтронной радиографии и томографии NRT на полихроматическом пучке [125, 126].

На сегодняшний день станция ДРАКОН остается востребованной и не имеющей аналогов на всем постсоветском пространстве. Однако невысокое пространственное разрешение станции сильно ограничивает её возможности для решения многих современных актуальных задач. Поэтому возникла задача создать экспериментальный прибор нейтронной томографии высокого пространственного разрешения на полихроматическом нейтронном излучении, который в комплексе со станцией ДРАКОН позволит существенно расширить круг задач, которые можно решить методами нейтронной визуализации на реакторе ИР-8. Каждый современный исследовательский источник нейтронного излучения имеет в своей приборной базе станцию нейтронной томографии высокого разрешения, например: станция ANTARES в MLZ, FRM-II, Германия (~ 40 мкм) [23], станция CG-1D в Oak Ridge National Laboratory, HFIR, США (~ 50 мкм) [127], станция DINGO в ANSTO, OPAL, Австралия (~ 50 мкм) [128]. На базе некоторых источников в передовых нейтронных центрах расположены сразу несколько станций нейтронной томографии, как на полихроматическом нейтронном пучке с высоким пространственным разрешением, так и на монохроматическом с изменяемой длиной волны, например: станции NEUTRA и ICON в PSI, SINQ, Швейцария (~ 40 мкм) [20, 21], станции BT-2 и NG-6 в NIST, США (~ 50 мкм) [22].

В данной главе подробно описана станция нейтронной визуализации ДРАКОН и экспериментальный стенд ПОНИ, созданные на базе исследовательского реактора ИР-8, НИЦ «Курчатовский институт».

2.1. Станция нейтронной визуализации ДРАКОН

Реактор ИР-8 обладает уникальными экспериментальными возможностями для проведения фундаментальных и прикладных исследований в области ядерной физики, физики твердого тела, радиационного материаловедения, испытаний образцов топливных композиций и т.д. Реактор ИР-8 был введен в эксплуатацию в 1981 г. после модернизации (ранее ИРТ-1000, 1957 г. и ИРТ-М, 1965 г.). Основой проекта реактора ИР-8 было использование разработанных к тому времени новых тепловыделяющих сборок (ТВС), имеющих вдвое большую поверхность теплообмена и в 1.75 раза большую загрузку урана-235, чем в более ранних ТВС. При мощности реактора 8 МВт по плотности потока нейтронов на выходе горизонтальных экспериментальных каналов реактор ИР-8 не уступает более мощным современным реакторам в мире [129].

Станция ДРАКОН введена в эксплуатацию в 2016 г. Прибор предназначен для визуализации макроструктуры объектов методами нейтронной радиографии и томографии с субмиллиметровым пространственным разрешением. Станция является единственным прибором в России и одним из восьми приборов в мире, где реализована возможность использования монохроматического нейтронного излучения в широком диапазоне длин волн.

2.1.1. Конструкция и основные параметры станции ДРАКОН, ключевые особенности

Станция располагается на горизонтальном экспериментальном канале (ГЭК) №8, который является радиальным. Так как канал направлен непосредственно на активную зону реактора, это обеспечивает наибольшую интенсивность тепловых нейтронов, но также приводит к высокому фону гамма-излучения и быстрых нейтронов. Наличие блока двойного монохроматора сводит к минимуму негативный фон при работе на монохроматических нейтронах, так как монохроматический пучок выводится

со смещением относительно прямого пучка. Однако использование прямого пучка без специализированных фильтров из-за высокого фона невозможно.

Оптическая схема прибора позволяет достичь коэффициента коллимации (L/D) порядка 150 при размере входного отверстия $D = 40 \times 40$ мм² и расстоянии от него до места образца $L = 6$ м. Коэффициент коллимации был подобран таким образом, чтобы обеспечить баланс пространственного разрешения и плотности потока нейтронов на месте образца, так как использование монохроматического нейтронного излучения сильно ограничивает получаемую плотность потока нейтронов. Таким образом оптическая схема прибора позволяет достичь высокой интенсивности (как для монохроматического нейтронного пучка, так и для полихроматического) при среднем пространственном разрешении (~ 200 мкм).

Первый ограничитель, формирующий геометрию нейтронного пучка, располагается в шиберном устройстве внутри биологической защиты реактора. Сразу после ограничителя пучка располагается блок двухкристального монохроматора, на выходе которого располагаются три набора ограничителей для формирования нейтронных пучков на местах образца. Размеры нейтронного пучка на выходе составляют 75×75 мм² для монохроматических нейтронных пучков и 50×50 мм² для полихроматического. В первом после монохроматора ограничителе прямого пучка размещен фильтр гамма-излучения из германата висмута $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ (BGO).

Далее на выходе из биологической защиты станции располагается многоосевой механизированный стол образца и детектора и подвижная биологическая защита с ловушками нейтронных пучков.

Станция ДРАКОН и ее схема представлены на рисунке 2.1. Три выходных нейтронных канала предназначены для проведения экспериментов на:

1. Монохроматическом излучении при постоянном брэгговском угле монохроматора ($\lambda \approx 1 \text{ \AA}$ с монохроматором PG(002));
2. Монохроматическом излучении с возможностью изменения длины волны в широком диапазоне ($\lambda=1.8-5 \text{ \AA}$);
3. Полихроматическом излучении.

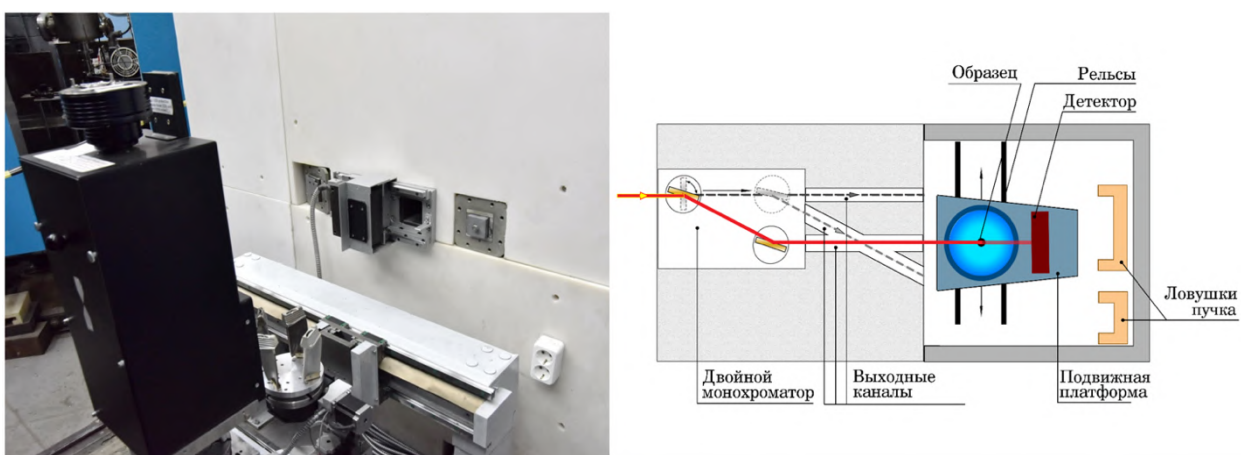


Рисунок 2.1 – Станция нейтронной томографии ДРАКОН и оптическая схема прибора

2.1.2. Блок двойного монохроматора станции ДРАКОН

На установках нейтронной визуализации на стационарных исследовательских реакторах для получения монохроматического нейтронного излучения, как было сказано выше, используются два типа устройств: селектор скоростей и монохроматор, имеющих, как ряд преимуществ, так и ряд недостатков перед друг другом.

Так как на станции ДРАКОН предполагалось реализовать методику дифракционно-контрастной визуализации в качестве устройства монохроматизации, был выбран двухкристальный монохроматор из-за более высокого разрешения по длине волны ($\Delta\lambda/\lambda$). Проведение экспериментов с

использованием методики дифракционно-контрастной визуализации, например, для стальных (как самых востребованных) образцов, требует использования монохроматического пучка нейтронов с возможностью получения длины волны более 4 Å. Поэтому в качестве кристалло-монохроматора был выбран пиролитический графит (PG) с отражающей плоскостью (002) и межплоскостным расстоянием $d=3.36$ Å, как и в большинстве аналогичных установках нейтронной визуализации с двойным монохроматором [21, 23]. Помимо этого, преимуществом монохроматора PG (002) является высокая отражающая способность тепловых нейтронов, при среднем отношении $\Delta\lambda/\lambda$ от 2 до 5% (в зависимости от длины волны). Такое разрешение по длине волны позволяет решать большинство задач с использованием методики дифракционно-контрастной визуализации (локализация различных кристаллических фаз в образце, определение областей с преимущественной ориентацией зерен).

На рисунке 2.2 представлен разработанный блок двухкристального монохроматора для станции ДРАКОН и его схема [57]. Каждый кристалл устанавливается на пятиосевой столик, состоящий из:

- Линейного транслятора с диапазоном перемещения 300 мм;
- Основного поворотного устройства;
- Гониометрической головки для наклона кристалла в диапазоне $\pm 5^\circ$;
- Линейного транслятора с диапазоном перемещения 25 мм;
- Дополнительного поворотного устройства.

Первые две подвижки обеспечивают движение и поворот кристалла для выведения его в отражающее положение. Следующие две подвижки обеспечивают более точную настройку кристалла для получения наиболее интенсивного и равномерного нейтронного пучка на месте образца.

Дополнительное поворотное устройство служит для поворота кристалла на 180° при использовании двух пар кристаллов, что позволяет переходить с одной пары на другую.

Линейный транслятор с диапазоном перемещения 25 мм для столика первого кристалла, также используется для вывода кристалла из прямого пучка, что необходимо при проведении экспериментов на полихроматическом пучке нейтронов.

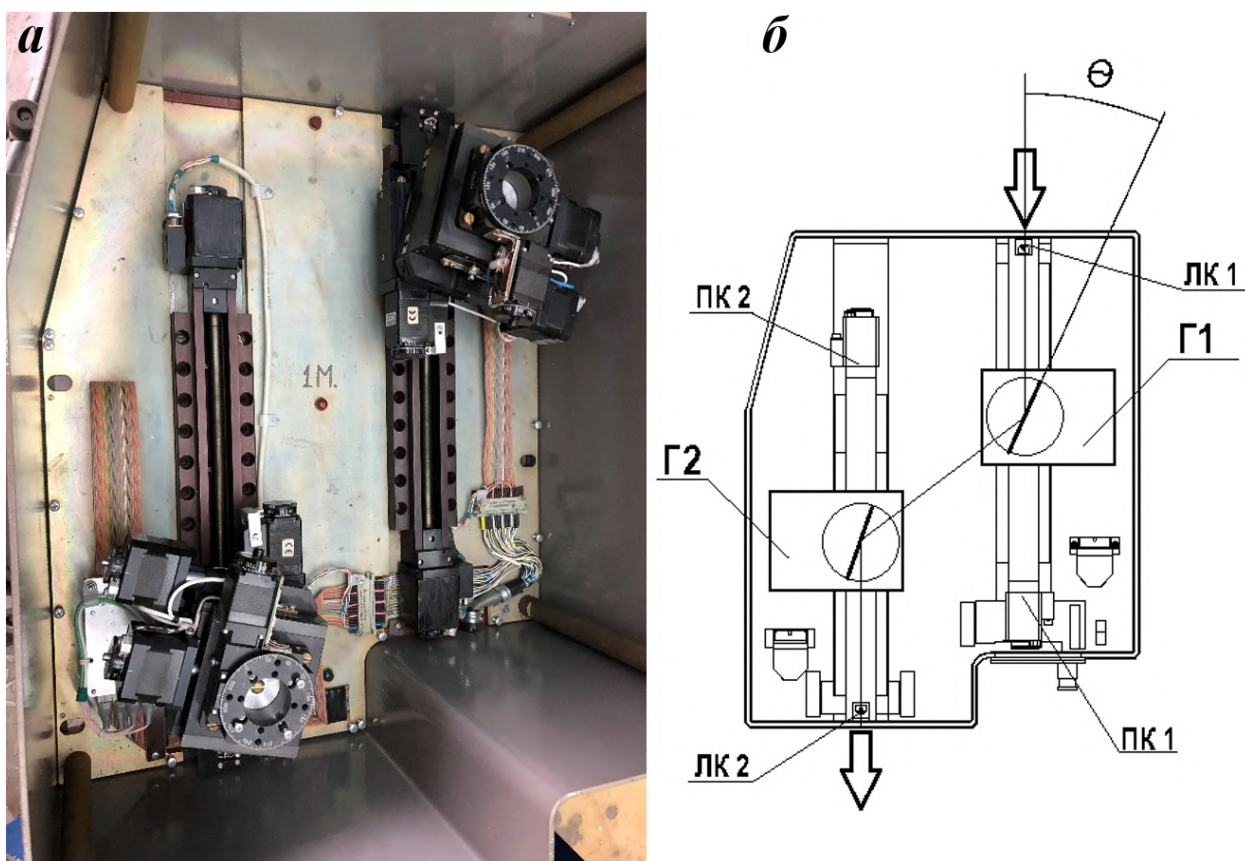


Рисунок 2.2 – (а) Блок двойного монохроматора; (б) схематическое изображение устройства (стрелками показано направление нейтронного пучка): Г1 – гониометр (пятиосевой столик) №1 расположен на прямом пучке, Г2 – гониометр №2 расположен на отраженном пучке, ЛК и ПК – соответственно левый и правый концевики продольных трансляторов, θ – угол Брэгга

Диапазон поворота по углу θ для данного устройства составляет от 15° до 60° . Это позволяет выводить монохроматический пучок нейтронов с

длиной волны λ от 1.8 до 5.8 Å, что охватывает диапазон, где находятся брэгговские скачки для большинства металлов.

Таблица 2.1 – Характеристики блока двухкристального монохроматора на станции ДРАКОН

Кристаллы монохроматора	Пара PG/PG*
d, Å	3.36
Диапазон θ , °	15–60
Диапазон λ , Å	1.8–5

2.1.3. Система позиционирования образца и детектор

Для высокоточного перемещения исследуемого образца и детектора относительно выходных нейтронных каналов и во время проведения экспериментов на станции ДРАКОН используется 7-осевой силовой модуль. Грузоподъемность стола образца составляет 100 кг. На рисунке 2.3 показаны все доступные перемещения стола образца и детектора.

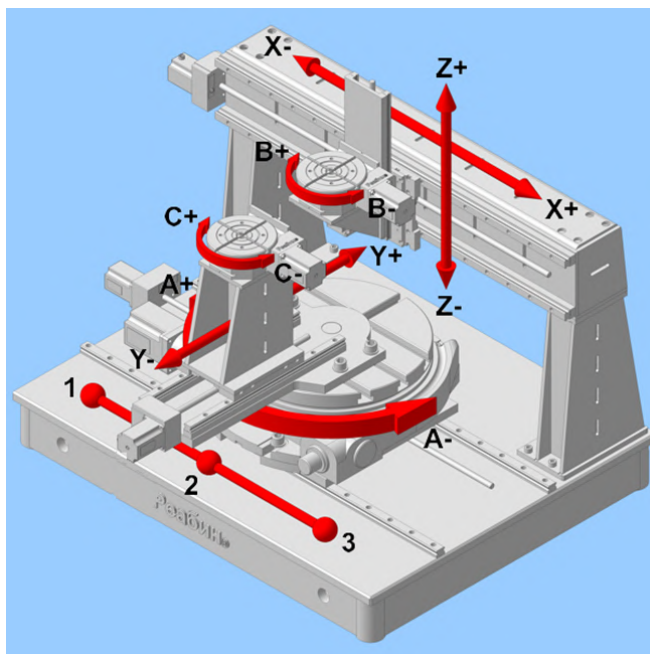


Рисунок 2.3 – Многоосевой стол образца станции ДРАКОН (1, 2, 3 – позиции детекторной системы для проведения экспериментов на одном из выходных каналов; оси А, С, Y – отвечают за перемещение детекторной системы; оси X, B, Z – отвечают за перемещение образца)

При разработке станции было заложено, что ось вращения образца (ось В) и ось поворота плеча детектора (ось А) будут совпадать, для возможности использования станции в качестве дифрактометра. Подобная мода позволяет проводить эксперименты с монокристаллами: изучить совершенство кристаллов-монохроматоров методом топографии, снимать кривые качания кристаллов.

Диапазон перемещения образца и детектора приведен в таблице 2.2. Разработанный стол образца позволяет проводить эксперименты по нейтронной визуализации, как небольших объектов (до 1 см в диаметре), так и габаритных изделий (до 30 см в диаметре).

Таблица 2.2 – Диапазон перемещения образца и детектора на станции ДРАКОН

Ось	Диапазон перемещения
X	900 мм
Z	160 мм
В	$\pm 360^\circ$
С	$\pm 360^\circ$
А	$\pm 90^\circ$
У	200 мм

При регистрации нейтронных изображений используются детекторы непрямой регистрации. В качестве детекторной системы на станции ДРАКОН используется детектор фирмы Neutron Optics [130] (рисунок 2.4) со сменными пластинами сцинтиллятора. Сцинтиллятор представляет собой алюминиевую пластину размером 200×200×1.5 мм, на которую нанесен слой смеси ${}^6\text{LiF}/\text{ZnS}$ (поглотитель/люминофор) толщиной 200 мкм. Выбор сцинтиллятора обусловлен его высокой светосилой и минимальной восприимчивостью к гамма-квантам и быстрым нейтронам. Нейтронное излучение теплового спектра, попадая на экран сцинтиллятора, преобразуется в видимый свет и регистрируется камерой АТК-4000 (ПЗС матрица Kodak KAI 04022 + объектив Nikon 50мм f/1.2), с разрешением 2048x2048,

динамический диапазон полученных цифровых изображений – 16 бит. Пространственное разрешение детектора составляет ~ 200 мкм, что определяется в основном разрешением сцинтиллятора.

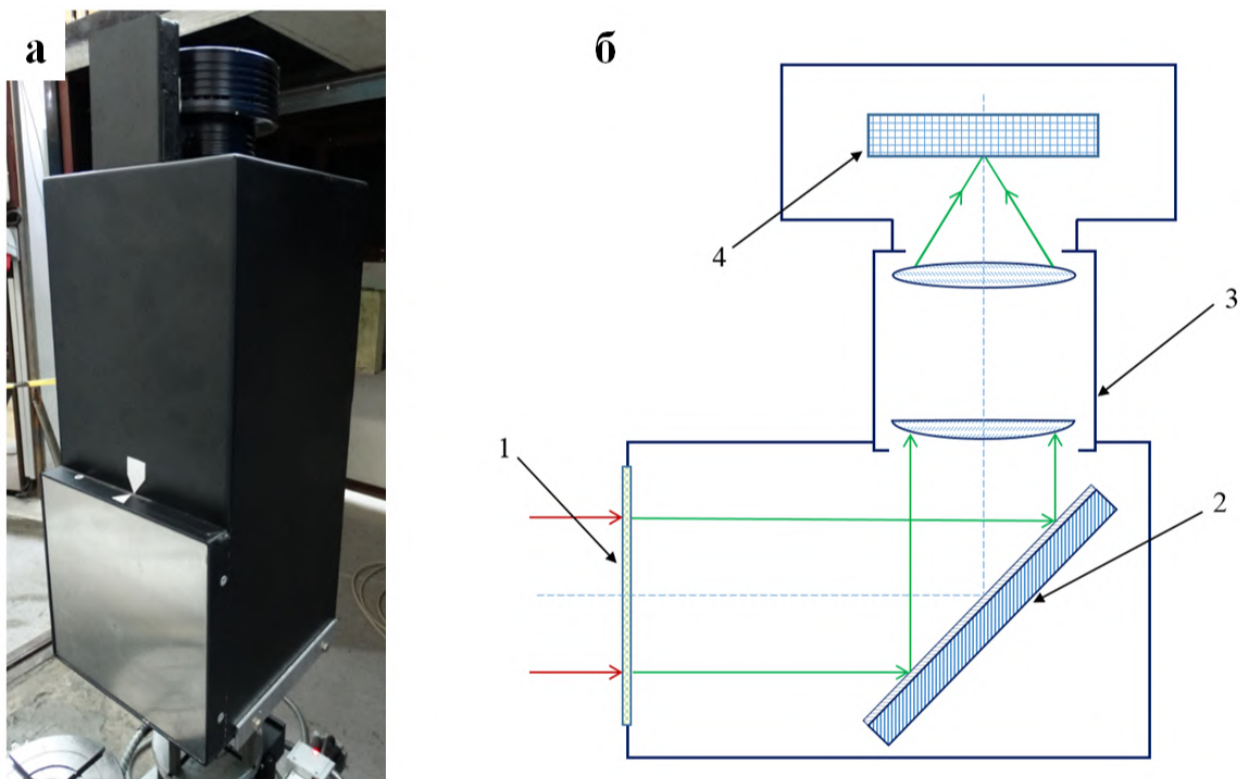


Рисунок 2.4 – Детектор Neutron Optics (а) и принцип его работы (б), 1 – сцинтиллятор, 2 – зеркало, 3 – объектив, 4 – матрица

2.1.4. Высокоинтенсивный полихроматический нейтронный пучок станции ДРАКОН

Расположение станции на радиальном канале позволяет достичь высокой интенсивности нейтронных пучков. Однако в случае с прямым (полихроматическим) пучком необходимо учитывать высокий фон гамма-квантов и быстрых нейтронов. В качестве фильтра гамма-излучения на станции ДРАКОН используется монокристалл германата висмута BGO ($\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$) толщиной 75 мм (рисунок 2.5), который расположен в ограничителе после блока двойного монохроматора.



Рисунок 2.5 – Монокристалл германата висмута

Для тепловых нейтронов с энергией 25 мэВ полное сечение взаимодействия на одну молекулу германата висмута составляет: $\sigma = \sigma_{\text{incoh}} + \sigma_{\text{a}} = 0.58 \text{ барн} + 6.15 \text{ барн} = 6.73 \text{ барн}$, где σ_{incoh} – сечение некогерентного рассеяния, σ_{a} – сечение поглощения. σ_{coh} – сечение когерентного упругого (брэгговского) рассеяния, которое характеризует процесс интерференции нейтронных волн при взаимодействии с кристаллической решёткой в целом, можно считать равной нулю, так как BGO является монокристаллом. Германат висмута ослабляет гамма-излучение с энергиями до 400 кэВ более чем в 1000 раз, а при энергии 1 МэВ поглощается 90% гамма-излучения. В то же время оказалось, что пучок монохроматических нейтронов с энергией 25 мэВ ослабляется в 3 раза вместо ожидавшихся в рамках простейших предположений 30%. Коллегами было установлено [131], что при комнатной температуре неупругое рассеяние нейтронов на фонах дает существенный вклад в полное сечение взаимодействия, превышающий сумму вкладов от упругого некогерентного рассеяния и поглощения. Так же был обнаружен дополнительный, не зависящий от температуры, вклад в полное сечение взаимодействия нейтронов с монокристаллом BGO, величина которого составляет около 43% от полного сечения при комнатной температуре.

Предполагается, что этот вклад обусловлен присутствием в исследованном образце небольшого количества примесей, сильно поглощающих нейтроны [131]. Несмотря на это, удалось минимизировать фон гамма-излучения. Плотность потока нейтронов на прямом пучке составляет $\approx 5 \times 10^7$ н/см²/с. В будущем планируется замена фильтра на чистый монокристалл висмута с возможностью его охлаждения.

2.2. Создание стенда нейтронной томографии высокого разрешения «ПОНИ»

2.2.1. Выбор горизонтального экспериментального канала для стенда нейтронной томографии ПОНИ

При создании стенда нейтронной визуализации высокого разрешения главной задачей было получить на месте образца высококоллимированный полихроматический пучок нейтронов с сечением больше 100 мм. Коэффициент коллимации при этом должен составлять ~ 600 . Исследовательский реактор ИР-8 имеет 12 горизонтальных экспериментальных каналов, подавляющее большинство из которых являются радиальными с диаметром 100 мм. Радиальные каналы подходят для размещения установок с блоком монохроматора, который выводит монохроматический пучок нейтронов со смещением относительно прямого пучка с малым вкладом паразитного гамма-излучения и быстрых нейтронов. Помимо этого, по нормам радиационной и ядерной безопасности располагать коллимирующие вставки на радиальных каналах можно только в шиберном устройстве на выходе из биологической защиты реактора, то есть на значительном расстоянии от активной зоны (торца канала). Так как коллимация нейтронного пучка зависит от соотношения L/D , получить высокую степень коллимации при расположении вставки на выходе из биологической защиты реактора становится затруднительно. Для получения необходимого коэффициента коллимации равного 600 при диаметре вставки (D), как на станции ДРАКОН равном 40 мм, расстояние до места образца (L)

будет составлять 24 м, что превышает размеры экспериментального зала реактора. Уменьшение диаметра отверстия коллимирующей вставки (D), при ее значительном удалении от торца канала, приведет к серьезным потерям в интенсивности. По этой причине разместить стенд нейтронной визуализации с высоким пространственным разрешением на радиальном канале не представляется возможным.

Помимо радиальных каналов исследовательский реактор ИР-8 имеет тангенциальный (касательный) канал, где нейтронный пучок формируется бериллием, расположенным внутри, вблизи активной зоны реактора. Так как бериллий имеет большое сечение рассеяния для нейтронов с высокой энергией (выше 10 кэВ), он работает как нейтронный отражатель и замедлитель нейтронов, эффективно замедляя нейтроны до диапазона тепловой энергии (рисунок 2.6), реакция ($n, 2n$). Таким образом фон γ -излучения и быстрых нейтронов на касательном канале намного ниже, чем на радиальном. Поскольку канал не направлен на активную зону реактора, по нормам ядерной безопасности в него можно помещать коллимирующие вставки. Диаметр касательного канала больше, чем у радиального и составляет 150 мм, что дает возможность вывести нейтронный пучок большего размера. Сам канал имеет два выхода из биологической защиты реактора с противоположных сторон (ГЭК-7а и ГЭК-7б). На ГЭК-7а размещен прибор, предназначенный для исследований в области ядерной физики, поэтому для стенда нейтронной томографии был выбран ГЭК-7б (рисунок 2.7). Компактный экспериментальный стенд получил название ПОНИ (ПОлихроматическая Нейтронная Интроскопия).

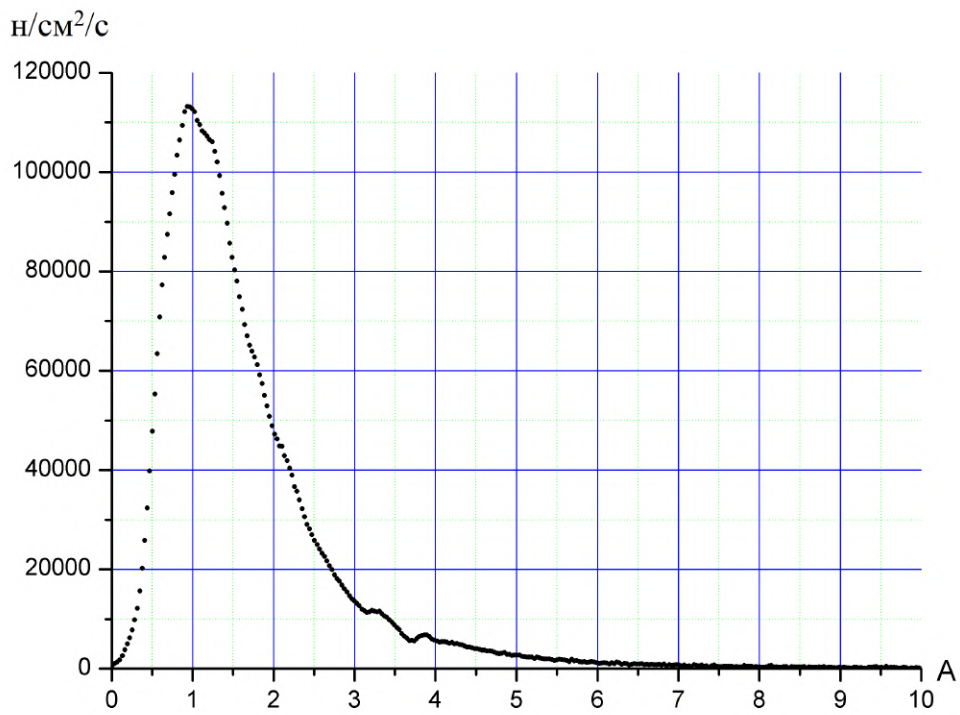


Рисунок 2.6 – Спектр тепловых нейтронов на канале 76

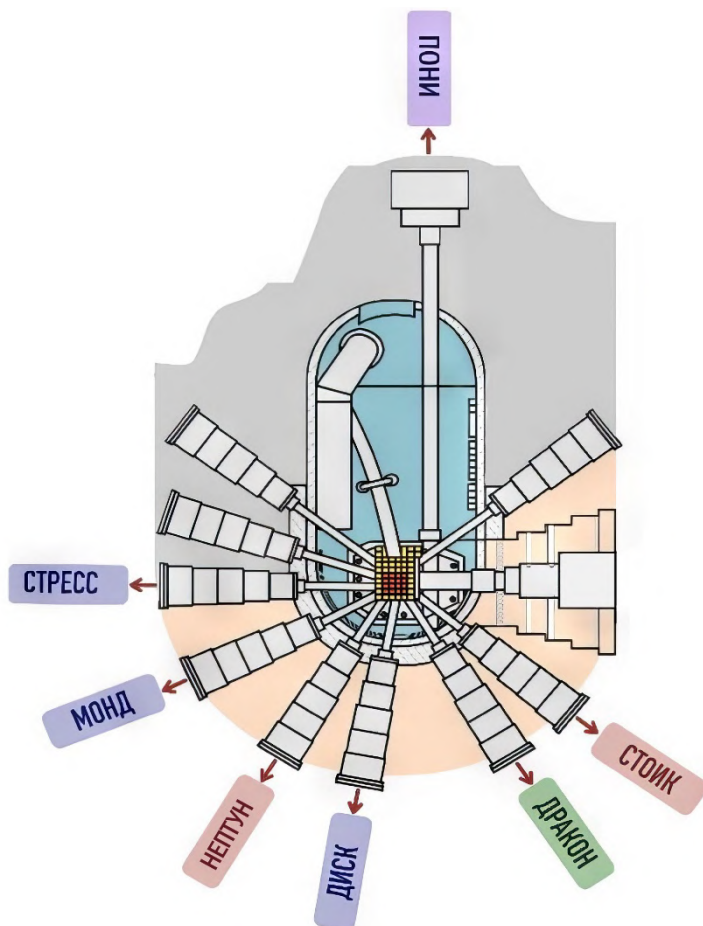


Рисунок 2.7 – Схема (в разрезе вид сверху) расположения горизонтальных экспериментальных каналов на исследовательском реакторе ИР-8 и расположенных на них станций

2.2.2. Конструкция и основные параметры стенда нейтронной томографии ПОНИ

Для экспериментального стенда была выбрана классическая оптическая схема, реализованная на большинстве приборах в мировых нейтронных центрах [4-9, 21, 22]. Высокая коллимация нейтронного пучка достигается с помощью ограничителя с небольшим отверстием диаметром D , расположенного вблизи источника нейтронов (в конкретном случае – бериллиевый отражатель), и большого расстояния от входного отверстия ограничителя до места образца L .

Общая оптическая схема прибора показана на рисунке 2.8. Пучок нейтронов формируется коллимирующей сборкой, расположенной внутри канала 7б. Она представляет из себя набор ограничителей, с увеличивающимся по ходу нейтронного пучка диаметром отверстий. В качестве материала ограничителей была выбрана нержавеющая сталь по причине высоких показателей радиационной защиты. Железо одинаково хорошо ослабляет, как гамма-излучение, так и нейтроны, в том числе и быстрые. Первый ограничитель длиной 1250 мм имеет диаметр отверстия на входе 10 мм (D) и 42 мм на выходе, находится внутри канала. Расстояние от бериллиевого отражателя до ограничителя ~ 1 м. Далее, после ограничителя, располагаются 5 цилиндрических вставок из нержавеющей стали диаметром 150 мм и длиной 260 мм каждая со сквозным отверстием диаметром от 45 мм до 90 мм, расположенных друг за другом.

Размещение всей коллимационной сборки внутри канала позволило существенно уменьшить радиационный фон, и тем самым создать компактный прибор. Расстояние от выхода из биологической защиты реактора до места образца составляет всего 1 м.

На выходе из биологической защиты реактора был размещен быстрый шибер – устройство для перекрытия пучка. Оно представляет из себя «сэндвич» размерами 150×150 мм², состоящую из блока борированного полиэтилена толщиной 50 мм, кадмиевого листа толщиной 1 мм и

свинцового блока толщиной 50 мм, размещенную на горизонтальной подвижке с высокой скоростью передвижения до 0.5 м/с. Устройство подключено к управляющему ПК.

Далее внутри внешней биологической защиты прибора установлен ограничитель, определяющий форму нейтронного пучка на месте образца. Он также изготовлен из нержавеющей стали, имеет длину 600 мм и квадратное сечение с внешним размером 130×130 мм², и внутренним отверстием квадратного сечения 110×110 мм².

Таким образом, размер точечного источника D равен 10 мм, а расстояние от него до места образца L составляет ~ 6 м, отсюда коэффициент коллимации для реализованной оптической схемы прибора составляет $L/D \approx 600$. Поперечное сечение пучка нейтронов, падающего на образец, составляет $\approx 120 \times 120$ мм², что было экспериментально определено по данным радиографического эксперимента (рисунок 2.9).

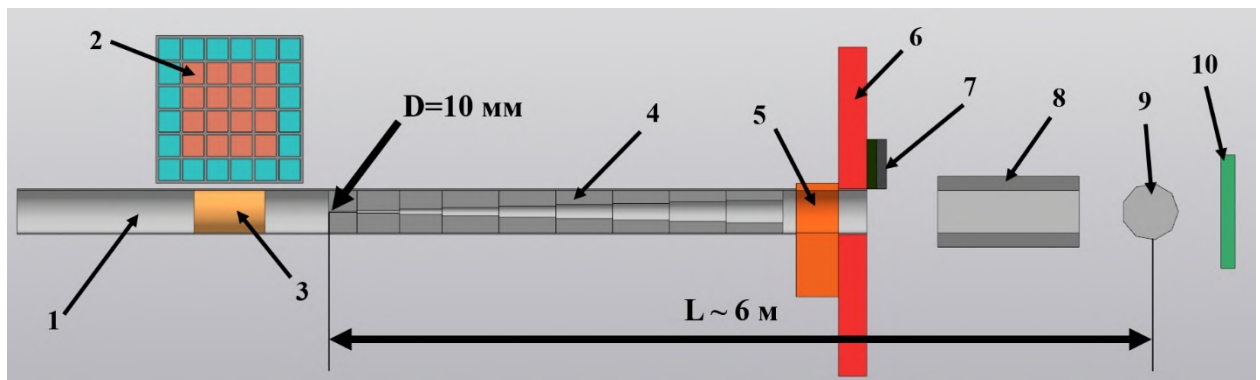


Рисунок 2.8 – Оптическая схема экспериментального стенда нейтронной томографии ПОНИ: 1 – горизонтальный экспериментальный канал №7, 2 – активная зона реактора, 3 – бериллий, 4 – набор ограничителей в сборке, 5 – шиббер, 6 – биологическая защита реактора, 7 – быстрый шиббер, 8 – ограничитель, формирующий нейтронный пучок на выходе, 9 – позиция образца, 10 – детектор

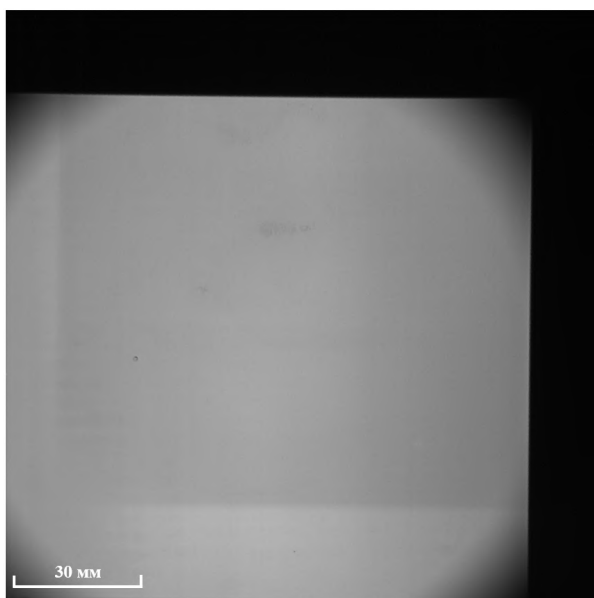


Рисунок 2.9 – Радиографическое изображение нейтронного пучка на стенде ПОНИ

В качестве стола образца для стенда нейтронной визуализации была выбрана трехосевая система позиционирования. Два линейных транслятора отвечают за горизонтальное и вертикальное перемещение образца перпендикулярно направлению падающего нейтронного пучка. Диапазон перемещения линейных трансляторов – 100 мм. Сверху установлен поворотный стол, отвечающий за вращение образца в ходе томографической съемки. Диапазон поворота составляет $\pm 360^\circ$. Максимальная горизонтальная нагрузка на стол образца – 20 кг.

В качестве детекторной системы используется аналогичный, используемому на станции ДРАКОН, детектор фирмы NeutronOptics. Исключение составляет более тонкий сцинтиллятор ${}^6\text{LiF}/\text{ZnS}$ толщиной 100 мкм. Пространственное разрешение детектора составляет ≈ 180 мкм. Поле зрения одного пикселя составляет 65×65 мкм.

2.3. Экспериментальное определение основных характеристик приборов

Первоначально при запуске станции ДРАКОН был проведен эксперимент по определению пространственного разрешения. Эксперимент заключался в получении радиографического изображения тестового объекта

(кадмиевой щели), расположенного вплотную к детектору, и определении резкости изображения на краю кадмиевой щели по взятому профилю (рисунок 2.10). Пространственное разрешение характеризуется наклоном полученной пограничной кривой или по ширине пика на половине высоты дифференцированной кривой, и составляет ≈ 190 мкм.

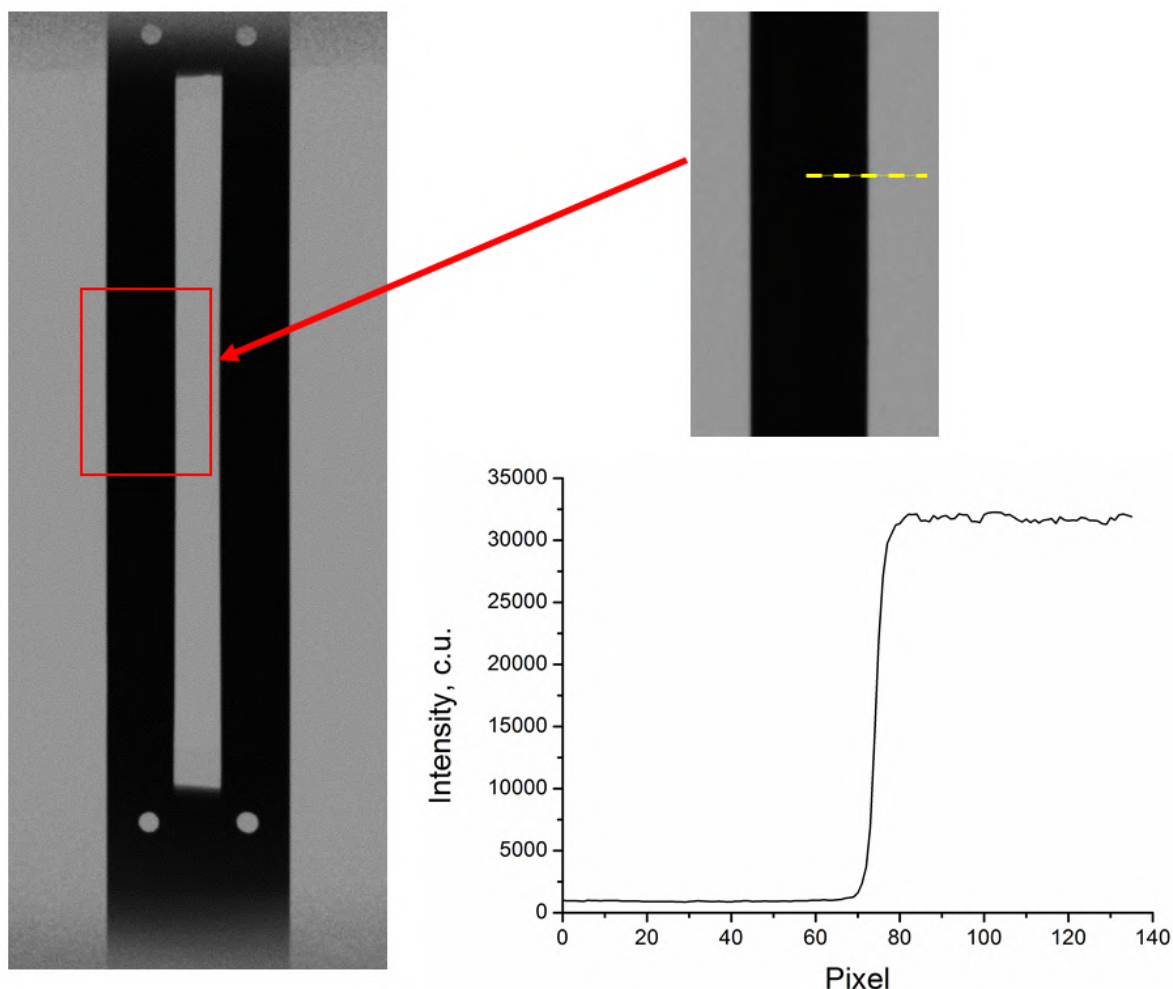


Рисунок 2.10 – Радиографическое изображение кадмиевой щели, и полученная пограничная кривая

Аналогичный эксперимент был проведен при запуске стенда ПОНИ. Главной задачей было достичь высокого пространственного разрешения. Как было указано в Главе 1, разрешение прибора нейтронной визуализации зависит от разрешения детектора и коллимации нейтронного пучка. Так как пространственное разрешение используемого детектора составляет ≈ 180 мкм, оценить значение пространственного разрешения лучше этого значения

невозможно. Но при этом можно экспериментально оценить коллимацию нейтронного пучка.

Был проведен эксперимент по определению пространственного разрешения и вклада, вносимого в него коллимацией пучка. Было получено два радиографических изображения (рисунок 2.11, а, б) при разном расстоянии от кадмиевой щели до детектора 0 и 50 мм. По разнице наклона пограничных кривых можно оценить вклад, вносимый коллимацией (геометрией) нейтронного пучка. На рисунке 2.11 (в) представлен график двух пограничных кривых в сравнении, видно, что они очень близки. По проведенным расчетам пространственное разрешение при расстоянии образец-детектор 0 мм составляет 178 мкм, а при расстоянии 50 мм – 198 мкм. Если сравнивать с результатами аналогичного эксперимента, проведенного на станции ДРАКОН (рисунок 2.12), на графике отчетливо видна разница в наклоне кривых, что при расчете пространственного разрешения соответствует 190 мкм (при 0 мм) и 455 мкм (при 50 мм). Таким образом пространственное разрешение стенда ПОНИ при расстоянии от центра образца до детектора равном 50 мм в 2.3 раза лучше, чем на станции ДРАКОН, то есть это справедливо для образца с максимальными размерами вдоль направления просвечивания – 100 мм.

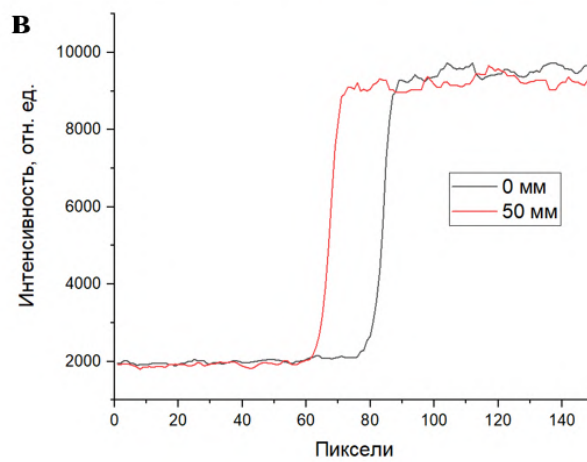
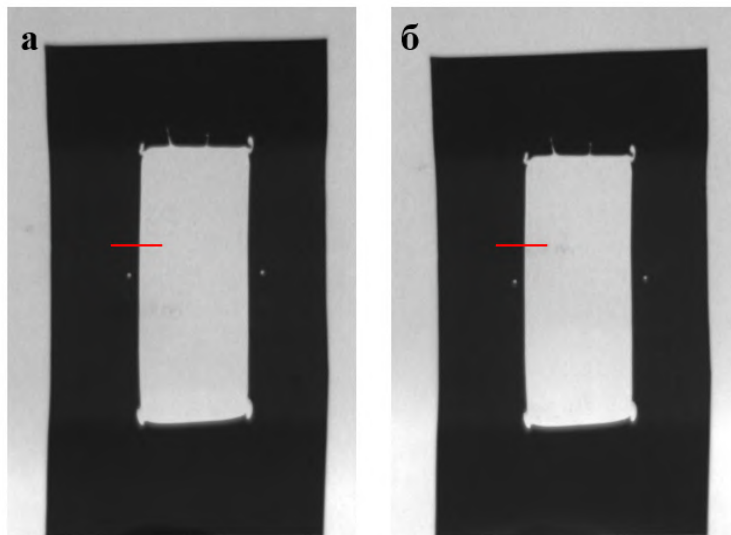


Рисунок 2.11 – Радиографические изображения кадмиевой щели, полученные на стенде ПОНИ при расстоянии от детектора 0 мм (а), 50 мм (б), и график сравнения пограничных кривых взятых по профилю (красная линия)

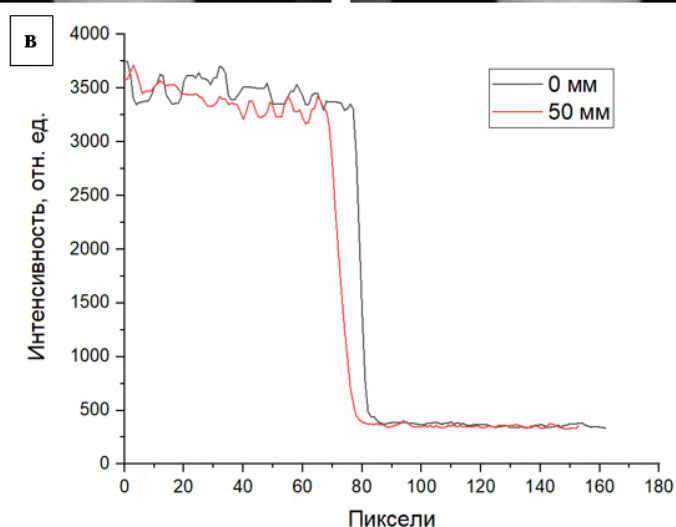
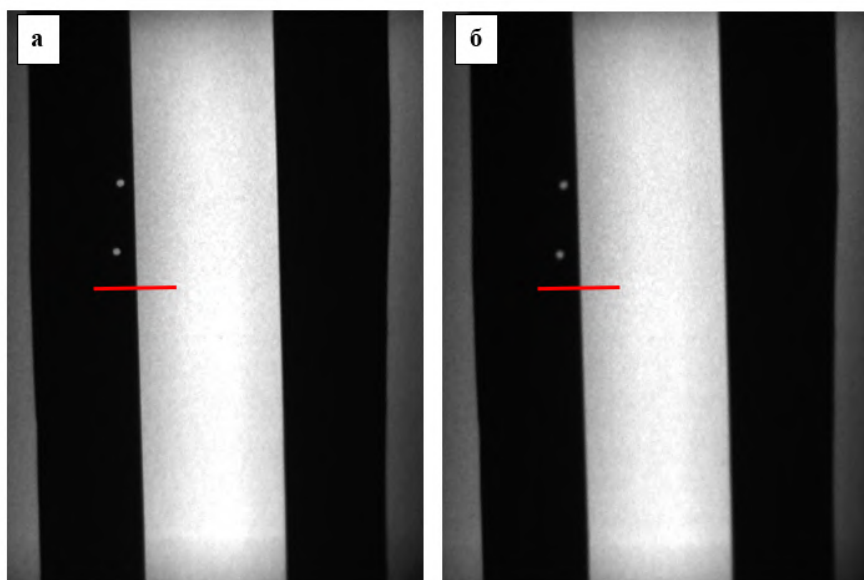


Рисунок 2.12 – Радиографические изображения кадмиевой щели, полученные на станции ДРАКОН при расстоянии от детектора 0 мм (а), 50 мм (б), и график сравнения пограничных кривых взятых по профилю (красная линия)

Однако полученные значения характеризуют общее пространственное разрешение стенда с текущей детекторной системой. Чтобы рассчитать вклад, который дает коллимация нейтронного пучка для созданной геометрической схемы прибора, необходимо исключить из расчета значение пространственного разрешения самого детектора. Эта величина соответствует значению, экспериментально полученному при расположении кадмиевой щели вплотную к детектору, а разница со значением, полученным на расстоянии 50 мм, будет соответствовать вкладу коллимации нейтронного пучка (геометрической нерезкости). Таким образом вклад коллимации

нейтронного пучка для стенда ПОНИ соответствует $198 \text{ мкм} - 178 \text{ мкм} = 20 \text{ мкм}$, а для станции ДРАКОН $455 \text{ мкм} - 190 \text{ мкм} = 265 \text{ мкм}$. Здесь мы уже видим разницу в 13 раз.

Если рассчитать вклад геометрической нерезкости (см. Глава 1) $d=l/(L/D)$ при отношении L/D для станции ДРАКОН равном 150, а для стенда ПОНИ – 600, при расстоянии объект-детектор (l) равном 50 мм, то мы получим значения 333 мкм и 83 мкм соответственно.

Пространственное разрешение стенда ПОНИ на сегодняшний день ограничивается детекторной системой. По этой причине нами были внесены изменения в конструкцию детектора, заключающиеся в уменьшении поля зрения ПЗС-матрицы с $\sim 130 \times 130$ мм до 40×40 мм. Размер пикселя уменьшился с 65 мкм до 20 мкм. Таким образом пространственное разрешение оптической части детектора было улучшено. На рисунке 2.13 (а) показано радиографическое изображение кадмиевой щели, полученное на детекторе с меньшим полем зрения. На рисунке 2.13 (б) и (в) представлены графики сравнения пограничных кривых, при расстоянии от детектора 0 и 20 мм, для стенда ПОНИ и станции ДРАКОН. По проведенным расчетам пространственное разрешение для станции ДРАКОН составляет 105 мкм при расстоянии образец-детектор 0 мм и 210 мкм при расстоянии 20 мм. Для стенда ПОНИ, как видно на графике, разница незначительная, 100 мкм – при расстоянии 0 мм и 115 мкм – при 20 мм.

Таким образом была подтверждена высокая степень коллимации нейтронного пучка на стенде ПОНИ. В будущем планируется установка нового детектора с высоким пространственным разрешением ≈ 40 мкм, что позволит проводить эксперименты с пространственным разрешением стенда в 50 мкм для образцов 20 мм в диаметре и 120 мкм для образцов 100 мм в диаметре, что соответствует характеристикам передовых станций нейтронной визуализации в мире.

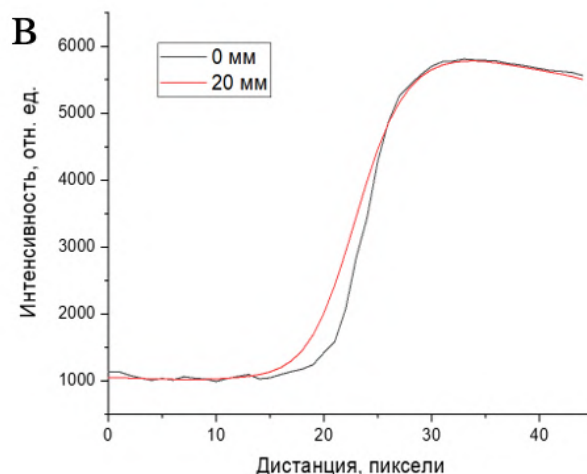
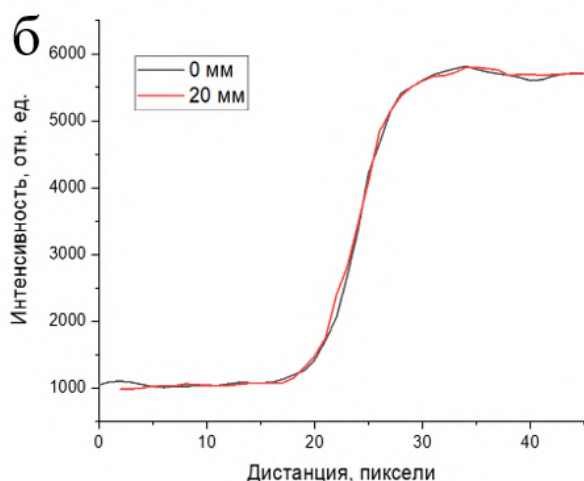
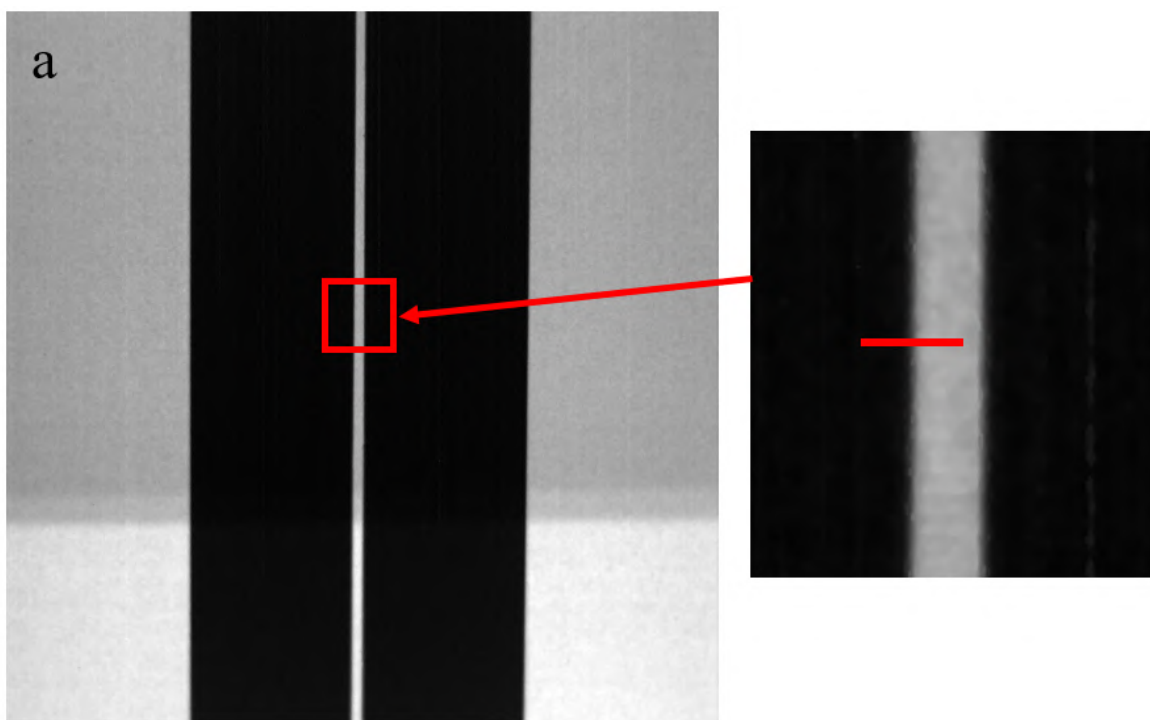


Рисунок 2.13 – Радиографическое изображение кадмиевой щели, полученное на детектор с полем зрения 40×40 мм (а), графики сравнения пограничных кривых, взятых по профилю (красная линия), при расстоянии объект-детектор 0 и 20 мм, для станда ПОНИ (б) и станции ДРАКОН (в)

Далее был проведен эксперимент по определению потока нейтронов на месте образца каждого прибора методом активации золота Au^{197} . В качестве детектора гамма-активности использовался полупроводниковый детектор фирмы Canberra с защитой от внешнего излучения. По результатам измерений плотность потока нейтронов на месте образца станции ДРАКОН

составляет $\approx 3.6 \times 10^6$ н/см²/с при длине волны нейтронного излучения 2.4 Å, а на стенде ПОНИ – $\approx 1 \times 10^6$ н/см²/с.

В таблице 2.3 и 2.4 представлены основные характеристики станции ДРАКОН и экспериментального стенда ПОНИ.

Таблица 2.3. Основные характеристики станции ДРАКОН

Размер нейтронного пучка на выходе	Монохроматический - 75×75 мм ²
	Полихроматический - 50×50 мм ²
Монохроматор	PG(002)/ PG(002)
Диапазон длин волн (λ)	1 Å, 1.8-5.0 Å
Плотность потока нейтронов	$\approx 3.6 \times 10^6$ н/см ² /с (при λ=2.4 Å) $\approx 5 \times 10^7$ н/см ² /с («белый» пучок)
Коэффициент коллимации (L/D)	150
Максимальный вес образца	100 кг
Минимальное пространственное разрешение	≈ 200 мкм

Таблица 2.4. Основные характеристики стенда ПОНИ

Размер нейтронного пучка на выходе	120×120 мм ²
Плотность потока нейтронов	$\approx 1 \times 10^6$ н/см ² /с
Коэффициент коллимации (L/D)	600
Максимальный вес образца	20 кг
Минимальное текущее пространственное разрешение	≈ 180 мкм

2.4. Выводы к Главе 2

Во второй главе диссертационной работы представлено детальное описание и основные характеристики введенной в эксплуатацию станции нейтронной визуализации ДРАКОН и стенда нейтронной визуализации ПОНИ.

Введенная в эксплуатацию станция ДРАКОН оборудована блоком двойного монохроматора, что позволяет проводить исследования на монохроматическом пучке нейтронов в широком диапазоне длин волн ($\lambda=1.8-5 \text{ \AA}$). Расположение станции на радиальном канале реактора ИР-8 позволило получить полихроматический пучок высокой интенсивности для проведения *in-situ* исследований.

Созданный стенд нейтронной визуализации ПОНИ, благодаря расположению на касательном канале и выбранной оптической схемы прибора, позволяет достичь высокого пространственного разрешения, что было продемонстрировано в ходе аттестационных экспериментов.

ГЛАВА 3. АПРОБАЦИЯ МЕТОДИК НЕЙТРОННОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ НА СТАНЦИИ ДРАКОН И СТЕНДЕ ПОНИ

В третьей главе представлены результаты первых экспериментов, проведенных для апробации возможностей созданных приборов с точки зрения: получаемого контраста, взаимодополняемости результатов, полученных на монохроматическом и полихроматическом пучках, возможности проведения in-situ экспериментов.

3.1. Апробация методики дифракционно-контрастной визуализации

В первую очередь была проведена работа по оценке возможности визуализации дифракционного контраста между образцами ферритной и аустенитной стали. Ферритная и аустенитная фаза стали сильно отличаются по кристаллической структуре (ОЦК и ГЦК соответственно), что упрощает задачу. Подготовленный образец представляет из себя два металлических параллелепипеда аустенитной и ферритной стали с размерами $60 \times 10 \times 10$ мм, соединенные между собой.

Был проведен эксперимент по радиографии на монохроматическом пучке нейтронов. Был получен массив радиографических изображений при длинах волн нейтронного излучения $\lambda = 1.8-5 \text{ \AA}$ с шагом по длине волны $\sim 0.01 \text{ \AA}$. Экспозиция на один кадр 120 секунд, общее время эксперимента составило 14 часов.

На рисунке 3.1 показаны три радиографических изображения при различных длинах волн нейтронов. Чем светлее пиксель на изображении, тем больше нейтронов прошло через образец (попало на детектор). Видно, что на изображении, полученном при $\lambda=2.065 \text{ \AA}$, контраст между образцами отсутствует, на изображении, полученном при $\lambda=2.27 \text{ \AA}$, отчетливо различима разница в пропускании нейтронов (феррит светлее аустенита), а на изображении, полученном при $\lambda=2.39 \text{ \AA}$, разница меняется на обратную. На рисунке 3.2 показано расчётное отношение полного сечения взаимодействия нейтронов от длины волны для ГЦК-структуры аустенита и ОЦК-структуры феррита, расчетные данные полностью согласуются с экспериментальными.

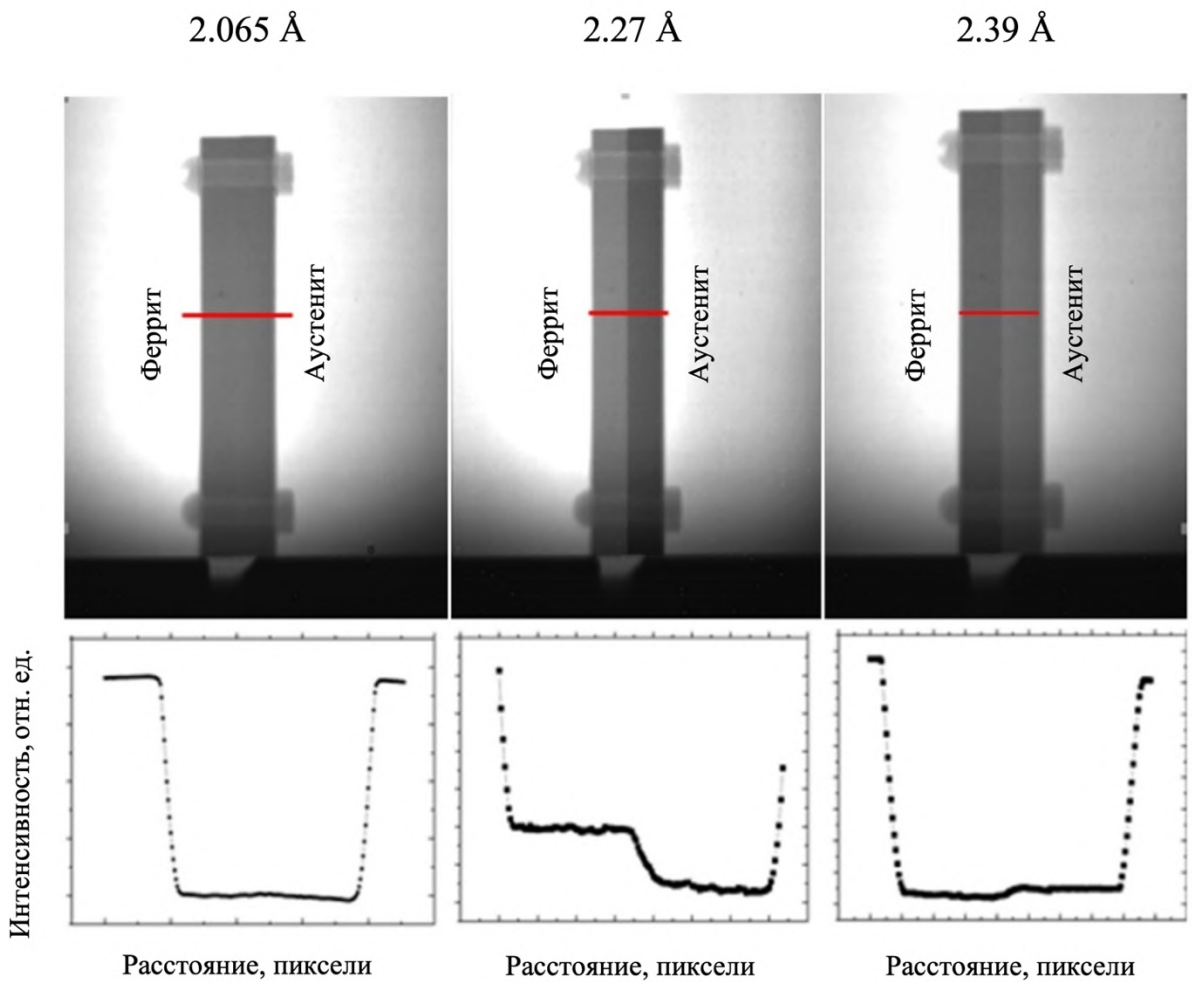


Рисунок 3.1 – Радиографические изображения образцов аустенитной (слева) и ферритной (справа) стали при различных длинах волн нейтронного излучения

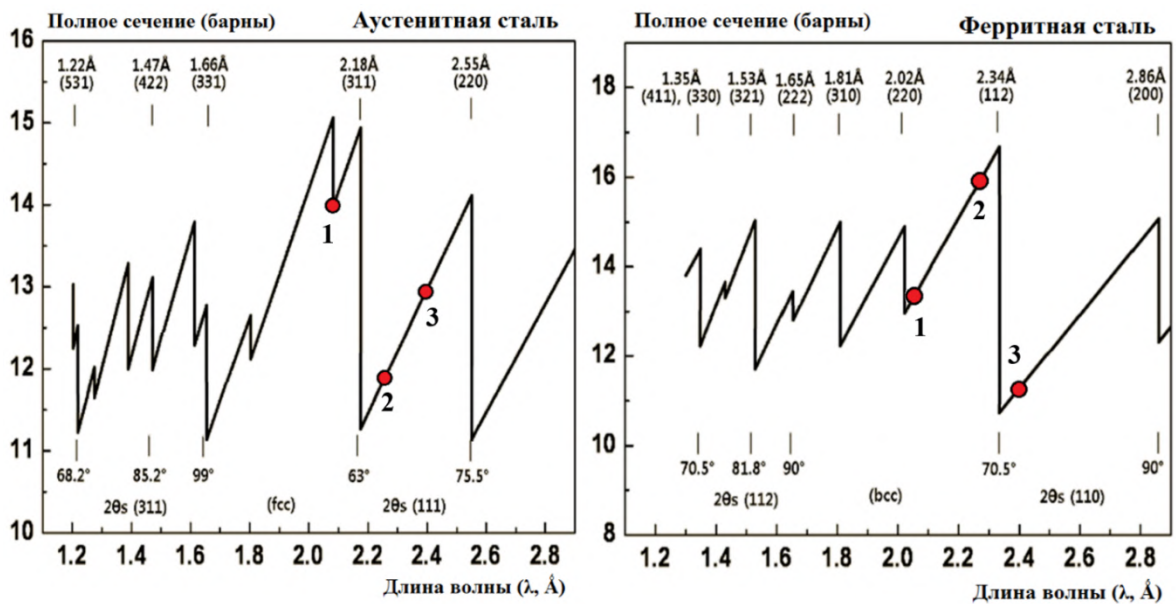


Рисунок 3.2 – Расчетная зависимость полного сечения взаимодействия нейтронов от длины волны для ферритной и аустенитной фаз стали. 1 – 2.065 Å, 2 – 2.27 Å, 3 – 2.39 Å

Полученные результаты подтверждают возможность использования методики дифракционно-контрастной визуализации на станции ДРАКОН.

3.2. Визуализация дифракционного контраста между ферритной и мартенситной фазами стали методом нейтронной радиографии

Наибольший интерес для применения методики дифракционно-контрастной визуализации [55, 132, 133] представляют стальные изделия, так как в стальных сплавах преобладает именно сечение когерентного рассеяния нейтронов [134, 135]. Это открывает широкий круг возможностей для визуализации текстуры [8], внутренних напряжений [7] и распределения фаз в стальных образцах [6, 136].

На сегодняшний день существует много работ по визуализации дифракционного контраста между фазами стали, сильно отличающихся между собой по кристаллической структуре: аустенит и мартенсит [6], бейнит и аустенит [137]. Но существуют фазы стали и с очень близкими кристаллическими структурами, например, феррит, имеющий объемно-центрированную кубическую (ОЦК) решетку и мартенсит, имеющий объемно-центрированную тетрагональную (ОЦТ) решетку с близкими параметрами элементарной ячейки.

Целью настоящей работы было исследовать возможность визуализации контраста между ферритной и мартенситной фазами стали, имеющими один и тот же химический состав и близкие кристаллические решетки.

Исследуемые образцы

Были изготовлены два одинаковых по размеру образца в форме параллелепипеда размерами 40×10×10 мм из углеродистой стали У12. Марка стали была выбрана исходя из содержания углерода ~ 1.2 вес%. От концентрации углерода зависит разница в параметрах кристаллических решеток ферритной и мартенситной фаз [138-140]. При низком содержании

углерода разница становится небольшой, что затрудняет визуализацию дифракционного контраста между фазами. Состав стали У12 представлен в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Химический состав стали У12

Элемент	Fe	C	Si	Mn	Cu	Ni	Cr
Содержание, %	Основа	1.2	0.25	0.2	0.25	0.25	0.2

Образцы были подвергнуты различной термообработке, чтобы получить ферритную и мартенситную фазы одинакового химического состава. Первый образец был нагрет до температуры 900 °С и выдержан при этой температуре 1 час, после чего он был охлажден вместе с печью. Второй образец был также нагрет до 900 °С и выдержан при этой температуре 1 час, но затем был закален в воду. По данным нейтронной дифракции после термообработки оба образца были однофазными и не имели примеси аустенитной фазы. По зависимости параметров решетки от содержания углерода [140] можно было определить, что первый образец после термообработки имел ОЦК структуру феррита с параметром решетки $a=2.86 \text{ \AA}$, а второй – ОЦТ структуру мартенсита с параметрами решетки $a=2.83 \text{ \AA}$ и $c=3.08 \text{ \AA}$. Два образца были стянуты винтами (рисунок 3.3) и эксперименты проводились с таким составным образцом.

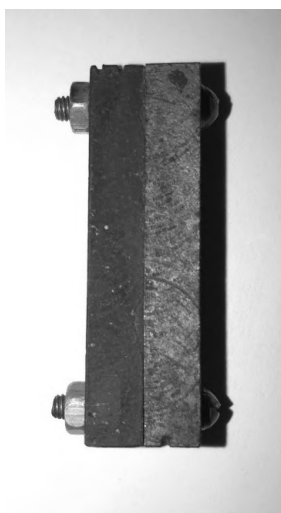


Рисунок 3.3 – Исследуемые образцы (слева образец ферритной фазы, справа – мартенситной)

Нейтронный эксперимент

Используя формулы (1-4) можно рассчитать линейный коэффициент ослабления (μ) для ферритной и мартенситной фазы стали У12. Для обеих фаз значение $\mu = 1.2086 \text{ см}^{-1}$. Таким образом визуализировать разницу в пропускании нейтронов между ферритной и мартенситной фазами стали на полихроматическом пучке невозможно. Однако разница в кристаллических структурах (ОЦК и ОЦТ) позволяет использовать методику дифракционно-контрастной визуализации

Нами были получены радиографические изображения образцов при разных длинах волн от 1.8 до 4.5 Å с шагом 0.1 Å. По расчетным данным (рисунок 3.4) в диапазоне от 4 до 4.2 Å происходит первый и самый сильный брэгговский скачок в обеих фазах. В ферритной фазе (ОЦК структура) с параметром кубической решетки $a = 2.86 \text{ Å}$ первый скачок, со стороны больших длин волн, соответствует отражению от плоскости (110) при длине волны $\lambda = 2d_{110} = 4.05 \text{ Å}$. Для мартенситной фазы (ОЦТ структура) с параметрами тетрагональной решетки $a = 2.83 \text{ Å}$, $c = 3.08 \text{ Å}$ происходят два брэгговских скачка с соотношением высот 1:2. Один соответствует отражению от плоскости (110) при длине волны близкой к длине волны скачка в ферритной фазе, а второй соответствует отражению от плоскости (101) при длине волны $\lambda = 2d_{101} = 4.17 \text{ Å}$.

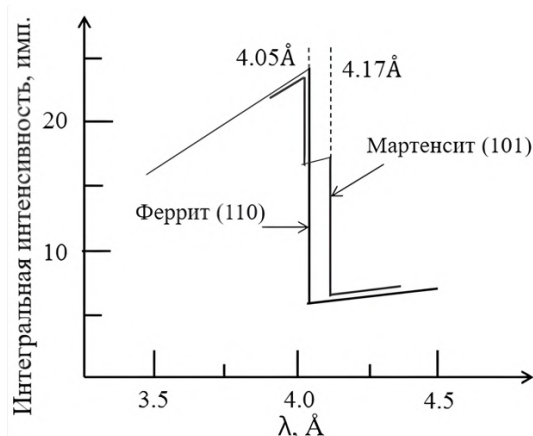


Рисунок 3.4 – Расчетная зависимость полного сечения взаимодействия нейтронов от длины волны для ферритной и мартенситной фаз стали У12

По полученным радиографическим изображениям была построена зависимость пропускания нейтронов, прошедших через образцы, от длины волны λ (рисунок 3.5). На графике видно, что максимальная разница в пропускании нейтронов наблюдается при длине волны $\lambda \sim 4.1 \text{ \AA}$, что согласуется с расчетными данными. Теоретически при брэгговском скачке полное сечение изменяется скачком по вертикальной линии (рисунок 3.4). Однако, из-за конечного разрешения по длине волны, сечение и, соответственно пропускание, в эксперименте изменяется по наклонной прямой (рисунок 3.5). Видно также, что в мартенситной фазе, где происходят два скачка, изменение пропускания более пологое, чем в ферритной фазе. Разница в пропускании при других брэгговских скачках гораздо меньше (рисунок 3.5).

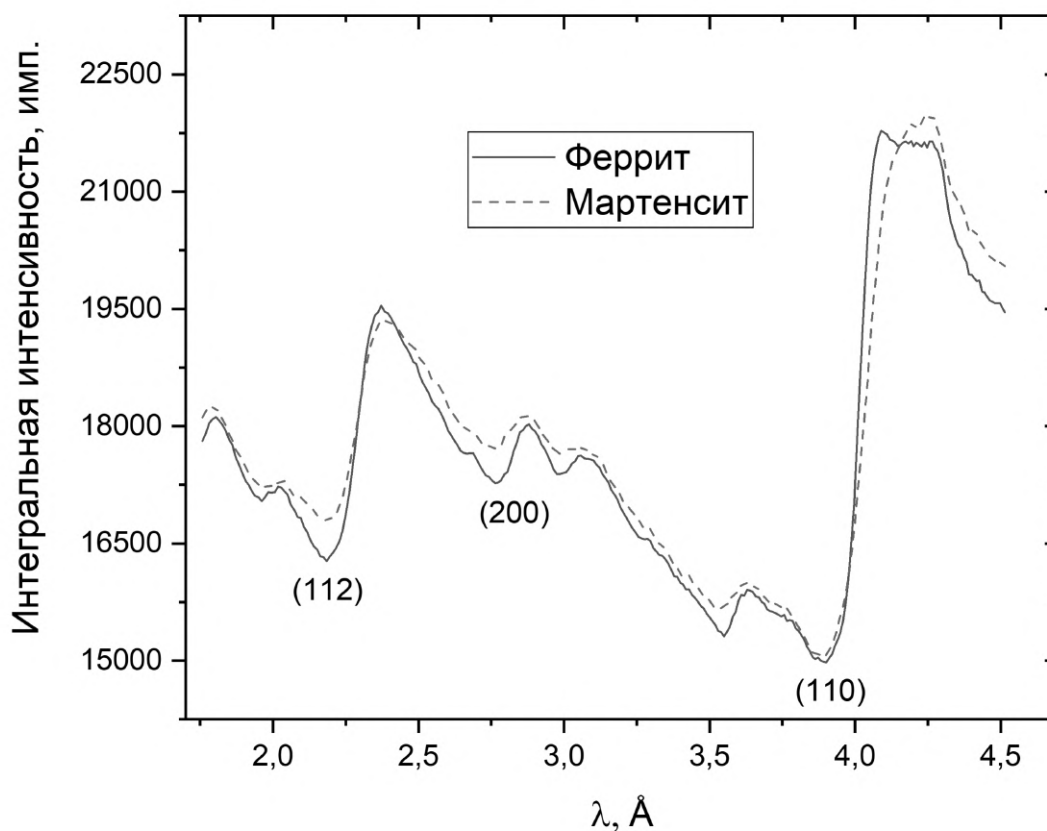


Рисунок 3.5 – Зависимость пропускания нейтронов образцами ферритной и мартенситной фаз стали У12 от длины волны нейтронов. Указаны отражающие плоскости ферритной фазы, соответствующие брэгговским скачкам при $\lambda = 4.04$ (110), 2.86 (200), 2.34 \AA (112).

На радиографических изображениях, полученных при различных длинах волн нейтронов в интервале 1.7 - 4.5 Å наибольшая разница ($\approx 10\%$) в ослаблении интенсивности нейтронного пучка между ферритным и мартенситным образцами наблюдалась при длине волны 4.1 Å (рисунок 3.6, а). Разница в ослаблении нейтронного пучка при других длинах волн, либо видна слабо (рисунок 3.6, б), либо её нет (рисунок 3.6, в). Полученные результаты полностью согласуются с расчетами и свидетельствуют о возможности визуализации дифракционного контраста между ферритной и мартенситной фазами сталей.

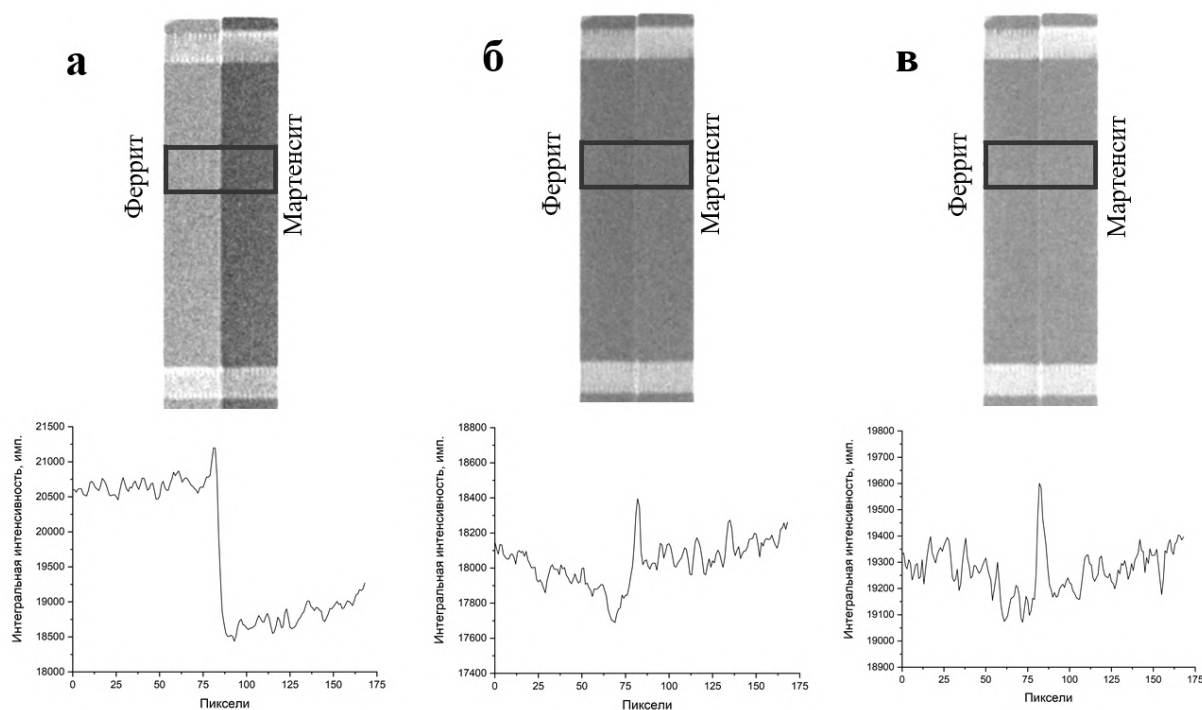


Рисунок 3.6 – Радиографические изображения исследуемых образцов. а – получено при длине волны 4.1 Å, б – при длине волны 2.86 Å, в – при длине волны 3.7 Å. (Снизу представлены профили интенсивности, взятые по выделенной области)

Фильтрация нейтронов второго порядка отражений

При использовании в качестве монохроматора пиролитического графита помимо нейтронов с основной длиной волны λ отражаются нейтроны высших порядков с длиной волны $\lambda/2$, $\lambda/3$, $\lambda/4$ и т.д. Форма спектра тепловых нейтронов реактора и зависимость отражающей способности

монохроматора от длины волны нейтронов приводят к тому, что для основной длины волны нейтронов $\lambda = 4.1 \text{ \AA}$ из нейтронов высших порядков наибольший вклад в интенсивность отраженного пучка дают нейтроны второго порядка отражений с длиной волны $\lambda/2 = 2.05 \text{ \AA}$. Эти нейтроны не испытывают скачок на плоскости (110) в ферритной и мартенситной фазах и ухудшают контраст. Для уменьшения вклада нейтронов второго порядка мы использовали фильтр из пиролитического графита. Кристалл пиролитического графита устанавливался на нейтронном пучке перед образцами под углом соответствующему отражению нейтронов с длиной волны 2.05 \AA . На рисунке 3.7 показано сравнение радиографических изображений образцов, полученных при длине волны $\lambda=4.1 \text{ \AA}$ с использованием фильтра и без него. Разница в ослаблении нейтронного пучка между образцами при использовании фильтра составила $\approx 16,5\%$, без фильтра, как указывалось выше $\approx 10\%$.

По итогам проведенных исследований продемонстрирована возможность визуализации дифракционного контраста между ферритной и мартенситной фазами стали с использованием монохроматического нейтронного излучения. Показана возможность улучшения дифракционного контраста при использовании нейтронного фильтра из пиролитического графита.

Исследование пространственного распределения ферритной и мартенситной фаз в сталях с использованием томографии на монохроматических нейтронах может помочь в решении задач, связанных с технологией изготовления и

термообработки ответственных изделий из углеродистых сталей [A2].

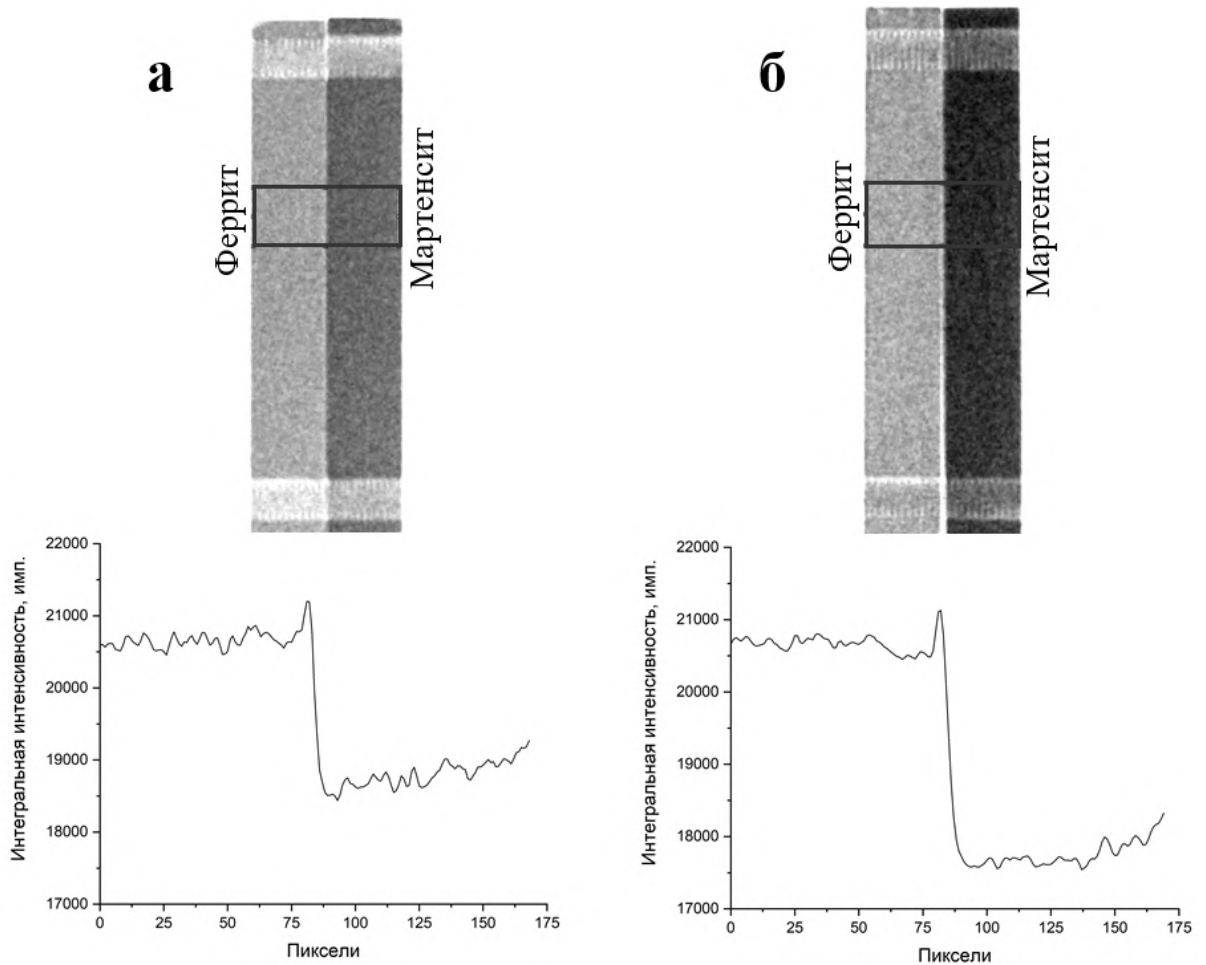


Рисунок 3.7 – Радиографические изображения исследуемых образцов при длине волны $\lambda=4.1 \text{ \AA}$. а – без использования фильтра, б – с фильтром из пиролитического графита. (Снизу представлены профили интенсивности, взятые по выделенной области)

3.3. Нейтронная визуализация металлических изделий

Главной отличительной особенностью нейтронов, как уже было сказано выше, является их высокая проникающая способность в большинство металлов (Fe, Cu, Ti, Ni, и др.). Это делает их незаменимым инструментом для исследования внутренней структуры готовых ответственных изделий различных отраслей промышленности. Для аэрокосмической отрасли это могут быть детали газотурбинного двигателя, состоящего из огромного количества узлов, агрегатов и сборочных единиц, однако, охлаждаемые рабочие лопатки турбины не имеет аналогов по

сложности нагружения и высокой ответственности при работе. Они характеризуются сложной пространственной формой, высокими требованиями к точности геометрических параметров, в том числе и для охлаждающих каналов [141].

Был проведен эксперимент по нейтронной томографии лопатки газотурбинного двигателя из жаропрочного никелевого сплава, изготовленной методом литья (рисунок 3.8). Эксперимент проводился на монохроматическом пучке нейтронов с длиной волны $\lambda=2.4 \text{ \AA}$, экспозиция на один кадр составляла – 90 секунд, общее время эксперимента – 10 ч. Полученные в ходе эксперимента радиографические изображения были обработаны с помощью программы ImageJ [142], была произведена поправка на фон детектора, и нормировка на профиль нейтронного пучка. Томографическая реконструкция была проведена в программном комплексе Octopus Reconstruction, размер одного вокселя 65 мкм.

На полученных томографических срезах (рисунок 3.8) видна сложная форма внутренних каналов, изменения геометрии и их закупорки обнаружено не было. Однако на радиографических изображениях (рисунок 3.9), полученных на монохроматическом пучке нейтронов, в области вне самого пучка видны дифрагированные нейтроны, отраженные от областей внутри лопатки, где существует преимущественная ориентация зерен. Рассеянные от таких областей нейтроны регистрируются детектором в виде ярких пятен вокруг образца. Размеры самых крупных пятен достигают $\approx 2 \text{ мм}$. Такого рода особенности кристаллической структуры лопатки газотурбинного двигателя, могут негативно сказаться на ее механических свойствах. По томографическим данным дополнительно была построена 3D модель образца (рисунок 3.10).

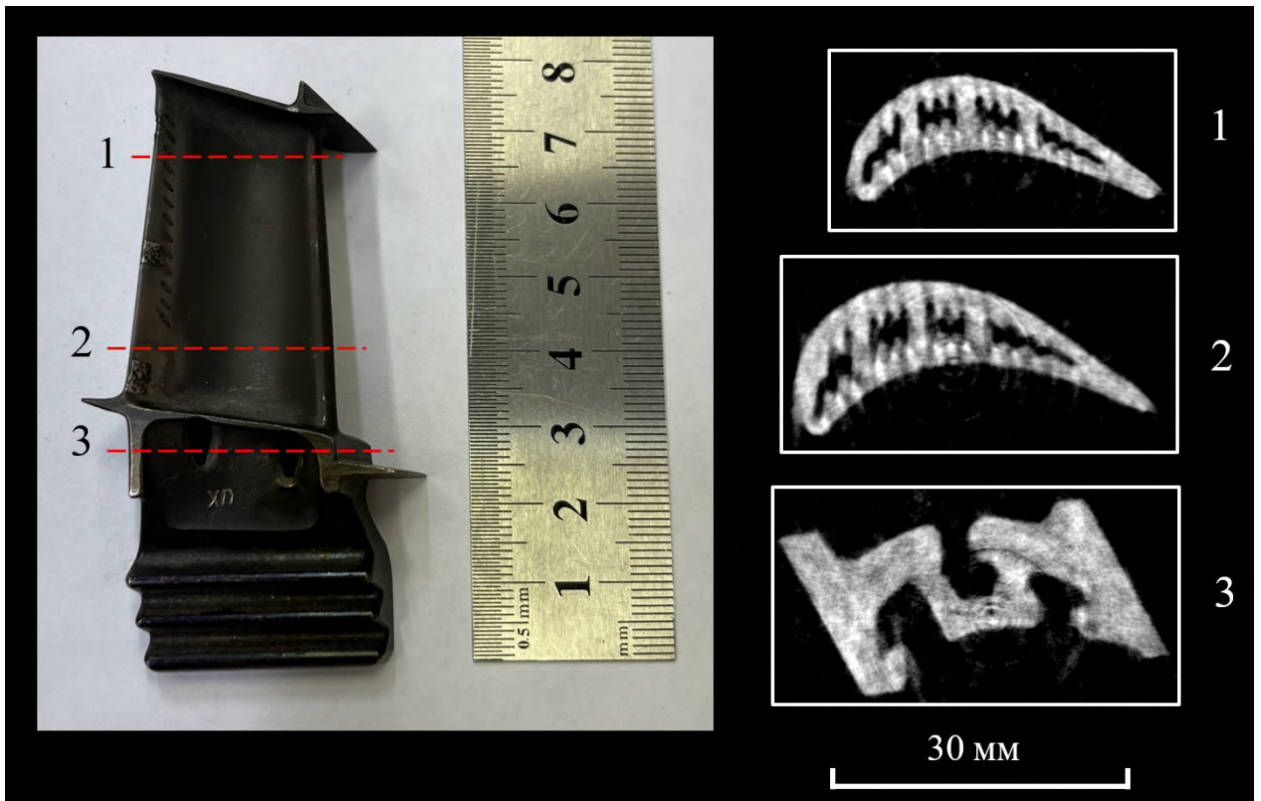


Рисунок 3.8 – Лопатка газотурбинного двигателя (слева), и полученные томографические срезы (справа). Пунктирной линией отмечены направления среза

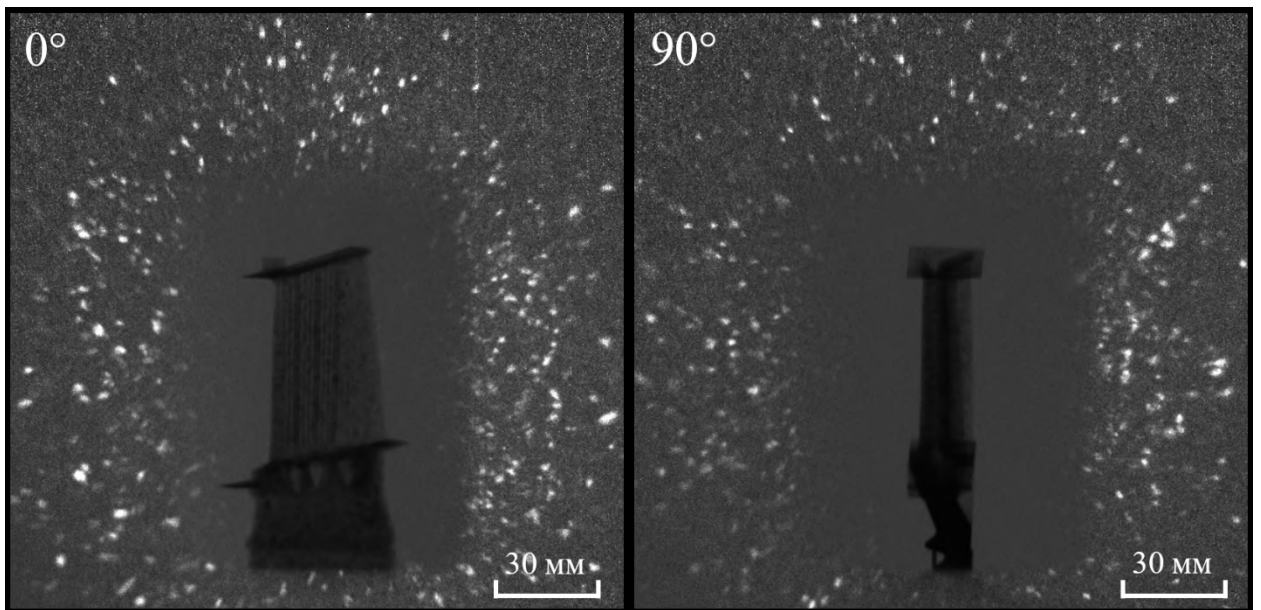


Рисунок 3.9 – Радиографические изображения лопатки при разных углах поворота

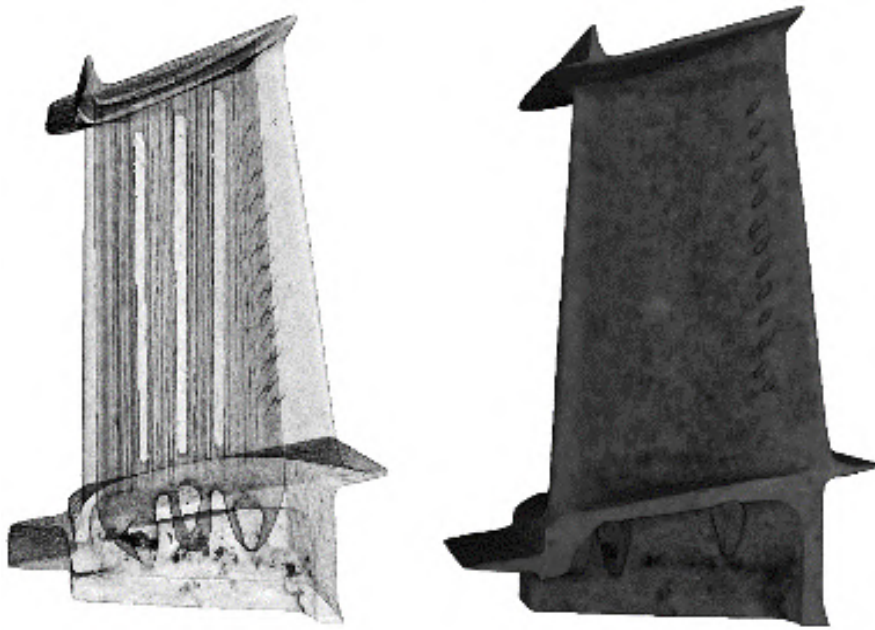


Рисунок 3.10 – 3D модели лопатки, созданные на основе массива томографических срезов

Однако использование монохроматического нейтронного пучка в визуализационных экспериментах позволяет решать узкий круг задач, недоступных другим методам. Если в исследовании не стоит задача визуализировать особенности внутреннего строения, связанные с дифракционными эффектами, то предпочтительнее использовать полихроматический пучок нейтронов.

Поэтому на стенде ПОНИ был проведен аналогичный эксперимент по нейтронной томографии. Экспозиция на один кадр составляла – 200 секунд, общее время эксперимента – 21 ч.

На рисунке 3.11 представлено сравнение томографических срезов, полученных на монохроматическом (станция ДРАКОН) и полихроматическом (стенд ПОНИ) нейтронном пучке. Как уже было сказано выше, из-за того, что разные области с преимущественной ориентацией зерен входят в отражающее положение нейтронов при различных угловых положениях образца, мы наблюдаем на томографических срезах неоднородную внутреннюю структуру объекта (рисунок 3.11, справа). При

использовании полихроматического нейтронного пучка вклад дифракционных эффектов усредняется, поэтому на томографических срезах мы видим однородную внутреннюю структуру объекта (рисунок 3.11, слева). В сравнении видно, что на срезах, полученных на полихроматическом пучке, лучше видны внутренние каналы и их расположение, но при этом определить наличие макрообластей с преимущественной ориентацией зерен без использования монохроматического пучка невозможно.

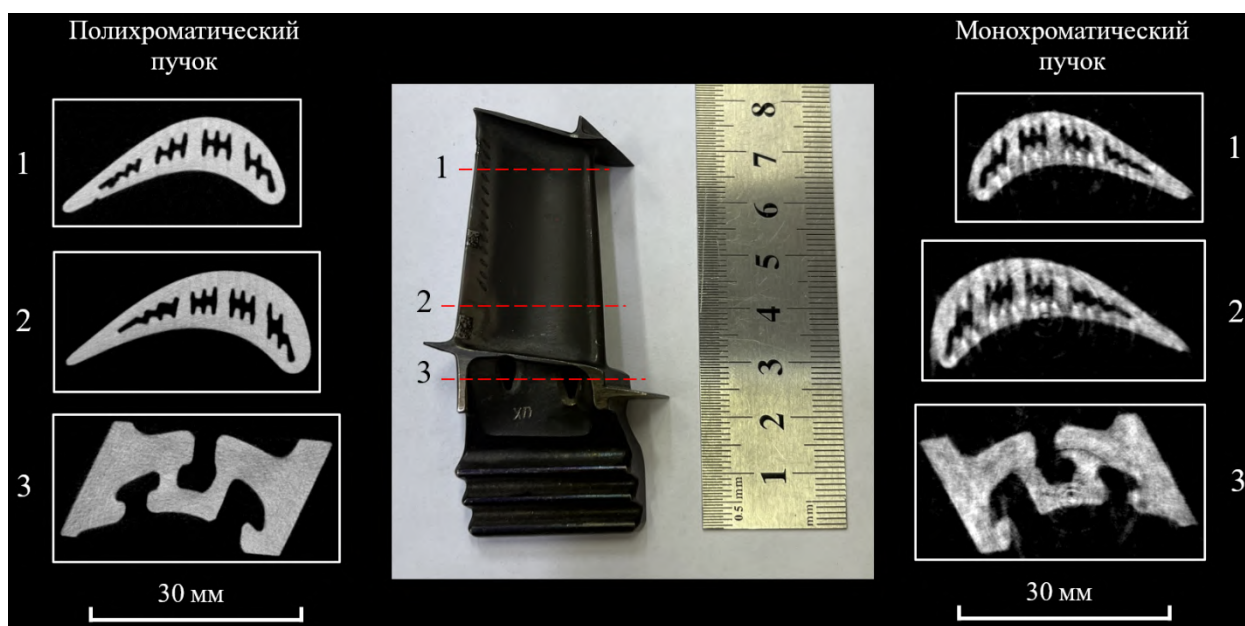


Рисунок 3.11 – Сравнение томографических изображений, полученных на монохроматическом пучке станции ДРАКОН (справа) и полихроматическом пучке стенда ПОНИ (слева), пунктирной линией отмечены направления среза

Таким образом было показано, что использование монохроматических и полихроматических нейтронных пучков позволяет получить взаимодополняющую информацию о внутренней структуре изделий.

3.4. Нейтронная томография образца аддитивных производств со сложной симметричной внутренней структурой

При исследовании готовых металлических изделий, особенно сложной формы, зачастую невозможно до томографического эксперимента точно определить ослабление нейтронного пучка материалом объекта при всех его угловых положениях. Таким образом на радиографических изображениях в

местах, соответствующих наибольшему пути нейтронов в материале образца, могут существовать области, где интенсивность нейтронного пучка будет близка к нулю, что приведет к появлению артефактов при проведении томографической реконструкции. Для образцов, имеющих большое сечение когерентного рассеивания (например, стальных), с известной кристаллической структурой, можно подобрать длину волны нейтронов, соответствующую наименьшему ослаблению, исходя из положения брэгговских скачков. А в определенных случаях можно увеличить трансмиссию нейтронов, уменьшив толщину образца вдоль направления просвечивания, используя особенности его геометрии.

На рисунке 3.12 представлен образец со сложной внутренней сетчатой структурой размером $65 \times 20 \times 20$ мм³, изготовленный методом селективного лазерного плавления (СЛП) из нержавеющей аустенитной стали марки CL20es. В рамках нейтронного эксперимента он представляет из себя объект с чередованием слоев сплошного материала и слоев с преобладанием пустот, расположенных вдоль направления просвечивания. Был проведен эксперимент по нейтронной томографии на монохроматическом пучке при длине волны $\lambda = 2.4$ Å. Получено 360 радиографических изображения при повороте образца от 0 до 180° с шагом 0.5°. Время экспозиции для одного радиографического изображения составляло 120 секунд, полное время эксперимента – 13 ч. На радиографических изображениях объекта при некоторых угловых положениях пропускание нейтронов сквозь образец близка к нулю, что приводит к появлению артефактов на томографических срезах, как показано на рисунке 3.13.



Рисунок 3.12 – Образец со сложной внутренней сетчатой структурой, изготовленный методом селективного лазерного плавления (СЛП) из стали марки CL20es

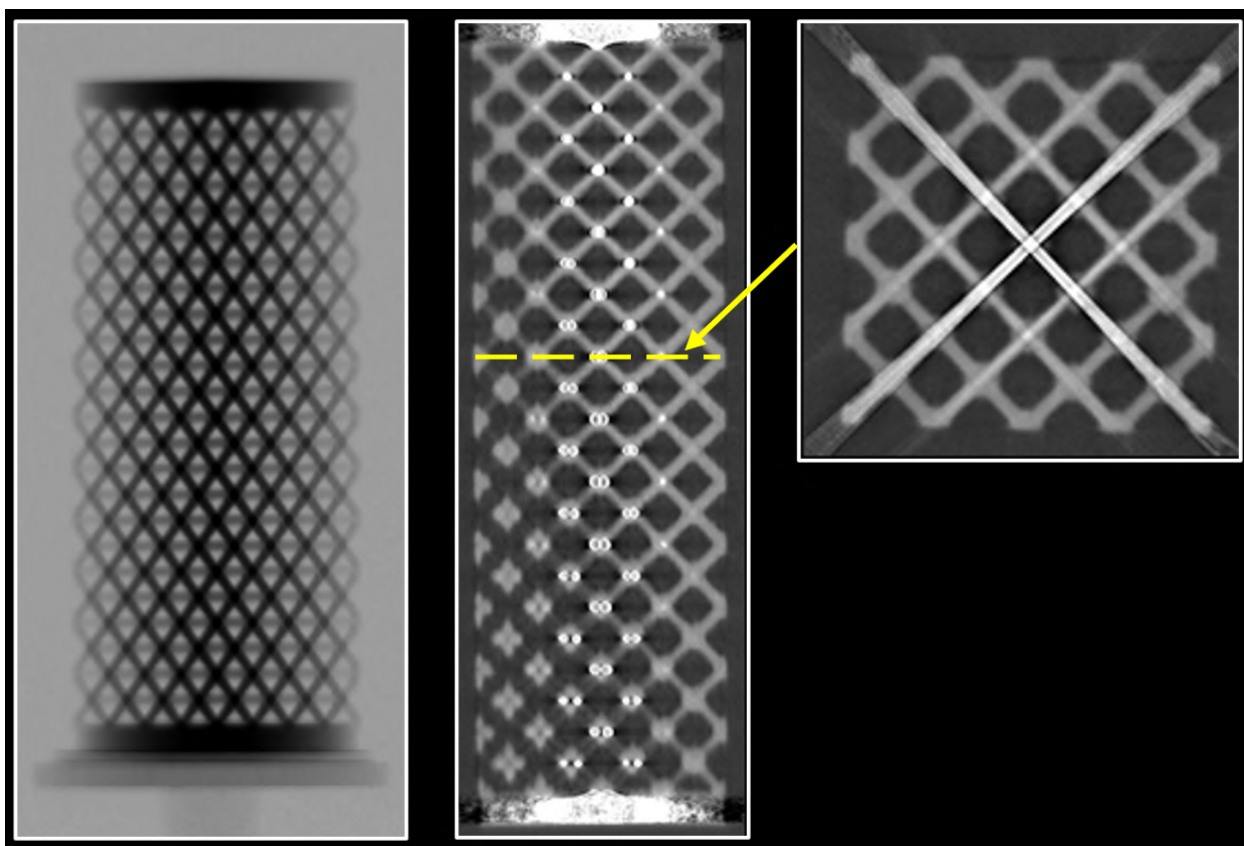


Рисунок 3.13 – Радиографическое изображение (слева) и томографические срезы изделия с сетчатой структурой, видны искажения томографических срезов в тех направлениях, где нейтроны поглощаются полностью

Аустенитная сталь марки CL20es имеет высокое сечение когерентного рассеяния для нейтронов, но на радиографических изображениях,

полученных при длинах волн от 1.8 до 4.5Å, области с нулевой трансмиссией сохраняются.

Если высота сильно ослабляющего слоя меньше, чем длина пути нейтронов вдоль направления просвечивания, то наклонив образец возможно добиться положения, при котором нейтроны будут проходить частично через сильно ослабляющий нейтроны слой, а частично через слой с преобладающими пустотами, тем самым можно усреднить ослабление нейтронного пучка. Упрощенная схема эксперимента показана на рисунке 3.14.

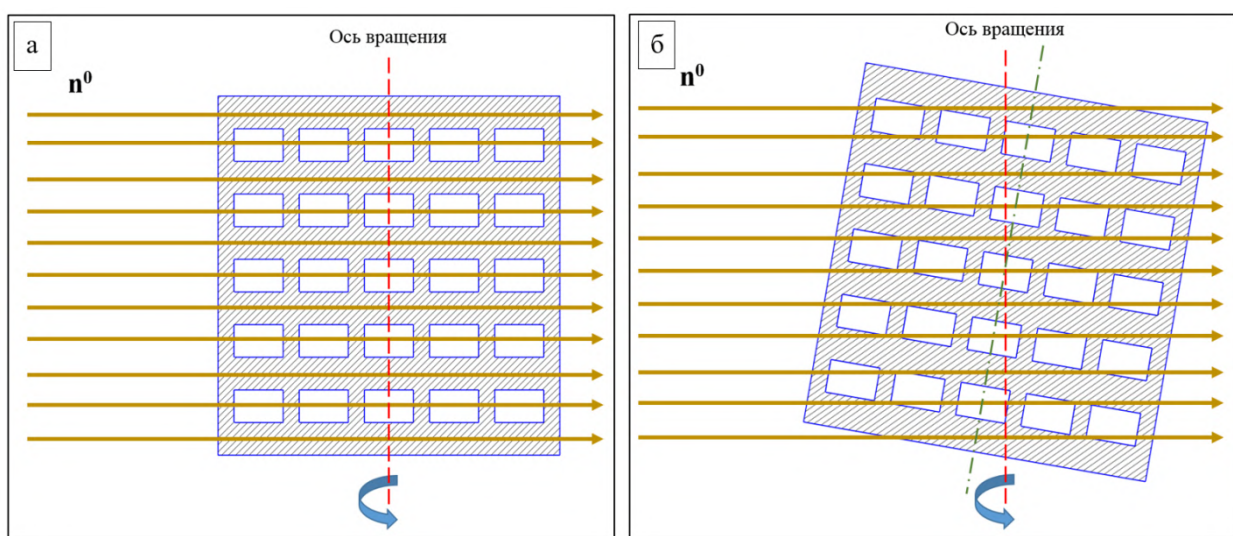


Рисунок 3.14 – Схема размещения образца при томографическом эксперименте. а – перпендикулярно оси вращения образца, б – с наклоном относительно оси вращения

Так как образец симметричен, наклон образца в одном направлении не решит проблему полностью. Поэтому мы разместили его на двух сегментах качания, расположенных перпендикулярно друг другу (рисунок 3.10). Величина наклона сегментов качания исходя из геометрии образца составляла 6° .



Рисунок 3.15 – Образец со сложной внутренней сетчатой структурой, размещенный на двух сегментах качания под углом 6° относительно оси вращения

Был проведен томографический эксперимент с наклоном образца, аналогичный предыдущему. На рисунке 3.16 представлены полученные томографические срезы, артефакты, связанные с нулевой трансмиссией нейтронов, не наблюдаются. Таким образом удалось получить томографические срезы образца со сложной внутренней сетчатой структурой из нержавеющей аустенитной стали марки CL20es.

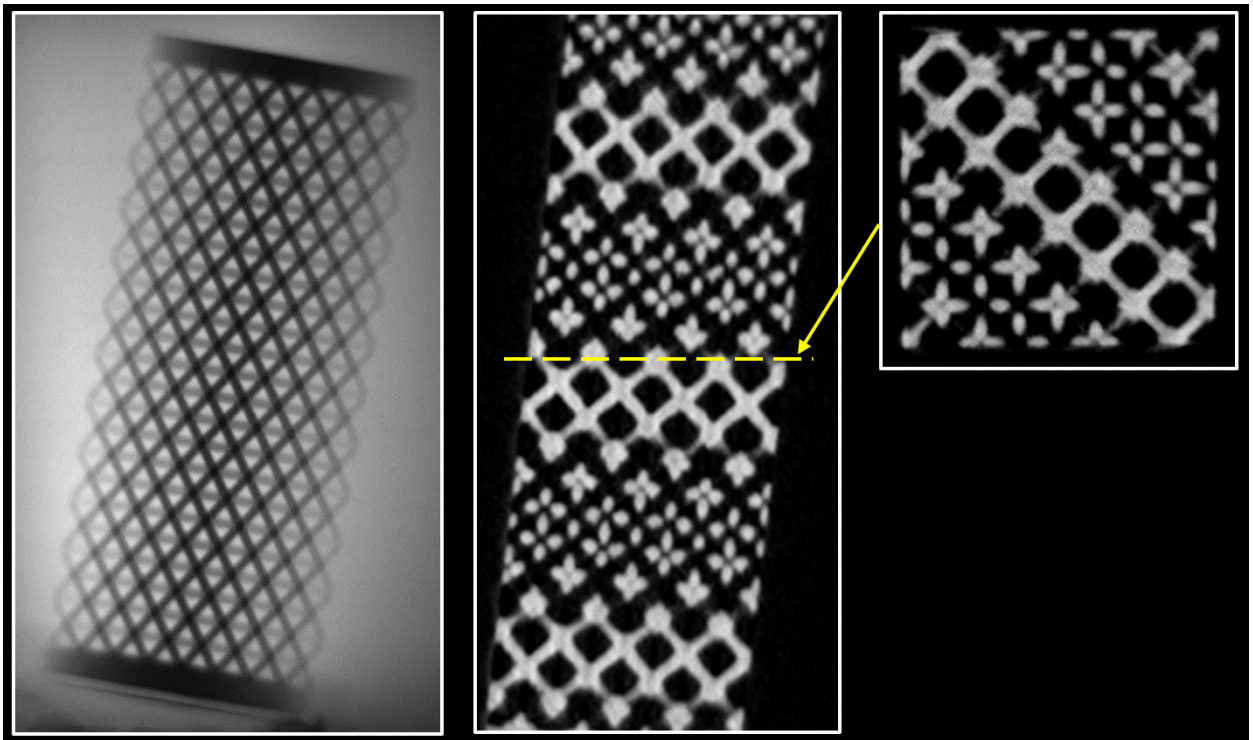


Рисунок 3.16 – Радиографический снимок (слева) и томографические срезы изделия с сетчатой структурой, расположенного под углом 6° относительно оси вращения

С уменьшением длины волны нейтронов (увеличением энергии) их проникающая способность в материал увеличивается, потому что уменьшается сечение некогерентного рассеяния и поглощения, как и величина брэгговских скачков для кристаллических образцов, которая зависит от сечения когерентного рассеивания. Минимальная длина волны нейтронов доступная на станции ДРАКОН составляет 1.8 \AA , максимум же спектра тепловых нейтронов на стенде ПОНИ составляет 1.2 \AA . Исходя из этого можно сделать вывод, что стенд ПОНИ имеет преимущество в проникающей способности нейтронов перед станцией ДРАКОН.

Был проведен томографический эксперимент образца со сложной симметричной внутренней структурой из сплава CL20es для сравнения с результатами, полученными на станции ДРАКОН. Эксперимент был проведен без установки образца на сегментах качания. Было получено 360 радиографических изображений с шагом поворота образца 0.5° . Время экспозиции для 1 изображения составляло 200 секунд, общее время

эксперимента – 21 ч. На рисунке 3.17 показаны томографические срезы объекта в трех взаимно перпендикулярных проекциях, артефактов, связанных с нулевой трансмиссией нейтронов, не наблюдается. На томографических срезах были обнаружены дефекты печати. Дефекты связаны с технологией производства и могут привести к ухудшению механических свойств изделия. Других внутренних дефектов (пор, трещин, включений) размерами от 200 мкм обнаружено не было [А3].

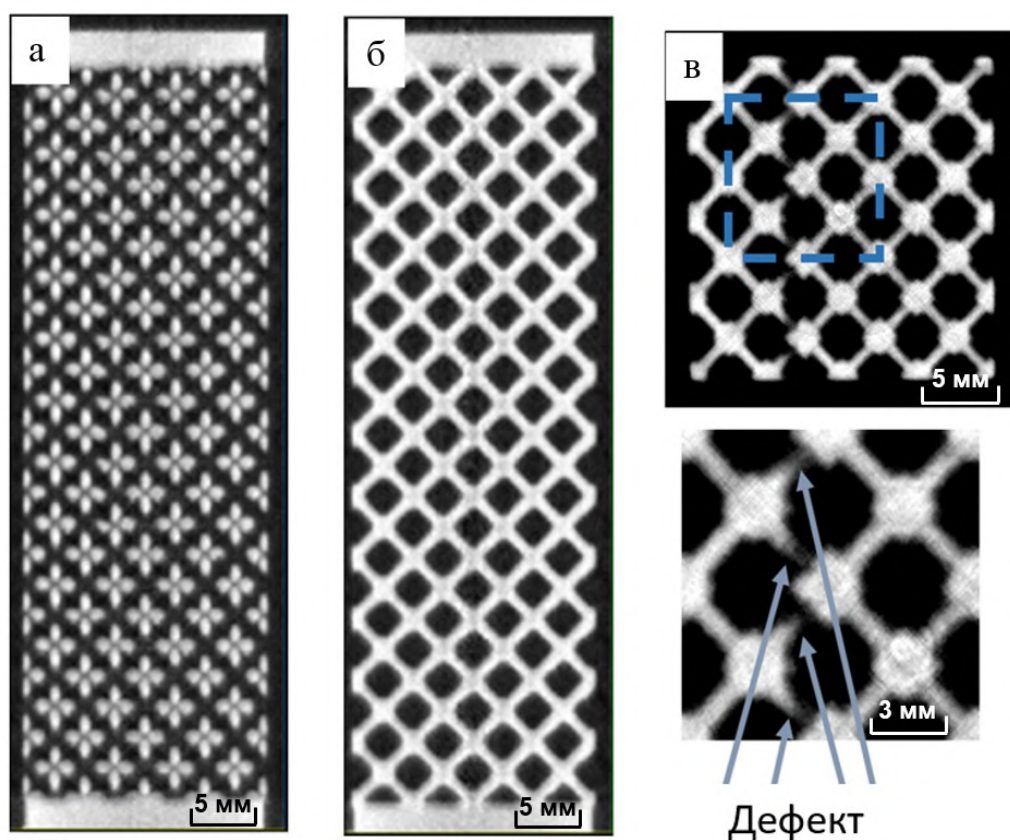


Рисунок 3.17 – Томографические срезы образца со сложной симметричной внутренней структурой в трех взаимно перпендикулярных проекциях, стрелками отмечены дефекты печати

По полученным результатам можно сделать вывод, что для металлических образцов полихроматический пучок нейтронов на стенде ПОНИ имеет большую проникающую способность, нежели монохроматический пучок на станции ДРАКОН.

3.5. Методика съемки габаритных объектов

Зачастую необходимо изучить внутреннюю структуру объектов, имеющих размеры в одном или нескольких направлениях больше, чем размеры нейтронного пучка на месте образца. Для такого рода образцов была разработана методика съемки радиографических изображений с последующей их томографической обработкой. Методика включает в себя программу для управления съемкой образца при помощи моторизованного стола, и разработанную программу по сшивке отснятых радиографических изображений, по которым возможно проведение томографической реконструкции. Также был обнаружен и решен ряд проблем возникающих при сшивке радиографических изображений, связанных с расходимостью нейтронного пучка и взаимодействием нейтронов с образцом.

Данная методика была разработана на станции нейтронной визуализации ДРАКОН с размером нейтронного пучка на месте образца 75×75 мм.

Габаритными объектами будем называть, те объекты, которые имеют в одном или нескольких направлениях размеры большие, чем сечение нейтронного пучка.

Принцип методики съемки габаритных объектов

Так как габаритные объекты не могут находиться в нейтронном пучке целиком, для получения информации обо всём объекте производится съемка нескольких радиографических изображений с равным шагом перемещения, либо горизонтального транслятора, либо вертикального, либо по очередности обоих. По этой причине была создана программа для съемки габаритных объектов в среде программирования LabView. Эксперимент проводится следующим образом: задается шаг перемещения транслятора(ов) и количество шагов; задается количество точек для поворотного столика образца (от 0 до 180°). Объект передвигается в начальную точку, происходит

съемка начального изображения, далее он перемещается по горизонтали на заданный шаг, где также происходит съемка радиографического изображения. Число точек съемки зависит от количества заданных шагов перемещения горизонтального транслятора. Далее объект поворачивается на заданный угол, где повторяются те же действия. При достижении 180° , объект возвращается на начальную точку. Если было задано перемещение по вертикали, объект передвигается на заданный шаг, после чего выполняются предыдущие действия. Таким образом съемка происходит послойно. После окончания съемки объекта, он передвигается в горизонтальной плоскости на такое расстояние, чтобы полностью освободить нейтронный пучок. Происходит съемка пустого пучка и фона детектора.

После получения массива данных, радиографические изображения для каждого углового положения образца сшиваются. Для данной задачи был создан алгоритм в программном комплексе ImageJ. В программу задается шаг перемещения образца после чего из радиографических изображений вырезаются нужные области и сшиваются друг с другом. Также сшиваются изображения с пустым пучком и фоновые изображения. Из-за неоднородности нейтронного пучка необходимо все сшитые радиографические кадры нормировать на пустой пучок. Предварительно необходимо вычесть вклад фона. Далее массив сшитых радиографических снимков используется для томографической реконструкции при помощи программы Octopus Reconstruction.

Как уже было сказано выше главной характеристикой приборов нейтронной визуализации является коэффициент коллимации. В случае со станцией ДРАКОН параметр коллимации равен 150. Он вносит вклад в пространственное разрешение (геометрическая нерезкость), который увеличивается с увеличением расстояния образец детектор. При расстоянии образец-детектор 0 мм пространственное разрешение определяется

детектором и составляет ≈ 180 мкм, а при расстоянии 100 мм уже составляет – ≈ 850 мкм (формула (33)).

В случае с габаритными объектами геометрия нейтронного пучка влияет не только на пространственное разрешение, но и затрудняет сшивку радиографических изображений.

Данная методика была отработана на тестовом объекте (рисунок 3.18). Он имеет размеры $200 \times 200 \times 150$ мм. Был проведен эксперимент по нейтронной томографии на монохроматическом нейтронном пучке ($\lambda = 1 \text{ \AA}$). Максимальный размер образца вдоль направления просвечивания составляет 200 мм, шаг горизонтального транслятора составлял 60 мм. Таким образом, на каждое угловое положение образца приходилось 4 радиографических изображения. В ходе обработки полученных данных было обнаружено, что при сшивке радиографических изображений дальняя и ближняя относительно детектора часть объекта сшиваются по-разному (рисунок 3.24, а). С увеличением расстояния образец-детектор возникает разница между реальным размером объекта и его проекцией, при этом разница определяется как расходимость нейтронного пучка, так и геометрической нерезкостью.

На рисунке 3.19 представлена схема получения проекции объекта, расположенного на расстоянии l от детектора. Геометрическая нерезкость не зависит от размера образца p , а определяется расстоянием образец детектор l и коэффициентом коллимации L/D . Разница между размером образца p и его проекцией p' определяется расходимостью нейтронного пучка, которая в свою очередь прямо пропорциональна размеру объекта p .

Экспериментально определено, что при шаге горизонтального транслятора 60 мм, смещение проекции ближней части объекта также составляет 60 мм, а дальней части, находящейся на расстоянии 200 мм от детектора – 64 мм. Разница между размером проекции дальней части объекта и шагом транслятора составляет $\sim 6\%$.



Рисунок 3.18 – Тестовый объект

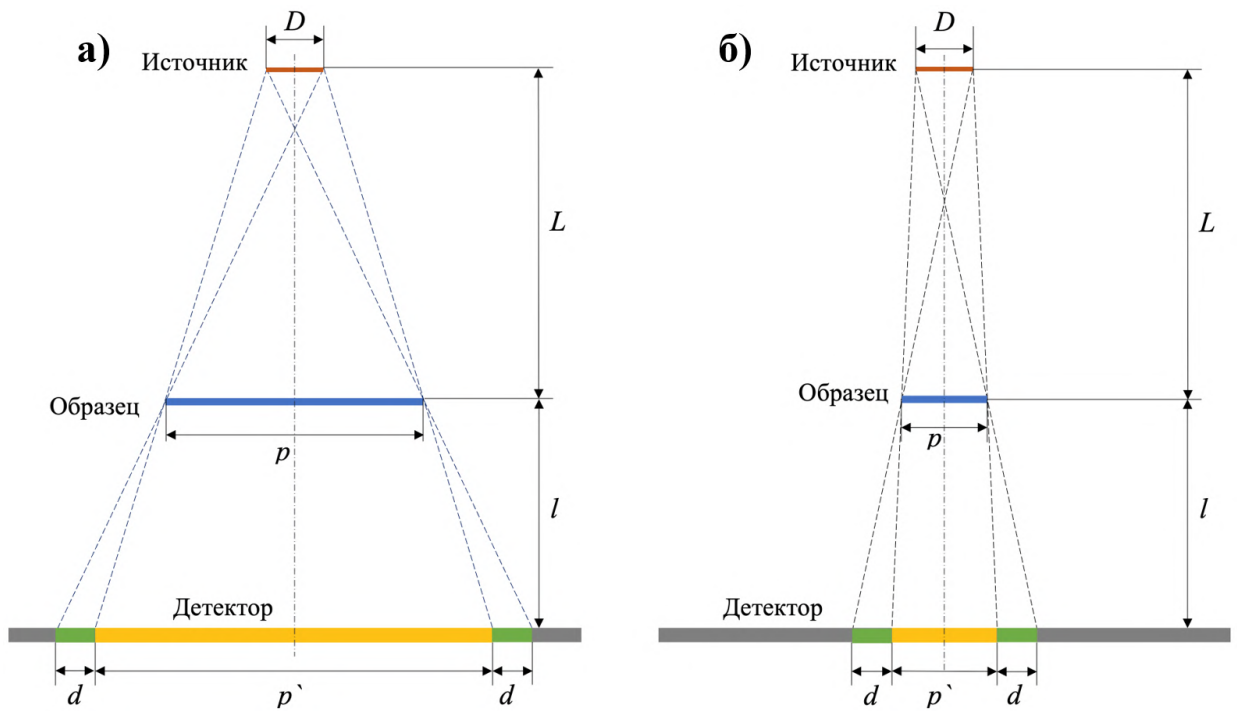


Рисунок 3.19 – Схема получения проекции объекта, D – размер источника, определяемый входной апертурой, L – расстояние апертура-образец, l – расстояние образец-детектор, d – геометрическая нерезкость, p – размер объекта, p' – размер проекции объекта на детекторе

Чтобы решить данную проблему со сшивкой радиографических изображений необходимо уменьшить шаг перемещения горизонтального транслятора таким образом, чтобы разница между дальней частью объекта и ее проекцией не превышала пространственного разрешения для объекта такого размера.

Был проведен эксперимент по нейтронной томографии с шагом горизонтального транслятора – 20 мм. Количество радиографических снимков на один угол поворота объекта увеличилось до 10, что увеличило время эксперимента в 2.5 раза. Разница между проекциями ближней и дальней частей объекта составила ~ 1.2 мм, что соответствует пространственному разрешению (вкладу геометрической нерезкости) для объекта такого размера. Как видно на рисунке 3.24 (б), качество сшитого изображения стало лучше. Это повлияло на томографическую обработку, и улучшило качество томографических срезов (рисунок 3.23).

Второй негативной особенностью оказалась разница в интенсивности между сшиваемыми областями радиографических проекций (рисунок 3.20, а), которая приводит к появлению кольцевых артефактов при томографической реконструкции (рисунок 3.22). Это связано с тем, что помимо поглощения веществом нейтроны могут рассеиваться, как когерентно, так и некогерентно. Рассеянные нейтроны отклоняются от направления прямого пучка и регистрируются другими частями детектора. Количество рассеянных нейтронов зависит от количества вещества в нейтронном пучке. При перемещении объекта относительно пучка (как горизонтально или вертикально, так и при изменении углового положения) количество рассеянных нейтронов изменяется при каждом изменении положения объекта. Поэтому рассчитать вклад рассеянных нейтронов для каждого радиографического изображения невозможно. Однако если рассматривать вклад рассеянных нейтронов, как общий фон на изображении, то его можно учесть.

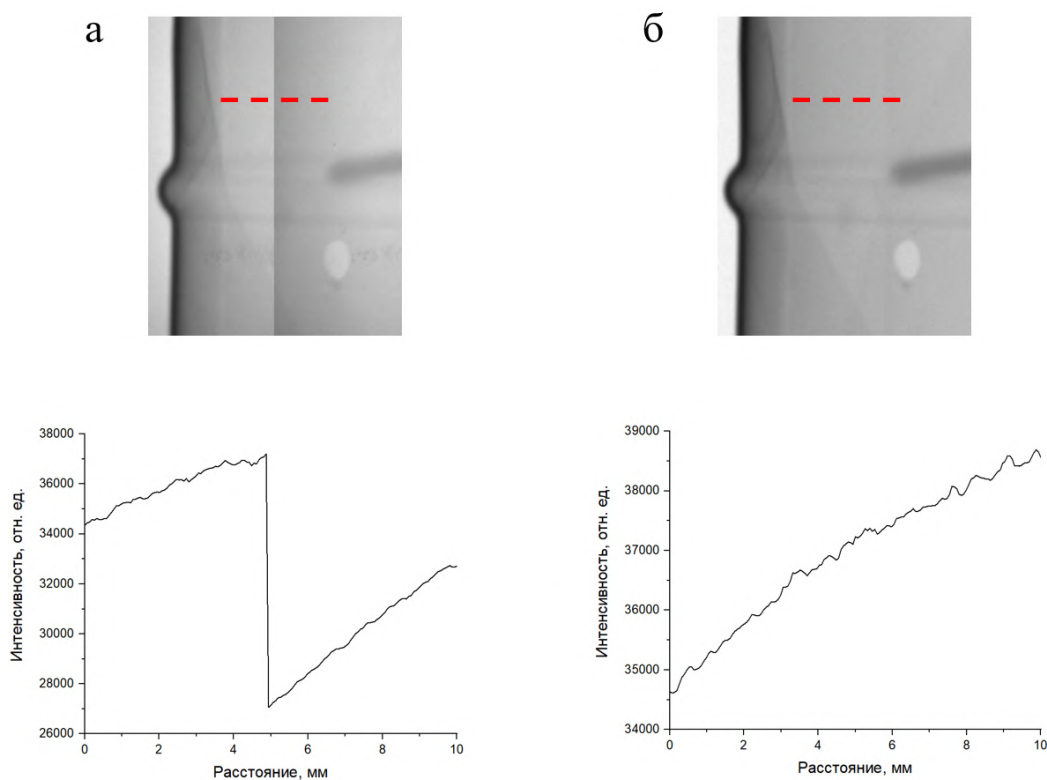


Рисунок 3.20 – Разница в интенсивности между сшиваемыми областями (а – до математической обработки, б - после)

Полученные в ходе эксперимента радиографические проекции представляют из себя цифровые изображения в градациях серого, которые можно представить как двумерный числовой массив. Разрядность изображений составляет 16 бит, поэтому каждый пиксель (элемент массива) может принимать значения в диапазоне от 0 до 65535, что пропорционально количеству нейтронов, зарегистрированных данной областью детектора. Если рассматривать вклад рассеянных нейтронов, как некий равномерный фон на радиографическом изображении, то можно выровнять интенсивность между всеми изображениями при одном угловом положении объекта. Выравнивание интенсивности проводилось по среднему значению взятому по области размером 2 пиксела по горизонтали на 500 пикселей по вертикале на границе сшивки изображений (рисунок 3.21). Интенсивность выравнивается между всеми изображениями по очереди начиная с крайнего, то есть сначала выравнивается второе изображение относительно первого, затем третье относительно второго и т.д. Далее происходит сшивка всех

радиографических изображений для каждого углового положения образца. Затем интенсивность выравнивается между всеми сшитыми изображениями. Весь описанный алгоритм был автоматизирован в программном комплексе ImageJ.

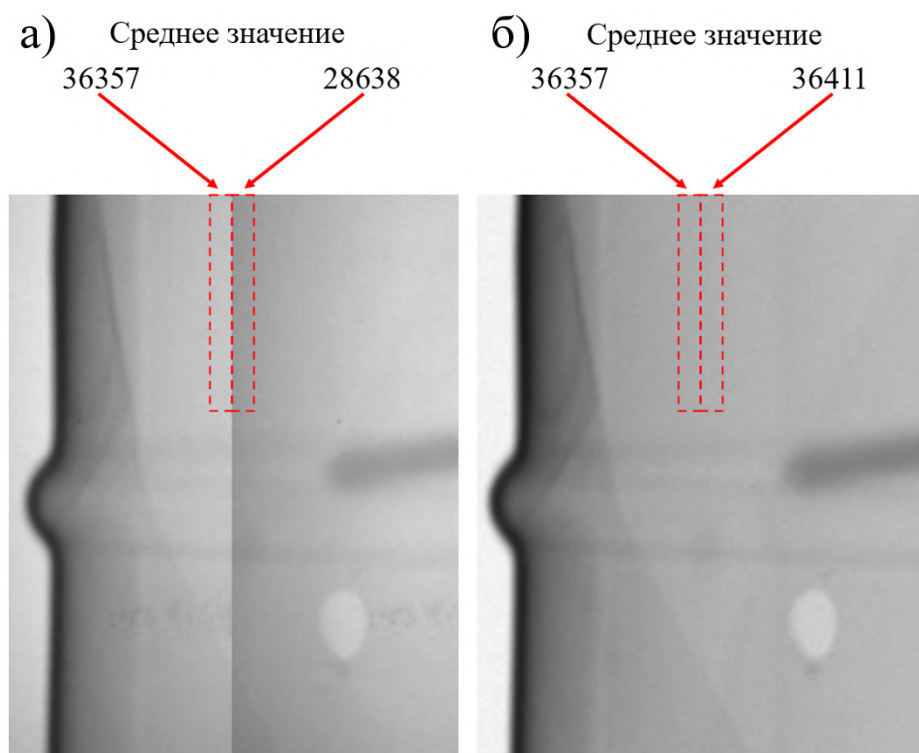


Рисунок 3.21 – Схема алгоритма обработки сшиваемых изображений, а – до математической обработки, б – после.

Учет фона рассеянных нейтронов позволил избавиться от видимых границ сшивки на радиографических изображениях (рисунок 3.20, б). Стоит отметить, что полностью учесть вклад рассеянных нейтронов невозможно, однако представленная математическая обработка позволяет проводить томографическую реконструкцию без появления кольцевых артефактов (рисунок 3.23).

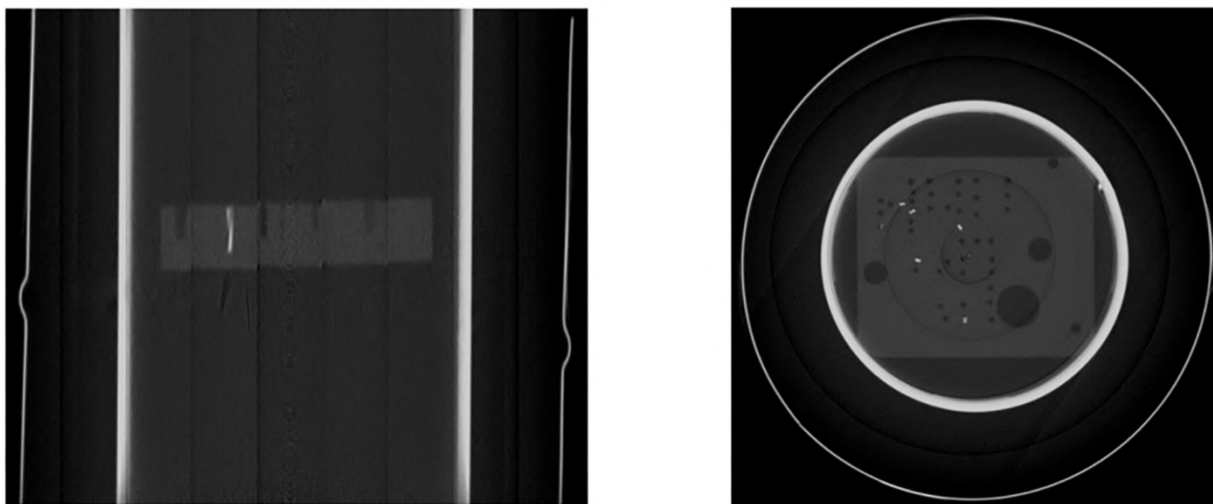


Рисунок 3.22 – Томографические срезы тестового объекта в двух проекциях, полученные с использованием массива сшитых радиографических изображений до математической обработки

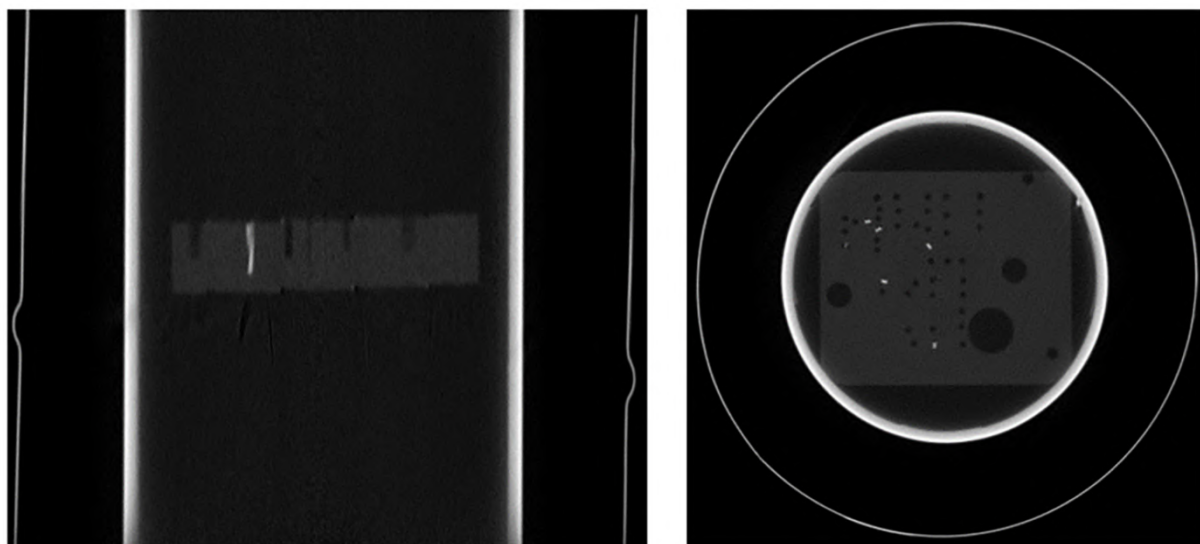


Рисунок 3.23 – Томографические срезы тестового объекта в двух проекциях, полученные с использованием массива сшитых радиографических изображений после математической обработки

Результаты

Применение данной методики позволило получить радиографические изображения всего объекта целиком. Было учтено влияние расходимости нейтронного пучка на сшивку радиографических изображений, а также была учтена разница в интенсивности между сшиваемыми областями, что

позволило получить сшитые радиографические изображения, которые можно использовать для томографической обработки.

На рисунке 3.24 показаны сшитые радиографические проекции и полученные в ходе томографической реконструкции изображения объекта, от начального этапа до конечного, с применением данной методики. Видно, что изображения были качественно улучшены.

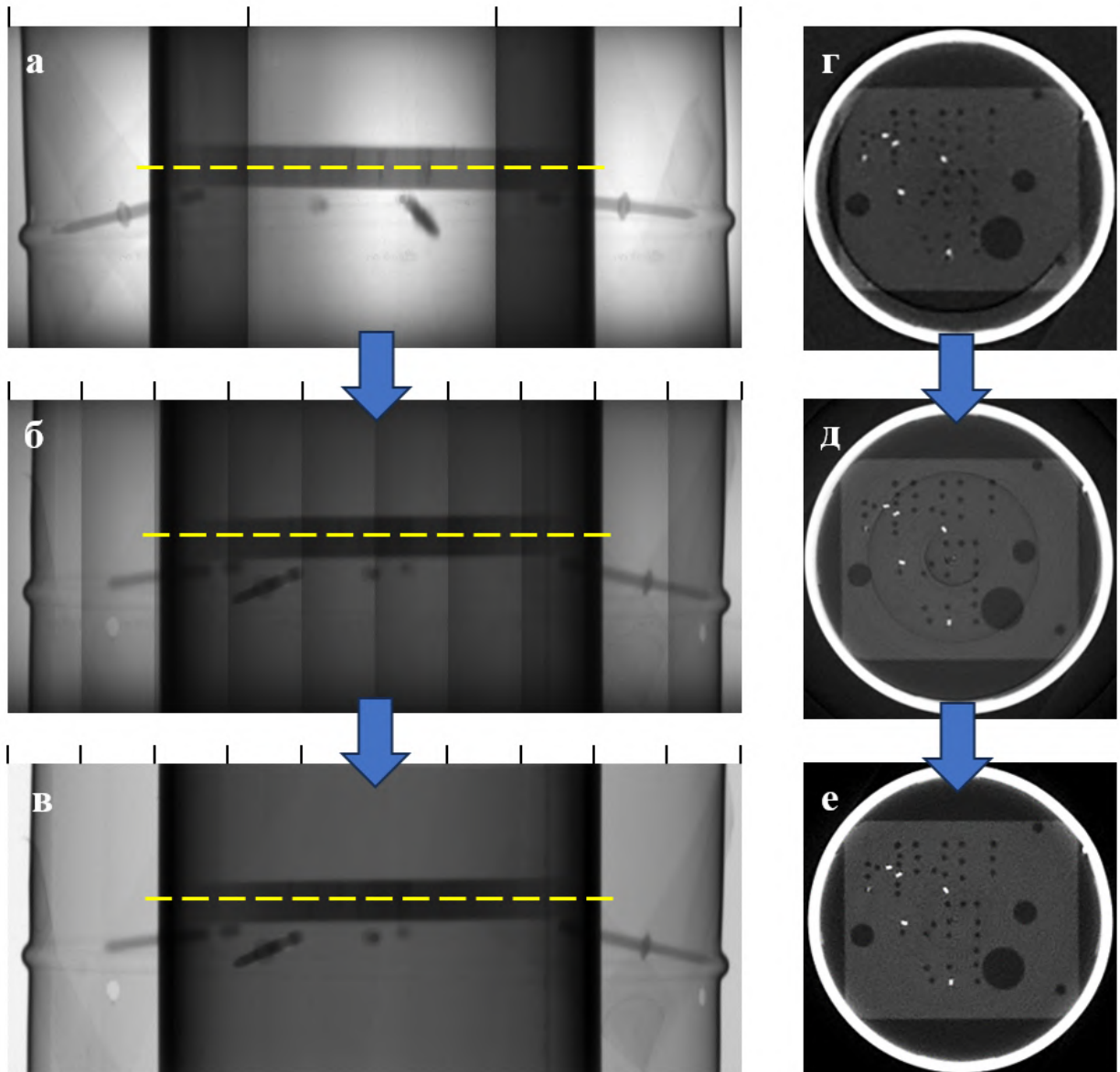


Рисунок 3.24 – Сшитые радиографические проекции (а-в) и полученные в ходе томографической реконструкции срезы объекта (г-е), от начального этапа до конечного, с применением представленной методики (а, г – шаг 60 мм, без математической обработки, б, д – шаг 20 мм, без математической обработки, в, е – шаг 20 мм, с математической обработкой)

3.6. Нейтронная визуализация динамических процессов

Как было сказано в Главе 1, существуют задачи, требующие изучения динамических процессов и проведения *in-situ* экспериментов по нейтронной визуализации. В рамках отработки методики такого рода экспериментов была проведена радиографическая съемка процесса кристаллизации галлия (Ga) на высокоинтенсивном полихроматическом пучке нейтронов. Расплавленный Ga был помещен в прозрачную для нейтронов кювету из кварцевого стекла (рисунок 3.25), которая была размещена на столике образца. Температура кристаллизации галлия составляет 29.76 °С, температура окружающей среды при эксперименте составляла ~20 °С. На рисунке 3.26 и 3.27 представлены радиографические изображения с экспозицией на один кадр 2 и 5 секунд соответственно, во втором случае для более быстрой кристаллизации в расплав были добавлены небольшие фрагменты кристаллического галлия.

В твердом состоянии при температуре 20 °С галлий имеет плотность 5.904 г/см³, в жидкой – 6.095 г/см³. Более светлая область радиографического изображения соответствует твердой фазе галлия (меньше плотность, меньше ослабление нейтронного пучка), а более темная – жидкой.

Результаты эксперимента показывают возможность проведения *in-situ* исследований динамических процессов методом нейтронной визуализации на высокоинтенсивном нейтронном пучке станции ДРАКОН.

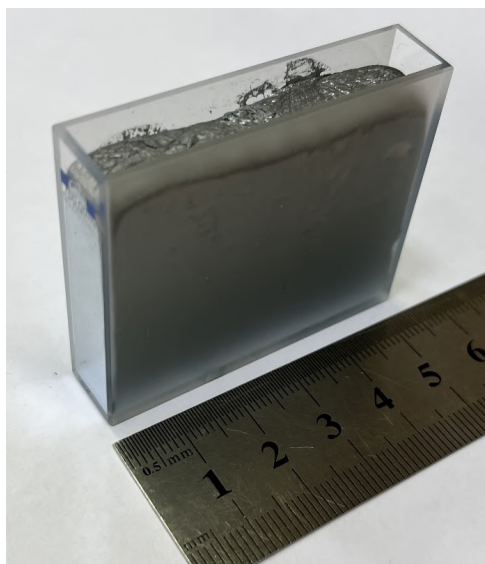


Рисунок 3.25 – Ga в кварцевой кювете

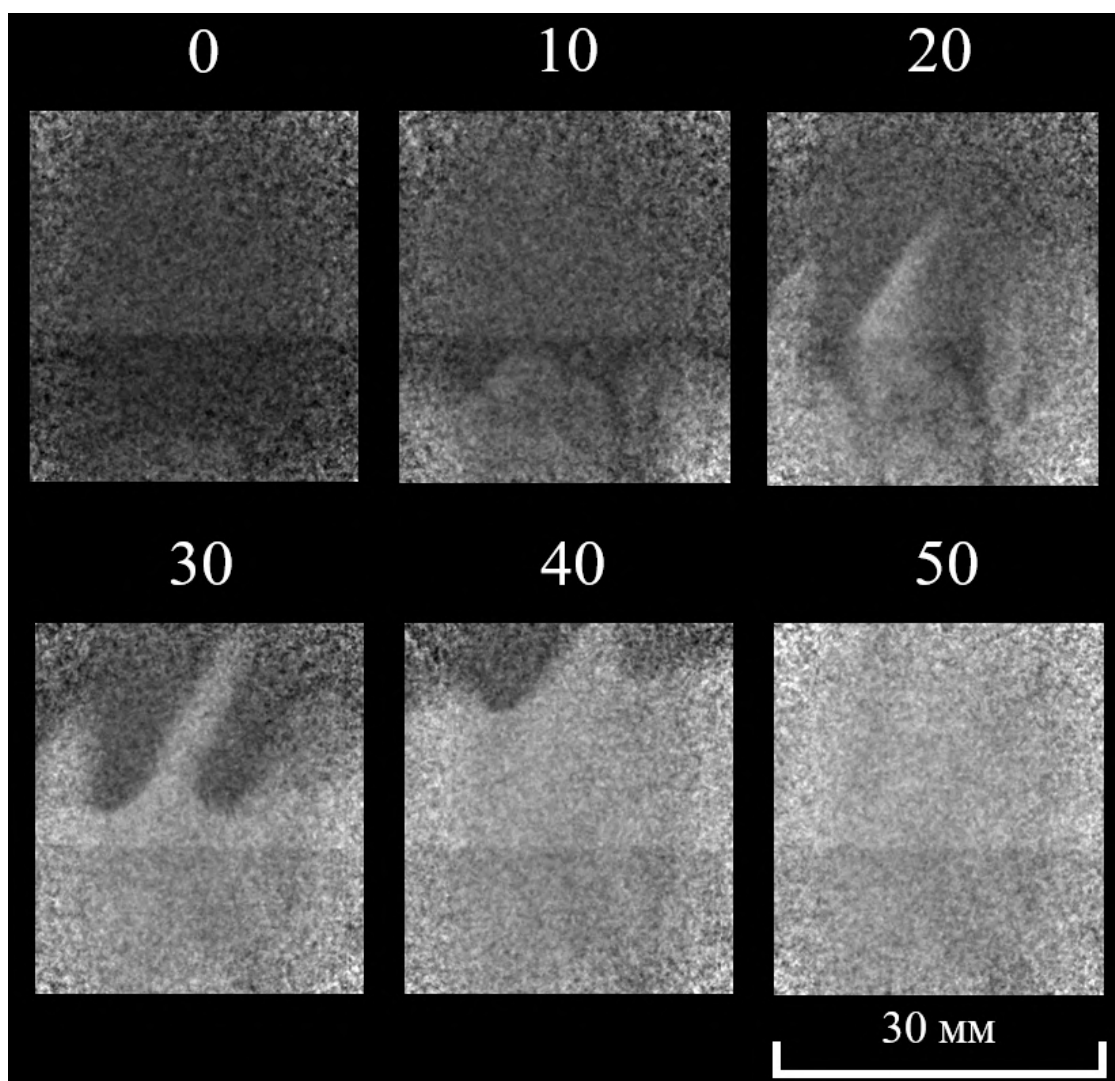


Рисунок 3.26 – Радиографические изображения процесса кристаллизации галлия от 0 до 50 минут, экспозиция на 1 изображение – 2 секунды

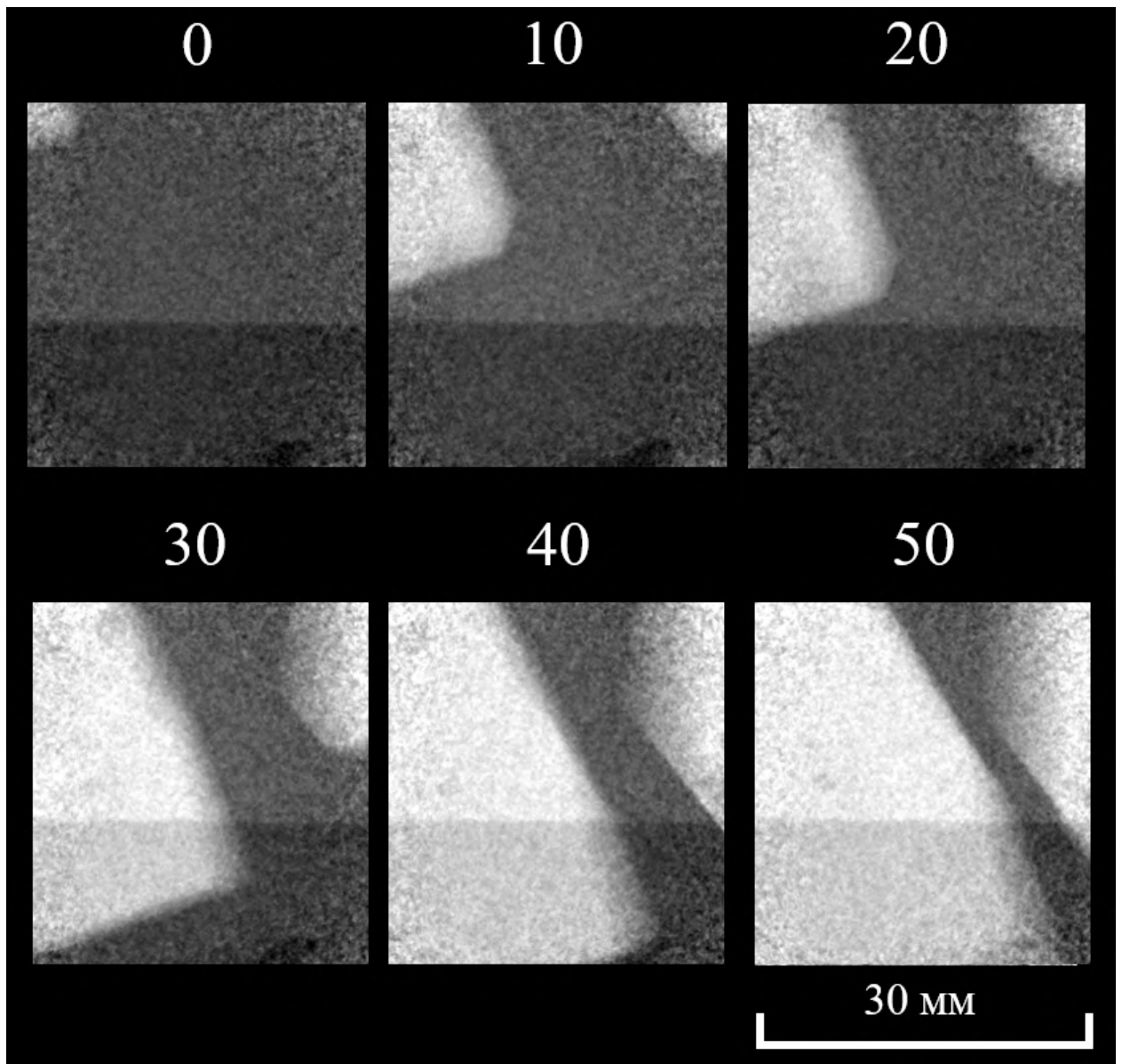


Рисунок 3.27 – Радиографические изображения процесса кристаллизации галлия от 0 до 50 минут, экспозиция на 1 изображение – 5 секунд

3.6. Выводы к Главе 3

В третьей главе представлены результаты первых тестовых экспериментов на станции ДРАКОН и экспериментальном стенде ПОНИ, демонстрирующие широкие возможности созданных установок.

Показаны первые результаты исследований стальных образцов с использованием методики дифракционно-контрастной визуализации, демонстрирующие главную особенность станции ДРАКОН. Впервые показана возможность визуализации дифракционного контраста между ферритной и мартенситной фазами в стали, при их одинаковом химическом составе и близких кристаллических структурах, методом нейтронной визуализации на монохроматических нейтронах. Продемонстрирована взаимодополняемость экспериментальных данных, полученных на полихроматическом и монохроматическом пучках. Разработана методика минимизации ослабления нейтронов образцом со сложной симметричной внутренней структурой, основанная на его геометрии. Разработана методика радиографической съемки габаритных объектов с возможностью дальнейшей их томографической обработки. Представлены возможности высокоинтенсивного полихроматического нейтронного пучка станции ДРАКОН в проведении *in-situ* исследований динамических процессов.

ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ И ИЗДЕЛИЙ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ МЕТОДАМИ НЕЙТРОННОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ

В настоящее время аддитивные технологии (АТ) являются одним из наиболее динамично развивающихся направлений современной промышленности. Это объясняется тем, что они позволяют значительно уменьшить материалоемкость, трудоемкость и время изготовления деталей по сравнению с традиционными технологиями, основанными на удалении первичного материала (точение, фрезерование, шлифование, строгание). С помощью АТ можно получить принципиально новые материалы (например, градиентные) или конструкции (например, сетчатые структуры), которые трудно или невозможно получить традиционными методами.

Аддитивные технологии, несмотря на их гибкость и возможность создания сложнопрофильных деталей, генерируют специфические дефекты, такие как: высокие остаточные напряжения, микрополости и неконтролируемую текстуру кристаллитов, обусловленные послойным синтезом, большим градиентом температур и высокой скоростью нагрева/охлаждения. Микро- и макродефекты напрямую влияют на ключевые характеристики материалов и их эксплуатационные свойства.

Изучение внутренней структуры металлических изделий, полученных методами АТ, является критически важным для обеспечения их функциональной надежности и эксплуатационных требований. В ответственных отраслях, таких как аэрокосмическая промышленность, ядерная энергетика или биомедицина, игнорирование структурных аномалий может привести к критическим отказам.

Сравнительный анализ структурных особенностей позволяет выявить корреляцию между технологическими параметрами (скорость охлаждения, температура плавления и т.д.) и макроскопическими свойствами изделий. Это обеспечивает оптимизацию производственных циклов, минимизацию

брака и адаптацию материалов под экстремальные эксплуатационные условия. По этой причине контроль АТ изделий, в том числе неразрушающими методами, является актуальной задачей.

Зачастую для неразрушающего контроля используют метод гамма томографии [143-147]. Для проникновения сквозь десятки миллиметров материала необходимо использовать гамма-излучение с высокой энергией (>300 кэВ). Однако с увеличением энергии падающего излучения ухудшается пространственное разрешение. Поэтому для исследования габаритных металлических изделий (с размерами от ≈ 20 мм в направлении просвечивания) лучше подходят методы нейтронной визуализации. А возможность визуализации дифракционных эффектов на монохроматическом пучке позволяет получить информацию о кристаллической структуре материала изделий.

4.1. Исследование изделий аддитивных производств из функционально-градиентных материалов

Использование аддитивных технологий позволяет создавать совершенно новый перспективный вид изделий на основе функционально-градиентных материалов, позволяя точно контролировать распределение состава и структуры на микро- и макроуровне. Функционально-градиентные материалы (ФГМ) представляют собой перспективный класс материалов, свойства которых плавно изменяются в пространстве в зависимости от требуемых эксплуатационных характеристик готового изделия. Такие материалы находят применение в аэрокосмической отрасли, медицине и других высокотехнологичных сферах. Однако для достижения высоких эксплуатационных требований к создаваемой таким способом продукции необходимо обеспечить высокую адгезию между разнородными слоями и точное управление параметрами процесса. Тем не менее, дальнейшее развитие этих технологий позволит создавать более сложные и эффективные изделия, отвечающие требованиям современных отраслей промышленности.

Целью настоящей работы было исследование изделий аддитивных технологий, изготовленных методом прямого лазерного выращивания из функционально-градиентных материалов.

Образцы

В данной работе приведены результаты исследований 4-х образцов, полученных с помощью АТ в Сколковском институте науки и технологий. Образцы изготовлены технологией прямого лазерного выращивания (ПЛВ). Образец А (рисунок 4.1, а) с размерами 75×20×6 мм имеет переход от нержавеющей стали SS316L аустенитно-ферритного типа с возвратом к ней через 3 переходные области, состоящие из смеси алюминиевой бронзы (БрАЖ9,5-1) и нержавеющей стали 316L в соотношении: 25% и 75%; 50% и 50%; 25% и 75%. Образец Б (рисунок 4.1, б) с размерами 75×20×6 мм имеет переход от чистой SS 316L с возвратом к ней через переходную область, состоящую из чередующихся слоев алюминиевой бронзы и стали. Образец В

(рисунок 4.1, в) с размерами 61×21×6 мм имеет чередование слоев SS316L и алюминиевой бронзы. Образец Г (рисунок 4.1, г) с размерами 63×20×6 мм имеет чередование зон стали 316L и алюминиевой бронзы, толщина зоны одного материала 2 мм. Толщина одного слоя при печати всех образцов составляла 250 мкм.

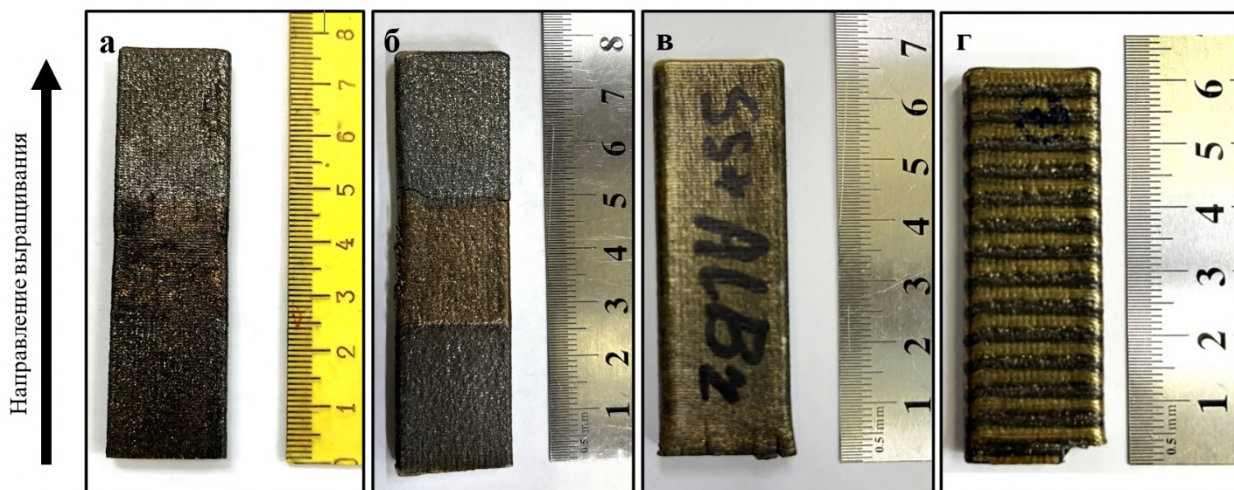


Рисунок 4.1 – Образцы из ФГМ, полученные методом ПЛВ, стрелкой обозначено направление выращивания

Материалы

В качестве материалов для образцов, как было сказано ранее, использованы порошки нержавеющей стали марки 316L [148] (фракция 50 ÷ 150 мкм) производства фирмы Höganäs (Бельгия) и алюминиевой бронзы Пр-БрАЖ9,5-1 (фракция 25 ÷ 45 мкм) производства АО «Полема» (Тула). Химический состав алюминиевой бронзы приведен в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Химический состав алюминиевой бронзы

Элемент	Cu	Al	Fe	Zn	Pb	Sn	Si	Sb
Содержание, %	Основа	9.5	1.0	0.05	0.02	0.05	0.1	0.05

Режимы 3D-печати

ПЛВ производилось на установке InssTek MX-1000 (Южная Корея) в режиме direct metal tooling (DMT) [149]. Этот режим позволяет осуществлять *in-situ* видеоконтроль процесса и корректировать параметры на лету в

проблемных местах (на краях детали, при повороте траектории сканирования и т.п.). Иттербиевый волоконный лазер производства IPG Photonics (США, РФ) мощностью 1 кВт, работающий в непрерывном режиме, использован в качестве источника лазерного излучения. Полное описание режимов обработки, соответствующих каждому материалу, приведено в [149]. Данные режимы были оптимизированы в ходе ранее проведенных экспериментов [148, 149].

Результаты экспериментов

Все 4 образца из ФГМ были исследованы на экспериментальном стенде ПОНИ. Для каждого образца получены 360 радиографических изображений при повороте от 0 до 180° с шагом 0.5°, время экспозиции – 240 с. Общее время эксперимента составило ≈24 ч.

Образец А и Г дополнительно исследовались на станции ДРАКОН с использованием монохроматического нейтронного излучения. Идея эксперимента заключалась в определении длины волны нейтронного излучения, при которой на радиографическом изображении наблюдался бы наилучший контраст между областями с разным составом, и последующей томографической съемке при этой длине волны. Изменяя длину волны нейтронов в диапазоне $\lambda = 1.8 \div 4.5 \text{ \AA}$ с шагом 0.01 Å (время экспозиции на один кадр – 120 с) определили, что наилучший контраст наблюдается при длине волны $\lambda \approx 2.74 \text{ \AA}$. Затем, на этой длине волны провели томографическую съемку для каждого образца: были получены 360 радиографических изображений при повороте образца от 0 до 180° с шагом 0.5°, время экспозиции – 200 с, общее время эксперимента составило ≈20 ч.

На полученных томографических срезах образца А видно большое количество трещин (рисунок 4.2), большая часть которых направлена вдоль направления выращивания. Такие продольные трещины располагаются в двух переходных областях (25% алюминиевой бронзы и 75% аустенитной стали), имеют выход на поверхность, большинство пересекают всю область

вдоль направления выращивания. Размер трещин составляет $\approx 180 \div 300$ мкм, глубина – $\approx 2.5 \div 3$ мм при толщине образца 6 мм. На рисунке 4.3 показаны поры, локализованные вблизи границы между областями аустенитной стали и смеси бронзы и аустенитной стали (25% и 75%). Размер пор составляет от 180 до 350 мкм. Поры размерами менее 180 мкм не были визуализированы из-за ограничений в пространственном разрешении. Наличие трещин и пор говорит о неоптимальном выборе скоростного и температурного режимов изготовления образца, либо о недостатке стратегии выращивания. Установление причин образования трещин вдоль направления выращивания требует дополнительных исследований. Можно предположить их связь с эпитаксиальным ростом зерна, обнаруженным в ходе проведённых ранее экспериментов.

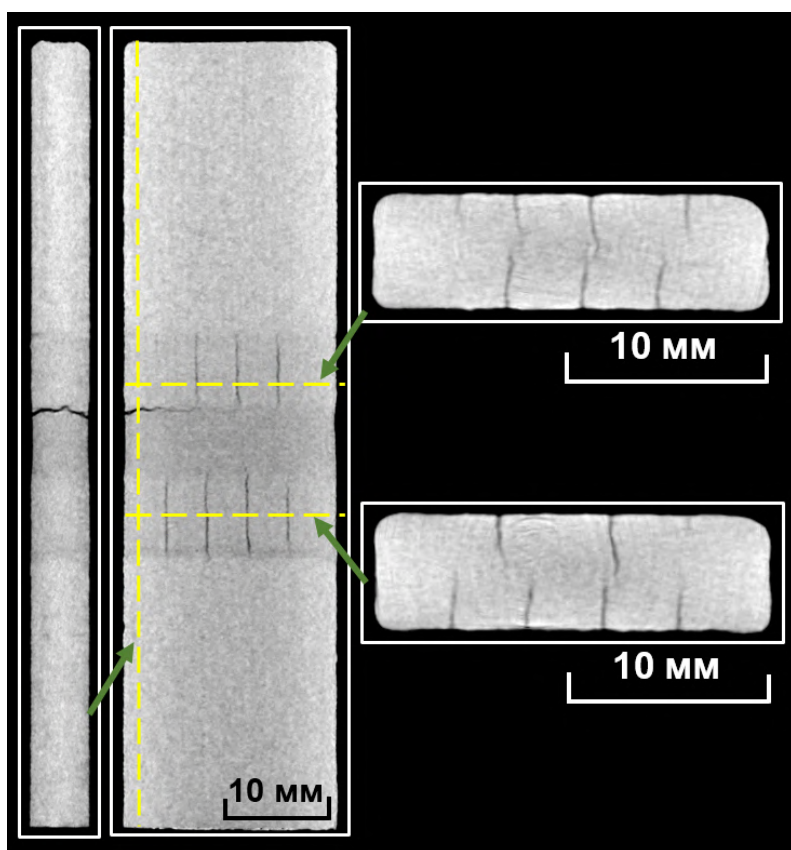


Рисунок 4.2 – Томографические срезы образца А в трех взаимно перпендикулярных проекциях. Пунктирными линиями показаны направления срезов

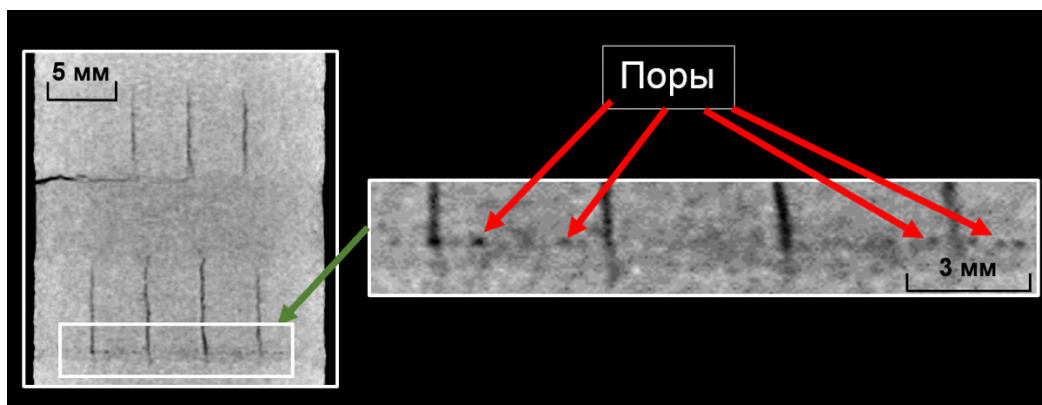


Рисунок 4.3 – Томографический срез образца А. В выделенной области видны поры вдоль одного слоя печати

На массиве радиографических изображений, полученных при различных длинах волн на станции ДРАКОН, в образце А обнаружено изменение контраста между областями с разным составом. Но даже изображение с наилучшим контрастом при длине волны $\lambda \approx 2.74 \text{ \AA}$ незначительно отличается от изображения, полученного на полихроматическом нейтронном пучке. Тем не менее был проведен эксперимент по нейтронной томографии при длине волны нейтронов $\lambda \approx 2.74 \text{ \AA}$.

На рисунке 4.4 показано сравнение томографических срезов, полученных на монохроматическом (а-г) и полихроматическом (д-з) нейтронном пучке. На срезах д-з образец выглядит однородным (за исключением внутренних дефектов), а на срезах а-г образец имеет неоднородную зернистую структуру. На срезах видны участки с разной степенью пропускания нейтронов, а так как использовался монохроматический пучок, можно однозначно сказать, что такой контраст связан с дифракционными эффектами. Это говорит о том, что в процессе производства изделия образуются участки с преимущественной ориентацией зерен, которые хорошо видны в областях, состоящих из чистой аустенитной стали (рисунок 4.4, б). При уменьшении концентрации аустенитной стали до 75% (рисунок 4.4, в) количество участков с преимущественной ориентацией зерен уменьшается, а в области с отношением алюминиевой бронзы и

аустенитной стали 50/50 (рисунок 4.4, г) эффект не наблюдаются (при пространственном разрешении станции ≈ 200 мкм). Можно сделать вывод, что при печати однокомпонентным порошком (аустенитная сталь) при выбранном температурном и скоростном режиме внутри образца образуются макро участки с преимущественной ориентацией зерен, что говорит о неоднородности текстуры. При этом добавление второго компонента (алюминиевой бронзы) препятствует образованию таких участков.

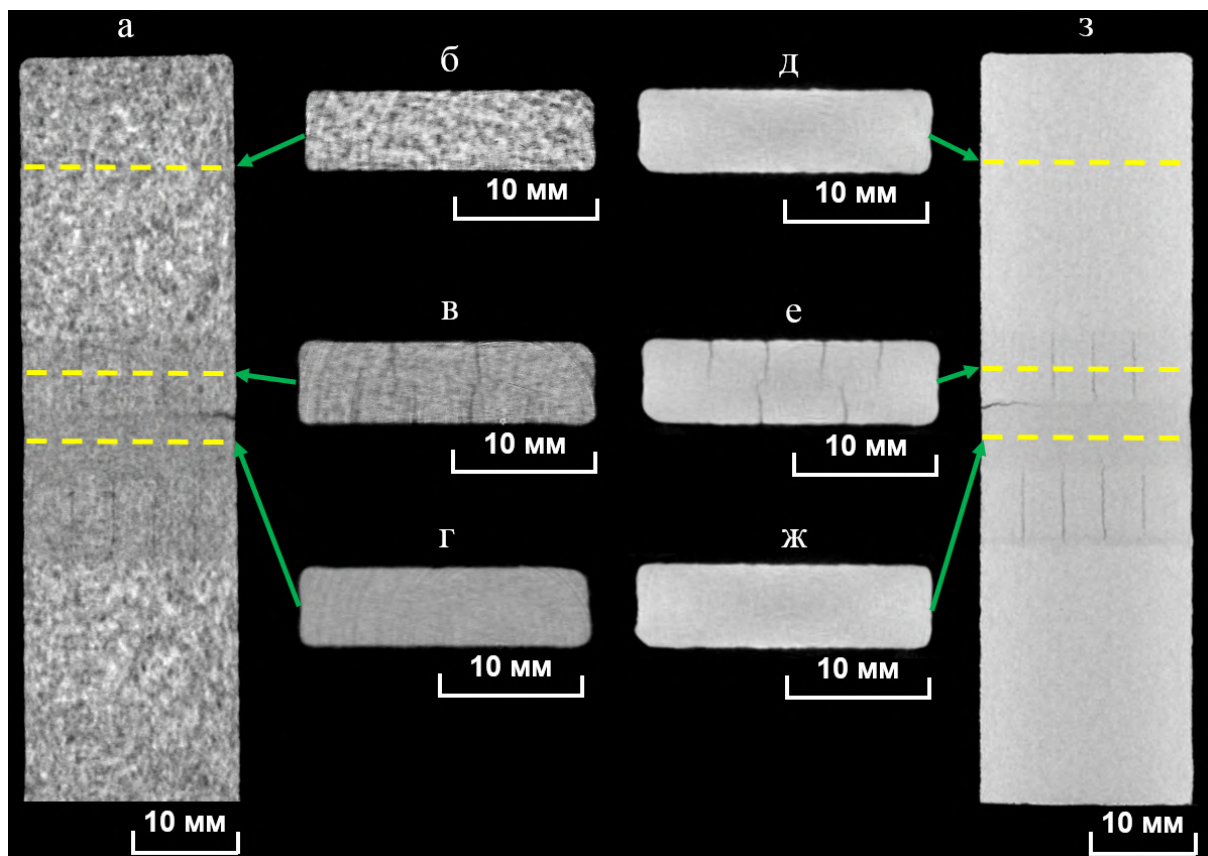


Рисунок 4.4 – Сравнение томографических срезов образца А, полученных на монохроматическом (а-г) и полихроматическом (д-з) нейтронном пучке. Дополнительные томографические срезы: б, д – чистая аустенитная сталь; в, е – 25% алюминиевой бронзы и 75% аустенитной стали; г, ж – 50% алюминиевой бронзы и 50% аустенитной стали

Использование монохроматического и полихроматического нейтронного излучения позволило получить взаимодополняющую информацию. На томографических срезах, полученных на полихроматическом нейтронном пучке, хорошо видны внутренние дефекты (поры, трещины). На срезах, полученных на монохроматическом пучке, видны особенности, связанные с дифракционными эффектами (неоднородная

текстура), но ухудшается контраст между дефектами и материалом образца, что затрудняет определение пор и трещин.

На томографических срезах образца Б (рисунок 4.5) четко виден контраст между слоями из алюминиевой бронзы и стали. При удалении от подложки в зоне чередования материала слои перестают накладываться параллельно. Последний слой в области чередования имеет разницу по высоте от края образца до его центра ≈ 2 мм. При этом геометрия слоев внутри и снаружи образца разная. Помимо этого, на границе области чередования слоев и области, состоящей из чистой аустенитной стали, как и в предыдущем образце, наблюдается наличие большого количества пор, которые достигают ≈ 1.2 мм вдоль слоев печати и ≈ 250 мкм – поперек. Пory расположены в глубине образца и не выходят наружу. Алюминиевая бронза имеет большую теплопроводность, чем аустенитная сталь, по этой причине при переходе от области чередования слоев к области из чистой аустенитной стали, алюминиевая бронза обеспечивает высокий теплоотвод, что приводит к недостаточному тепловложению в аустенитную сталь. Это в совокупности с высокой скоростью печати приводит к неравномерному расплавлению аустенитной стали, чем и объясняется образование пор именно на границе двух областей.

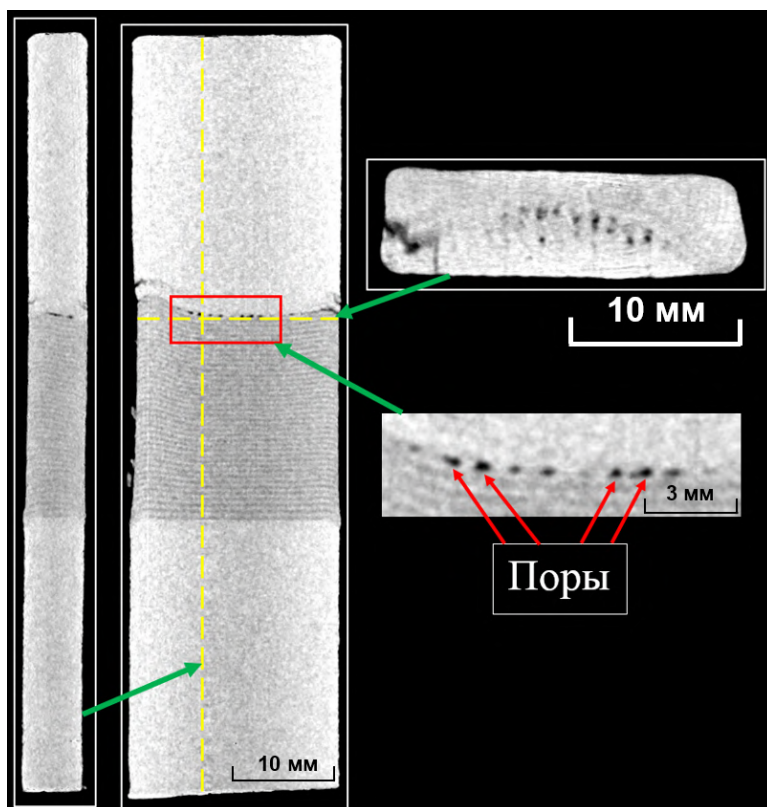


Рисунок 4.5 – Томографические срезы образца Б в трех взаимно перпендикулярных проекциях. Пунктирной линией показаны направления среза, в выделенной области отмечены обнаруженные поры

На рисунке 4.6 показаны томографические срезы образца В. На срезах видно чередование слоев разного состава. Внутренние дефекты не обнаружены (за исключением трещин, появившихся в процессе удаления образца с подложки). Геометрия слоев сохраняется на всем протяжении печати образца, как снаружи, так и внутри.

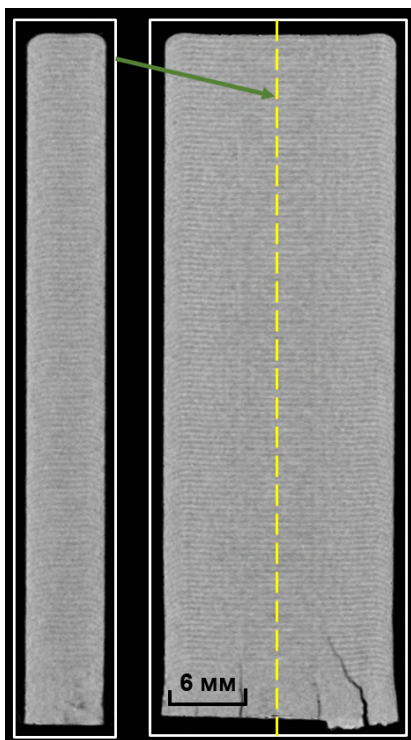


Рисунок 4.6 – Томографические срезы образца В в двух взаимно перпендикулярных проекциях, пунктирной линией показано направление среза

На рисунке 4.7 (а, б) показаны томографические срезы образца Г, полученные на полихроматическом пучке нейтронов. На срезах видны зоны разного состава. Внутренние дефекты не обнаружены (за исключением трещин между зонами на краю образца). Геометрия слоев печати не сохраняется, как снаружи, так и внутри. На рисунке 4.7 (в) показано томографический срез, полученный на монохроматическом нейтронном пучке. Видно, что в зонах, изготовленных из стали 316L (рисунок 4.7, г), наблюдаются участки с преимущественной ориентацией зерен, также как в образце А. В зонах из алюминиевой бронзы напротив такого не наблюдается (рисунок 4.7, д). Участки имеют вытянутую форму и совпадают с направлением выращивания изделия.

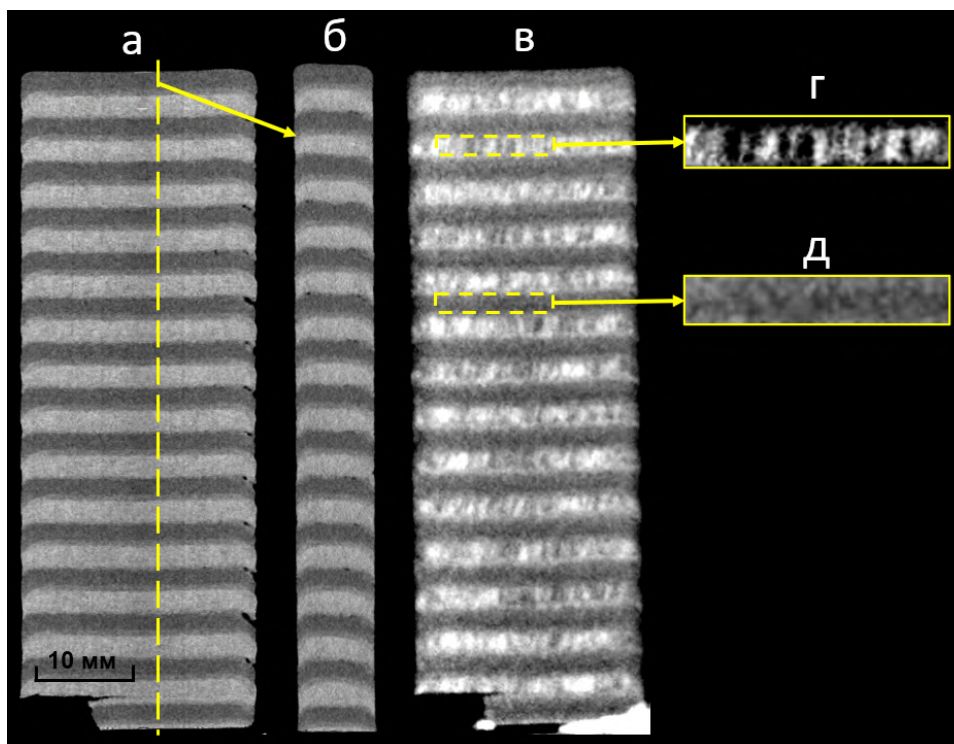


Рисунок 4.7 – Сравнение томографических срезов образца Г, полученных на полихроматическом нейтронном пучке в двух взаимно перпендикулярных проекциях (а, б) и монохроматическом (в), зона из аустенитной стали (г), зона из алюминиевой бронзы (д), пунктирной линией показано направление среза

На основе полученных результатов можно сделать вывод о том, что изготовление деталей по технологии ПЛВ с текущим температурным и скоростным режимом является неэффективным в отношении аустенитной стали 316L. Наличие областей с ярко выраженной преимущественной ориентации зерен не позволит спрогнозировать механические свойства готового изделия. При печати алюминиевой бронзой (БрАЖ9,5-1) таких областей не наблюдается.

Следует сделать заключение, что стратегия резкого перехода [148, 149] в технологии ПЛВ является неэффективной. Она приводит к образованию макро- и микроскопических дефектов в случае объединения больших (порядка нескольких десятков миллиметров) зон материалов с существенно отличающимися физико-механическими характеристиками (напр. коэффициент термического расширения), таких как сталь и бронза, в т.ч. имеющих метастабильный провал смешиваемости [150]. Зона градиентного

перехода является местом наибольшей концентрации дефектов ввиду резкого изменения модуля упругости и коэффициента линейного температурного расширения при переходе от одного материала к другому [148]. Следует отметить, что трещинообразование преимущественно происходит не в первой зоне градиентного перехода, более близкой к подложке, а во второй. Это свидетельствует о существенном влиянии термической истории на качество формирования изделия и об отличии схем печати «сталь поверх бронзы» и «бронза поверх стали». Использование техники чередующихся слоёв [149, 150] позволяет достичь хорошего перемешивания материалов, что увеличивает гомогенность изделия и предотвращает формирование внутренних дефектов. Однако в таком случае в образце не формируются макроскопические зоны из разных материалов, имеющих существенно отличающиеся физико-механические характеристики. Подобные сплавы с чередующимися слоями имеют как свой собственный спектр применений, так и могут быть использованы в качестве переходных зон в ФГМ [150].

Показано, что использование монохроматических и полихроматических нейтронных пучков позволяет получить взаимодополняющую информацию о внутренней структуре изделий. Для технологии ПЛВ экспериментально продемонстрированы недостатки метода непосредственного присоединения применительно к ФГМ. Они выражаются в интенсивном формировании макро- и микроскопических дефектов в зоне градиентного перехода, проявляющихся тем интенсивнее, чем более удалена данная зона от подложки.

Метод чередующихся слоёв продемонстрировал бездефектную печать. В образцах, изготовленных путём резкого перехода, отмечено формирование вертикальных трещин, сонаправленных с направлением печати изделия. Данное явление требует проведения дополнительных исследований [А3].

4.2. Исследования металлических пластин, изготовленных из стали AISI 316L и AISI 410 методом прямого лазерного выращивания

Как было сказано выше, при производстве методом АТ высокие градиенты температур могут приводить к появлению различного рода неоднородностей во внутренней структуре изделия, таких как внутренние дефекты (поры, трещины, нарушение геометрии), особенности микроструктуры (области с преимущественной ориентацией зерен). Количество пор и включений во многом определяет итоговые механические свойства готового изделия [151], а области с преимущественной ориентацией зерен (неоднородная текстура) приводит к их анизотропии. Поэтому для обеспечения надежности объектов, изготовленных методами АТ, требуется проведение исследований их внутренней структуры.

Полученные в предыдущем разделе результаты показали возможность определения наличия макрообластей с преимущественной ориентацией зерен в образце, изготовленном методом ПЛВ из функционально-градиентных материалов. По этой причине в данной работе помимо экспериментов по нейтронной визуализации были проведены исследования методом нейтронной дифракции для получения более полной информации о неоднородности текстуры в образцах.

Текстурой называют преимущественную ориентацию зерен кристаллических решеток в поликристалле. Кристаллографическую текстуру можно исследовать с помощью дифракции нейтронов. Путем измерения набора полюсных фигур, которые представляют собой распределение интенсивности определенного дифракционного отражения вдоль дифракционного кольца, строят функцию распределения ориентации (ФРО) относительно выделенного направления в образце [152]. Если известна ФРО, то можно построить полюсную фигуру для любого отражения.

Информацию о текстуре можно получить также методом нейтронной стресс-дифрактометрии, который используется для исследования остаточных напряжений. Метод основан на измерении дифракции от сравнительно

маленького ($0.1 - 100 \text{ мм}^3$) выделенного объема (пробный объем или «gauge volume») внутри массивного образца. Выделение пробного объема (ПО) осуществляется с помощью щелей, установленных в падающем и рассеянном пучках нейтронов. Обычно щели делают в пластинах из кадмия, который хорошо поглощает тепловые нейтроны. По смещению дифракционных пиков от положений, определяемых параметром решетки недеформированного материала, определяются компоненты тензора деформации ε_x , ε_y , ε_z вдоль трех взаимно-перпендикулярных направлений x , y , z при трех ориентациях образца [153] и, пользуясь обобщенным законом Гука, вычисляются компоненты тензора напряжения σ_x , σ_y , σ_z . Совмещая точки образца, в которых нужно измерить напряжения, с центром пробного объема можно измерить распределение напряжений по образцу.

Таким образом, при измерении распределения остаточных напряжений в объеме материала анализируется распределение по объему угловых положений определенного дифракционного пика, измеренного с одним и тем же ПО в разных точках в объеме. Поскольку интенсивность дифракционного пика пропорциональна количеству зерен в ПО, ориентированных так, чтобы удовлетворять условию Вульфа-Брэгга, анализ распределения по объему интенсивности того же дифракционного пика может дать информацию о наличии или отсутствии текстуры и ее однородности [153].

Качественно неоднородность текстуры можно определить с помощью методов нейтронной визуализации на монохроматическом пучке. При наличии в поликристаллическом образце областей с преимущественной ориентацией зерен визуализация этих областей будет связана с дифракционным контрастом: для одной и той же длины волны нейтронов сечение брэгговского рассеяния в этих областях будет разным.

Целью данной работы было исследование внутренней структуры стальных пластин, изготовленных по технологии прямого лазерного выращивания из стали AISI 316L и AISI 410 методами нейтронной визуализации и дифракции.

Образцы

В данной работе приведены результаты исследований 4-х образцов, полученных методом ПЛВ в Сколковском институте науки и технологий (рисунок 4.8, а) и в Институте лазерных и сварочных технологий (рисунок 4.8, б-г). Образцы А и Б (рисунок 4.8, а, б) с размерами $60 \times 20 \times 6$ мм и $70 \times 30 \times 4.2$ мм изготовлены из стали AISI 316L. Образцы В и Г (рисунок 4.8, в, г) с размерами $70 \times 30 \times 2.2$ мм и $70 \times 30 \times 7.4$ мм изготовлены из стали AISI 410. Толщина одного слоя печати для образца А составляла 250 мкм, для образцов Б, В и Г – 2 мм.

Дополнительно для сравнения был исследован образец Д традиционного производства из стали AISI 316L размером $35 \times 25 \times 5$ мм (рисунок 4.8, д).

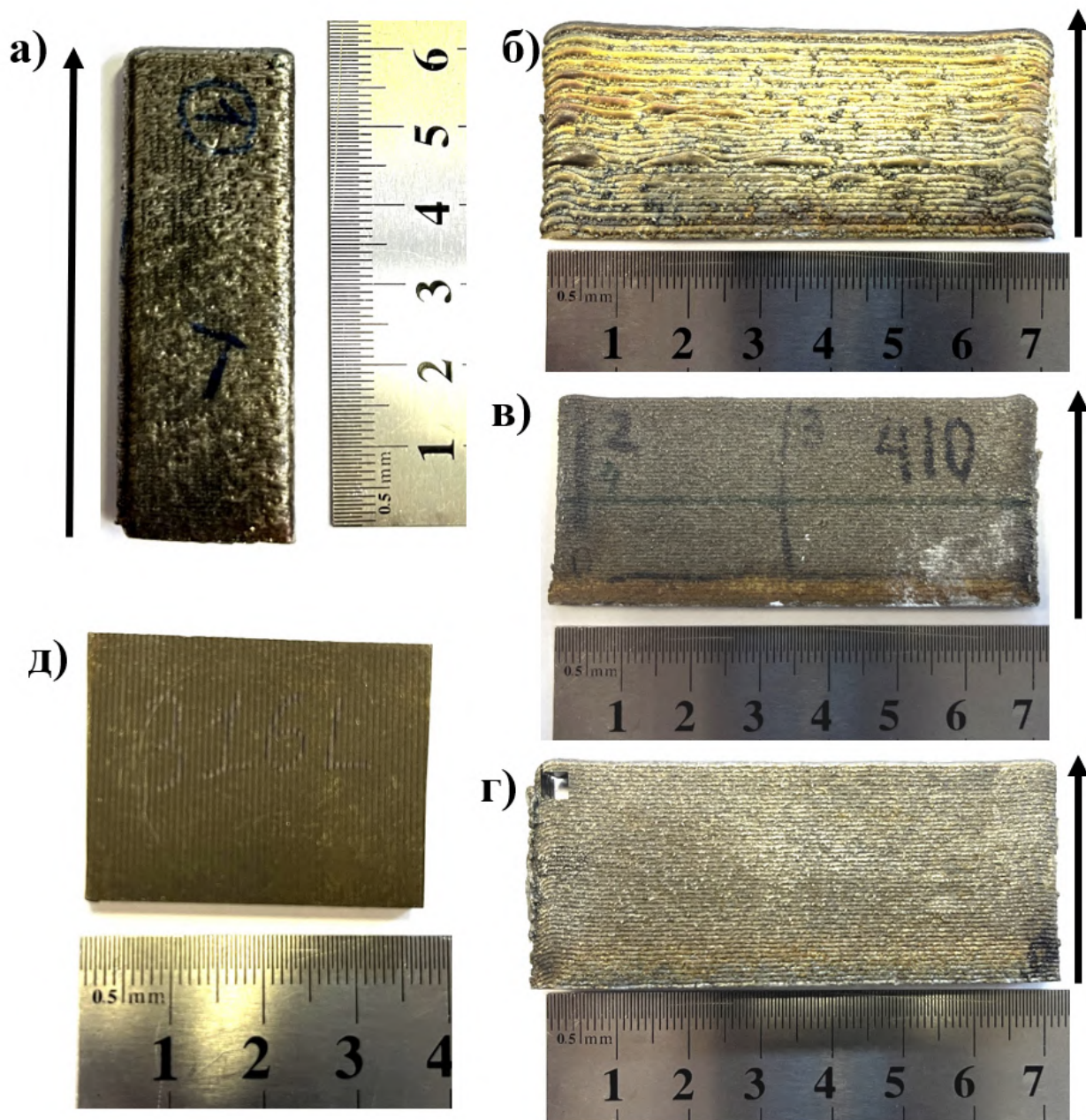


Рисунок 4.8 – Образцы аддитивных производств, изготовленные методом ПЛВ из сталей AISI 316L (а, б) и AISI 410 (в, г), образец традиционного производства из стали AISI 316L (д), стрелкой обозначено направление выращивания

Методы исследования

Все 4 образца, изготовленные методом ПЛВ, были исследованы на станции ДРАКОН с применением методики дифракционно-контрастной визуализации на монохроматическом нейтронном пучке с изменяемой длиной волны. Для подтверждения дифракционной природы контраста,

дополнительно были проведены исследования на полихроматическом нейтронном пучке экспериментального стенда ПОНИ.

Для визуализации особенностей микроструктуры образцов были получены массивы радиографических изображений при различных длинах волн от 2 до 4.5 Å с шагом 0.01 Å. По результатам радиографического эксперимента были выбраны длины волн, при которых наблюдается наилучший дифракционный контраст на изображении. Далее были проведены эксперименты по нейтронной томографии при выбранных длинах волн, образец А снимался при длине волны $\lambda=2.9$ Å, образец Б – 3.34 Å, образец В и Г – 2.4 Å. Для каждого образца получены 360 радиографических изображений при повороте от 0 до 180° с шагом 0.5°, время экспозиции – от 120 до 250 с в зависимости от длины волны. Общее время эксперимента составило от 12 до 25 ч. Дополнительно для определения наличия внутренних дефектов (трещин, пор) и подтверждения дифракционной природы контраста на изображениях, полученных на станции ДРАКОН, были проведены томографические эксперименты на полихроматическом нейтронном пучке стенда ПОНИ образцов А и Г. Для каждого образца получены 360 радиографических изображений при повороте от 0 до 180° с шагом 0.5°, время экспозиции – 250 с. Общее время эксперимента составило 25 ч.

Эксперименты по нейтронной дифракции проводили на дифрактометре СТРЕСС, установленном на реакторе ИР-8 [154, 155]. В дифрактометре используется двойной монохроматор PG002/Si220, который выводит интенсивный монохроматический пучок нейтронов с длиной волны $\lambda = 1.55$ Å. Измеряли дифракционный пик (211) объёмно-центрированной кубической решетки стали AISI 410 на угле дифракции $2\theta \sim 82.8^\circ$ и дифракционный пик (113) грани-центрированной решетки стали AISI 316 L на угле дифракции $2\theta \sim 91^\circ$.

В образце А измерялось распределение интенсивности дифракционных пиков вдоль линии L1, которая проходит в центре пластины ($Z=30$, $X=10$) вдоль толщины (рисунок 4.9, а). Измерения вдоль линии L1 проводили с щелями шириной 0.2 мм и высотой 10 мм (ПО $0.2 \times 0.2 \times 10$ мм³) для нормальной и продольной компоненты. Для увеличения количества зёрен, дающих вклад в дифракционный пик, использовалась осциляция образца [153]: в каждой точке измерения образец поворачивался на угол $\pm 0.5^\circ$ с шагом 0.5° . Эффективный пробный объём был 4.4 мм³.

В образце Б, В и Г измерялось распределение интенсивности дифракционных пиков вдоль линии L2, которая также проходит в центре пластины ($Z=15$, $X=35$) вдоль толщины (рисунок 4.9, б). Измерения вдоль линии L2 проводили с щелями шириной 0.2 мм и высотой 10 мм (ПО $0.2 \times 0.2 \times 10$ мм³) для нормальной и поперечной компоненты. Осциляция образца проводилась в интервале углов $\pm 1.25^\circ$ с шагом 0.25° . Эффективный пробный объём был 4.4 мм³. При измерении продольной компоненты высота щели была 5 мм (ПО $0.2 \times 0.2 \times 5$ мм³), а осциляция – $\pm 2.5^\circ$ так, что эффективный объём был 4.2 мм³.

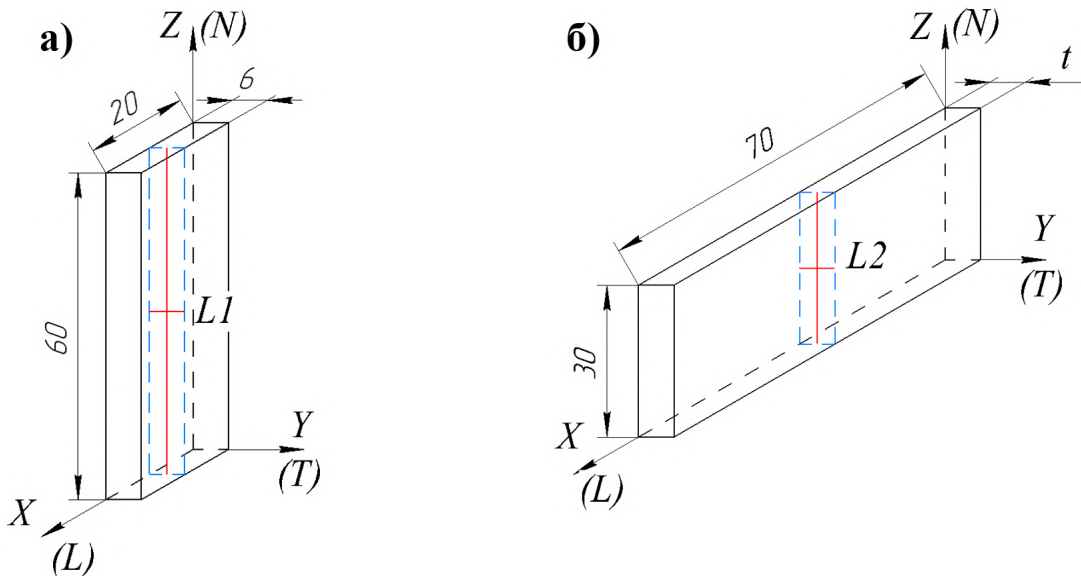


Рисунок 4.9 – Схема измерений интенсивности дифракционных пиков на станции СТРЕСС для образцов А (а) и Б, В, Г (б); t – толщина образца, N – нормальная компонента, T – поперечная, L – продольная, $L1$ и $L2$ – линии, вдоль которых проводилось измерение интенсивности дифракционных пиков

Результаты экспериментов

На радиографических изображениях, полученных на монохроматическом пучке нейтронов при длинах волн $\lambda=2-4.5 \text{ \AA}$, всех образцов АТ видны области с разной степенью ослабления нейтронного пучка (текстурные домены), при этом контраст между областями меняется в зависимости от длины волны, что говорит о неоднородности текстуры. Наиболее сильный контраст наблюдается в образцах, изготовленных из стали AISI 316L (рисунок 4.10 А, Б), области с преимущественной ориентацией зерен имеют вытянутую форму и ориентированы вдоль направления печати. При длине волны свыше $\sim 4.1 \text{ \AA}$ дифракционный контраст не наблюдается, так как не происходит когерентного рассеяния. На рисунке 4.10 (Д) показаны радиографические изображения, полученные при тех же длинах волн, образца, изготовленного традиционным методом производства из стали AISI 316L. Видно, что внутренняя структура образца выглядит равномерно, неоднородной текстуры не наблюдается.

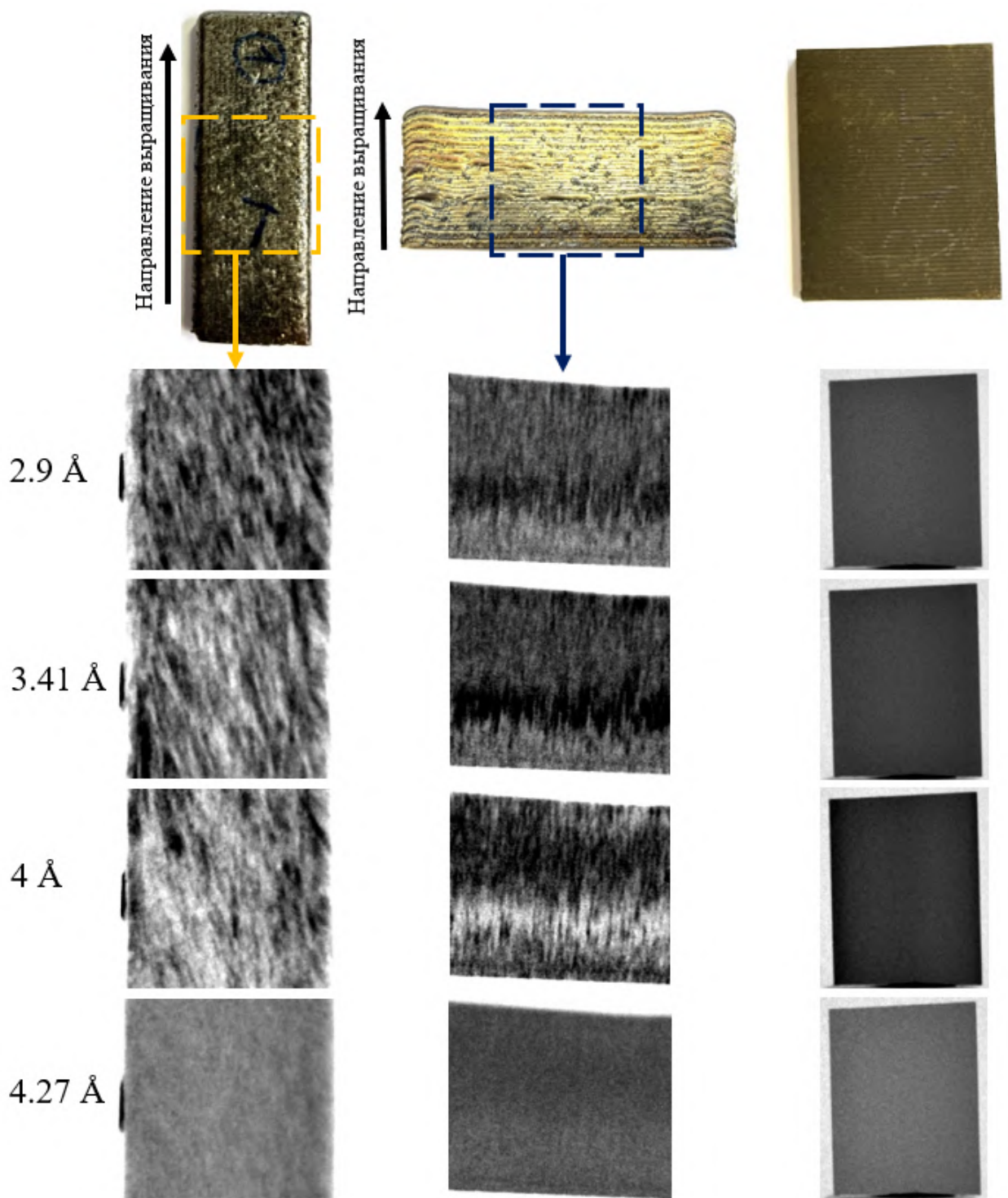


Рисунок 4.10 – Радиографические изображения образцов А, Б и Д, полученные при различных длинах волн нейтронов

На рисунках 4.11 и 4.12 представлены томографические срезы образцов Б и В, более светлые области соответствуют большому ослаблению нейтронного пучка. На срезах отчетливо видна неоднородность внутренней структуры по всему объему образцов, связанная с текстурой. В случае с

образцом В, напечатанном за один проход, изменение текстуры происходит внутри 1 слоя печати на расстоянии ~ 0.5 мм.

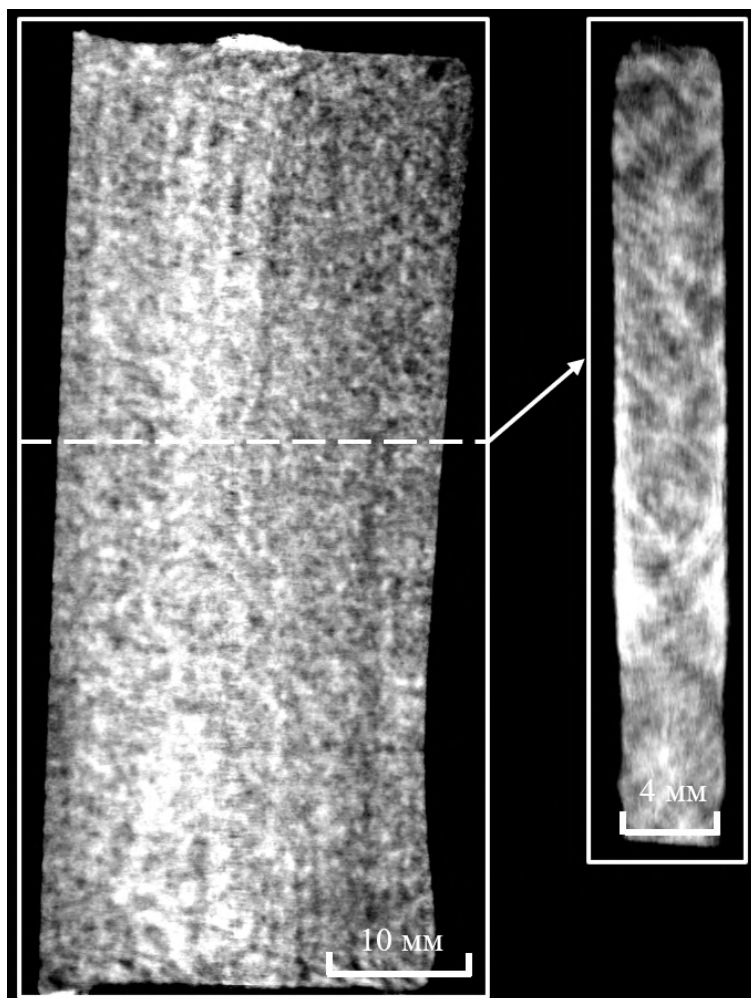


Рисунок 4.11 – Томографические срезы образца Б ($\lambda = 3.34 \text{ \AA}$) в двух взаимно перпендикулярных проекциях, пунктирной линией отмечено направление среза

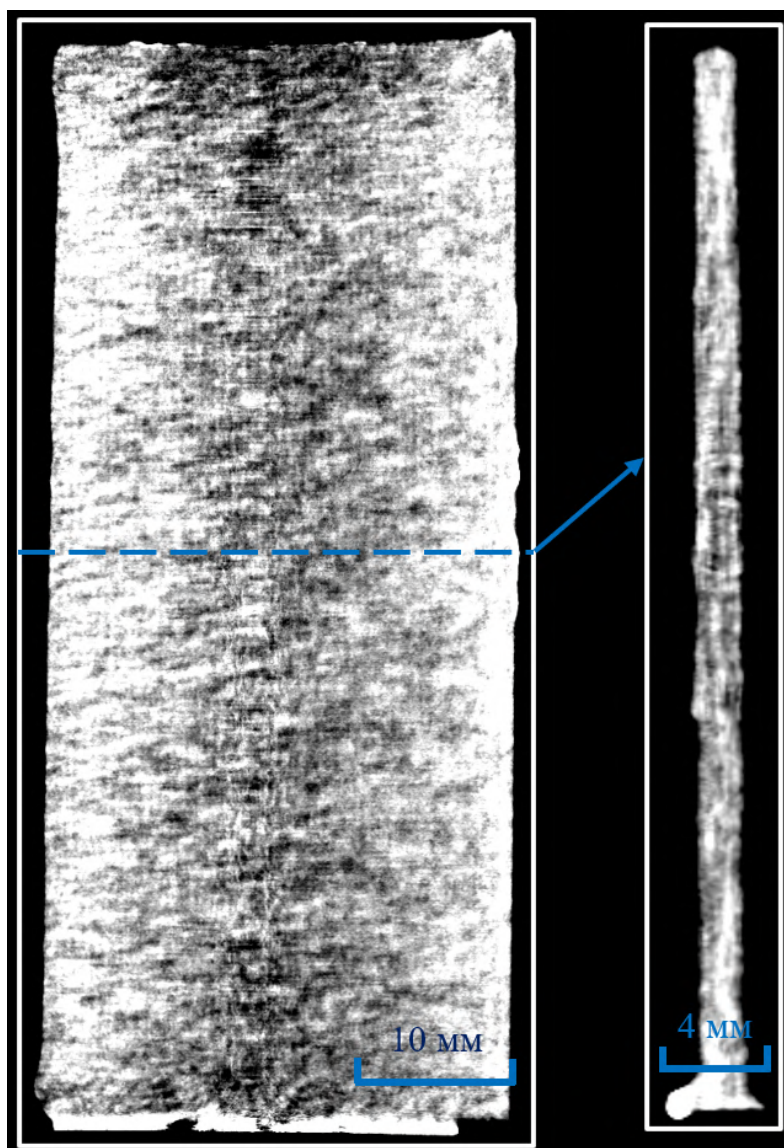


Рисунок 4.12 – Томографические срезы образца В ($\lambda = 2.4 \text{ \AA}$) в двух взаимно перпендикулярных проекциях, пунктирной линией отмечено направление среза

На рисунках 4.13 и 4.14 представлено сравнение томографических срезов, полученных на монохроматическом и полихроматическом нейтронных пучках, для образцов А и Г. Образец А имеет ярко выраженную неоднородную текстуру, которую видно на срезах, полученных на монохроматическом пучке (рисунок 4.13 а, б). Однако на срезах, полученных на полихроматическом пучке, внутренняя структура выглядит однородно (рисунок 4.13 в, г), что подтверждает дифракционную природу контраста. В образце Г неоднородность текстуры слабо заметна (рисунок 4.14 а, б), это связано с тем, что получаемый на срезах контраст зависит не только от когерентного рассеяния (дифракции), но и от других эффектов

(некогерентное рассеяние, поглощение), что говорит о менее выраженной преимущественной ориентации зерен. Но при этом для образца Г дифракционный контраст затрудняет визуализацию внутренних дефектов. В образце наблюдается большое количество пор диаметром до 400 мкм, которые отчетливо видны на срезах, полученных на полихроматическом пучке (рисунок 4.14 в, г). Образец печатался в 4 прохода, все поры локализованы на границах между ними.

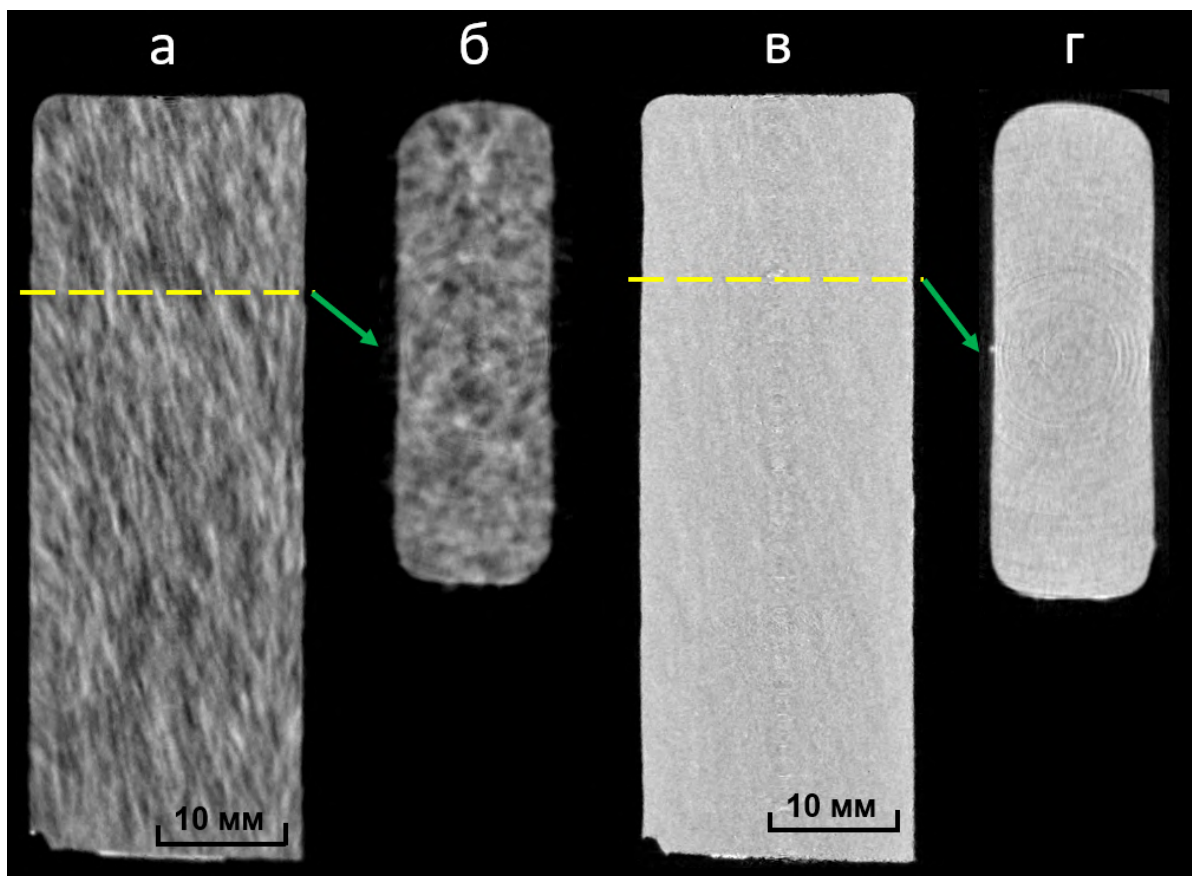


Рисунок 4.13 – Сравнение томографических срезов образца А, полученных на монохроматическом (а, б) и полихроматическом (в, г) нейтронном пучке в двух взаимно перпендикулярных проекциях, пунктирной линией показано направление среза

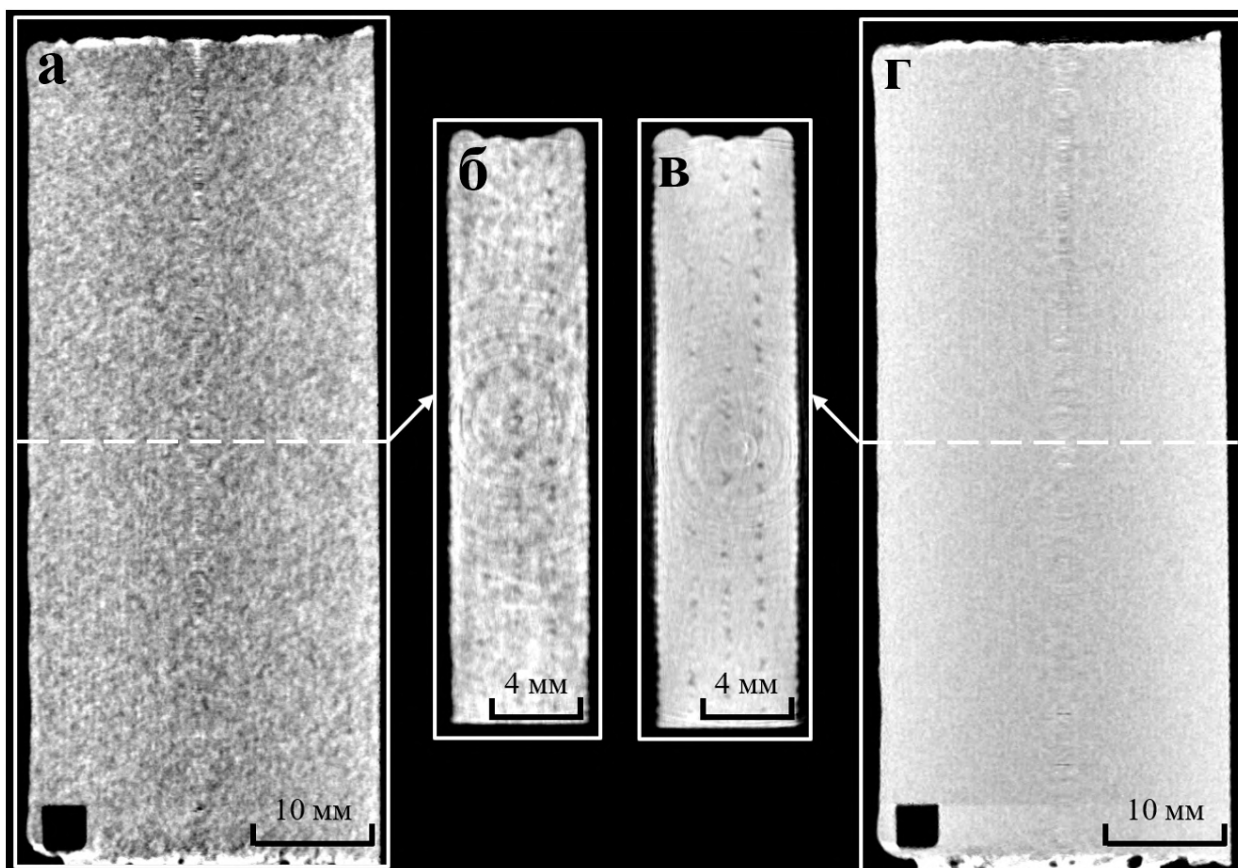


Рисунок 4.14 – Сравнение томографических срезов образца Г ($\lambda = 2.4 \text{ \AA}$), полученных на монохроматическом нейтронном пучке $\lambda=2.4 \text{ \AA}$ (а, б) и на полихроматическом (в, г), пунктирной линией отмечено направление среза

Наличие в образцах сильно выраженной неоднородной текстуры было подтверждено по данным нейтронной дифракции. На рисунке 4.15 представлены графики зависимости интегральной интенсивности дифракционного пика от глубины для всех 4 образцов для нормальной, поперечной и продольной компоненты.

Нормальная (N) и продольная (T) компоненты тензора деформации измеряются в геометрии пропускания, когда путь нейтронного пучка в материале не зависит от глубины. Поэтому при отсутствии текстуры или при однородной текстуре интенсивность дифракционных пиков нормальной и продольной компонент не зависит от глубины измерения.

Во всех ПЛВ-пластинах наблюдается осциляция интенсивности дифракционных пиков всех компонент. Интенсивность изменяется до 4-5 раз на расстояниях от долей миллиметра до нескольких миллиметров. В

некоторых точках интенсивность настолько мала, что экспериментально пик не обнаруживается (рисунок 4.15 а, б). Интенсивность дифракционного пика пропорциональна объему (количеству) зерен в ПО, ориентированных так, чтобы удовлетворять условию дифракции Вульфа-Брэгга. Поэтому изменение интенсивности при переходе от одной точки к другой при одной и той же длине пути нейтронов в материале свидетельствует об изменении текстуры [153, 156].

В образцах А и Г текстура изменяется скачкообразно, расстояние между областями с разной преимущественной ориентацией зерен составляет от 400 мкм до 1 мм. В образцах Б и В текстура с толщиной меняется более плавно, но с ярко выраженными провалами в интенсивности дифракционного пика.

Осциллирующий характер интенсивности дифракционных отражений указывает на то, что в пластинах формируется микроструктура (текстура), состоящая из областей (текстурных доменов) размерами от долей миллиметра до нескольких миллиметров с преимущественной ориентацией зерен, которая может сильно различаться в разных областях. Отметим, что образование таких областей является типичным для материалов, полученных методами аддитивных технологий [157-159]. Исследования методом дифракции электронов обратного рассеяния показали, что размеры таких областей и преимущественная ориентация зерен в них сильно зависят от технологических параметров процесса изготовления, метода аддитивных технологий и материала [157-159].

На рисунке 4.16 представлено сравнение для образцов Б и В зависимости интегральной интенсивности дифракционного пика от глубины для нормальной и поперечной компоненты (рисунок 4.16, а, б) и зависимости ослабления нейтронного пучка от глубины, взятой по профилю вдоль тех же линий на томографических срезах (рисунок 4.16, в, г). Томографические срезы несут информацию о степени ослабления нейтронного пучка в каждой точке образца, а когерентное рассеяние в свою очередь вносит вклад в общее

ослабление. Поэтому чем выше интенсивность дифракционного пучка, полученного на станции СТРЕСС, тем выше степень ослабления нейтронов в этой точке на томографическом срезе, полученном на станции ДРАКОН. На сравнении видно, что характер кривых, построенных по данным нейтронной дифракции и томографии совпадает.

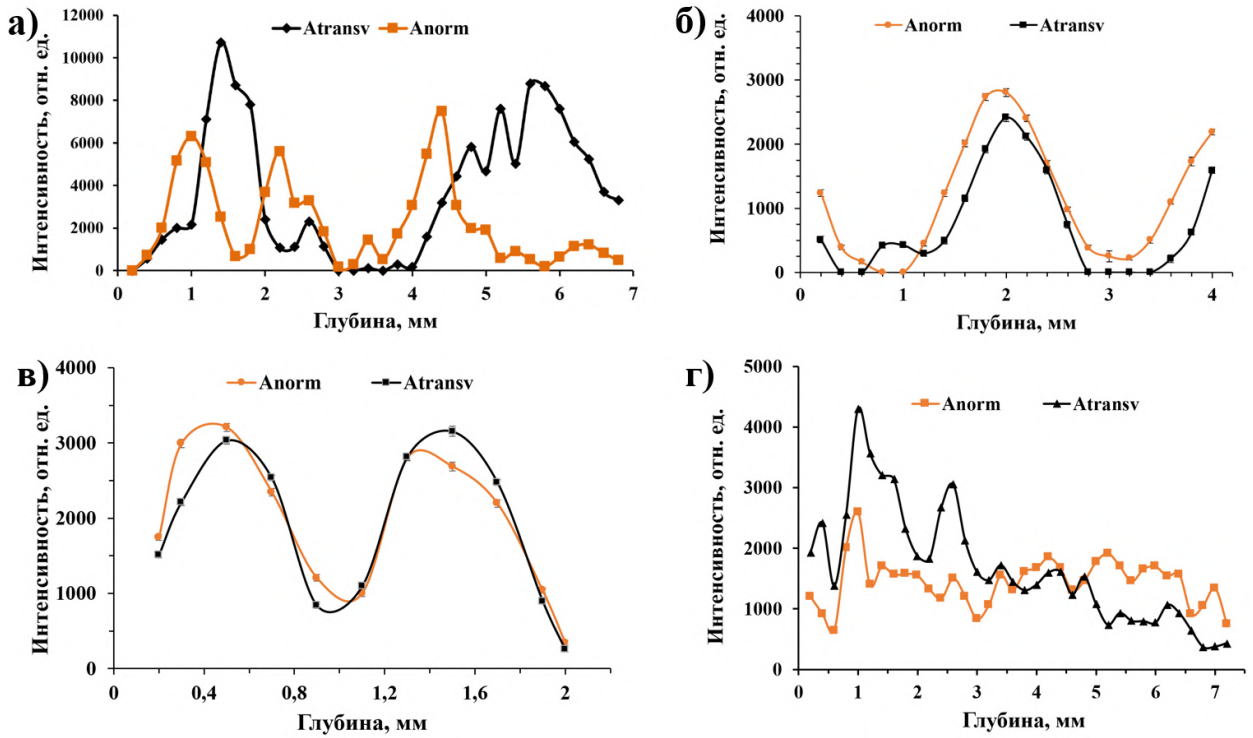


Рисунок 4.15 – Зависимость интегральной интенсивности дифракционного пика от глубины для образцов А-Г (а-г), A_{norm} – интегральная интенсивность для нормальной компоненты, A_{transv} – поперечной

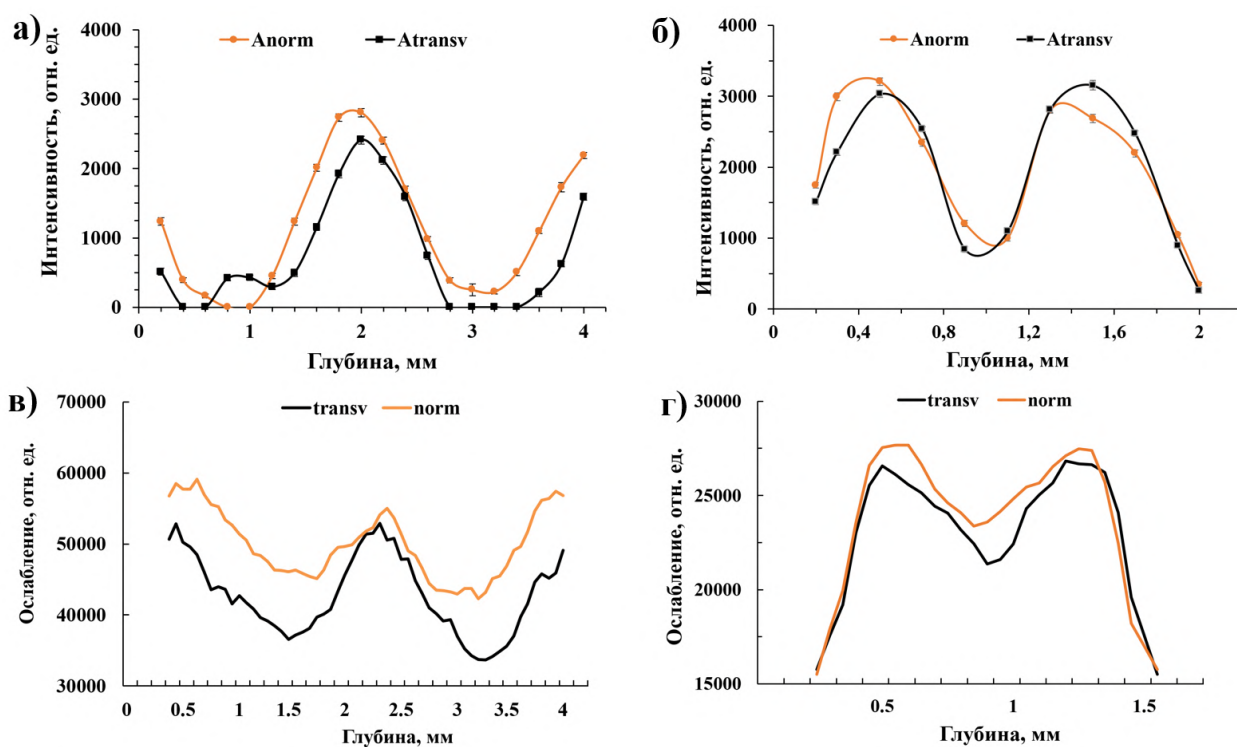


Рисунок 4.16 – Сравнение зависимости интегральной интенсивности дифракционного пика и ослабления нейтронного пучка от глубины для образцов Б (а, в) и В (б, г); A_{norm} – интегральная интенсивность для нормальной компоненты, A_{transv} – для поперечной; $norm$, $transv$ – значение ослабления нейтронов, взятое по профилю с той же области, что и в эксперименте по дифракции

По результатам исследований можно сделать вывод, что производство изделий методом ПЛВ из сталей AISI 316L и AISI 410 ведет к появлению сильно выраженной неоднородной текстуры из областей размерами от долей миллиметра до нескольких миллиметров с преимущественной ориентацией зерен, которая может сильно меняться при переходе от одной области к другой. В образцах из стали AISI 316L неоднородность текстуры выражена сильнее. В образце из стали AISI 410 было обнаружено большое количество пор диаметром до 400 мкм, которые локализованы на границе между проходами печати [A8].

Методы нейтронной дифракции и визуализации показали возможность качественного определения неоднородности текстуры в массивных металлических образцах без измерения полюсных фигур и построения ФРО. При этом использование метода нейтронной томографии позволяет качественно определить неоднородность текстуры по всему объему образца.

4.3. Выводы к Главе 4

В четвертой главе диссертационной работы представлены результаты исследований металлических изделий аддитивных производств, показаны возможности методов нейтронной визуализации, как с точки зрения неразрушающего контроля, так и качественного определения особенностей текстуры металлических образцов АТ.

Нейтронные исследования позволили получить важную информацию для диагностики ФГМ, разрабатываемых для применения в аэрокосмической отрасли. Для технологии ПЛВ экспериментально продемонстрированы недостатки метода непосредственного присоединения применительно к ФГМ. Они выражаются в интенсивном формировании макро- и микроскопических дефектов в зоне градиентного перехода, проявляющихся тем интенсивнее, чем более удалена данная зона от подложки.

С использованием методов нейтронной дифракции и визуализации на монохроматическом пучке выявлена сильно выраженная неоднородная текстура в стальных пластинах, изготовленных из сталей AISI 316L и AISI 410, при их производстве методом ПЛВ.

ГЛАВА 5. ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ НЕЙТРОННОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ОБЪЕКТОВ КУЛЬТУРНОГО НАСЛЕДИЯ

За последние годы методы нейтронной визуализации всё чаще применяются для решения актуальных задач в таких областях науки, как биология, медицина (изучение костной ткани при остеопорозе [А4]), геология и изучение объектов культурного наследия [А5-А7].

Изучение объектов культурного наследия методами нейтронной визуализации представляет собой передовой подход в области сохранения и анализа исторических артефактов. Так как методы являются неразрушающими, исследование внутренней структуры объектов проводится без механического воздействия, что особенно важно для сохранения первоначального облика артефактов, которые зачастую существуют в единственном экземпляре. Нейтроны способны проникать сквозь плотные материалы, что позволяет изучать объекты, которые сложно и/или невозможно исследовать с помощью рентгеновского излучения. К тому же, нейтроны взаимодействуют с лёгкими элементами, такими как водород, что позволяет выявлять скрытые детали и элементы декорирования, такие как следы окраски, элементы текстиля и другие органические материалы, а также очаги коррозии, даже в глубине металлических объектов, что чаще всего недоступно другим методам визуализации.

Таким образом, методы нейтронной визуализации способствуют расширению знаний о прошлом, открывая новые грани истории и искусства, сохраняя при этом культурное наследие.

5.1. Исследования креста-энколпиона из Новодевичьего монастыря естественными методами

В НИЦ «Курчатовский институт» изучен бронзовый рельефный крест-энколпион XVI–XVII вв. (рисунок 5.1), найденный в 2017 г. экспедицией Института Археологии РАН в Новодевичьем монастыре. Размеры креста составляют 102×52×11 мм. Внешняя поверхность покрыта толстым слоем окислов, запорные штифты присутствуют (рисунок 5.2, б, в).

Энколпионы – литые наперсные кресты-складни с подвижными пустотелыми створками, скрепленные чаще всего запорными штифтами. Внутри между створками возникала полость для хранения реликвий (ладан, фрагментов мощей и др.) и средств их консервации, а также герметизации (воск, воскомастика и др.).



Рисунок 5.1 – Крест-энколпион XVI–XVII вв.

Целью работы было получение с помощью естественнонаучных методов новой информации о материале и технологии изготовления древнерусского реликвария (креста-энколпиона) и его вложении. В качестве аналитического инструментария представлена комплексная методика исследования, основанная на достижениях высокотехнологичной, неразрушающей диагностики.

Приборы, методы и материалы

Исследования проводились в два этапа (первоначально крест-мошевик не открывался). Использовался комплекс ядерно-физических методов: нейтронная томография, нейтронная дифракция, нейтронно-радиационный анализ (НРА); дополнительные методы энергодисперсионного рентгеновского микроанализа (ЭРМ), оптической и растровой электронной микроскопии (РЭМ) и синхротронной рентгеновской дифракции. После вскрытия предмета для изучения заполнения створок применялись оптическая микроскопия, инфракрасная спектроскопия и газовая хроматография (ГХ), газовая хроматография с масс-спектрометрией (ГХ-МС).

Для нейтронного излучения, в отличие от рентгеновского, характерна немонотонная зависимость полного сечения взаимодействия от номера элемента в периодической системе. В частности, например, для водорода это сечение на порядок величины больше, чем для большинства других химических элементов. Это обстоятельство позволяет обнаружить в исследуемом образце наличие областей, содержащих легкие атомы (например, в составе вложения, или на поверхности) на фоне фрагментов, состоящих из более тяжелых (бронзовые створки), что как нельзя лучше подходит для изучения такого рода объектов.

На станции нейтронной визуализации ДРАКОН реактора ИР-8 НИЦ «Курчатовский институт» были получены томографические срезы и

построена 3D-модель креста-энколпиона из Новодевичьего монастыря, изучены его отдельные детали и внутренняя полость. Исследована поверхность под окислами. Метод нейтронной дифракции использовался до вскрытия креста для уточнения природы вложений (минерал или органика). Исследования проводились на нейтронном дифрактометре ДИСК (ИР-8, НИЦ КИ). Размер нейтронного коллимированного пучка составлял 3 мм². Анализ охватывал всю толщину створок и их содержимое.

Результаты и обсуждение

По томографическим данным запорные штифты оказались полыми, изготовленными из скрученных листов металла толщиной около 0.6–0.8 мм (рисунок 5.2, б, в). На томографических срезах двух втулок (рисунок 5.2, г, ж), установленных по краям оглавия (рисунок 5.2, е, з), просматривался материал с большим коэффициентом поглощения нейтронов (продукты коррозии).

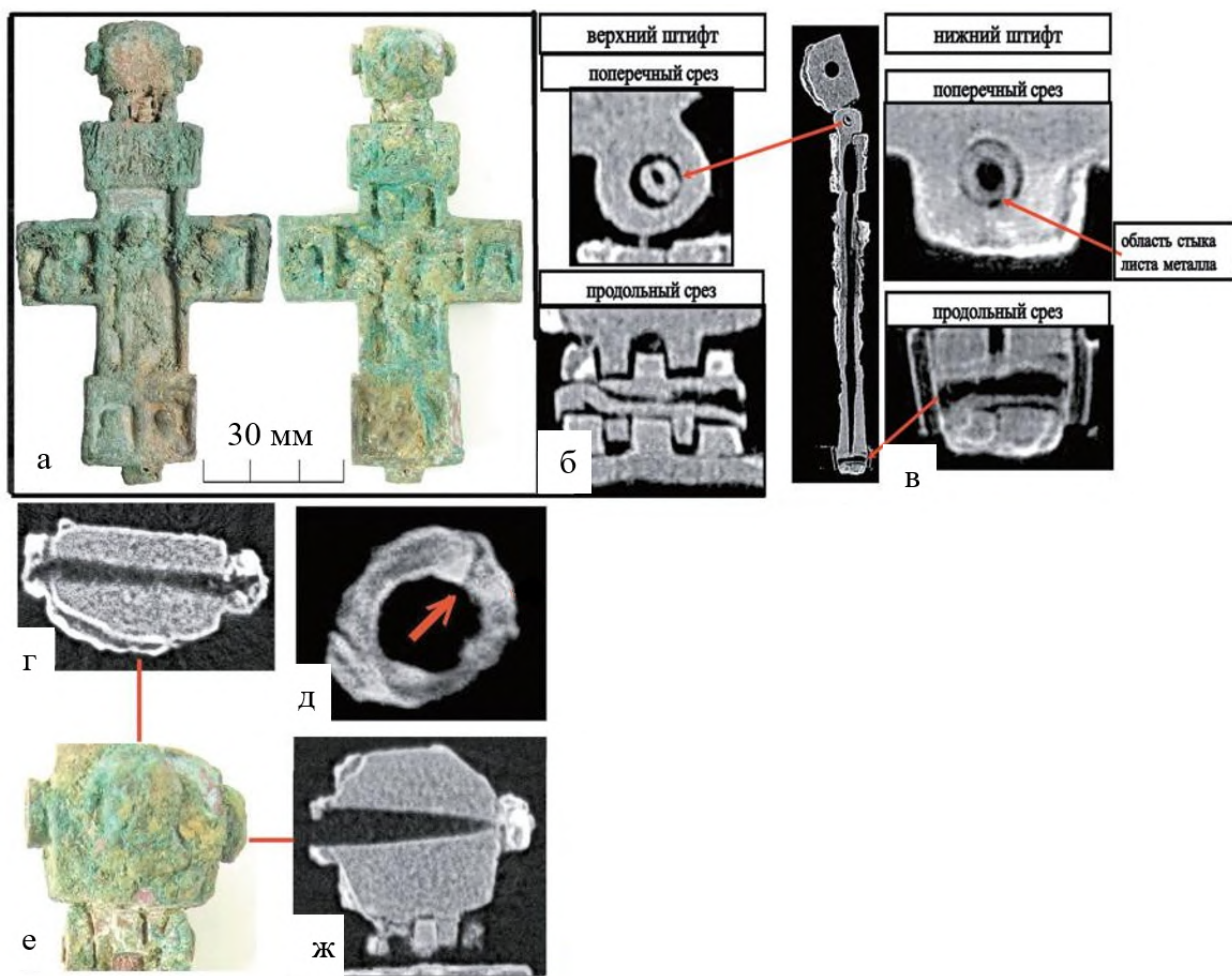


Рисунок 5.2 – Технологические особенности изготовления креста-энколпиона по данным нейтронной томографии. а – макрофотография энколпиона; б, в – схема устройства запорных штифтов (нейтронные томографические срезы); г – томографический срез оглавия (вид сверху); д – томографический срез полый втулки (уровень половины глубины); е – оглавие (деталь общей макрофотографии); ж – томографический срез оглавия (фронтальный)

На томографических срезах под окислами обнаружены литые надписи – в верхних частях обеих створок трехстрочные, а в нижних однострочные (рисунок 5.3, в). Немногочисленные комковидные и нитевидные структуры располагались по краям полости. Скопление мелких «крупинки» (средние размеры 300×300 мкм), поглощающая способность которых превышала аналогичный показатель сплава, фиксировалось в нижней части энколпиона, представляя, вероятно, мелкозернистый грунт (рисунок 5.3, б, г).

«Нитевидные» волокна, возможно, от стеблей растений, текстильные нити или волосы могли быть остатками вложения.



Рисунок 5.3 – Исследования креста-энколпиона с применением метода нейтронной томографии. а – крест-энколпион; б – фронтальный томографический срез внутриворчатой полости, в – томографический срез трехстрочной надписи (верхняя часть створки) и однострочной (низ створки); г – 3D-модель энколпиона (по данным нейтронной томографии), зеленым цветом выделены области с максимальной коррозией, оранжевым – наиболее крупные возможные вложения; д, е – макрофотографии раскрытых створок

Методом нейтронной дифракции были получены нейтронограммы (рисунок 5.4) двух областей энколпиона (с «вложением» и без, по данным томографии). Различие в фазовых составах анализируемых участков указывало на характер заполнения. Области анализа (для определения природы вложения) подбирались таким образом, чтобы толщина металлических створок креста на пути нейтронного пучка была одинаковой, а отличие заключалось в присутствии или отсутствии нитевидного фрагмента.

На графиках наблюдалось повышение фона на малых углах в области с «вложением» (интенсивность фона составляла ~ 600 ед.), относительно фона в области без «вложения» (интенсивность не выше 300 ед.), т.е. в «волокне» содержался элемент с большим сечением некогерентного рассеяния нейтронов (возможно, водород).

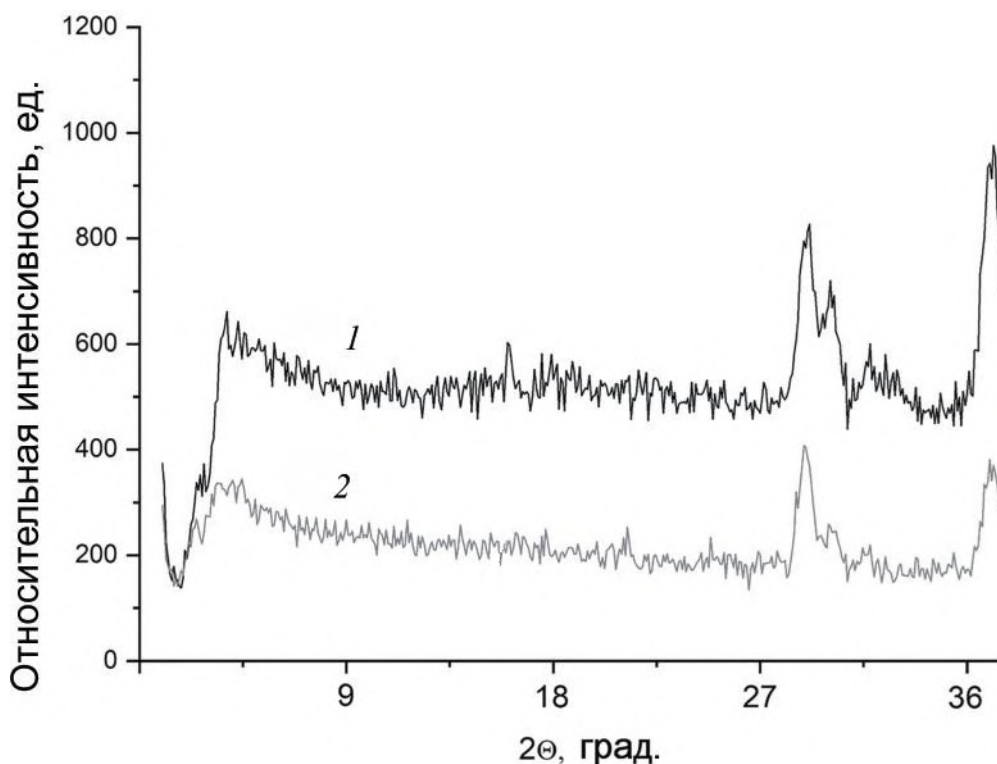


Рисунок 5.4 – Нейтронные дифрактограммы, полученные от областей энколпиона: содержащей нитевидное вложение (1) и без вложения (2)

Суммируя результаты, полученные до вскрытия энколпиона, можно говорить о присутствии частиц волокон органического происхождения, окислов и грунта.

Представленный комплекс неразрушающих методов нейтронной визуализации и дифракции, показал высокую эффективность при изучении состава и структуры деталей средневекового креста-энколпиона, технологии его изготовления, визуализации внутренних полостей и скрытых коррозией надписей, а также для выяснения природы вложений. При наличии органических вложений данную часть методов целесообразно использовать на этапе предварительного анализа (до раскрытия створок) [А5, А7].

5.2. Томографические исследования терракотовой головы из Керченской бухты

В 2017 г. в ходе подводных археологических раскопок на участках дна Керченской бухты, выполненных специалистами Института археологии РАН перед строительством опор Крымского моста, найден крупный фрагмент терракоты, изображающей бородатую мужскую голову [160]. Размеры терракоты составляют 24.68×13.70×26.48 см. Предварительное визуальное изучение глины в соответствии с существующей археологической классификацией [161] позволяет предполагать, что терракота могла быть изготовлена вблизи Синопы. Установить функциональное назначение объекта (фрагмент статуи, навершие колонны, украшение корабля и пр.) не удалось из-за отсутствия аналогий в каких-либо музейных собраниях. В этих обстоятельствах предприняты попытки получить часть необходимой для идентификации информации с помощью комплексного применения современных аналитических методик и инструментария.

Задачей настоящего исследования стало изучение технологии изготовления терракоты с помощью нейтронной и рентгеновской томографии. Рентгеновская компьютерная томография (КТ) широко

применяется в медицине в качестве диагностического инструмента. Известны примеры использования медицинских томографов для исследования объектов культурного наследия [162, 163], в том числе керамических изделий [164]. Как правило, задачей КТ при исследовании керамики является уточнение технологии ее изготовления: выявление пустот и технологических швов (участков, где при лепке или формовке добавлялись порции глины), определение пористости глиняного теста, включений и дефектов (трещин).

Методы исследования

Нейтронная томография была выполнена на станции нейтронной визуализации ДРАКОН. Пучок нейтронов формировался двойным монохроматором с кристаллами пиролитического графита в отражении (002), длина волны нейтронов составляла $\lambda = 1.75 \text{ \AA}$. Время экспозиции одного кадра – 60 с. Пространственное разрешение для объекта таких размеров составляло около 500 мкм при размерах вокселя 65 мкм. Размеры керамической терракоты превосходили размеры нейтронного пучка – 75×75 мм. По этой причине каждая проекция была составлена из 17 кадров, снятых при перемещении объекта с шагом 60 мм по вертикали и 27 мм по горизонтали.

Результаты и их обсуждение

Основное внимание уделено вопросам технологии изготовления изделия, о которой можно судить по форме и расположению многочисленных пустот, обнаруженных в глиняном тесте. Также на томографических срезах заметен свинцовый наплыв (рисунок 5.5, а; рисунок 5.6, а, в, г), расположенный на внутренней поверхности изделия, и наблюдаются отдельные свинцовые капли (рисунок 5.6, б).

Одной из задач нейтронных томографических исследований стало изучение формы и расположения фрагментов свинца, сохранившихся на

внутренней поверхности изделия. На значительной площади свинец присутствует в виде мелких капель, а на внутренней поверхности изделия, напротив носа, сохранился в форме наплыва размером 6.09×1.46 см. Значительный размер свинцового наплыва полностью поглощает рентгеновское излучение при эксперименте, что приводит к потере информации в этой области на томографических срезах. Поэтому для решения этой задачи использовался метод томографии, использующий в качестве проникающего излучения нейтроны, которые слабо взаимодействуют со свинцом.

В античную эпоху практиковалось крепление отдельных фрагментов статуй, каменных блоков и т.д. с помощью залитых в подготовленные отверстия свинцовых скреп (скоб и разного вида штырей). Согласно одной из предварительных гипотез, этот наплыв представлялся обломком свинцовой скрепы, фиксирующей изделие на заданном участке скульптурной композиции. В этом случае при изготовлении терракоты на ее внутренней поверхности должна была быть подготовлена технологическая полость для заливки свинца, обеспечивающая его надежное закрепление в теле изделия. В результате томографических исследований технологическая полость не выявлена: наплыв с максимальной толщиной 7 мм заполняет один из пальцевых следов, выдавленных скульптором при формовке изделия (рисунок 5.5, а). При этом средняя глубина всех остальных отпечатков пальцев составляет 5 мм. Учитывая незначительные размеры и малую глубину наплыва, а также значительный вес терракотового изделия (с учетом утраченной части – от 3 до 5 кг), следует признать свинцовый наплыв побочным результатом технологической операции по заливке крепления, при этом однозначно реконструировать его тип и размеры не представляется возможным.

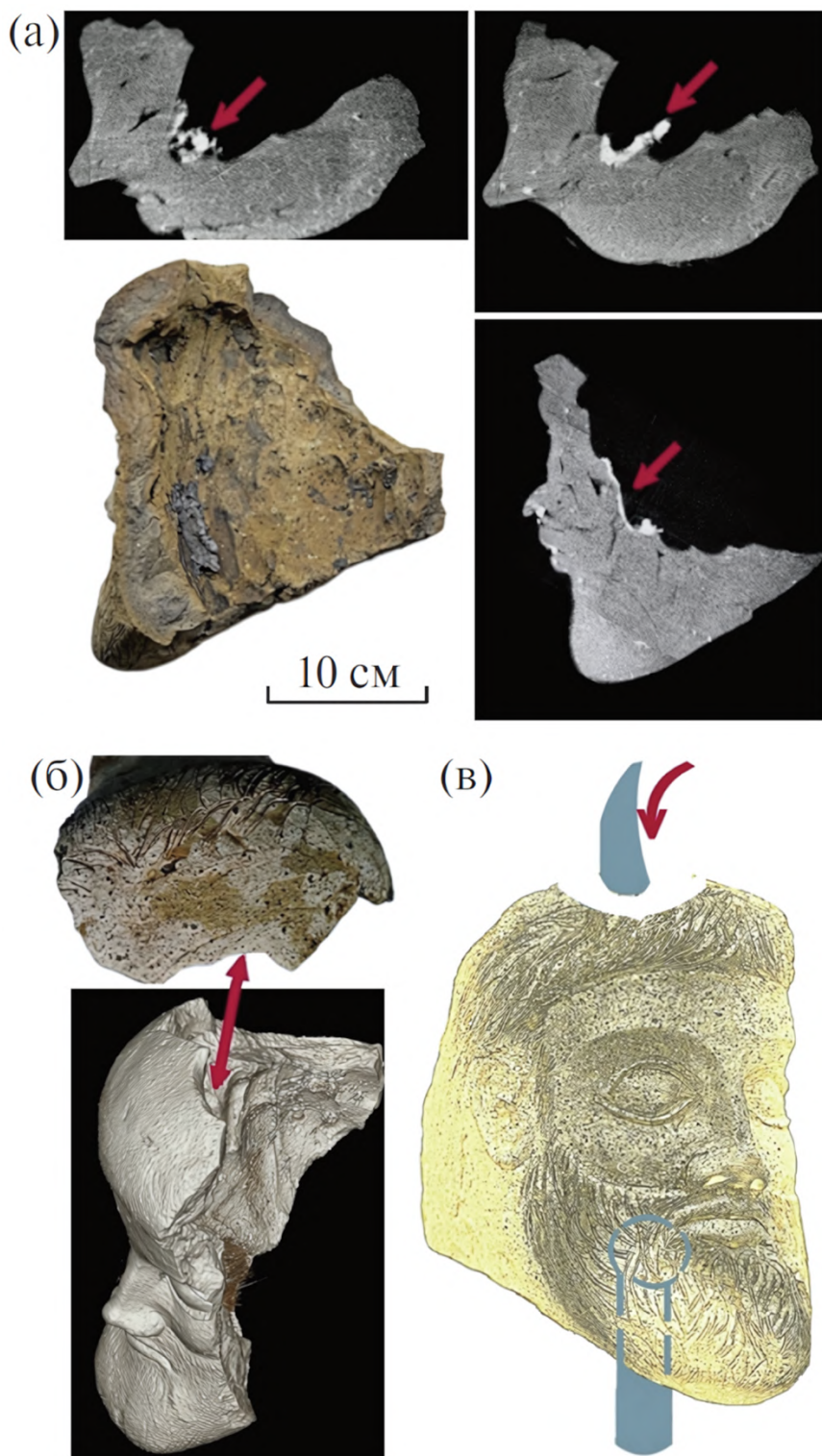


Рисунок 5.5 – Фото и томографические нейтронные срезы фрагментов свинца, стрелками обозначен свинцовый натек (а); на нейтронных томографических срезах свинец и смола выделяются светлым цветом; фото фрагмента теменного отверстия, стрелкой обозначено округлое отверстие на фото и на 3D-модели терракоты (б); реконструкция крепления терракоты: предполагаемая свинцовая стяжка (серый цвет) и процесс ее заливки через теменное отверстие (в)

На теменной части изделия сохранился край дуги с заглаженными краями (рисунок 5.5, б). Вероятно, он являлся фрагментом округлого отверстия диаметром около 5 см, которое могло использоваться как технологический ход для заливки свинца внутрь изделия. На это указывает форма отдельных застывших капель, всегда направленных утолщенной частью вниз (рисунок 5.6, б–г). Местоположение и форма свинцового напыла позволяют предположить, что при заливке свинца терракота находилась в слегка наклонном или вертикальном положении. Такой способ заливки свинца вероятен в том случае, если в области шеи было специальное выходное отверстие для предполагаемой стяжки (рисунок 5.5, в), которой изделие могло крепиться нижней частью к опоре или основе, имеющей ответное соосное углубление.

Результаты томографических исследований позволяют предположить, что изделие является скульптурой, изготовленной преимущественно методом скульптурной лепки, с ручной проработкой некоторых мелких деталей инструментом с режущей кромкой (стеком) и последующим заглаживанием швов и неровностей. Можно допустить, что первоначально уплощенная порция (или порции) глины могла быть оттиснута в какую-то общую форму, чтобы придать изделию основные контуры. Но практически все рельефные детали (уши, нос, борода, прическа, глаза, губы, веки) изготавливались, добавлялись и прорабатывались мастером вручную. Во всех местах крепления деталей отмечено расслаивание глины, что наиболее вероятно при их механическом соединении с основой головы. Об этом свидетельствуют многочисленные технологические швы в местах соединения частей глины, соответствующие контуру различных рельефных деталей изделия. Отметим, что технологические швы, так же, как и трещины, представляют собой зоны повышенного риска для сохранности объекта культурного наследия.

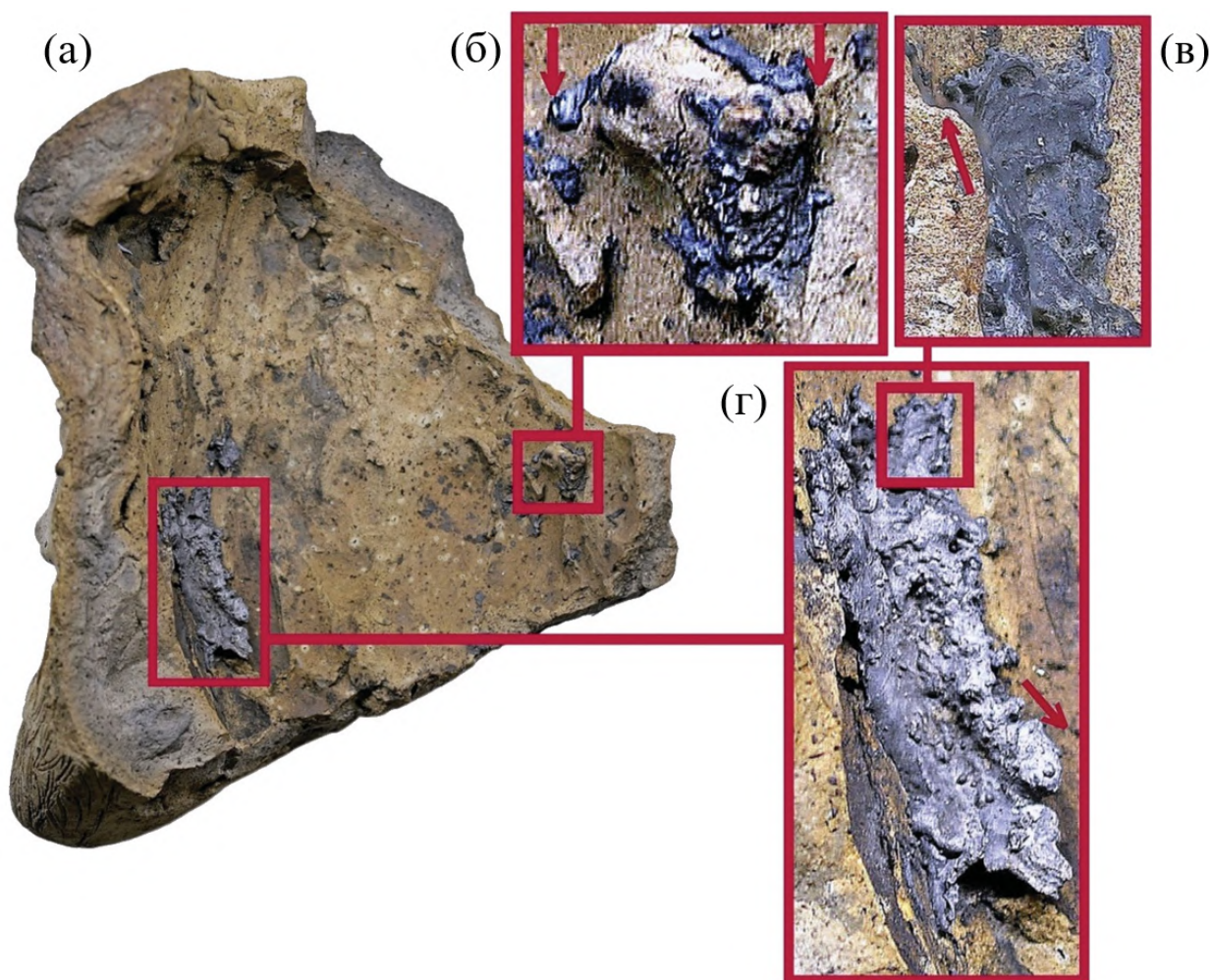


Рисунок 5.6 – Направление свинцового напыла и отдельных капель (обозначено стрелками): а – расположение деталей свинцовой заливки; б – свинцовые капли, направленные к шее; в – волнообразный натек; г – увеличенное изображение свинцового слитка, застывшего на внутренней поверхности терракоты; стрелкой обозначен каплевидный натек, направленный в сторону шеи

Наличие на внутренней поверхности терракоты свинцового напыла позволяет предположить, что в скульптуре существовала свинцовая стяжка для крепления изделия к неизвестной основе, расположенной под головой. Анализ направления свинцового напыла и отдельных распределенных по внутренней поверхности металлических фрагментов показывает, что свинец заливался со стороны темени. Несмотря на указанные наблюдения, достоверно установить, являлось ли изделие частью скульптуры или отдельным элементом, пока не удалось. Поэтому высказанное

предположение о том, что терракотовая голова могла быть одной из скульптурных деталей, гипотетично [А6].

5.3. Выводы к Главе 5

В Главе 5 представлены результаты работ по исследованию объектов культурного наследия России. Неразрушающие методы нейтронной визуализации благодаря высокой проникающей способности нейтронов и их чувствительности к легким элементам (в частности, к водороду), показали высокую эффективность в исследовании внутренней структуры древних артефактов.

Методы нейтронной визуализации и дифракции позволили изучить структуру деталей средневекового креста-энколпиона, найденного при раскопках на территории Новодевичьего монастыря, технологию его изготовления, строение внутренних полостей и скрытых коррозией надписей, а также определить природу вложений.

С использованием методов нейтронной визуализации была исследована внутренняя структура уникальной терракотовой скульптуры, найденной при строительстве Крымского моста на дне Керченского залива. По данным нейтронной томографии удалось провести анализ свинцового напыла и отдельных распределенных по внутренней поверхности металлических фрагментов, указывающих на то, что свинец заливался со стороны темени.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В рамках диссертационной работы на исследовательском реакторе ИР-8 (НИЦ «Курчатовский институт») была создана современная экспериментальная база для комплексной нейтронной визуализации. На станции ДРАКОН и экспериментальном стенде ПОНИ успешно проводятся исследования в области материаловедения, аддитивных технологий и изучения объектов культурного наследия. Основные результаты исследований, опубликованные в работах [А1–А8], обобщены следующим образом:

1. Осуществлен ввод в эксплуатацию, созданной на базе реактора ИР-8, станции нейтронной визуализации ДРАКОН, с возможностью использования монохроматического нейтронного излучения с изменяемой длиной волны;
2. Экспериментально подтверждена возможность использования методики дифракционно-контрастной визуализации на станции ДРАКОН;
3. Разработан и создан компактный прибор нейтронной визуализации на полихроматическом нейтронном пучке ПОНИ с улучшенным пространственным разрешением.
4. Методами нейтронной визуализации впервые изучена структура изделий из функционально-градиентных материалов, полученных методом прямого лазерного выращивания, выявлено формирование макро- и микроскопических дефектов в зоне градиентного перехода.
5. С использованием методов нейтронной дифракции и визуализации на монохроматическом пучке выявлена сильно выраженная неоднородная текстура в стальных пластинах, изготовленных из сталей AISI 316L и AISI 410, при их производстве методом прямого лазерного выращивания.
6. Методы нейтронной визуализации и дифракции позволили изучить структуру деталей средневекового креста-энколпиона, технологию

его изготовления, строение внутренних полостей и скрытых коррозией надписей, а также определить природу вложений, не нарушая целостности самого креста.

7. С использованием методов нейтронной визуализации была исследована внутренняя структура уникальной терракотовой скульптуры, найденной при строительстве Крымского моста на дне Керченского залива. По данным нейтронной томографии удалось провести анализ свинцового напыла и отдельных распределенных по внутренней поверхности металлических фрагментов, указывающих на то, что свинец заливался со стороны темени.

БЛАГОДАРНОСТИ

Автор выражает искреннюю благодарность и глубокую признательность всем специалистам, оказавшим непосредственную помощь в работе над диссертацией и в становлении её автора как научного сотрудника:

- Научному руководителю д.ф.-м.н., профессору Эму Вячеславу Терентьевичу за неоценимый вклад в проведении данной исследовательской работы, постановку актуальных, новаторских научных задач, а также за профессиональные и ценные советы, поддержку и понимание.

- Бывшему сотруднику Отдела нейтронных экспериментальных станций главному специалисту Глазкову Виктору Павловичу за наставничество и обучение навыкам проведения нейтронного эксперимента, за руководство и непосредственное участие в создании экспериментального стенда ПОНИ и во введении в эксплуатацию станции ДРАКОН, а также за ценные идеи и помощь в реализации методических и научно-исследовательских работ, результаты которых представлены в диссертации.

- к.ф.-м.н. Садыкову Равилю Асхатовичу, к.ф.-м.н. Трунову Дмитрию Николаевичу, Аксенову Сергею Николаевичу за участие в создании станции ДРАКОН, помощь в ее запуске и обслуживании, создание программ управления станции, а также за помощь в создании экспериментального стенда ПОНИ совместно с к.ф.-м.н. Паниным Юрием Николаевичем, которому автор также выражает свою благодарность.

- д.ф.-м.н. Подурцу Константину Михайловичу за ценные советы и помощь в процессе подготовки окончательной версии диссертационной работы к защите, а также Коваленко Екатерине Сергеевне за содействие и участие в совместных исследованиях.

- Коллегам из Отдела нейтронных экспериментальных станций д.ф.-м.н. Паршину Петру Петровичу, к.ф.-м.н. Яковенко Екатерине Владимировне, Карпову Ивану Дмитриевичу, Калюканову Андрею

Игоревичу, Исаковой Наталье Николаевне за совместные содержательные обсуждения, плодотворное сотрудничество, ценные рекомендации и создание теплой и дружественной рабочей атмосферы.

- Никаноровой Екатерине Андреевне за помощь в оформлении документов и содействие в решении административных вопросов.

Благодарю всех соавторов публикаций, связанных с данной диссертацией, за их вклад в работу и за конструктивные обсуждения полученных результатов.

Хочу также выразить отдельную благодарность своей семье, поддержка, терпение, помощь и участие которых помогло в успешном проведении диссертационной работы.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

[A1] Соменков В. А., Глазков В. П., Эм В. Т., Гуреев А. И., **Мурашев М. М.**, Садыков Р. А., Аксенов С. Н., Трунов Д. Н., Столяров А. А., Алексеев А. А., Кравчук Л. В. Установка для комплексной радиационной диагностики «ДРАКОН» //Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2019. – №. 9. – С. 93–99.

[A2] **Мурашев М. М.**, Глазков В. П., Эм В. Т. Визуализация дифракционного контраста между ферритной и мартенситной фазами стали методом нейтронной радиографии //Приборы и техника эксперимента. – 2021. – №. 3. – С. 147–151.

[A3] **Мурашев М. М.**, Эм В. Т., Глазков В. П., Шишковский И. В., Макаренко К. И., Сульянова Е. А. Исследования металлических изделий аддитивных производств методами нейтронной визуализации //Дефектоскопия. – 2024. – №1. – С. 28–39.

[A4] Choi Y., Paik D. J., Bogdanov S. G., Valiev E., Borisova P. A., **Murashev M. M.**, Em V. T., Pirogov A. N. Neutron scattering on humane compact bone // Physica B: Condensed Matter. – 2018. – Т. 551. – С. 218–221.

[A5] Грешников Э. А., Пожидаев В. М., Малахов С. Н., Подурец К. М., Коваленко Е. С., **Мурашев М. М.**, Глазков В. П., Говор Л. И., Преснякова Н. Н., Светогоров Р. Д., Дороватовский П. В., Трунькин И. Н. Исследования креста-энколпиона из Новодевичьего монастыря естественнонаучными методами //Российская археология. – 2020. – №. 4. – С. 165–183.

[A6] Ковальчук М. В., Яцишина Е.Б., Макаров Н.А., Грешников Э.А., Анциферова А.А., Гунчина О.Л., Кашкаров П.К., Коваленко Е.С., **Мурашев М.М.**, Ольховский С.В., Подурец К.М., Тимеркаев В.Б. Томографические исследования терракотовой головы из Керченской бухты //Кристаллография. – 2020. – Т. 65. – №. 5. – С. 832–838.

[A7] Макаров Н. А., Грешников Э. А., Зайцева И. Е., Подурец К. М. Коваленко Е. С., **Мурашев М. М.** Невидимые святыни. Вложения в средневековых крестах-энколпионах по данным комплексных аналитических исследований //Краткие сообщения Института археологии. – 2020. – №. 258. – С. 25–45.

[A8] **Мурашев М. М.**, Карпов И. Д., Эм В. Т., Иванов С. Ю., Земляков Е. В., Бабкин К. Д. Нейтронные исследования остаточных напряжений и текстуры в стальных пластинах, полученных методом прямого лазерного выращивания //Физика металлов и металловедение. – 2025. – Т. 126. – №. 10. – С. 1179–1189.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Kallmann H. Neutron Radiography // *Research*. – 1948. – Т. 1. – С. 254–260.
- [2] Lehmann E.H., Peetermans S., Betz B. Instrumentation in Neutron Imaging – A world-wide overview // *Neutron News*. – 2015. – Т. 26, – № 2. – С. 6–10.
- [3] Lehmann E.H., Ridikas D. Status of Neutron Imaging – Activities in a Worldwide Context // *Physics Procedia*. – 2015. – Т. 69. – С. 10–17.
- [4] Kardjilov N. et al. Advances in neutron imaging // *Materials Today*. – 2018. – Т. 21. – № 6. – С. 652–672.
- [5] Podurets K.M. et al. Modern Methods of Neutron Radiography and Tomography in Studies of the Internal Structure of Objects // *Crystallography Reports*. – 2021. – Т. 66. – № 2. – С. 254–266.
- [6] Woracek R. et al. Neutron Bragg edge tomography for phase mapping // *Physics Procedia*. – 2015. – Т. 69. – С. 227–236.
- [7] Tremsin A.S. et al. High-resolution strain mapping through time-of-flight neutron transmission diffraction with a microchannel plate neutron counting detector // *Strain*. – 2012. – Т. 48. – № 4. – С. 296–305.
- [8] Santisteban J.R. et al. Texture imaging of zirconium based components by total neutron cross-section experiments // *Journal of Nuclear Materials*. – 2012. – Т. 425. – № 1–3. – С. 218–227.
- [9] Baruj A. et al. Design and characterization of a hydride-based hydrogen storage container for neutron imaging studies // *Physics Procedia*. – 2015. – Т. 69. – С. 491–495.
- [10] Salvemini F. et al. Quantitative characterization of Japanese ancient swords through energy-resolved neutron imaging // *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*. – 2012. – Т. 27. – № 9. – С. 1494–1501.

[11] Козленко Д.П., Лукин Е.В. Возможности нейтронной томографии в археологии на примере исследования древнерусских украшений из Тверского клада 2014 г. // Российская археология. – 2018. – № 2. – С. 36–42.

[12] Chadwick J. Possible Existence of a Neutron // Nature. – 1932. – Т. 129. – С. 312.

[13] Peter O. Neutronen-Durchleuchtung // Zeitschrift Naturforschung Teil A. – 1946. – Т. 1. – С. 557–559.

[14] Thewlis J. Neutron Radiography // British Journal of Applied Physics. – 1956. – Т. 7. – С. 345–350.

[15] Barton J.C. Neutron Radiography – An Overview // Practical Applications of Neutron Radiography and Gaging / ed. H. Berger. Philadelphia: ASTM. – 1976. – С. 5–19.

[16] Alter H.W. Track-Etch Neutron Radiography: pat. 3,457,408 US. 1969.

[17] Neutron Radiography: Proceedings of the First World Conference / eds. J.C. Barton, C. Von Der Hardt. San Diego: D. Reidel. – 1983. – 650 с.

[18] Neutron Radiography: Proceedings of the Second World Conference / eds. J.C. Barton et al. Paris: D. Reidel. – 1987. – 720 с.

[19] Balasko M., Svab E. Dynamic Neutron Radiography Instrumentation and Applications in Central Europe // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. – 1996. – Т. 377. – С. 140–143.

[20] Vontobel C., Lehmann E., Frei G. Performance characteristics of the tomography setup at the PSI NEUTRA thermal neutron radiography facility // Proceedings of Computed Tomography and Image Processing for Industrial Radiology. – 2003. – С. 23–25.

[21] Kaestner A.C. et al. The ICON Beamline – A Facility for Cold Neutron Imaging at SINQ // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. – 2011. – T. 659. – C. 387–393.

[22] Hussey D.S. et al. New Neutron Imaging Facility at the NIST // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. – 2005. – T. 542. – C. 9–15.

[23] Calzada E. et al. New design for the ANTARES-II facility for neutron imaging at FRM II // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. – 2009. – T. 605. – № 1–2. – C. 50–53.

[24] Trtik C. et al. Improving the spatial resolution of neutron imaging at Paul Scherrer Institut – the neutron microscope project // Physics Procedia. – 2015. – T. 69. – C. 169–176.

[25] Trtik C. et al. PSI 'neutron microscope' at ILL-D50 beamline – first results // Neutron Radiography: WCNR–11. – 2020. – T. 15. – C. 23–28.

[26] Ghasemi-Tabasi H. et al. Mapping spatial distribution of pores in an additively manufactured gold alloy using neutron microtomography // Applied Sciences. – 2021. – T. 11. – № 4. – C. 1512.

[27] Woracek R. et al. 3D mapping of crystallographic phase distribution using energy-selective neutron tomography // Advanced Materials. – 2014. – T. 26. – № 24. – C. 4069.

[28] Treimer W. et al. Wavelength tunable device for neutron radiography and tomography // Applied Physics Letters. – 2006. – T. 89. – № 20. – C. 203504.

[29] Woracek R. et al. Neutron Bragg-edge-imaging for strain mapping under in situ tensile loading // Journal of Applied Physics. – 2011. – T. 109. – № 9. – C. 093506.

[30] Santisteban J.R. et al. Time-of-flight neutron transmission diffraction // Journal of Applied Crystallography. – 2001. – T. 34. – № 3. – C. 289.

[31] Strobl M. et al. On neutron phase contrast imaging // Physical Review Letters. – 2008. – Т. 101. – № 12. – С. 123902.

[32] Pfeiffer F. et al. Nanometer focusing properties of Fresnel zone plates described by dynamical diffraction theory // Physical Review Letters. – 2006. – Т. 96. – № 21. – С. 215505.

[33] Grünzweig C. et al. Design, fabrication, and characterization of diffraction gratings for neutron phase contrast imaging // Review of Scientific Instruments. – 2008. – Т. 79. – № 5. – С. 053703.

[34] IAEA Research Reactor Database. URL: <https://nucleus.iaea.org/RRDB/RR/ReactorSearch.aspx?filter=0> (дата обращения: 10.02.2025). – Текст: электронный.

[35] Sears V.F. Neutron scattering lengths and cross sections // Neutron News. – 1992. – Т. 3. – № 3. – С. 26–37.

[36] Aswal D. K., Sarkar C. S., Kashyap Y. S. (ed.). Neutron imaging: basics, techniques and applications. – Springer Nature. – 2022. – 360 с.

[37] Kak A.C., Slaney M. Principles of computerized tomographic imaging. Philadelphia: Society for Industrial and Applied Mathematics. – 2001. – 332 с.

[38] Herman G.T. Image reconstruction from projections // The fundamentals of computerized tomography. – 1980. – 316 с.

[39] Natterer F. The mathematics of computerized tomography. Philadelphia: Society for Industrial and Applied Mathematics. – 2001. – 222 с.

[40] Radon J. On the determination of functions from their integrals along certain manifolds // Mathematisch-Physische Klasse. – 1917. – Т. 69. – С. 262–277.

- [41] Грузман И.С., Киричук В.С., Косых В.П., Перетягин Г.И., Спектор А.А. Цифровая обработка изображений в информационных системах: Учебное пособие. Новосибирск: Издательство НГТУ. – 2002. – 352 с.
- [42] Shepp L.A., Logan B.F. The Fourier reconstruction of a head section // IEEE Transactions on Nuclear Science. – 1974. – Т. 21. – № 3. – С. 21–43.
- [43] Gregor J., Benson T. Computational analysis and improvement of SIRT // IEEE Transactions on Medical Imaging. – 2008. – Т. 27. – № 7. – С. 918–924.
- [44] Bleichrodt F. et al. Easy implementation of advanced tomography algorithms using the ASTRA toolbox with Spot operators // Numerical Algorithms. – 2016. – Т. 71. – № 3. – С. 673–697.
- [45] Vandenberghe S. et al. Iterative reconstruction algorithms in nuclear medicine // Computerized Medical Imaging and Graphics. – 2001. – Т. 25. – № 2. – С. 105–111.
- [46] Gordon R. A tutorial on ART (algebraic reconstruction techniques) // IEEE Transactions on Nuclear Science. – 1974. – Т. 21. – № 3. – С. 78–93.
- [47] Gregor J., Benson T. Computational analysis and improvement of SIRT // IEEE Transactions on Medical Imaging. – 2008. – Т. 27. – № 7. – С. 918–924.
- [48] Hutton B.F. et al. Iterative reconstruction methods // Quantitative analysis in nuclear medicine imaging. – Boston, MA : Springer US. – 2006. – С. 107–140.
- [49] Тюфяков Н.Д., Штань А.С. Основы нейтронной радиографии. М.: Атомиздат. – 1975. – 256 с.
- [50] Strobl M. et al. On neutron phase contrast imaging // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. – 2008. – Т. 266. – № 1. – С. 181–186.

[51] Kardjilov N. et al. Improving the image contrast and resolution in the phase-contrast neutron radiography // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. – 2005. – Т. 542. – № 1–3. – С. 100–105.

[52] Grunzweig C. et al. Visualizing the propagation of volume magnetization in bulk ferromagnetic materials by neutron grating interferometry // Journal of Applied Physics. – 2010. – Т. 107. – № 9. – С. 09D308.

[53] Hubert A., Schäfer R. Magnetic Domains. Berlin: Springer. – 1998. – 696 с.

[54] Friedrich H. et al. A high-performance neutron velocity selector // Physica B. – 1989. – Т. 156–157. – С. 547–549.

[55] Schulz M. et al. Energy-dependent neutron imaging with a double crystal monochromator at the ANTARES facility at FRM II // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. – 2009. – Т. 605. – С. 33–35.

[56] ESA Connectivity Portal. URL: <https://connectivity.esa.int/contractors/eads-astrium-gmbh> (дата обращения: 14.02.2025). – Текст: электронный.

[57] Ehntin I.R. et al. Neutron diffractometer with a doubled monochromator // Приборы и техника эксперимента. – 1976. – Т. 5. – С. 56–58.

[58] Harvey J.A., Hill N.W. Scintillation detectors for neutron physics research // Nuclear Instruments and Methods. – 1979. – Т. 162. – № 1–3. – С. 507–529.

[59] Knoll G.F. Radiation Detection and Measurement. 3rd ed. New York: John Wiley and Sons. – 2000. – 802 с.

[61] Crow L. Neutron detectors for imaging // Neutron Imaging and Applications: A Reference for the Imaging Community. – 2009. – С. 47–63.

[62] Dierick M. et al. High-speed neutron tomography of dynamic processes // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. – 2005. – T. 542. – № 1–3. – C. 296–301.

[63] Strobl M. et al. Advances in neutron radiography and tomography // Journal of Physics D: Applied Physics. – 2009. – T. 42. – № 24. – C. 243001.

[64] Spowart A.R. Measurement of the absolute scintillation efficiency of granular and glass neutron scintillators // Nuclear Instruments and Methods. – 1969. – T. 75. – № 1. – C. 35–42.

[65] Osovizky A. et al. $6\text{LiF}:\text{ZnS}(\text{Ag})$ mixture optimization for a highly efficient ultrathin cold neutron detector // IEEE Transactions on Nuclear Science. – 2018. – T. 65. – № 4. – C. 1025–1032.

[66] Heiderich M. et al. A two-dimensional scintillation detector for small angle neutron scattering // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. – 1991. – T. 305. – № 2. – C. 423–432.

[67] Miller S.R. et al. $\text{LiF}/\text{CsI}:\text{Tl}$ scintillator for high-resolution neutron imaging // IEEE Transactions on Nuclear Science. – 2019. – T. 66. – № 10. – C. 2261–2264.

[68] Crha J. et al. Light yield enhancement of $^{157}\text{Gd}_2\text{O}_3\text{S}_2$ scintillator screens for the high-resolution neutron imaging // MethodsX. – 2019. – T. 6. – C. 107–114.

[69] Brenizer J.S. et al. Performance characteristics of scintillators for use in an electronic neutron imaging system for neutron radiography // Review of Scientific Instruments. – 1997. – T. 68. – № 9. – C. 3371–3379.

[70] Shestakova I. et al. A new scintillator structure for thermal neutron imaging // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. – 2007. – T. 263. – № 1. – C. 234–238.

[71] Hussey D.S. et al. Neutron imaging detector with 2 μm spatial resolution based on event reconstruction of neutron capture in gadolinium oxysulfide scintillators // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. – 2017. – T. 866. – C. 9–12.

[72] Wien K. et al. Experimental investigation of fission fragment and alpha-recoil induced ejection of secondary ions // Nuclear Instruments and Methods. – 1980. – T. 170. – C. 477–481.

[73] Wiza J.L. Microchannel plate detectors // Nuclear Instruments and Methods. – 1979. – T. 162. – C. 587–601.

[74] Fraser G. W., Pearson J. F. The direct detection of thermal neutrons by imaging microchannel-plate detectors // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 1990. – T. 293. – №. 3. – C. 569–574.

[75] Pinto S.D. et al. Neutron imaging and tomography with MCPS // Journal of Instrumentation. – 2017. – T. 12. – №. 12. – C. C12006.

[76] Kardjilov N. et al. Neutron imaging in materials science // Materials Today. – 2011. – T. 14. – №. 6. – C. 248–256.

[77] Clark C. W. et al. Controlling neutron orbital angular momentum // Nature. – 2015. – T. 525. – №. 7570. – C. 504–506.

[78] Pfeiffer F. et al. Neutron phase imaging and tomography // Physical review letters. – 2006. – T. 96. – №. 21. – C. 215505.

[79] Kardjilov N. et al. Three-dimensional imaging of magnetic fields with polarized neutrons // Nature Physics. – 2008. – T. 4. – №. 5. – C. 399–403.

[80] Allman B. E. et al. Phase radiography with neutrons // Nature. – 2000. – T. 408. – №. 6809. – C. 158–159.

[81] Pfeiffer F. et al. Hard-X-ray dark-field imaging using a grating interferometer // *Nature material*. – 2008. – T. 7. – №. 2. – C. 134–137.

[82] Manke I. et al. Three-dimensional imaging of magnetic domains // *Nature communications*. – 2010. – T. 1. – №. 1. – C. 125.

[83] Grünzweig C. et al. Bulk magnetic domain structures visualized by neutron dark-field imaging // *Applied Physics Letters*. – 2008. – T. 93. – №. 11. – C. 112504.

[84] Woracek R. et al. Diffraction in neutron imaging – A review // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*. – 2018. – T. 878. – C. 141–158.

[85] Benetti A.R. et al. How mobile are protons in the structure of dental glass ionomer cements? // *Scientific Reports*. – 2015. – T. 5. – C. 8972.

[86] Isaksson H. et al. Neutron tomographic imaging of bone-implant interface: comparison with X-ray tomography // *Bone*. – 2017. – T. 103. – C. 295–301.

[87] Isaksson H. et al. Neutron tomographic imaging of bone-implant interface: comparison with X-ray tomography // *Bone*. – 2017. – T. 103. – C. 295–301.

[88] Laaß M. et al. New insights into the respiration and metabolic physiology of *Lystrosaurus* // *Acta Zoologica*. – 2011. – T. 92. – №. 4. – C. 363–371.

[89] Witzmann F. et al. Sculpture and vascularization of dermal bones, and the implications for the physiology of basal tetrapods // *Zoological Journal of the Linnean Society*. – 2010. – T. 160. – №. 2. – C. 302–340.

[90] Zanolli C. et al. Exploring hominin and non-hominin primate dental fossil remains with neutron microtomography // *Physics procedia*. – 2017. – T. 88. – C. 109–115.

[91] Laaß M., Schillinger B. Reconstructing the auditory apparatus of therapsids by means of neutron tomography // *Physics Procedia*. – 2015. – T. 69. – C. 628–635.

[92] Laaß M., Schillinger B., Kaestner A. What did the “unossified zone” of the non-mammalian therapsid braincase house? // *Journal of morphology*. – 2017. – T. 278. – №. 8. – C. 1020–1032.

[93] Kardjilov N., Festa G. (ed.). Neutron methods for archaeology and cultural heritage. – Berlin : Springer. – 2017. – 349 c.

[94] Mannes D. et al. The study of cultural heritage relevant objects by means of neutron imaging techniques // *Insight: Non-Destructive Testing & Condition Monitoring*. – 2014. – T. 56. – №. 3. C. 137–141.

[95] Kardjilov N. et al. Neutron tomography in modern archaeology // *Notiziario: neutroni e luce di sincrotrone*. – 2008. – T. 13. – №. 2. – C. 6–9.

[96] Kockelmann W. et al. Applications of TOF neutron diffraction in archaeometry // *Applied Physics A*. – 2006. – T. 83. – C. 175–182.

[97] Griesche A. et al. Three-dimensional imaging of hydrogen blister in iron with neutron tomography // *Acta Materialia*. – 2014. – T. 78. – C. 14–22.

[98] Nanda J. et al. Anomalous discharge product distribution in lithium-air cathodes // *The Journal of Physical Chemistry C*. – 2012. – T. 116. – №. 15. – C. 8401–8408.

[99] Forner-Cuenca A. et al. Engineered water highways in fuel cells: radiation grafting of gas diffusion layers // *Advanced Materials*. – 2015. – T. 27. – №. 41. – C. 6317–6322.

[100] Herbrig K. et al. Investigations of the structural stability of metal hydride composites by in-situ neutron imaging // *Journal of Power Sources*. – 2015. – T. 293. – C. 109–118.

[101] Pohlmann C. et al. In operando visualization of hydride-graphite composites during cyclic hydrogenation by high-resolution neutron imaging // *Journal of Power Sources*. – 2015. – T. 277. – C. 360–369.

[102] Baruj A. et al. Design and characterization of a hydride-based hydrogen storage container for neutron imaging studies // *Physics Procedia*. – 2015. – T. 69. – C. 491–495.

[103] Boillat C. et al. Neutron imaging of fuel cells – Recent trends and future prospects // *Current Opinion in Electrochemistry*. – 2017. – T. 5. – № 1. – C. 3–10.

[104] Manke I. et al. Fuel cell research with neutron imaging at Helmholtz Centre Berlin // *Physics Procedia*. – 2015. – T. 69. – C. 619–627.

[105] Owejan J.C. et al. Direct measurement of lithium transport in graphite electrodes using neutrons // *Electrochimica Acta*. – 2012. – T. 66. – C. 94–99.

[106] Zhou H. et al. Probing multiscale transport and inhomogeneity in a lithium-ion pouch cell using in situ neutron methods // *ACS Energy Letters*. – 2016. – T. 1. – № 5. – C. 981–986.

[107] Siegel J. et al. Neutron imaging of lithium concentration in LFP pouch cell battery // *Journal of the Electrochemical Society*. – 2011. – T. 158. – № 5. – C. A523–A529.

[108] Tötze C. et al. Capturing 3D water flow in rooted soil by ultra-fast neutron tomography // *Scientific Reports*. – 2017. – T. 7. – № 1. – C. 1–9.

[109] Kim F.H. et al. Characterizing partially saturated compacted-sand specimen using 3D image registration of high-resolution neutron and X-ray tomography // *Journal of Computing in Civil Engineering*. – 2015. – T. 29. – № 6. – C. 04014096.

[110] Gong W. et al. Hydrogen diffusion and precipitation in duplex zirconium nuclear fuel cladding quantified by high-resolution neutron imaging // *Journal of Nuclear Materials*. – 2019. – T. 526. – C. 151757.

[111] Zboray R. et al. Development of neutron and X-ray imaging techniques for nuclear fuel bundle optimization // *Nuclear Engineering and Design*. – 2018. – T. 336. – C. 24–33.

[112] Masalles A. et al. Non-destructive investigation of "The Violinist" a lead sculpture by Pablo Gargallo // *Physics Procedia*. – 2015. – T. 69. – C. 636–645.

[113] Steuwer A. et al. Using pulsed neutron transmission for crystalline phase imaging and analysis // *Journal of Applied Physics*. – 2005. – T. 97. – № 7. – C. 074903.

[114] Williams S.H. et al. Detection system for microimaging with neutrons // *Journal of Instrumentation*. – 2012. – T. 7. – № 2. – C. P02014.

[115] Tremsin A.S. et al. High-resolution strain mapping through time-of-flight neutron transmission diffraction // *Strain*. – 2012. – T. 48. – № 4. – C. 296–305.

[116] Su Y. et al. Time-of-flight neutron Bragg-edge transmission imaging of microstructures in bent steel plates // *Materials Science and Engineering: A*. – 2016. – T. 675. – C. 19–31.

[117] Santisteban J.R. et al. Texture imaging of zirconium based components by total neutron cross-section experiments // *Journal of Nuclear Materials*. – 2012. – T. 425. – № 1. – C. 218–227.

[118] Malamud F. et al. Texture analysis with a time-of-flight neutron strain scanner // *Journal of Applied Crystallography*. – 2014. – T. 47. – № 4. – C. 1337–1354.

[119] Malamud F., Santisteban J.R. Full-pattern analysis of time-of-flight neutron transmission of mosaic crystals // *Journal of Applied Crystallography*. – 2016. – Т. 49. – № 2. – С. 348–365.

[120] Митрофанов Н.Л. и др. Авторское свидетельство 1402871 СССР // *Бюллетень изобретений*. – 1988. – № 22. – С. 135.

[121] Подурец К.М., Соменков В.А., Шильштейн С.Ш. Радиография с рефракционным контрастом // *Журнал технической физики*. – 1989. – Т. 58. – № 6. – С. 115–120.

[122] Микеров В.И. и др. Нейтронная томография с высоким пространственным разрешением // *Приборы и техника эксперимента*. – 1994. – № 4. – С. 96–107.

[123] Микеров В.И. Устройство для нейтронной радиографии: пат. 2502986 РФ. 2013.

[124] Глазков В.П. и др. Нейтронный томограф на реакторе ИР-8 НИЦ КИ // *Приборы и техника эксперимента*. – 2014. – № 5. – С. 18–21.

[125] Kozlenko D.C. et al. Neutron Radiography Facility at IBR-2 High Flux Pulsed Reactor: First Results // *Physics Procedia*. – 2015. – Т. 69. – С. 87–92.

[126] Kozlenko D.C. et al. Neutron radiography and tomography facility at IBR-2 reactor // *Physics of Particles and Nuclei Letters*. – 2016. – Т. 13. – С. 346–350.

[127] Santodonato L. et al. The CG-1D neutron imaging beamline at the Oak Ridge National Laboratory high flux isotope reactor // *Physics Procedia*. – 2015. Т. 69. – С. 104–108.

[128] Garbe U. et al. A new neutron radiography/tomography/imaging station DINGO at OPAL // *Physics Procedia*. – 2015. – Т. 69. – С. 27–32.

[129] Рязанцев Е.П. и др. Расчетное определение плотностей потоков нейтронов в реакторе ИР-8 с целью выбора дополнительных ячеек для облучения материалов: препринт ИАЭ-6418/4. М. – 2006. – 24 с.

[130] Neutron Optics. URL: <https://www.neutronoptics.com/> (дата обращения: 12.02.2025). – Текст: электронный.

[131] Паршин П.П. и др. Пропускание нейтронов монокристаллом германата висмута // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика ядерных реакторов. – 2022. – № 5. – С. 30–38.

[132] Allman В.Е. et al. Phase radiography with neutrons // Nature. – 2000. – Т. 408. – № 6809. – С. 158–159.

[133] Lehmann E.H. et al. The energy-selective option in neutron imaging // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A. – 2009. – Т. 603. – № 3. – С. 429–438.

[134] Sears V.F. Neutron scattering lengths and cross sections // Neutron News. – 1992. – Т. 3. – № 3. – С. 26–37.

[135] Hsu T.C. et al. Effects of multiple scattering and wavelength-dependent attenuation on strain measurements by neutron scattering // Journal of Neutron Research. 1995. – Т. 3. – № 1. – С. 27–39.

[136] Steuwer A. et al. Using pulsed neutron transmission for crystalline phase imaging and analysis // Journal of Applied Physics. – 2005. – Т. 97. – № 7. – С. 074903.

[137] Meggers K. et al. Real time neutron transmission investigation of the austenite-bainite transformation in grey iron // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. – 1994. – Т. 88. – № 4. – С. 423–429.

[138] Kurdumoff G., Kaminsky E. X-ray studies of the structure of quenched carbon steel // Nature. – 1928. – Т. 122. – № 3074. – С. 475–476.

[139] Хачатурян А.Г., Шаталов Г.А. К теории упорядочения атомов углерода в кристалле мартенсита // Физика металлов и металловедение. – 1971. – Т. 32. – № 1. – С. 5–13.

[140] Хачатурян А.Г. Углерод в мартенсите стали. Несовершенства кристаллического строения и мартенситные превращения. М.: Наука. – 1971. – 210 с.

[141] Вдовин Р. А. Формирование технологических основ изготовления рабочих лопаток турбины ГТД: монография. Издательство Самарского университета. – 2021. – 209 с.

[142] ImageJ [Электронный ресурс]. URL: <https://imagej.net/> (дата обращения: 18.03.2025). – Текст: электронный.

[143] Du Plessis A. et al. Laboratory X-ray tomography for metal additive manufacturing: Round robin test // Additive Manufacturing. – 2019. – Т. 30. – С. 100837.

[144] Petrò S. et al. Conformance and nonconformance in segmentation-free X-ray computed tomography geometric inspection // Precision Engineering. – 2021. – Т. 72. – С. 25–40.

[145] Gao X. et al. X-ray imaging of defect population and the effect on high cycle fatigue life of laser additive manufactured Ti6Al4V alloys // International Journal of Fatigue. – 2022. – Т. 162. – С. 106979.

[146] Zhang K. et al. Quantitative characterization of defects in stereolithographic additive manufactured ceramic using X-ray computed tomography // Journal of Materials Science & Technology. – 2022. – Т. 118. – С. 144–157.

[147] Du Plessis A. et al. X-ray microcomputed tomography in additive manufacturing: a review of the current technology and applications // 3D Printing and Additive Manufacturing. – 2018. – Т. 5. – № 3. – С. 227–247.

[148] Makarenko K. et al. Specific aspects of the transitional layer forming in the aluminium bronze – stainless steel functionally graded structures after laser metal deposition // *Procedia CIRP*. 2020. – Т. 94. – С. 346–351.

[149] Makarenko K.I. et al. Mechanical characteristics of laser-deposited sandwich structures and quasi-homogeneous alloys of Fe-Cu system // *Materials & Design*. – 2022. – Т. 224. – С. 111313.

[150] Makarenko K. I., Shishkovsky I. V. Direct energy deposition of Cu-Fe system functionally graded structures // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – IOP Publishing. 2020. – Т. 969. – №. 1. – С. 012104.

[151] Savchenko N.L. et al. Features of the structural-phase state of the alloy Ti-6Al-4V in the formation of products using wire-feed electron beam additive manufacturing // *Metal Working and Material Science*. – 2018. – Т. 20. – № 4. – С. 60–71.

[152] Suwas S., Ray R.K. Crystallographic texture of materials. London: Springer. – 2014. – С. 108–173.

[153] Hutchings M.T. et al. Introduction to the characterization of residual stress by neutron diffraction. Boca Raton: CRC Press. – 2005. – 420 с.

[154] Эм В.Т. и др. Двойной монохроматор для нейтронной стресс-дифрактометрии // *Приборы и техника эксперимента*. – 2017. – № 4. – С. 75–81.

[155] Em V.T. et al. Residual stress instrument with double-crystal monochromator at research reactor IR-8 // *Physica B: Condensed Matter*. – 2018. – Т. 551. – С. 413–416.

[156] Serrano-Munoz I. et al. The importance of subsurface residual stress in laser powder bed fusion IN718 // *Advanced engineering materials*. – 2022. – Т. 24. – № 6. – С. 2100895.

[157] Kumar D., Shankar G., Prashanth K.G., Suwas S. Control of texture and microstructure in additive manufacturing of stainless steel 316 L // J. Alloys & Compounds. 2024. v.976. 173040

[158] Kang H. K., Lee H., Oh C.S., Yoon J. Microstructure and mechanical properties of laser direct energy deposited martensitic stainless steel 410 // Micromachines. 2024. 15. 837. <https://doi.org/10.3390/mi15070837>

[159] Thapliyal S., Cheng J., Mayeur J., Yamamoto Y., Fernandez-Zelaia P., Nycz A., Kirka M.M. Outlook on texture evolution in additively manufactured stainless steels: Prospects for hydrogen embrittlement resistance, overview of mechanical, and solidification behavior // J. Materials Research. 2024. V. 39. 1. www.mrs.org/jmr

[160] Ольховский С.В. Подводные раскопки на объекте археологического наследия «Бухта Ак-Бурун» // Таврические студии. Симферополь. – 2017. – № 12. – С. 118–125.

[161] Зеест И.Б. Керамическая тара Боспора // Материалы и исследования по археологии СССР. – 1960. – № 83. – 178 с.

[162] Яцишина Е.Б. и др. Междисциплинарные исследования египетских мумий из коллекции Государственного Музея Изобразительных Искусств им. А.С. Пушкина в Национальном исследовательском центре «Курчатовский институт» // Кристаллография. – 2018. – Т. 63. – № 3. – С. 479–485.

[163] Яцишина Е.Б. и др. Комплексное исследование египетских мумий из коллекции Государственного музея изобразительных искусств им. А.С. Пушкина (методические аспекты) // Археология, этнография и антропология Евразии. – 2019. – Т. 47. – № 3. – С. 136–145.

[164] Applbaum N., Applbaum Y.H. The use of medical computed tomography (CT) imaging in the study of ceramic and clay archaeological artifacts from the ancient near east // *X-rays for Archaeology*. – 2005. – C. 231–245.