

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
ЛАБОРАТОРИЯ НЕЙТРОННОЙ ФИЗИКИ

На правах рукописи



КИЧАНОВ СЕРГЕЙ ЕВГЕНЬЕВИЧ

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ НЕЙТРОННОЙ
РАДИОГРАФИИ И ТОМОГРАФИИ НА ИМПУЛЬСНОМ
ВЫСОКОПОТОЧНОМ РЕАКТОРЕ ИБР-2 И
СТАЦИОНАРНОМ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОМ РЕАКТОРЕ
ВВР-К**

01.04.01 - Приборы и методы экспериментальной физики

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
доктора технических наук

Дубна - 2021

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

Научный консультант Козленко Денис Петрович
доктор физико-математических наук, начальник
научно-экспериментального отдела нейтронных
исследований конденсированных сред Лаборатории
нейтронной физики им. И.М.Франка,

Официальные оппоненты Эм Вячеслав Терентьевич,
доктор физико-математических наук, профессор,
Национальный исследовательский центр
«Курчатовский институт», начальник отдела

Асадчиков Виктор Евгеньевич
доктор физико-математических наук, профессор,
Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова,
Федеральный научно-исследовательский центр
«Кристаллография и фотоника» Российской академии
наук, заведующий лабораторией рефлектотрии и
малоуглового рассеяния

Тютюнников Сергей Иванович
доктор технических наук,
начальник отделения научно-методических
исследований и инноваций, Лаборатория физики
высоких энергий Объединенного института ядерных
исследований

С электронной версией диссертацией можно ознакомиться на официальном сайте
Объединенного института ядерных исследований в информационно-
телекоммуникационной сети «Интернет» по адресу:
<https://dissertations.jinr.ru/ru/Councils/NuclearPhysicsCouncil/Dissertations>. С печатной
версией диссертации можно ознакомиться в Научно-технической библиотеке ОИЯИ
(г. Дубна, Московская область, ул. Жолио-Кюри, д. 6).

Ученый секретарь диссертационного совета,
доктор физико-математических наук

Г.А. Карамышева

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Прогресс в современной прикладной экспериментальной физике неразрывно связан с развитием новых методов структурной диагностики материалов, обладающими теми или иными функциональными свойствами [1]. Довольно широкий спектр наблюдаемых в разнообразных материалах физических свойств и явлений могут быть обусловлены определенными локальными структурными неоднородностями на микронном уровне: пространственной неравномерностью распределения химических компонентов, наличием трещин или полостей внутри конечного продукта, неравномерностью химического состава, и т.п. Детальные исследования структурного аспекта формирования того или иного физического явления на микронном уровне обеспечивают возможность контроля за определенным функциональным свойством материала через понимание механизмов на уровне структурной организации. Следует отметить, что особенности и природа взаимодействия нейтронов с веществом определяют дополнительные преимущества нейтронных методов структурной диагностики в сравнении с рентгеновскими: высокое проникновение нейтронов в толщу массивных объектов, чувствительность к наличию воды или других водородосодержащих соединений внутри крупных массивных объектов, заметный радиографический контраст между компонентами, содержащими легкие или тяжелые элементы, возможности по исследованию магнитных свойств материалов. Различия в полном сечении поглощения нейтронов для разных элементов позволяют визуализировать распределение неоднородностей состава или структуры в исследуемых объектах и материалах, получать их трехмерную (3D) модель для дальнейшего анализа с пространственной точностью на уровне долей миллиметра [2, 3]. В связи с этим, на импульсных и стационарных источниках нейтронов требуется разработка и внедрение новых методов, или оптимизация и развитие уже существующих приемов и алгоритмов нейтронной структурной диагностики сложных материалов на микронном структурном уровне. Одним из таких методов структурной диагностики на микронном уровне является метод нейтронной радиографии [3, 4]. С помощью этого метода за счет разной степени ослабления интенсивности нейтронного пучка при прохождении через материалы различного химического состава, плотности и толщины компонентов изучаемого объекта можно получить информацию о внутреннем строении исследуемых материалов с пространственным разрешением на микронном уровне. С помощью нейтронной радиографии получается двумерная проекция или нейтронное изображение объекта, а для получения трехмерного изображения или модели служит метод нейтронной томографии. В

методе нейтронной томографии выполняется объемная реконструкция внутреннего строения исследуемого объекта из набора радиографических проекций, полученных при различных угловых положениях образца относительно направления пучка.

Метод нейтронной радиографии и томографии, как представитель семейства методов неразрушающего контроля, получил широкое распространение в научных прикладных исследованиях технологических и инженерных объектов [5]; в палеонтологии и геофизике; изучении источников электрического тока и батарей; процессов, связанных с проникновением воды в толщу строительных материалов. В последние годы наметился бурный рост научных междисциплинарных работ по неразрушающим исследованиям редких и уникальных объектов культурного наследия. Следует отметить, что всесторонние исследования объектов культурного наследия, уносящие нас вглубь веков и позволяющие проследить становление и развитие цивилизаций и этносов, являются одной из важнейших задач экспериментальной археологии [6].

С учетом высокой прикладной ценности метода нейтронной радиографии и томографии в настоящее время наблюдается большая активность в развитии методов нейтронной радиографии и томографии и создании специализированных экспериментальных установок в нейтронных центрах во всем мире [7].

Основной целью диссертационной работы является разработка, реализация и развитие экспериментально-методической базы метода нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2 и стационарном источнике нейтронов – исследовательском реакторе ВВР-К; комплексное применение этого нейтронного метода и алгоритмов анализа радиографических данных, экспериментальных подходов и интерпретации полученных результатов для прикладных исследований цементных материалов, объектов культурного наследия, горных пород и метеоритов.

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

1. Разработка и реализация детекторного блока на основе сцинтилляционного экрана с использованием двухзеркальной схемы для экспериментальной станции нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2 (ОИЯИ, г. Дубна, Россия).

2. Разработка и реализация блока нейтронных фильтров для экспериментальной станции нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2 (ОИЯИ, г. Дубна, Россия).
3. Разработка и реализация основных элементов экспериментальной станции для нейтронной радиографии и томографии на исследовательском реакторе ВВР-К (ИЯФ, г. Алматы, Республика Казахстан): блока коллиматоров и нейтронных фильтров, коллиматорной вакуумированной системы, детекторной системы, системы биологической защиты.
4. Разработка, адаптация уже существующих и применение методов и алгоритмов анализа двухмерных и трёхмерных данных нейтронной радиографии и томографии, алгоритмов восстановления данных нейтронной томографии, приемов анализа трехмерных нейтронных данных.
5. Исследование пространственного распределения неоднородностей, трещин и полостей в цементных материалах, используемых в строительстве хранилищ радиоактивных отходов, методом нейтронной радиографии и томографии. Исследование кинетики застывания цементных материалов, используемых в строительстве хранилищ радиоактивных отходов, в зависимости от химического состава цементных паст методами нейтронной радиографии.
6. Исследование динамических процессов проникновения воды в строительные цементные материалы методом нейтронной радиографии. Исследование кинетики плавления смеси кварцевых зерен и льда методом нейтронной радиографии.
7. Исследование пространственного распределения минералов в метеоритах методом нейтронной дифракции и томографии.
8. Исследование пространственного распределения минералов в модельных горных породах. Нахождение объемных распределений и морфологических особенностей зерен биотита в гранитных образцах.
9. Применение метода нейтронной радиографии и томографии и алгоритмов обработки трехмерных данных для исследования пространственного распределения различных фаз, компонентов и структурных элементов в объектах культурного наследия.

В диссертационной работе представлены результаты по разработке и развитию методической базы, оптимизации и адаптации алгоритмов анализа и методов интерпретации структурных данных для метода нейтронной радиографии и томографии, результаты прикладных исследований структурных неоднородностей с помощью этого метода. В качестве конкретных иллюстраций методических и экспериментальных

возможностей метода нейтронной радиографии и томографии приводятся результаты комплексных исследований цементных материалов, объектов культурного наследия, метеоритов и горных пород. Комплиментарный подход к исследованиям особенностей этих материалов позволяет получить достоверную и непротиворечивую информацию об аспекте формирования определенных физических свойств этих материалов на микронном структурном уровне: распределении минеральных и фазовых компонентов в объеме, геометрии внутренних неоднородностей, морфологии составных компонентов, и др.

Для экспериментальной реализации научных задач диссертации – выявление особенностей пространственного распределения компонентов на микронном уровне с характеристическими размерами исследуемых объектов от 100 мкм до нескольких сантиметров привлекался метод нейтронной радиографии и томографии. С определяющим вкладом автор диссертации участвовал в разработке и создании специализированной станции [8] для исследований с помощью нейтронной радиографии и томографии на реакторе ИБР-2 (г. Дубна, Россия) и станции нейтронной радиографии ТИТАН [9] на реакторе ВВР-К (г. Алматы, Казахстан). Помимо метода нейтронной радиографии и томографии в получении представленных в диссертации результатах использовались комплиментарные методы исследования: метод нейтронной дифракции и Рамановской спектроскопии. Надежным экспериментальным методом получения информации о кристаллической структуре материалов является метод дифракции нейтронов. Этот метод позволяет изучать структуру материалов, содержащих легкие атомы или элементы с близкими атомными номерами, что во многих случаях (особенно в системах с разупорядочением легких атомов: водорода или кислорода) затруднительно сделать с помощью рентгеновской дифракции. Также важным фактором является высокая проникающая способность нейтронов. Эксперименты по нейтронной дифракции проводились на специализированных нейтронных дифрактометрах для исследования микрообразцов ДН-6 и ДН-12 [10] на высокопоточном импульсном реакторе ИБР-2. Также комплиментарным методом является один из методов исследования вибрационных спектров атомов - метод комбинационного рассеяния света или метод Рамановской спектроскопии.

В качестве демонстрации возможностей метода нейтронной радиографии и томографии для исследований неоднородностей на микронном уровне для исследований были выбраны определенные модельные объекты: цементные материалы, используемые для строительства хранилищ радиоактивных отходов, строительные цементные материалы, ряд объектов культурного наследия, метеориты и горные породы. В диссертационной

работе приводятся как результаты исследований пространственного распределения пор и трещин внутри цементных материалов, так и результаты исследований процессов затвердевания цементной пасты и смеси льда с кварцевыми зёрнами методом нейтронной радиографии и томографии. Интересными и редкими объектами исследования являются метеориты. Внутренняя структура и фазовый состав различных типов метеоритов могут быть изучены методами нейтронной дифракции и томографии для определения минерального состава метеоритов и пространственного распределения различных компонентов в объеме этих астрофизических объектов. Также, в качестве наглядной иллюстрации возможностей метода нейтронной радиографии и томографии приводятся результаты исследований объектов культурного наследия [6,11]. Результатами неразрушающих нейтронных исследований таких объектов является их внутренняя структура, пространственное распределение компонентов, технологические особенности скрытых частей разнообразных археологических находок. В диссертационной работе приводятся основные результаты по исследованию таких объектов методом нейтронной радиографии и томографии и применения специальных алгоритмов для анализа трехмерных моделей с целью выявления технологических и мануфактурных источников объектов культурного наследия.

Научная новизна результатов работы

Все представленные в диссертации результаты как научного, так и методического характера получены впервые. При определяющем вкладе автора диссертации были разработаны и реализованы основные узлы экспериментальных установок для структурной диагностики на импульсных и стационарных источниках нейтронов: специализированной станции для исследований с помощью нейтронной радиографии и томографии на реакторе ИБР-2 (г. Дубна, Россия) и станции нейтронной радиографии и томографии ТИТАН на реакторе ВВР-К (г. Алматы, Казахстан).

Для демонстрации возможностей созданных экспериментальных станций, а также метода нейтронной радиографии и томографии в целом, были выбраны несколько научных направлений, реализуемых на этих станциях: пространственное распределение неоднородностей внутри массивных объектов, кинетика динамических процессов, получение и анализ трехмерных моделей редких объектов природного и культурного наследия. Уникальность исследуемых объектов, возможности метода нейтронной радиографии и томографии, комплексный подход в научных исследованиях – все это

однозначно определяют научную новизну методических и научных результатов диссертации.

Применение метода нейтронной радиографии и томографии, комплексный подход к исследованиям, а также применение современных алгоритмов анализа экспериментальных данных позволяет определить механизмы формирования тех или иных физических свойств исследуемых материалов, выявить доминирующие структурные факторы на микронном уровне структурной организации. Публикация результатов в рецензируемых зарубежных и российских журналах, доклады на международных и национальных научных конференциях определяют достоверность результатов диссертации.

Среди конкретных новых научных и методических результатов диссертационной работы следует отметить следующие:

1. Выполнены работы по разработке, компоновке и тестированию новой детекторной системы на основе двухзеркальной схемы для подавления эффектов деградации электроники видеокамеры для установки нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2.
2. Разработана и реализована схема томографической моды для установки нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2 и исследовательском реакторе ВВР-К.
3. Выполнены работы по разработке, компоновке и тестированию основных узлов: блока коллиматоров и нейтронных фильтров, коллиматорной вакуумированной системы, детекторной системы, системы биологической защиты, - для установки нейтронной радиографии и томографии на исследовательском реакторе ВВР-К (г. Алматы, Республика Казахстан).
4. Выполнены работы по разработке и компоновке блока нейтронных фильтров для подавления паразитных излучений для установки нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2.
5. Разработаны, модифицированы уже существующие и применены алгоритмы первичной нормировки и сегментации двумерных нейтронных данных; алгебраических и итерационных алгоритмов восстановления нейтронной томографии; алгоритмов сегментации, морфологических расчетов и статистического анализа трехмерных нейтронных данных для прикладных исследований с помощью метода нейтронной радиографии и томографии.

6. Получены пространственные распределения трещин и полостей в цементных материалах, используемых в строительстве хранилищ радиоактивных отходов, по данным метода нейтронной томографии. Установлены зависимости размеров и количества внутренних объемов богатых водой от особенностей химического синтеза цементных материалов.
7. Получены временные характеристики процесса застывания цементных паст, используемых в строительстве хранилищ радиоактивных отходов, в зависимости от химического состава материала методами нейтронной радиографии и дифракции.
8. Обнаружено повышение температуры плавления смеси кварцевых зерен и льда при увеличении размеров кварцевых гранул из данных методов нейтронной радиографии и нейтронной дифракции.
9. Получено пространственное распределение минеральных компонентов метеоритов Сеймчан и Челябинск методом нейтронной дифракции и томографии. Получены объемные распределения металлических фаз в объеме этих метеоритов. Получены морфологические параметры для оливиновой компоненты метеоритов из данных нейтронной томографии.
10. Предложены алгоритмы анализа нейтронных томографических данных модельных горных пород: гранитов и гнейсов из Кольской сверхглубокой скважины. Получены пространственные распределение и морфологические параметры зерен биотита в этих модельных образцах горных пород.
11. С учетом уникальности объектов культурного наследия получены данные по пространственному распределению составных фаз и внутренних компонентов в ряде объектов культурного наследия. Особенности формирования нейтронного контраста позволили выявить конструкционные особенности, элементы скрытого декора, фазовый состав и пространственное распределение фаз в объектах культурного наследия.
12. Обнаружена фазовая сегрегация в серебрянных монетах древней Булгарии и Боспора. Получено пространственное распределение фаз меди и серебра в монетах, получены объемные фракции этих фаз из данных нейтронной дифракции.

Положения, выносимые на защиту:

1. Принцип и реализация детекторной системы на основе двухзеркальной схемы для подавления деградации электроники видеокамеры для экспериментальной станции нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе

- ИБР-2 (г. Дубна, Россия) и станции нейтронной радиографии и томографии на стационарном исследовательском реакторе ВВР-К (г. Алматы, Республика Казахстан).
2. Приборно-методическая база для реализации томографической моды для установки нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2 (г. Дубна, Россия) и станции нейтронной радиографии и томографии на стационарном исследовательском реакторе ВВР-К (г. Алматы, Республика Казахстан).
 3. Схема реализации и приборно-методическая база для системы формирования нейтронного пучка станции нейтронной радиографии и томографии на стационарном исследовательском реакторе ВВР-К (г. Алматы, Республика Казахстан).
 4. Приемы и программные алгоритмы восстановления нейтронных томографических данных, алгоритмы сегментации двумерных и трехмерных нейтронных данных, оптимизация процедур скелетализации и расчета локальной толщины для нейтронных данных установки нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2 (г. Дубна, Россия).
 5. Полученные из данных нейтронной томографии пространственные распределения длин и толщин внутренних трещин и полостей, а также богатых водой объемов, в модельных цементных материалах, используемых в строительстве хранилищ радиоактивных алюминиевых отходов. Корреляция характеристических параметров внутренних полостей и трещин от особенностей химического синтеза соответствующих цементных паст.
 6. Изменение коэффициентов поглощения нейтронов в процессе затвердевания цементных материалов, используемых в строительстве хранилищ радиоактивных отходов. Временные характеристики процесса затвердевания цементов по данным нейтронной радиографии и дифракции. Зависимости характеристик кинетики процесса застывания цементных паст от особенностей химического синтеза.
 7. Изменение температуры плавления смеси воды и гранулированного оксида кремния в зависимости от размеров гранул оксида кремния по данным нейтронной радиографии и нейтронной дифракции.
 8. Кинетические параметры проникновения воды в строительные цементные материалы по данным нейтронной радиографии. Зависимости этих кинетических параметров от особенностей приготовления цементных материалов.

9. Полученное из данных нейтронной томографии пространственное распределение составных минералов во фрагментах метеоритов Сеймчан и Челябинск. Рассчитанные из данных нейтронной томографии морфологические параметры железоникелевого и оливинового компонента для метеорита Сеймчан. Структурные параметры основных минеральных компонентов метеорита Челябинск.
10. Пространственное и ориентационное распределение минералов в модельных горных материалах, в том числе из Кольской сверхглубокой скважины, по данным нейтронной томографии.
11. Восстановленные из данных нейтронной томографии трехмерные модели объектов культурного наследия. Пространственное распределение компонентов в объеме объектов культурного наследия. Пространственное распределение составных фаз объектов древнерусского культурного наследия, восстановление скрытых декоративных элементов и элементов крепежа, количественные характеристики элементов конструкции археологических объектов древнерусского зодчества.
12. Фазовое разделение серебра и меди в нумизматическом материале древней Булгарии и Боспора по данным нейтронной дифракции. Пространственное распределение фазы серебра и меди в мультидирхеме Булгарии и боспорских статерах по данным нейтронной томографии.

Теоретическая и практическая значимость работы

Метод нейтронной радиографии и томографии, как представитель семейства методов неразрушающего контроля, получили широкое распространение в научных прикладных исследованиях технологических и инженерных объектов; в палеонтологии и геофизике; изучении источников электрического тока и батарей; процессов, связанных с проникновением воды в толщу различных материалов, неразрушающим исследованием редких и уникальных объектов культурного наследия. С учетом высокой прикладной ценности метода нейтронной радиографии и томографии в данный момент во всех ведущих мировых нейтронных центрах ведутся работы по созданию и развитию экспериментальных методов нейтронной радиографии и томографии. С учетом важности таких методов неразрушающего контроля на 14 канале импульсного высокопоточного реактора ИБР-2 построена специализированная экспериментальная станция нейтронной радиографии и томографии. Эта станция в настоящее время находит широкое применение в исследованиях материалов и изделий технологического назначения, палеонтологических и геофизических объектов, объектов культурного наследия. В рамках международного сотрудничества Объединенного института ядерных (г. Дубна, Россия) с участием автора построена и

запущена в эксплуатацию специализированная экспериментальная станция нейтронной радиографии и томографии ТИТАН на исследовательском реакторе ВВР-К.

Разработка, адаптация и применение методов и алгоритмов первичной обработки данных нейтронной радиографии и томографии, восстановления трехмерных моделей из данных нейтронной томографии, анализа трёхмерных данных являются универсальными инструментами и могут использоваться на других установках по нейтронной радиографии и томографии.

Исследования цементных материалов, используемых для постройки хранилищ радиоактивных отходов методом нейтронной радиографии и томографии открывают возможности развитие метода структурной диагностики такого типа материалов, когда из пространственного распределения внутренних компонентов можно предсказывать параметры механической прочности или возможности проникновения воды в хранилище.

Исследования распределения воды в толще массивных объектов, а также кинетики проникновения воды в строительные материалы являются одним из прикладных аспектов метода нейтронной радиографии. Соответствующие результаты демонстрируют экспериментальные возможности метода нейтронной радиографии в неразрушающей диагностике материалов.

Неразрушающая структурная диагностика метеоритов и горных пород, алгоритмы анализа двухмерных (2D) и трехмерных (3D) данных могут применяться в других структурных томографических исследованиях. Алгоритмы и подходы к анализу трехмерных моделей, восстановленных из данных нейтронной томографии, позволяют получить пространственное распределение, морфологические параметры внутренних включений, количественные характеристики для объемного распределения минералов и фаз в различных объектах исследования: конструкционных материалах, горных породах, инженерных деталях, объектах палеонтологии. По сути, метод нейтронной томографии является единственным достоверным методом исследования внутренних неоднородностей массивных металлических объектов, а предложенные в диссертационной работе подходы к анализу нейтронных трехмерных данных являются фактически основными расчетными приемами для получения количественных характеристик исследуемых объектов.

Представленные в диссертационной работе результаты по нейтронным исследованиям объектов культурного наследия являются единственными

систематическими исследованиями археологического материала в Российской Федерации. Результаты исследований объектов из археологических источников древней Фанагории, Тверского клада, сарматских захоронений являются уникальными не только в Российской Федерации, но и за рубежом. Нейтронные данные по неразрушающей диагностике фазовой сегрегации серебрянных монет являются первыми в мире экспериментальными подтверждениями этого явления в нумизматическом материале. Кроме этого, результаты исследования объектов культурного наследия из Тверского клада послужили формированию, так называемого, направления неразрушающей реставрации объектов археологии. На основании результатов диссертации: получаемой информации о внутреннем устройстве объектов культурного наследия, о структуре скрытых узлов или крепежа, о пространственном распределении различных фаз, о скрытых элементах декора,- археологи и историки предлагают концепции и модели культурно-исторических или мануфактурных источников того или иного объекта культурного наследия. Результаты исследования объектов культурного наследия послужили базисом для включения методов нейтронной радиографии и томографии в общий протокол исследований и диагностики археологических материалов.

Степень достоверности результатов подтверждается корректной постановкой задачи и обоснованным выбором методов исследования, регулярным контролем качества аналитических процедур, сходимостью результатов, полученных альтернативными или комплиментарными методами структурной диагностики. Полученные экспериментальные данные анализировались и сопоставлялись с известными экспериментальными результатами других исследователей. Все включенные в диссертационную работу результаты опубликованы в рецензируемых журналах и прошли апробацию в виде докладов на международных и российских научных конференциях.

Апробация результатов. Основные результаты работы были доложены и обсуждены на международных и национальных конференциях: конференция «Практическая микротомография» (1 - 4 октября 2014 года, Санкт-Петербург, Россия); 10th World Conference on Neutron Radiography (WCNR-10), (5-10 октября 2014, Гринделвальд, Швейцария); VI European Conference on Neutron Scattering ECNS (30 августа-04 сентября 2015, Сарагоса, Испания); Workshop on Condensed matter research by means of neutron scattering methods (4-7 июня 2015, Констанца, Румыния); 8th International Topical Meeting on Neutron Radiography (4-8 сентября 2016, Пекин, Китай); Конференция по использованию рассеяния нейтронов в конденсированных средах РНИКС-2018 (17-21 сентября 2018 г, Петергоф, Санкт-Петербург, Россия); 18th International Balkan Workshop on Applied Physics

and Materials Science IWAP-2018 (10-13 июня 2018 г., Константа, Румыния); Научный семинар «Археология Подмосковья», Москва, Институт археологии РАН (19-21 февраля 2018 г., Москва, Россия); The 19th International Seminar on “Neutron Scattering Investigation in Condensed Matter”, 23-25 May 2018 (Познань, Польша); 19th International Balkan Workshop on Applied Physics and Materials Science IWAP-2019 (16-19 июня 2019 г., Константа, Румыния); 53-я Школа ПИЯФ по Физике Конденсированного Состояния, 11-16 марта 2019, Санкт-Петербург; European Conference on Neutron Scattering ECNS-2019 (30 июня-05 июля 2019, Санкт-Петербург, Россия)., всероссийская научная конференция “Практическая микротомография” (7-9 ноября 2018 г., г. Москва, Россия), Condensed Matter Research at IBR-2 reactor (Dubna, Russia, 12-16 October 2020).

Результаты, вошедшие в диссертационную работу, отражены в 33 публикациях в национальных и международных журналах, из них - 28 публикаций в журналах, индексируемых в международных системах Scopus и Web of Science. Результаты диссертации также докладывались на научных семинарах в Лаборатории нейтронной физики и в других научных центрах. Список основных публикаций по диссертационной работе представлен в конце автореферата диссертационной работы.

Личный вклад автора

Следует отметить определяющий вклад автора диссертации в разработку и создание детекторной системы на основе двух зеркальной схемы, разработку и реализацию блока нейтронных фильтров и блока коллиматоров для двух установок для исследований с помощью метода нейтронной радиографии и томографии: на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2 (ОИЯИ, г. Дубна, Россия) и на исследовательском реакторе ВВР-К (ИЯФ, г. Алматы, Республика Казахстан). Автор диссертации адаптировал для нейтронных радиографических данных комплекс программных средств для обработки и анализа нейтронных радиографических изображений, алгоритмов восстановления томографии, алгоритмов анализа трехмерных данных.

Определение направлений исследований, постановка научных задач, их экспериментальная реализация, обработка, анализ и обобщение полученных результатов осуществлялись лично автором. Автор самостоятельно получил и проанализировал нейтронные данные по исследованию всех исследуемых объектов методом нейтронной радиографии и томографии.

Большую часть публикаций диссертации автор подготовил самостоятельно, начиная от анализа данных и заканчивая подготовкой текста статей. Из работ, выполненных в соавторстве, в диссертацию включены результаты, полученные при определяющем участии автора в постановке задач, разработке методов их решения, и анализа экспериментальных данных. Основные положения, выносимые на защиту, отражают персональный вклад автора в опубликованные работы.

Образцы для исследований были получены от М. Балашою, С. Драголичи, И.А. Сапрыкиной, Л. Калводы, А.В. Пахневича. Детальное обсуждение результатов проводилось с участием научного консультанта - Д.П. Козленко. Автор также благодарен А.В. Белушкину, Б.Н. Савенко, К.М. Подурцу за осуждение результатов диссертации. Автор искренне благодарит Е.В. Лукина, К.М. Назарова, М. Кенессарина и А.В. Руткаускаса за помощь в проведении как методических работ, так и в реализации нейтронных радиографических экспериментов.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и библиографии. В заключении изложены основные результаты и выводы диссертации. Работа изложена на 226 страницах и включает в себя 102 рисунка и 15 таблиц. Список литературы содержит 340 работ.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

В **Первой главе** приводится обзор и теоретические основы разрабатываемых и применяемых для структурной диагностики на микронном уровне методов нейтронной радиографии и томографии. Основной акцент сделан на развитие экспериментальных методов и приемов выявления структурного аспекта формирования физических свойств различных материалов, подходов в анализе экспериментальных данных. Кроме этого, дается подробная информация о физических свойствах исследуемых в диссертационной работе модельных объектах: цементных материалов, объектов культурного наследия, метеоритов и горных пород.

Вторая глава посвящена детальному описанию экспериментальных методов, на развитие и применение которых направлена настоящая диссертационная работа. Приводится подробное описание экспериментальных станций нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2 [8,12] и исследовательском

реакторе ВВР-К [9], а также методических приемов и алгоритмов анализа экспериментальных нейтронных двумерных и трехмерных данных.

На модернизированном импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2 создана экспериментальная станция для проведения исследований с помощью метода нейтронной радиографии и томографии. Нейтронный пучок сечением 200x200 мм формируется системой коллиматоров, для которой значение характеристического параметра L/D может варьироваться от 200 до 2000. Детекторная система базируется на сцинтилляционном экране ${}^6\text{LiF}/\text{ZnS}$ с регистрацией изображений высокочувствительной видеокамерой на основе CCD матрицы высокого разрешения. Схема основных узлов экспериментальной установки для нейтронной радиографии и томографии представлена на Рисунке 1.

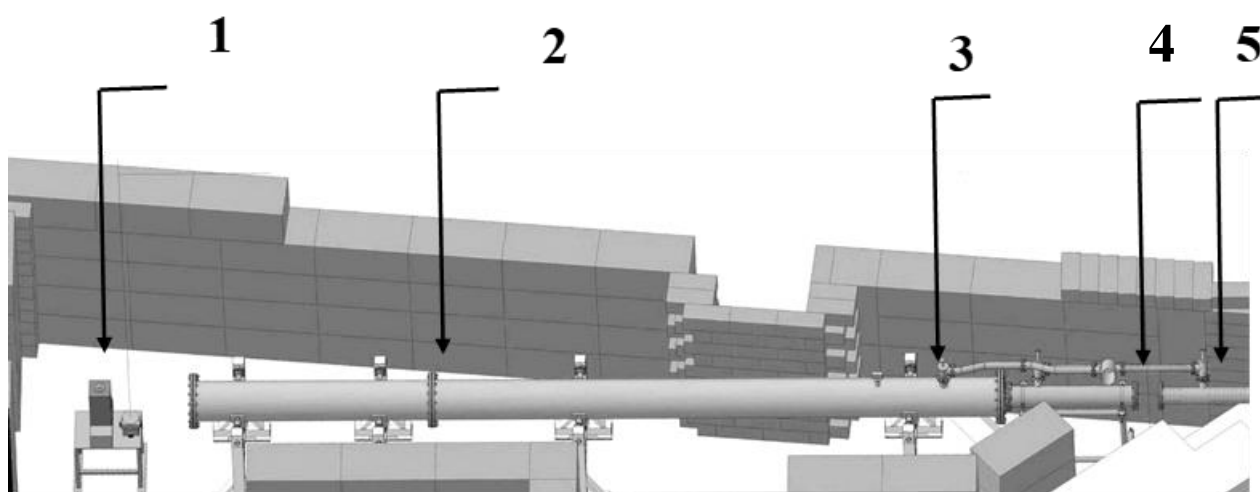


Рисунок 1. Схема основных узлов экспериментальной установки для исследований с помощью нейтронной радиографии и томографии на 14-ом канале реактора ИБР-2: 1 – детекторная система и система поворотных и наклонных гониометров для позиционирования исследуемого образца в нейтронном пучке; 2 – вакуумированный кожух системы коллиматоров, формирующих нейтронный пучок; 3 – вакуумный пост для откачки воздуха из кожуха системы коллиматоров; 4 – место расположения монокристаллического висмутового и сапфирового фильтра для нейтронного пучка; 5 – закладная труба для коллиматоров, формирующих пучок от замедлителя реактора

В диссертационной работе подробно описаны технические параметры высокочувствительной видеокамеры высокого разрешения и ее оптической системы. Конвертация нейтронов в световые фотоны, регистрируемые видеокамерой HAMAMATSU, происходит с помощью пластины сцинтиллятора ${}^6\text{LiF}/\text{ZnS}(\text{Ag})$ толщиной 0.2 мм производства фирмы RC TRITEC Ltd (Швейцария). Размер CCD-матрицы составляет 2048×2048 пикселей, каждый пиксель имеет размер 12×12 мкм. Для подавления фона

рассеянных нейтронов от сцинтиллятора и конструктивных элементов детектора в детекторном модуле используется двухзеркальная схема. Световое изображение фокусируется на CCD-матрице объективом TAMRON с переменным фокусным расстоянием 70-300 мм. Все оптические системы детектора находятся в светозащитном кожухе. Фотография детекторной системы на основе CCD видеокамеры используемой в экспериментальной установке нейтронной радиографии и томографии, также представлена на Рисунке 2.

Размер одного пикселя нейтронного радиографического изображения составляет 52×52 мкм, а пространственное разрешение изображений, регистрируемых при размере нейтронного пучка 20×20 см, – 134 мкм (Рисунок 3а).

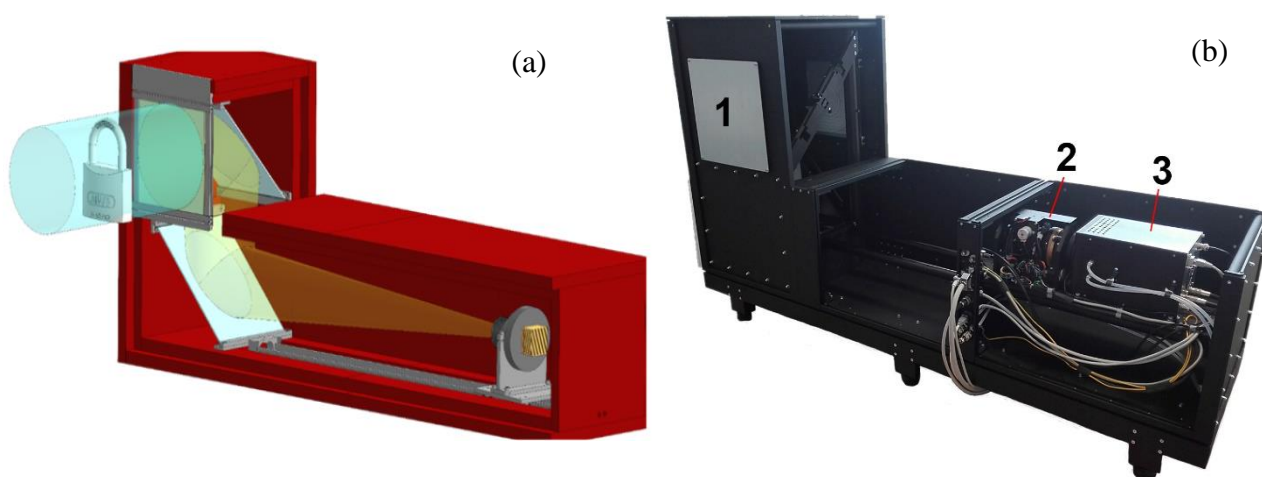


Рисунок 2. (а) Концептуальное представление двухзеркальной схемы детектора для нейтронной радиографии и томографии и (b) фотография реальной детекторной системы на основе двух зеркальной схемы: 1 – нейтронный сцинтиллятор и блок поворотных зеркал; 2 – объектив с переменным фокусным расстоянием; 3 – CCD камера.

Полученные нейтронные изображения корректируются на фоновые шумы детекторной системы и нормализуются на падающий нейтронный пучок с помощью программного пакета ImageJ [13]. Томографическая реконструкция из набора угловых проекций исследуемых объектов осуществляется программой H-PITRE [14] и SYRMAP TOMOGRAPHY PROJECT [15]. Для визуализации и анализа получаемых трехмерных данных используется программный комплекс VGStudio MAX 2.2 фирмы Volume Graphics (Heidelberg, Germany). Технические параметры созданной установки позволяют успешно проводить научные эксперименты по анализу внутреннего строения технологических, инженерных, палеонтологических [16], астрофизических [17,18], геофизических [19] и др.

объектов. В качестве иллюстрации возможностей экспериментальной станции приведены несколько полученных результатов (Рисунок 3).

Таблица 1. Основные параметры экспериментальной установки нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2

Параметр:	
Характеристический параметр коллимации L/D	200-2000
Размер входной апертуры коллиматорной системы D	5 – 50 мм
Расстояние между апертурой системы и положением образца L	10 м
Размеры нейтронного пучка (Field-of-View: FOV детектора)	20x20 см ²
Характеристические параметры регистрирующей видеокамеры	VIDEOSCAN HAMAMATSU
Размер CCD матрицы (пикселей)	4008x2672 2672x2672
Размер CCD матрицы (мм)	36x24
Размер одного пикселя матрицы (мкм)	11x11
Охлаждение	-25 °C

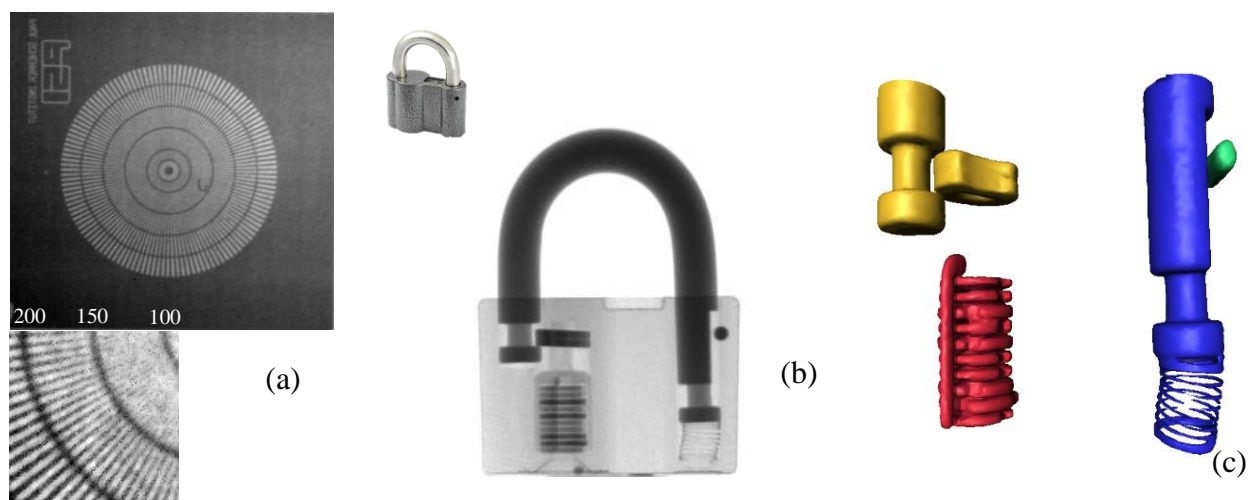


Рисунок 3. (а) Нейтронное изображение гадолиниевого реперного тестового объекта PSI Siemens Star для расчета пространственного разрешения нейтронного радиографического детектора с увеличенным участком с рисками для характерных расстояний между штрихами в микронах. Фотография, нейтронное изображение (b) и восстановленная с помощью нейтронной томографии трехмерная модель (c) внутреннего механизма навесного замка с цветовой сегментацией отдельных частей внутреннего механизма замка

В настоящее время в Институте ядерной физики (г. Алматы, Казахстан) функционирует исследовательский ядерный реактор ВВР-К, на котором проводятся фундаментальные ядерно-физические и материаловедческие исследования, производство радиоизотопов для медицины и промышленности. Технические характеристики этого реактора полностью удовлетворяют требованиям нейтронного источника для создания установки для нейтронной радиографии и томографии. Во второй главе диссертационной работы описываются результаты совместных с Объединенным институтом ядерных исследований (г. Дубна, Россия) работ по созданию новой современной установки для исследований с помощью нейтронной радиографии и томографии [9]. Новая установка для исследования методом нейтронной радиографии и томографии располагается на 1-ом канале реактора ВВР-К. Схематическое представление экспериментальной установки для исследований с помощью метода нейтронной радиографии и томографии представлена на Рисунке 4.

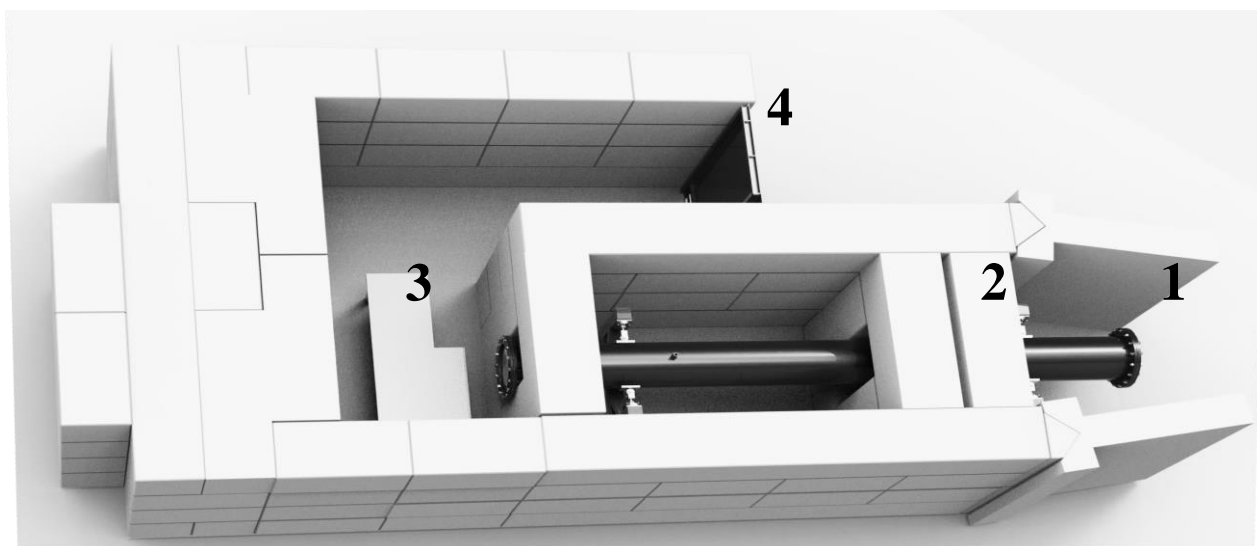


Рисунок 4. Схема основных узлов установки для исследований с помощью нейтронной радиографии и томографии на 1-ом канале реактора ВВР-К: 1 – выход экспериментального нейтронного канала №1; 2 – вакуумированный кожух системы коллиматоров, формирующих нейтронный пучок; 3 – место расположения детекторной системы и поворотных гониометров для нейтронных томографических экспериментов; 4 – входная дверь с замком, блокирующимся при открытом нейтронном канале. Установка окружена бетонной защитой для подавления радиации при проведении экспериментов.

Нейтронный пучок экспериментальной станции ТИТАН формируется с помощью коллиматорной системы (Рисунок 5), состоящей из нескольких борсодержащих полиэтиленовых и кадмиевых дисков с различными коллиматорными отверстиями с переменным диаметром апертуры D от 5 до 90 мм. Коллиматорная система допускает

установку монокристаллического фильтра из сапфира или висмута. С учетом расстояния апертура-детектор L - 7 метров характеристический параметр L/D может быть изменен от 75 до 1400. Кожух коллиматорной системы и системы фильтров засыпается гранулированным бор-полиэтиленом для улучшения фоновых условий. Для регистрации нейтронных изображений используется специальный детектор на двух зеркальной оптической схеме для уменьшения нежелательного фона от перерассеянных нейтронов (Рисунок 2).

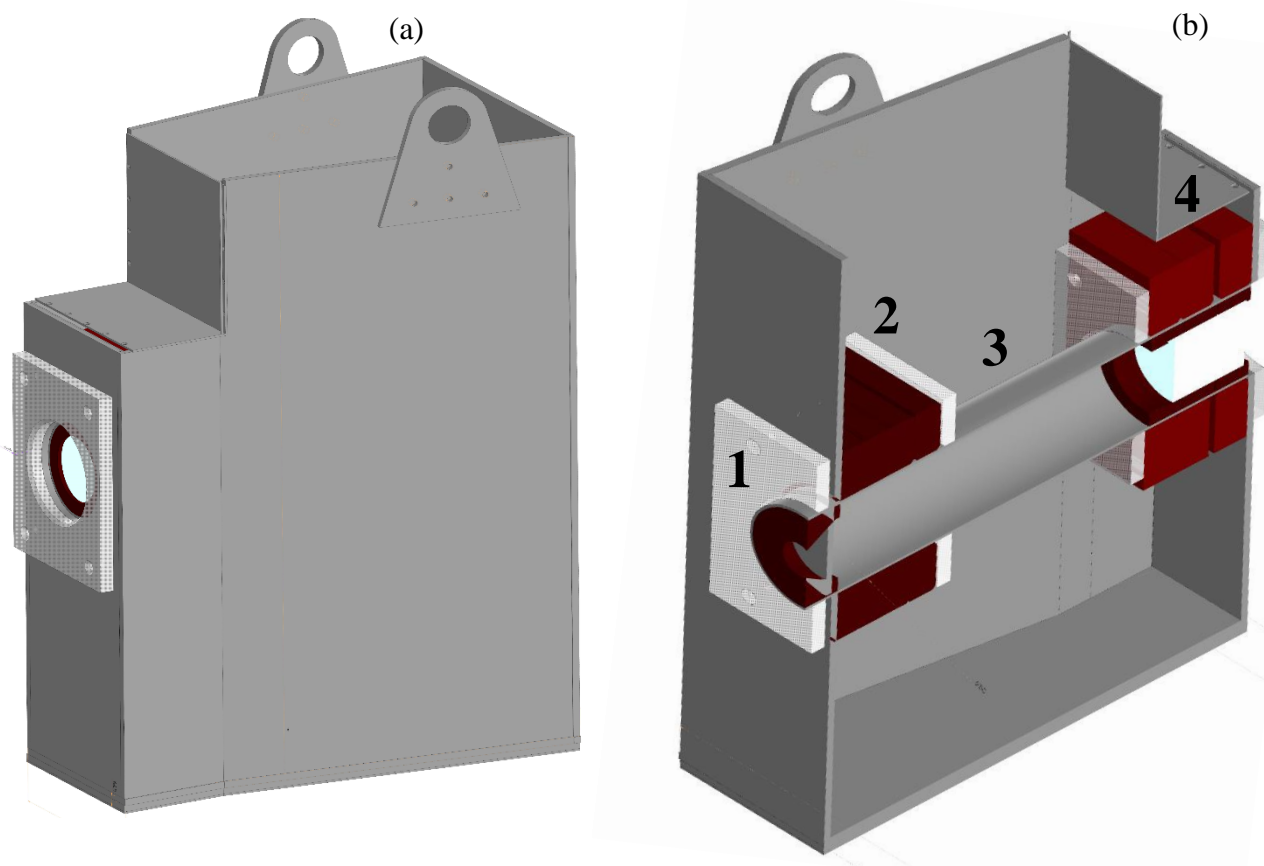


Рисунок 5. (а) Трехмерное представление сборочной схемы блока коллиматоров и фильтров для станции нейтронной радиографии и томографии ТИТАН. (б) Виртуальный разрез модели: 1-входная апертура коллиматорной системы, 2-защита из бор-полиэтилена, 3-пространство для размещения монокристаллического фильтра, 4 – выходная апертура коллиматорной системы с защитой из бор-полиэтилена.

При 20-мм апертуре коллиматорной системы были проведены измерения пространственного разрешения для различных значений площадей зрения (Field-of-view)

детектора. Полученные результаты представлены в Таблице 2. Пространственное разрешение рассчитывалось методом размытия края кадмиевой фольги. Рассчитанные значения пространственного разрешения станции нейтронной томографии приведены в Таблице 2.

Таблица 2. Пространственное разрешение детекторной системы объекта TITAN рассчитанные для различных параметров зон видимости (FOV) детектора.

Зона видимости (мм ²)	Размер пикселя (мкм)	Пространственное разрешение (мкм)
200x200	97.6(6)	232.2(3)
150x150	73.3(2)	184.4(3)
90x90	43.1(9)	144.8(8)

Достаточная интенсивность нейтронного пучка, а также его пространственная однородность (Рисунок 6а) позволяют успешно проводить нейтронные радиографические эксперименты с различными типами исследуемых объектов. В диссертационной работе приводятся результаты экспериментов на станции TITAN.

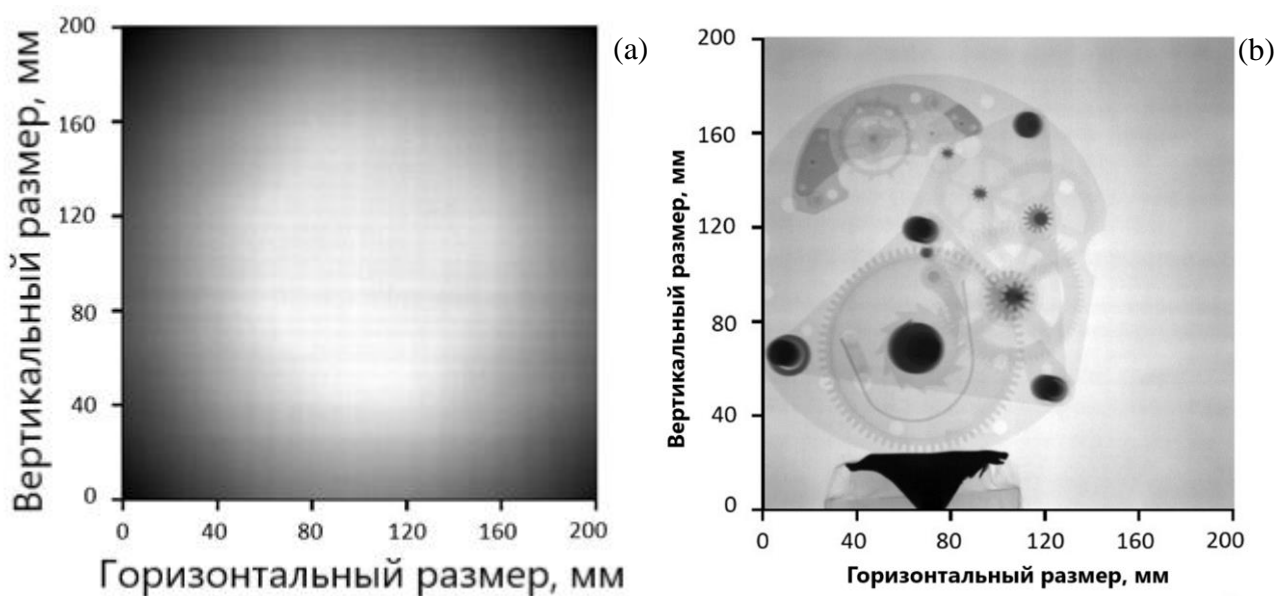


Рисунок 6. (а) Профиль нейтронного пучка установки нейтронной радиографии и томографии TITAN. (б) Пример нейтронного радиографического изображения внутренней части будильника.

Нейтронное изображение пустого открытого нейтронного пучка радиографической станции ТИТАН, а также первое нейтронное изображение внутреннего устройства металлического будильника представлены на Рисунке 6.

Кроме этого, представлено подробное описание других экспериментальных методов, привлекаемых для комплементарных исследований в соответствии с целями диссертации: метода нейтронной дифракции на нейтронных дифрактометрах ДН-12 и ДН-6 (Лаборатория нейтронной физики им. И.М. Франка, ОИЯИ, Дубна), рамановского спектрометра для исследования вибрационных спектров составных компонентов исследуемых объектов.

На рисунке 7 представлена диаграмма прикладных исследований, проведенных на созданных станциях нейтронной радиографии и томографии, результаты которых представлены в диссертационной работе.

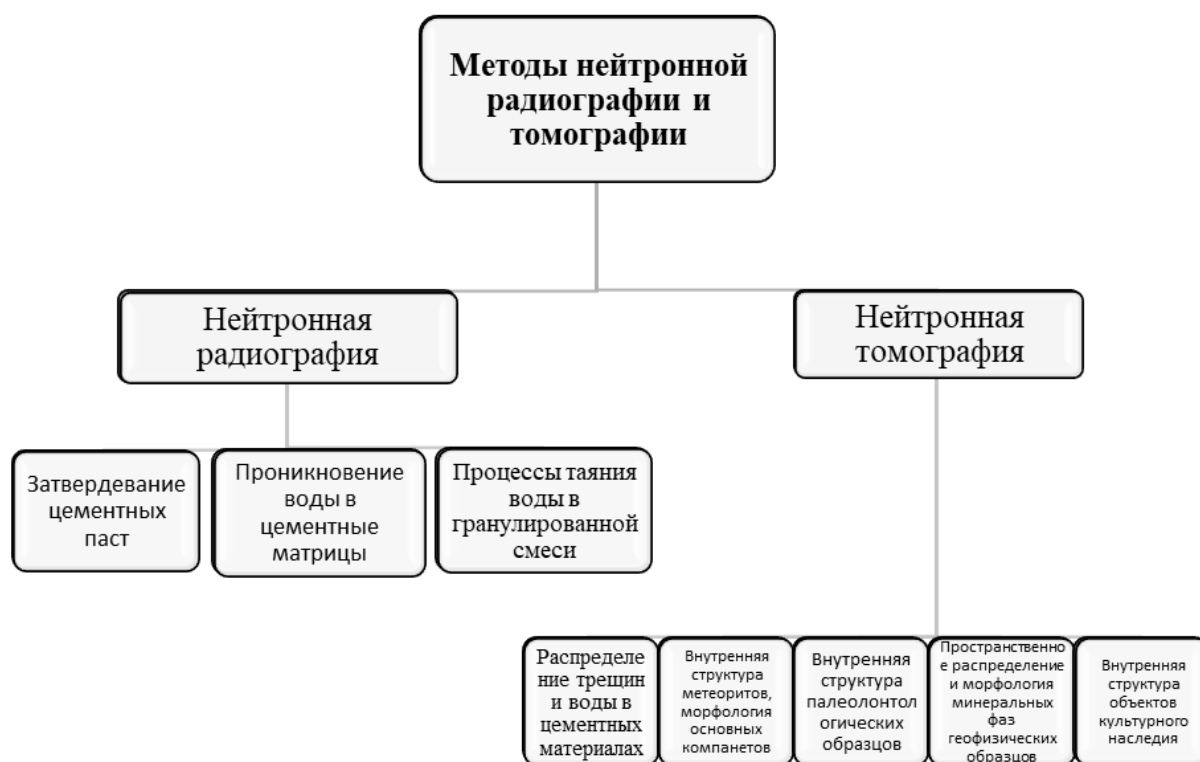


Рисунок 7. Схематическое представление направлений исследований модельных объектов прикладного назначения диссертационной работы

Третья глава посвящена исследованию структурных особенностей и пространственного распределения воды и водородосодержащих компонентов в цементных материалах методом нейтронной радиографии и томографии. Приводятся экспериментально-методические наработки для нейтронных экспериментов в реальном времени [20–22], анализа трехмерных моделей после процедуры восстановления

томографии. Также представлены результаты исследования процессов застывания цементных паст, плавления водно-кварцевой смеси [23], кинетики проникновения воды в строительные цементные материалы. В Главе 3 представлены возможности метода нейтронной радиографии и томографии для исследования структурных неоднородностей на микронном уровне в цементных материалах. Получена структурная информация по пространственному распределению системы трещин и пор и анизотропии распределения воды внутри объема в цементных материалах, используемых при строительстве хранилищ радиоактивных отходов.

Установлены характеристические структурные параметры как внутренних трещин и пор, так и для ограниченных областей богатых водой, в исследуемых цементных материалах [21]. Также, методом нейтронной радиографии исследованы процессы, протекающие в цементных пастах при их затвердевании в присутствии алюминия. Высокая реактивность алюминия вызывает бурное выделение водородосодержащих компонентов из всего объема цементной пасты. В результате этого процесса в застывшем цементе формируются внутренние полости и трещины. Добавление органических компонентов к цементной пасте приводит к замедлению и подавлению процессов вышеупомянутых процессов, что открывает широкие возможности по использованию таких типов цементных образцов в качестве строительных материалов для постройки хранилищ или захоронений радиоактивных отходов, содержащих металлический алюминий. Представлены результаты работ по исследованию процессов абсорбции воды различными цементными материалами.

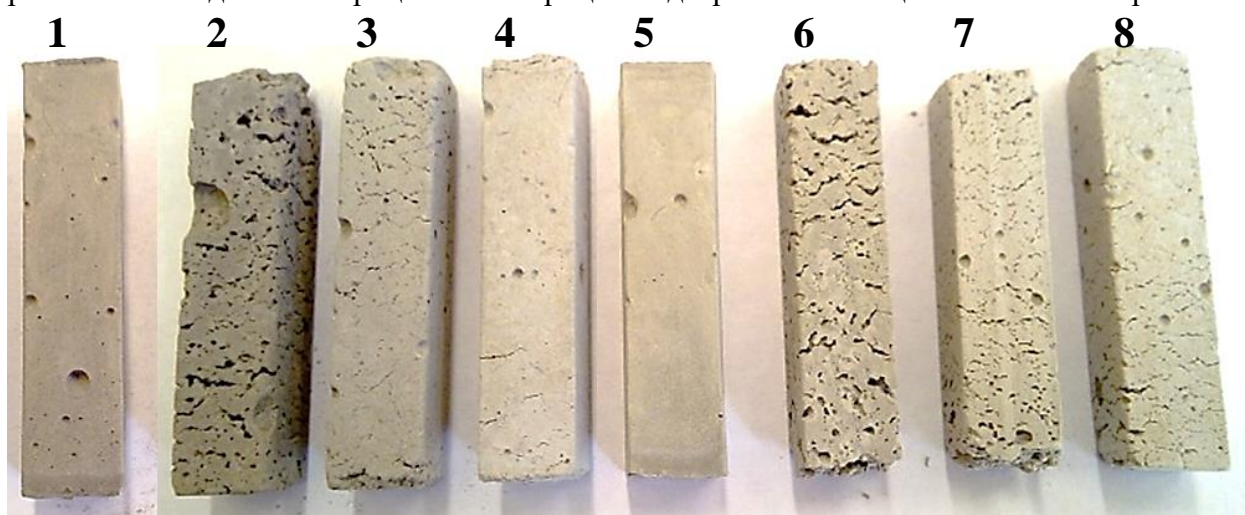


Рисунок 8. Фотографии исследуемых фрагментов цементных материалов.

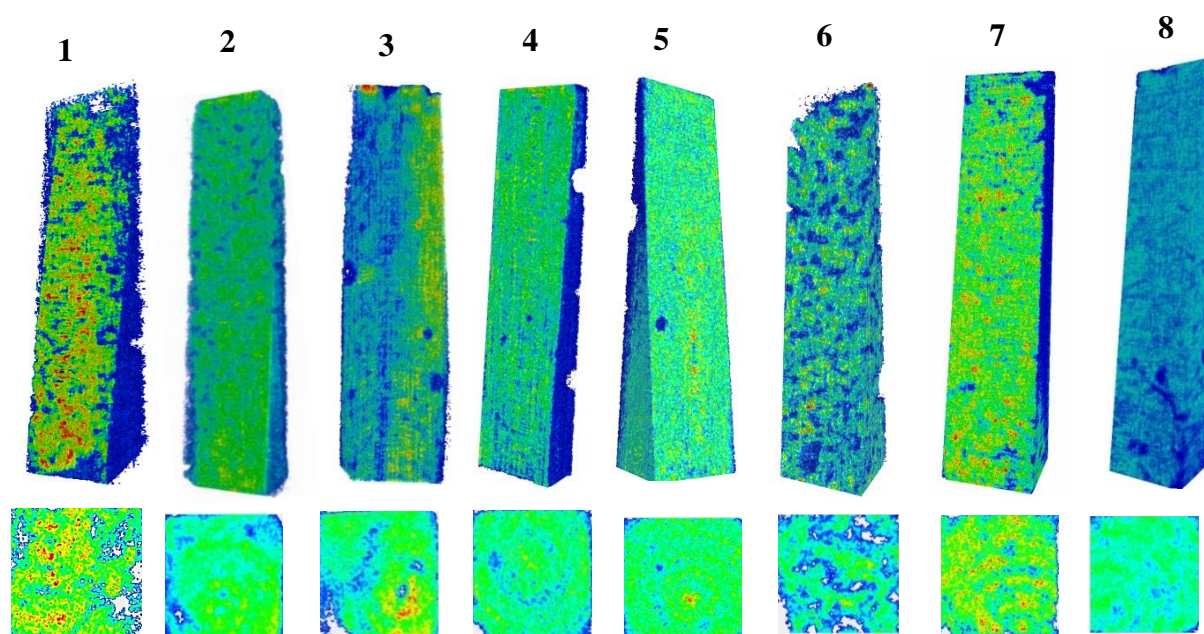


Рисунок 9. Виртуальная трехмерная модель исследуемых образцов цемента, полученная в процессе томографической реконструкции из угловых нейтронных радиограмм. Для восприятия визуальных данных представлены виртуальные разрезы этих 3D-моделей. Внизу представлены примеры томографических срезов исследуемых цементных материалов иллюстрирующие пространственное расположение компонентов: трещин, цемента и богатых водой регионов. Радужная цветовая схема отражает пространственное распределение коэффициентов общего поглощения нейтронов: от синего цвета, соответствующего регионам с низкими коэффициентами поглощения нейтронов (трещины и поры), к красному цвету - для областей с высоким поглощением нейтронов (области богатые водой)

Более детально можно описать исследования внутренней структуры цементных материалов с добавлением алюминиевой компоненты для моделирования процессов трещинообразования в подобных строительных материалах. Исследуемые образцы затвердевшего цемента (Рисунок 8) помещались на гониометр станции нейтронной радиографии и томографии для проведения нейтронографических экспериментов. Примеры нейтронных радиографических изображений исследуемых материалов, применяемых в процессе восстановления томографических данных представлены на Рисунке 9. Сложная сеть трещин и пор хорошо контрастирует с цементом в экспериментах по нейтронной рентгенографии. Высокая плотность пор и трещин сформировала сложную

разветвленную структуру, как было отмечено в образцах 1, 2, 6 и 8. В образцах 3, 4 и 5 были большие округлые твердые пустоты диаметром до 2-4 мм.

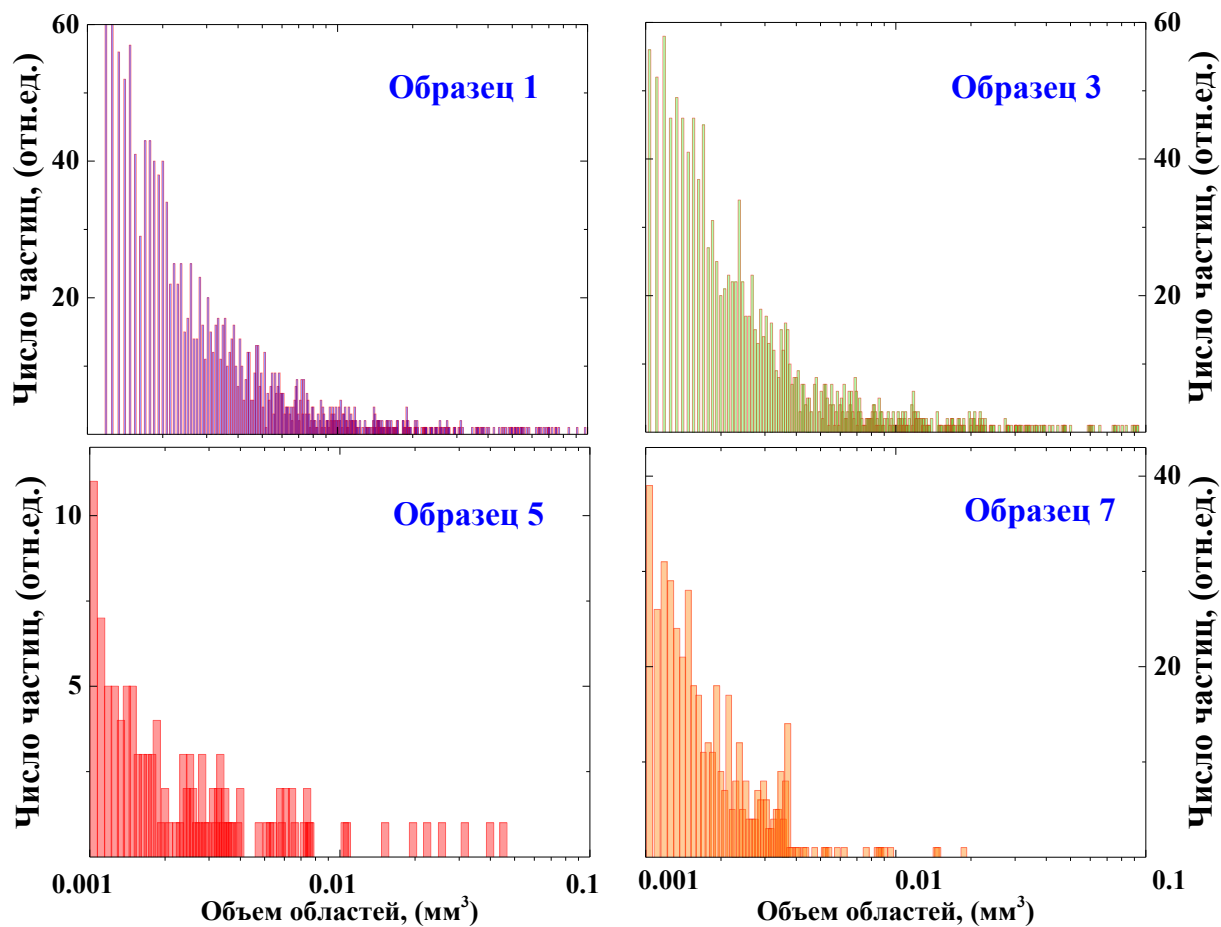


Рисунок 10. Рассчитанные из данных нейтронной томографии распределение объемов отдельных водосодержащих областей внутри цементных фрагментов 1, 3, 5 и 7

Из полученных нейтронных данных были рассчитаны параметры пористости: $P = V_{\text{пор}}/V_{\text{общий}} \times 100\%$. Статистический анализ структурных элементов этой дендритной структуры позволяет получить распределение по длинам линейных частей сети пор и соответствующих толщин пор. Во время анализа трехмерных моделей исследуемых фрагментов были виртуально выделены объемы, соответствующие трещинам и порам, водосодержащим регионам (Рисунок 10).

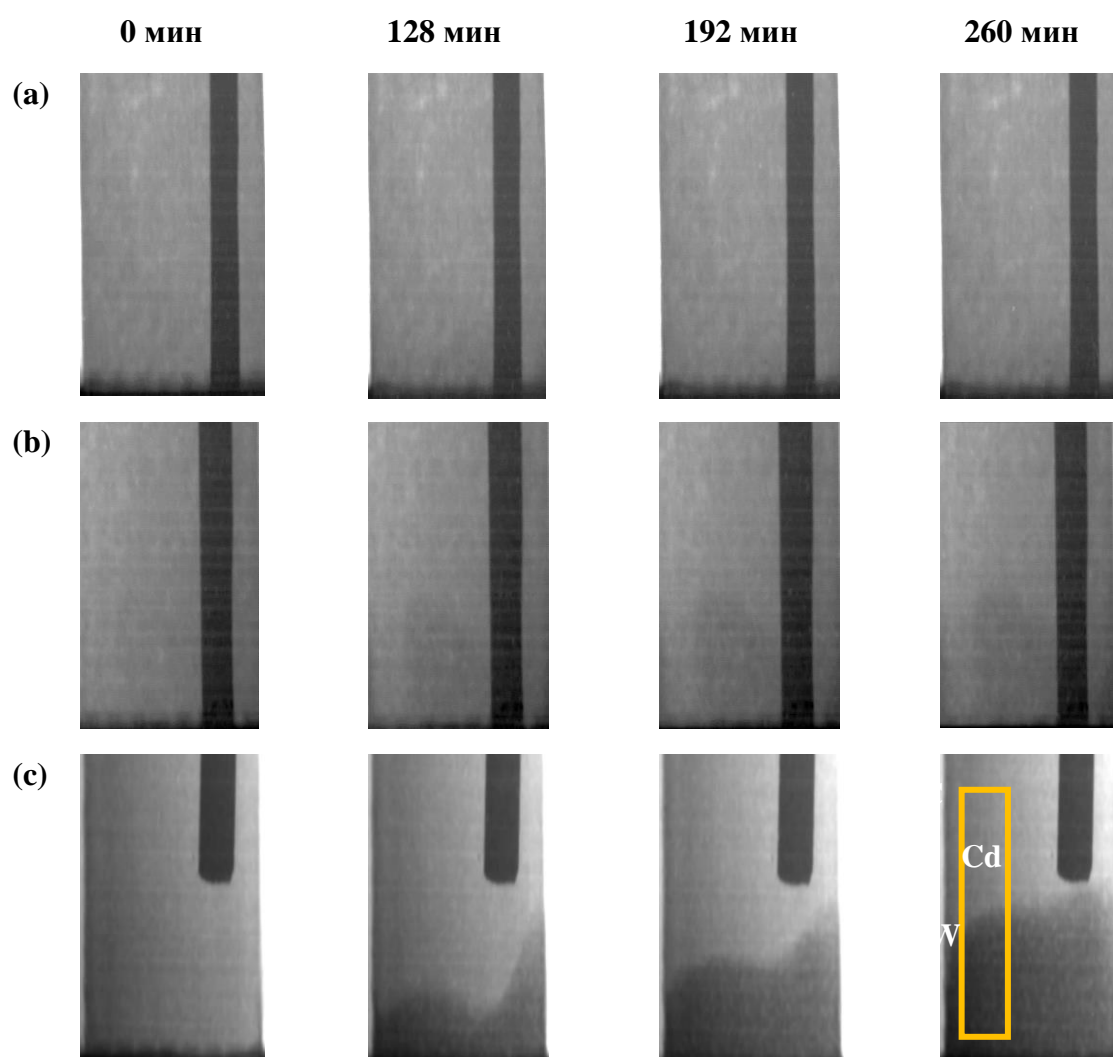


Рисунок 11. Нейтронные радиографические изображения цементных материалов: образец №1 (a), образец № 2(b) и образец № 3 (c), полученные при разных временах с начала эксперимента. Светлые области соответствуют поглощению нейтронов в цементных материалах, а более темные - области высокого поглощения нейтронов водонасыщенной средой. Символы “С”, “W” и “Cd” обозначают цементный материал, водонасыщенный объем и кадмиевые фольги, соответственно. Желтая полоса обозначает выделенную область, используемую для расчета профилей водного фронта.

С помощью метода нейтронной радиографии исследовалась кинетика проникновения воды в цементные материалы [22]. Исследуемые цементные образцы помещались в емкость с обычной водой. Нейтронные радиографические изображения накапливались с длительностью 30 секунд на один кадр и с 47 секундами задержкой между кадрами. В течение 4.5 часов было собрано 202 радиографических изображения (Рисунок 11).

Небольшие кадмиевые фольги фиксировались на исследуемых образцах цемента для дополнительной коррекции на эффект рассеяния нейтронов. Поскольку коэффициент ослабления нейтронного пучка для воды большой из-за высокого сечения некогерентного рассеяния нейтронов, то водный фронт хорошо контрастирует с цементными материалами (Рисунок 11). С течением времени водные фронты распространяются внутри цементных материалов, но с различными скоростями для разных образцов. Для каждого полученного изображения вдоль направления распространения водного фронта была выделена определенная прямоугольная область (Рисунок 11). Интенсивность прошедших нейтронов, извлечённая из нейтронных данных для сухих и увлажненных образцов, получалась с помощью специально разработанных скриптов для ImageJ, и использовалась для определения временных зависимостей положения профилей воды. Цементный образец №1 характеризуется наименьшим поглощением воды, в то время как образцы №2 и №3 проявляют высокую степень абсорбции воды. За все время эксперимента водный фронт в этих образцах распространился практически на половину их высоты. Это связано с тем фактом, что с увеличением относительной концентрации вода\цемент увеличивается пористость конечного продукта, а значит увеличивается абсорбция воды.

Кроме вышеприведенных результатов, следует отметить интересное применение метода нейтронной радиографии: установлено повышение температуры плавления для двух смесей тяжелой воды и кварцевого песка, отличающихся средним размером гранул кварца [23]. Обнаружено изменение температуры плавления смеси при вариации размеров гранул кварца: температуры плавления смеси составили 278 К, 281 К и 284 К для чистого льда, льда с крупными гранулами кварца, и льда, смешанного с мелкими гранулами кварца, соответственно. Полученные результаты могут быть полезны для понимания процессов плавления песочно-водной смеси, а также могут быть использованы в качестве экспериментального ориентира при верификации теоретических моделей.

Четвертая глава посвящена исследованиям объектов со сложным минеральным составом: метеоритов Сеймчан [17] и Челябинск [18], образцов горных пород [19], некоторых палеонтологических объектов [16]. Основной упор в этой главе был сделан на результаты детального анализа трехмерных данных исследованных объектов, алгоритмов и методических приемов получения данных о пространственном распределении структурных неоднородностей, морфологии и ориентации зерен различных минералов.

Так, с помощью нейтронной томографии проведен анализ внутреннего объема метеорита Сеймчан (Рисунок 12). Нейтронный радиографический контраст между

металлической и оливковой компонентами позволил уточнить ряд петрологических и морфологических особенностей метеорита. Принципиальное различие в характере взаимодействия нейтронов с веществом по сравнению с рентгеновскими лучами позволяет обнаружить анизотропию распределения никеля внутри металлической компоненты метеорита Сеймчан. Морфологические расчеты на основе данных нейтронной томографии были использованы для анализа пространственного распределения основных компонентов Сеймчанского метеорита.

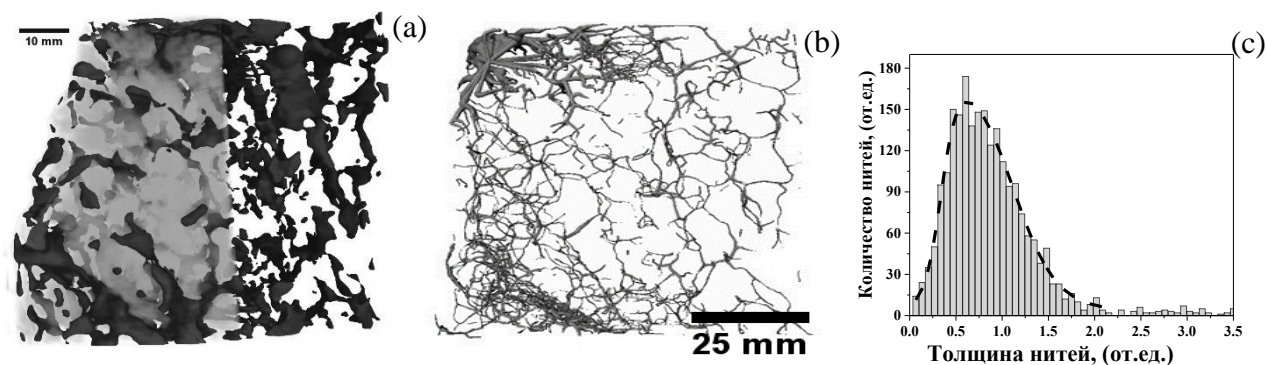


Рисунок 12. (a) Виртуальная трехмерная модель исследуемого фрагмента метеорита Сеймчан, полученная в процессе реконструкции нейтронной томографии. Металлические области отмечены более темным оттенком, а оливковый минерал-светлым. (b) Дендритоподобный скелет металлической компоненты метеорита Сеймчан, полученный после процесса скелетизации трехмерной модели. (c) Распределение толщин нитей скелетной структуры металлической компоненты метеорита Сеймчан. Пунктирная линия- подгонка данных функцией асимметричного Гаусса

В соответствии с полученной после восстановления томографии трехмерной (3D) моделью (Рисунок 12а), металлическая компонента метеорита Сеймчан преимущественно состоит из сложной сетки металлических вен или жил (Рисунок 12б). Данные нейтронной томографии указывают на то, что поглощение нейтронов внутри объема металлической компоненты неоднородно. Внутри металлического сплава наблюдаются определенные области, характеризующиеся более высоким коэффициентами ослабления нейтронов. Предполагается, что эти области соответствуют богатым никелем регионам железоникелевого сплава – минералу таэнита. Это связано с более большим коэффициентом ослабления нейтронов для никеля, по сравнению с железом. Для разделения регионов с большим содержанием никеля и чистого железа (камасита) применялся разработанный автором алгоритм сегментации нейтронных изображений: для улучшения контраста визуальных данных используется специальный, так называемый, γ -фильтр, позволяющий выделить и построить изоповерхность на гистограмме оттенков

серого в отношении полученных данных нейтронной томографии. Рассчитанная изоповерхность преобразовывалась в масштаб исходных 3D-данных и служила разделительной границей для сепарации данных нейтронной томографии (Рисунок 12с).

Методом нейтронной дифракции, томографии и рамановской спектроскопии проанализирована объемная внутренняя организация метеорита Челябинск (Рисунок 13). Высокая глубина проникновения нейтронов внутрь объекта позволила определить минеральный состав этого метеорита, а также оценить его фазовый состав. Метод дифракции нейтронов указывает на присутствие камасита в объеме метеорита. С помощью нейтронной томографии во внутреннем объеме исследуемого фрагмента Челябинского метеорита обнаружены достаточно крупные зерна камасита и троилита. Получен минеральный состав и морфологические особенности этих богатых железом зерен. Неоднородное распределение железа в оливине и ортопироксене позволяет идентифицировать обменные процессы между силикатными минералами и железосодержащими соединениями.

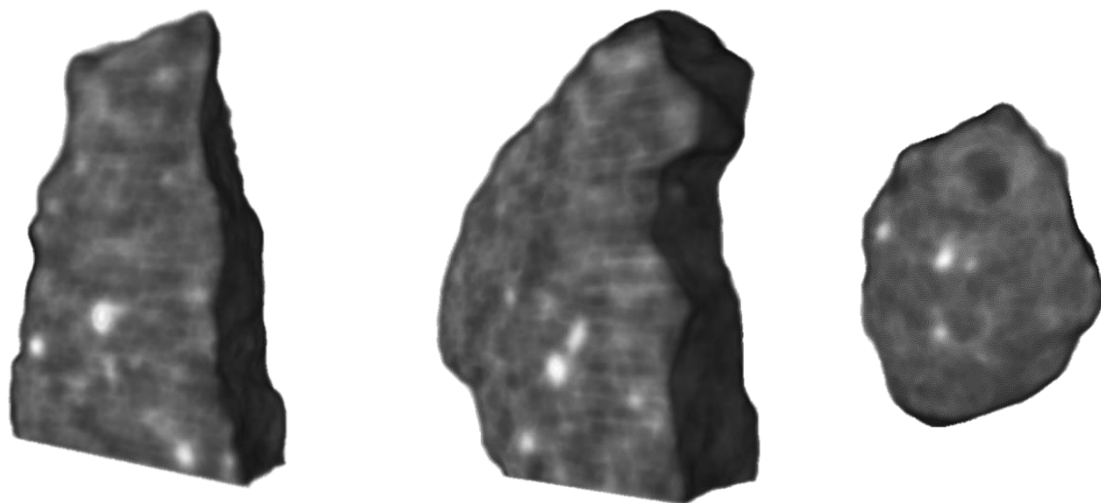


Рисунок 13. Примеры виртуальных срезов трехмерной модели фрагмента Челябинского метеорита после процедуры томографической реконструкции. Светлые области соответствуют большим коэффициентам ослабления нейтронов в металлическом камасите. Серые области — это области малых коэффициентов поглощения нейтронов минералами на основе силикатов

Для томографической реконструкции трехмерной модели внутренней структуры Челябинского метеорита использовался набор из 360 нейтронных радиографических изображений для различного углового положения образца относительно направления нейтронного пучка. Известно, что коэффициенты ослабления нейтронов со средней длиной волны $\sim 2 \text{ \AA}$ для железа намного больше соответствующих коэффициентов для оливина,

ортопироксена или клинопироксена. Поэтому металлические включения имеют хороший радиографический контраст по отношению к компонентам на основе силикатов в экспериментах нейтронной томографии. В качестве примера на Рисунке 13 представлены несколько виртуальных срезов полученной трехмерной модели фрагмента Челябинского метеорита. На срезах хорошо различимы несколько округлых крупных зерен и десятков мелких зерен с размерами не превышающих 1-3 мм металлической фазы камасита (Рисунок 14а). Если трехмерный виртуальный объем всего исследуемого фрагмента челябинского метеорита состоит из 25378272 вокселей с размерами каждого $50 \times 50 \times 50 \text{ мкм}^3$, то это соответствует объему 3996.11 мм^3 . В свою очередь, объем металлических зерен составляет 309.15 мм^3 или расчетная объемная доля камасита составляет 7.7% (Рисунок 14b). Характерные размеры большинства зерен железа попадают в диапазон 1-2 мм, большой диаметр составляет $2.42 \pm 0.05 \text{ мм}$.

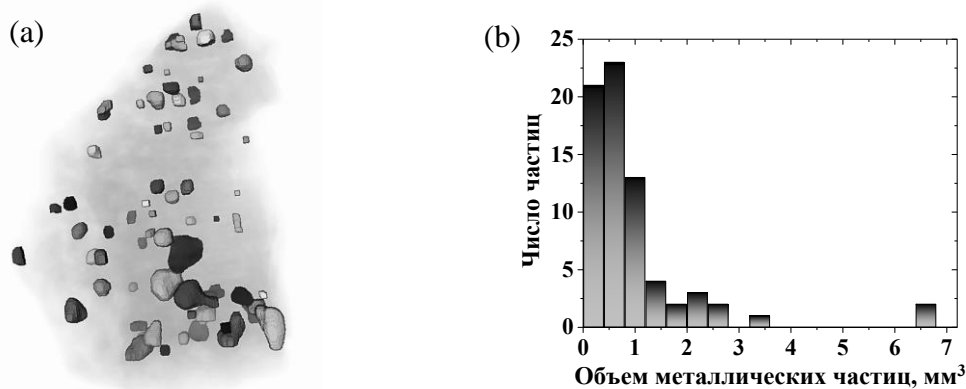


Рисунок 14. (а) Выделенные с помощью процедуры сепарации нейтронных томографических данных трехмерные области, соответствующие зернам камасита внутри исследуемого фрагмента Челябинского метеорита. (b) Построенное из нейтронных данных распределение по объему зерен камасита

На основании данных нейтронной томографии можно рассчитать несколько морфологических параметров. В соответствии с построенным распределением объемов наблюдаемых зерен камасита средний объем наблюдаемых металлических областей составляет $0.89 \pm 0.03 \text{ мм}^3$, а медианное значение $-0.48 \pm 0.02 \text{ мм}^3$ (Рисунок 15а). В качестве примера на Рисунке 15b показано распределение параметра сферичности, которое изменяется от 1.0 для идеальных сферических частиц до 0.0 для нерегулярных или угловых частиц. Металлические зерна внутри исследуемого фрагмента челябинского метеорита описываются близкими к сферическим формами со сферичностью ~ 0.8 и более грубыми формами со сферичностью около ~ 0.4 .

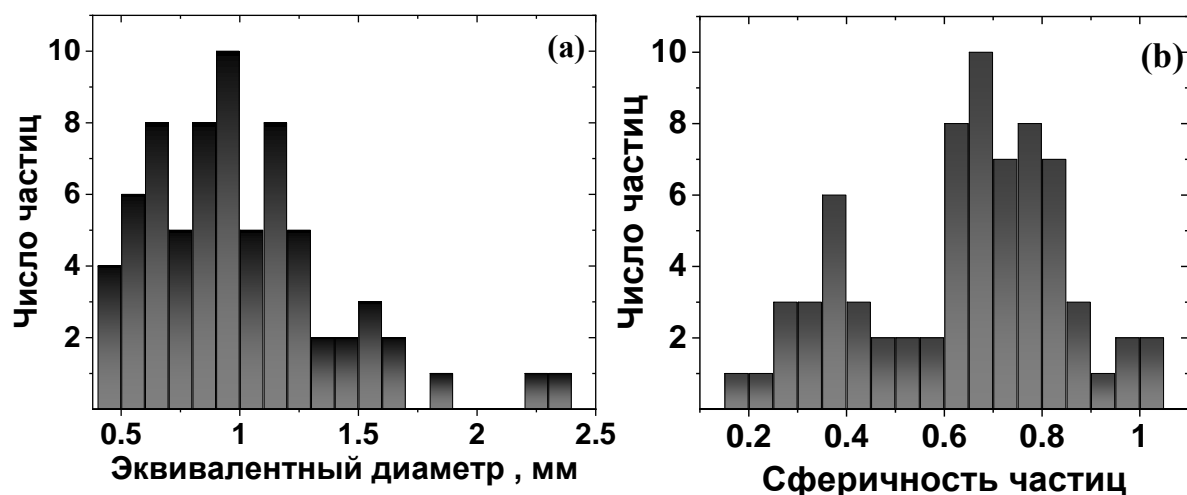


Рисунок 15. (а) Распределение эквивалентных диаметров наблюдаемых металлических частиц камасита в исследуемом фрагменте Челябинского метеорита. (б) Распределение параметра сферичности для камаситовых зерен внутри Челябинского метеорита.

Интересным результатом полученных данных нейтронной томографии является неоднородное распределение коэффициентов затухания нейтронов внутри объема силикатных минералов. По данным соответствующих таблиц соответствующих сечений нейтронов можно предположить, что это связано с изменением концентрации железа в соответствующих силикатных минералах. Предполагается, что более высокое поглощение относится к областям, богатым железом. Интересно отметить, что эти области в основном сосредоточены вокруг металлических зерен, что может свидетельствовать об интенсивном обмене железа между металлическими компонентами и оливиновыми минералами.

С помощью нейтронной томографии проведен анализ структурных особенностей внутреннего объема двух модельных образцов горных пород: образцов гранитов и представителя Кольской сверхглубокой скважины. Высокий нейтронный контраст между составными минералами в томографических экспериментах позволил разделить зерна минералов, провести их морфологический анализ, построить их объемные и ориентационные распределения. Горные породы проявляют большое разнообразие своих физических свойств в зависимости от наличия кристаллической или микроструктурной неоднородности. В малопористых интактных породах такие неоднородности, в основном, зависят от композиционного минерального распределения внутри объема породы, а именно: размера и формы зерен, предпочтительной ориентации, кристаллографической ориентации и распределения микротрещин.

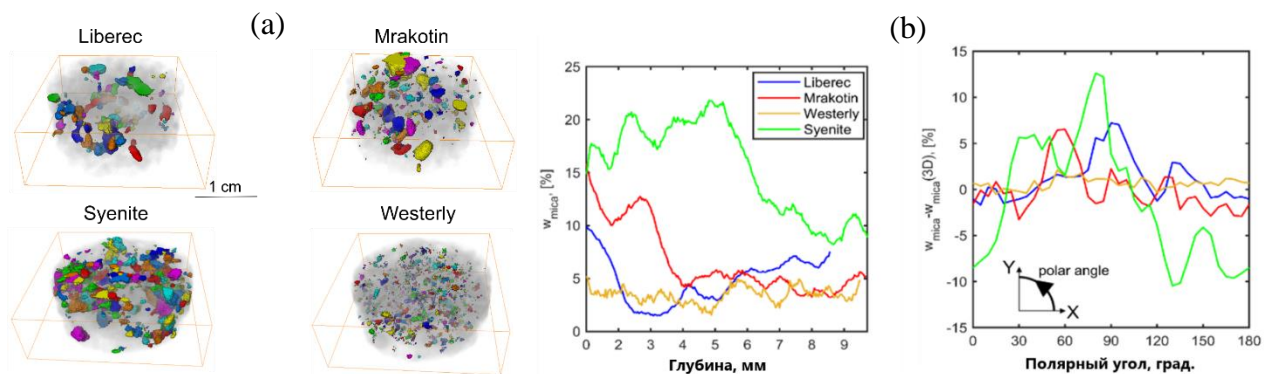


Рисунок 16. (а) Пространственное распределение зерен слюды в образцах гранита полученное после восстановления и сегментации данных нейтронной томографии. Цветовая схема соответствует распределению зерен слюды по размерам: от мелких зерен (синий) до крупных агрегатов (желтый). Серый цвет соответствует кварцево-полевошпатовой матрице исследуемых горных пород. (б) Изменение содержания фазы слюды в объеме гранитных дисков: а) зависимость содержание слюды w_{mica} от глубины гранитного образца; угловое отклонение содержания слюды от объемного значения ($w_{mica} - w_{mica} (3D)$), рассчитанное по касательным срезам под разными полярными углами. На вставка представлено графическое пояснение по термину полярного угла и ориентации осей для нейтронных радиографических изображений и томографических срезов.

Исследовались несколько типичных слюдоносных гранитов, выступающих в качестве модельных образцов горных пород с различной степенью неоднородности по морфологии и распределению зерен слюды по объему горной породы. В качестве исследуемых образцов выступали граниты Mrakotin, Brno syenite, Liberec and Westerly. Образцы гранитов сильно различаются по размерам зерен породообразующих минералов (Рисунок 16а). Так, гранит Liberec — это крупнозернистая порода с самыми крупными зернами ортоклаза (~ 12 мм) и кварца (~ 8 мм). Brno syenite также характеризуется наличием крупных зерен ортоклаза около 7 мм. В образцах Mrakotin, так и в образцах Brno syenite, зерна плагиоклаза и кварца имеют одинаковый максимальный размер (~ 2.5 мм). Мелкозернистый гранит Westerly имеет малые зерна слюды (~0.7 мм). Морфологические и объемные структурные параметры зерен слюды внутри гранитных образцов анализировались по общепринятым методикам с точки зрения максимального диаметра Ферета или вытянутости сепарированных частиц (Рисунок 16б). Параметр элонгации зерен слюды оценивался, как соотношение средних размеров зерна (ширина/длина) к диаметру Ферета. По полученным из нейтронной томографии трехмерным данным рассчитаны

распределения по длине и элонгации зерен слюды в гранитных материалах. Гранит Westerly, как эталонный образец, характеризуется преимущественно мелкими зернами слюды с размерами до 2 мм и средней длиной элонгации 0.7 мм. Наибольший размер зерен ~8 мм был обнаружен для Brno syenite гранита. Самая высокая средняя длина 1.9 мм соответствует Liberec граниту. Следует отметить, что нейтронная томография позволяет успешно получать структурную информацию как о морфологии, так и о пространственном расположении минералов внутри объема горных пород. В главе диссертации представлены возможности алгоритмов анализа структурной анизотропии, связанной с пространственным распределением слюды, предложены определенные параметры для описания степени гетерогенности распределения зерен слюды, рассчитаны распределения объемов зерен слюды и их морфологические параметры.

Продемонстрированы возможности метода нейтронной радиографии и томографии для выявления остатков органических материалов в палеонтологических образцах [16].

В **пятой главе** представлены возможности метода нейтронной радиографии и томографии в исследованиях объектов культурного наследия [11,24,25]. Представлены результаты по исследованиям химического состава, пространственного распределения фаз, скрытых конструктивных особенностей различных объектов культурного наследия. Метод нейтронной томографии хорошо зарекомендовал себя в исследованиях тонкостенных предметов и образцов с разным элементным составом; он позволяет “увидеть” скрытые конструктивные элементы, выявить и зафиксировать, в частности, участки припоя, утраченного рельефа или золочения. Продемонстрированы возможности алгоритмов анализа трехмерных данных, их роль в идентификации древних технологических особенностей определенных исторических периодов.

Как пример, для фрагмента древнерусского браслета из Тверского клада 2014 г. [11], в результате экспериментов по нейтронной томографии удалось получить данные о наличии золочения на арках и рифленых проволоках, пущенных по краю браслета, а также, вероятно, на застежках (Рисунок 17а). Остатки чернения расположены во всех орнаментальных зонах браслета: в нижнем и верхнем поле, в пространстве между арками (Рисунок 17б).

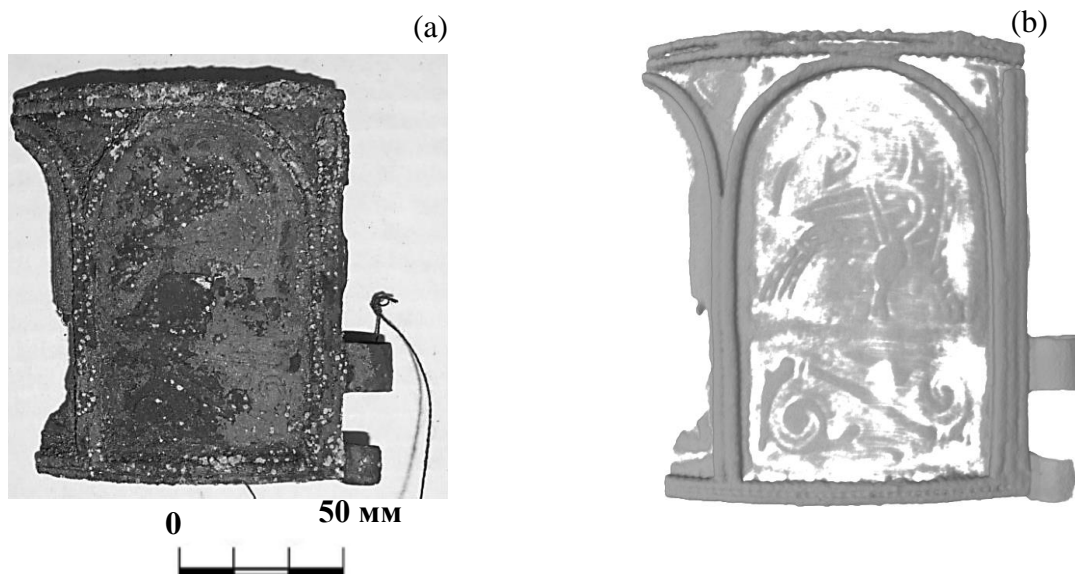


Рисунок 17. Фотография (а) и восстановленная из данных нейтронной томографии 3D модель (b) фрагмента трёхстворчатого браслета. Восстановленная модель представлена после анализа трехмерных данных и процедуры виртуальной сегментации внешнего коррозионного слоя

Хорошо видно, что гравированный орнамент является полностью законченным, не нуждающимся в дополнительной доработке (Рисунок 17b). Суммируя полученные данные, можно с уверенностью утверждать, что исследуемый фрагмент широкого двустворчатого браслета выполнен в аналогичной технической и стилистической манере, что и браслет из находки в г. Твери в 1906 г. По мнению исследователей, такие браслеты можно отнести к продукции первой киевской мастерской. Браслет из клада 2014 г. по характеру исполнения орнаментальных мотивов, глубине и точности гравировки, использованию определенных типов арок-разделителей участков нанесения позолоты и чернения, крайне близок манере мастера, изготовившего известный створчатый браслет с языческими сценами из клада 1906 г. Что интересно, восстановленная модель фрагмента браслета сравнивалась с уже реставрируемым браслетом (реставратор – Скворцова К.Н.), что позволило точно идентифицировать древнюю мастерскую, где изготавливался этот браслет.

Сочинская экспедиция Института археологии РАН исследовала в Ростовской области нетронутое сарматское погребение. Оно датируется I в. н.э. и, судя по находкам – золотым и серебряным украшениям, – принадлежало знатной женщине. В качестве удобного модельного объекта [26], демонстрирующего возможности различных алгоритмов анализа трёхмерных данных, выступал золотой флакон (Рисунок 18a) древней сарматской женщины из погребения "Чеботарев-5".

После процедуры реконструкции данных нейтронной томографии была получена трехмерная модель исследуемого флакона. На восстановленной модели отчетливо видны области, соответствующие материалу внутреннего заполнения. Вещество представляет собой спекшуюся массу; по сохранившемуся объему можно предположить, что в момент помещения сосудика в погребение эта масса занимала значительную часть объема сосуда, что позволяет говорить о достаточно высоком социальном и экономическом статусе погребенного. Предполагается, что однородный состав сохранившихся остатков вещества является благовониями; полученные данные будут полезны при проведении дальнейших исследований по определению химического состава материала остатков. Установлено, что окаменевшие остатки благовоний представляют собой бесформенный камень объемом 3162 мм³. Общий объем золотого материала тела сосудика составляет 615 мм³.

Для выяснения структурных особенностей самого золотого сосудика применялся алгоритм расчета Local Thickness для анализа трехмерных данных [27]. Результатом этих расчетов является пространственное распределение плотности коэффициентов затухания нейтронов, скорректированное на сложную трехмерную форму золотого флакона. Полученная из расчетов 3D модель представлена на Рисунке 18b. Видно, что отклонения в толщине стенки сосуда минимальны, что свидетельствует о тонкой работе и высоком мастерстве древнего мастера, однако отчетливо видно место пайки между двумя полусферическими частями основного корпуса флакона. На основании полученных нейтронных данных сделаны выводы о технологии изготовления сосудика: тулово сосудика состоит из двух полусфер, соединенных друг с другом с помощью пайки, место стыка двух половинок тщательно задекорировано золотом так, что визуальное это место не фиксируется; к тулову припаян цилиндр (горловина сосуда).

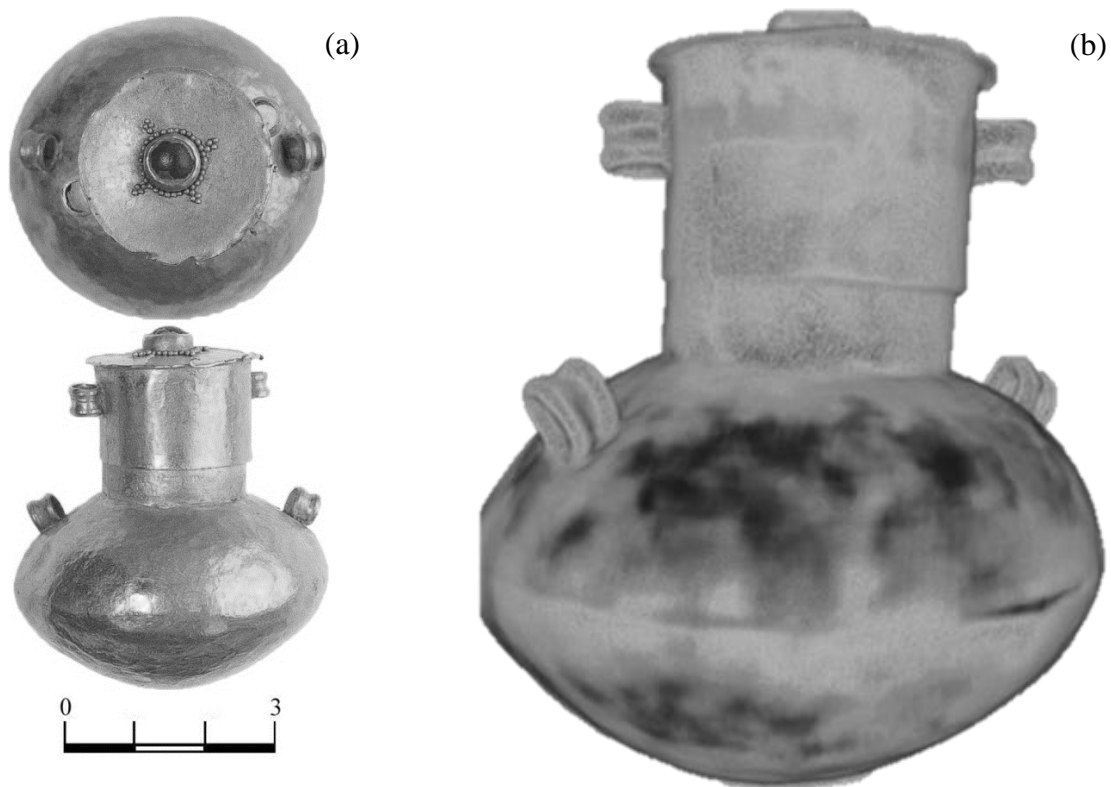


Рисунок 17. (а) Фотография золотого флакона древней сарматской женщины из погребения "Чеботарев-5". (б) Полученная из анализа данных нейтронной томографии алгоритмом локальной толщины 3D модель золотого флакона. Соответствующие участки, обладающие более высокой плотностью коэффициентов затухания нейтронного пучка выделены светлым оттенком, а меньшая плотность - темным.

Продемонстрированы возможности метода нейтронной радиографии и томографии и в исследованиях нумизматического материала [24, 25]. Так, для мультидирхема саманидов, датируемого X веком, характерно высокое содержание меди – в среднем около 50 % от общего объема материала монеты. Пространственное распределение серебра и меди в этой монете неоднородно, что может быть связано как с особенностями исходной руды, так и с процессами при чеканке монеты. Характерных для процессов ликвации - выделений высокой концентрации серебра на поверхности монеты не обнаружено. В отличие от мультидирхема, дирхем времен правления эмира Булат-Тимура (конец XIV века) практически полностью состоит из серебра.

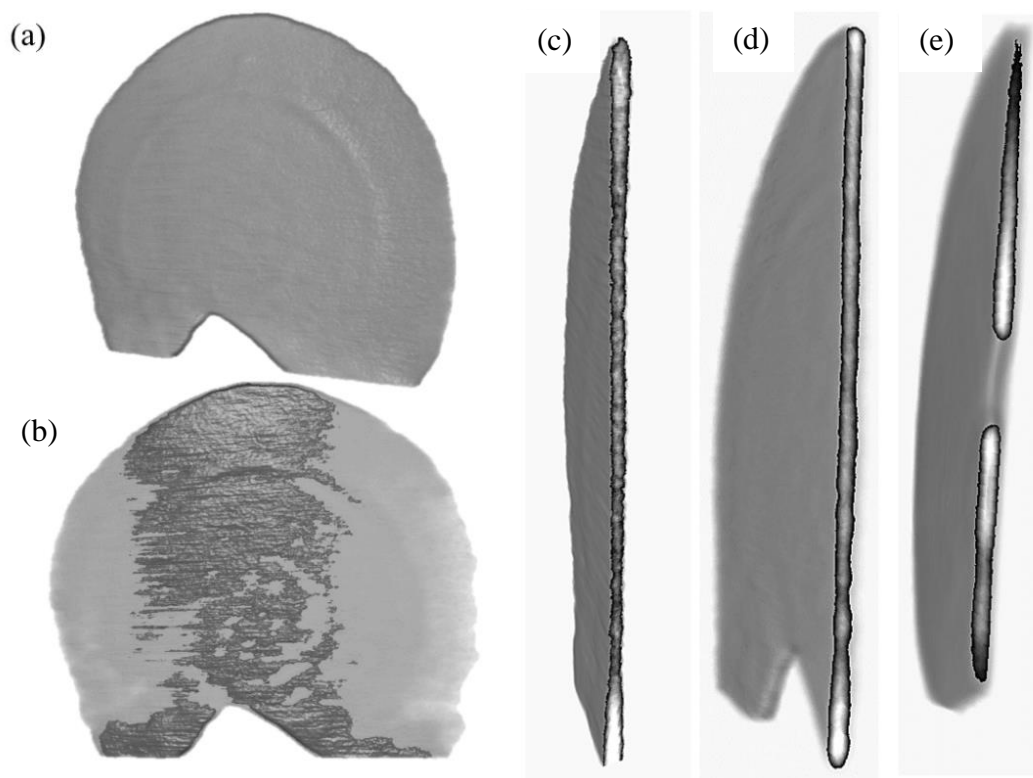


Рисунок 19. Трехмерная модель исследуемого мультидирхема, восстановленная из данных нейтронной томографии (a) и выделенная из трехмерных данных область монеты с повышенным содержанием серебра (b). Более светлые участки соответствуют максимальному коэффициенту ослабления нейтронного пучка или областям с высокой концентрацией серебра. Более темные области характеризуют низкое сечение полного поглощения нейтронов, что соответствует областям с высоким содержанием меди. Представлены продольные виртуальные срезы (c), (d) и (e) восстановленной трехмерной модели исследуемого мультидирхема.

На Рисунке 19 представлена восстановленная из данных нейтронной томографии трехмерная модель исследуемой монеты-мультидирхема. При анализе полученной трехмерной модели, учитывая малую толщину монеты и эффекты, связанные с повышенным поглощением нейтронов на поверхности монеты из-за наличия патины и внешних загрязнений, было обнаружено неравномерное распределение соответствующих объемов с большим содержанием серебра и объемов, характеризующихся доминирующим содержанием меди. Следует отметить, что в соответствии с данными нейтронной дифракции, различие в относительных объемах этих участков монеты не превышает нескольких процентов. Для оценки относительных объемов, занимаемых серебряной и медной компонентой, была выполнена процедура сегментации трехмерных нейтронных данных, в результате которой из всего объема трехмерной модели выделялись области монеты, характеризующиеся повышенным содержанием серебра. Пространственное

распределение этих областей в объеме монеты представлено на Рисунке 19. Было установлено, что весь объем трехмерной модели монеты формируется 59868460 вокселями, что соответствует объему 8417.98 мм³. Рассчитанный объем монеты, обогащенный серебром, состоит из 32232288 вокселей или 4532.11 мм³ или 53.8 % от общего объема монеты.

В Заключении изложены основные результаты и выводы диссертационной работы:

В диссертационной работе представлены результаты, как по развитию экспериментально-методической базы для проведения экспериментов по нейтронной радиографии и томографии на импульсных и стационарных реакторах, так и результаты, демонстрирующие возможности этого метода в широком круге прикладных исследований. Экспериментальные возможности специализированных станций нейтронной радиографии и томографии позволяют исследовать пространственное распределение составных компонентов различных объектов, проводить расчеты морфологических особенностей внутренних частей исследуемых материалов, исследовать кинетические процессы затвердевания цемента, абсорбции воды и таяния льда, выявлять скрытые конструкционные особенности исследуемых объектов. Метод нейтронной радиографии и томографии позволил выявить структурные неоднородности на микронном уровне в цементных материалах, рассчитать статистические и морфологические закономерности в метеоритах и геофизических образцах, провести неразрушающие исследования редких объектов культурного наследия.

Из основных результатов работы следует отметить следующие:

1. Разработана, скомпонована и протестирована детекторная система с переменным фокусным расстоянием на основе двухзеркальной схемы для подавления эффектов деградации электроники видеокамеры для установок нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2 и исследовательском реакторе ВВР-К. Эта детекторная система успешно применяется для регистрации нейтронных радиографических изображений с пространственным разрешением до 132 мкм и изменяемыми зонами детектирования от 200×200 мм до 50×50 мм.
2. Разработана и реализована схема томографической моды для установки нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2 и исследовательском реакторе ВВР-К. Системы автоматизации экспериментов позволяют получать набор до 720 угловых

нейтронных радиографических проекций с временами экспозиции одного радиографического изображения от 10 до 120 сек. Разработаны, модифицированы уже существующие и применены алгоритмы первичной нормировки и сегментации двумерных нейтронных данных; алгебраических и итерационных алгоритмов восстановления данных нейтронной томографии; алгоритмов сегментации, морфологических расчетов и статистического анализа трехмерных нейтронных данных для прикладных исследований с помощью метода нейтронной радиографии и томографии.

3. Разработан и скомпонован блок нейтронных фильтров для подавления паразитных излучений для установки нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2. Получены нейтронные спектры пропускания для монокристаллических сапфировых и висмутовых фильтров.
4. Разработаны и скомпонованы основные узлы установки нейтронной радиографии и томографии на исследовательском реакторе ВВР-К (г. Алматы, Республика Казахстан): блок съемных коллиматоров и нейтронных фильтров, коллиматорной вакуумированной системы, системы биологической защиты. Схема реализации блок съемных коллиматоров и нейтронных фильтров позволяет варьировать пространственное разрешение этой станции в зависимости от характеристического параметра L/D от 232.2(3) до 144.8(8) мкм. Применение нейтронного фильтра из монокристаллического сапфира увеличивает характерное соотношение тепловых нейтронов и гамма-излучения с 5.0(7) до 58.6(1).
5. Из данных нейтронной томографии получены пространственные распределения размеров трещин и полостей в цементных материалах, используемых в строительстве хранилищ радиоактивных отходов, по данным метода нейтронной томографии. Установлены зависимости количественных характеристик внутренних объемов богатых водой от особенностей химического синтеза цементных материалов.
6. Установлены изменения коэффициентов ослабления нейтронного пучка в процессе затвердевания цементных паст в присутствии алюминия и процессах проникновения воды в строительные цементные материалы. Из данных нейтронной радиографии определены временные характеристики динамических процессов в цементных материалах, рассчитаны величины

пористости цементов. Обнаружено повышение температуры плавления смеси кварцевых зерен и льда до 4 К при увеличении размеров кварцевых гранул из данных метода нейтронной радиографии и дифракции.

7. Получены пространственные распределения минералов в метеоритах Сеймчан и Челябинск методом нейтронной дифракции и томографии. Рассчитаны объемные распределения и морфологические характеристики для металлических компонент этих метеоритов. Из данных нейтронной томографии получены морфологические и размерные параметры для оливиновой компоненты метеорита Сеймчан.
8. Получены объемные и ориентационные распределения зерен минерала биотита в модельных образцах горных пород: гранитах и гнейсах из Кольской сверхглубокой скважины с использованием алгоритмов сегментации трехмерных нейтронных данных. Получены пространственные распределение и морфологические параметры зерен биотита в этих геофизических образцах.
9. С помощью методов нейтронной томографии и дифракции выявлены конструкционные особенности, элементы скрытого декора, фазовый состав и пространственное распределение фаз в объектах культурного наследия Российской Федерации.
10. Обнаружена фазовая сегрегация в серебрянных монетах древней Булгарии и Боспора. Определены пространственные распределения фаз меди и серебра в монетах, получены объемные фракции этих фаз.

Публикации, отражающие содержание диссертации

1. D.P. Kozlenko, S.E. Kichanov, E.V. Lukin, A.V. Rutkauskas, G.D. Bokuchava, B.N. Savenko, A.V. Pakhnevich, A.Yu. Rozanov “Neutron Radiography Facility at IBR-2 High Flux Pulsed Reactor: First Results” *Physics Procedia*, 69, 87-91 (2015).
2. S.E. Kichanov, D.P. Kozlenko, T.I. Ivankina, A.V. Rutkauskas, E.V. Lukin, B.N. Savenko “The Neutron Tomography Studies of the Rocks from the Kola Superdeep Borehole”, *Physics Procedia*, 69, 537 – 541 (2015).
3. E.V. Lukin, D.P. Kozlenko, S.E. Kichanov, A.V. Rutkauskas, G.D. Bokuchava, B.N. Savenko “First attempts on energy-selective neutron imaging at IBR-2”, *Physics Procedia*, 69, 271-274 (2015).
4. A.V. Rutkauskas, D. P. Kozlenko, S. E. Kichanov, G. D. Bokuchava, E. V. Lukin, B. N. Savenko “Investigation of the Neutron Transmission Spectra of Materials Promising for

- the Manufacturing of Crystalline and Polycrystalline Filters” *Journal of Surface Investigation X-ray Synchrotron and Neutron Techniques*, 9(2):317-319 (2015)
5. D.P. Kozlenko, S.E. Kichanov, E.V. Lukin, A.V. Rutkauskas, A.V. Belushkin, G.D. Bokuchava, B.N. Savenko “Neutron radiography and tomography facility at IBR-2 reactor”, *Physics of Particles and Nuclei Letters*, 13, 3, 346-351 (2016)
 6. S.E. Kichanov, K.M. Nazarov, D.P. Kozlenko, I.A. Saprykina, E.V. Lukin, B.N. Savenko, “Analysis of the internal structure of ancient copper coins by neutron tomography”, *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 11, 3, 585-589 (2017)
 7. S.E. Kichanov, I.A. Saprykina, D.P. Kozlenko, K. Nazarov, E.V. Lukin, A.V. Rutkauskas, B.N. Savenko, “Studies of Ancient Russian Cultural Objects Using the Neutron Tomography Method” *J. Imaging*, 4(2), 25 (2018)
 8. S.E. Kichanov, M. Kenessarın, M. Balasoiu, D.P. Kozlenko, M. Nicu, L. Ionascu, A. C. Dragolici, F. Dragolici, K. Nazarov, B. Abdurakhimov «Studies of the Processes of Hardening of Cement Materials for the Storage of Aluminum Radioactive Waste by Neutron Radiography», *Physics of Particles and Nuclei Letters*, 2020, Vol. 17, No. 1, pp. 73–78.
 9. B. Muhametuly, S.E. Kichanov, E.A. Kenzhin, D.P. Kozlenko, K.M. Nazarov, A.A. Shaimerdenov, E. Bazarbaev, E.V. Lukin «Concept of a Facility of Neutron Radiography and Tomography at the Research Reactor WWR-K in Almaty, Kazakhstan», *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 2019, Vol. 13, No. 5, pp. 877–879.
 10. A.El Abd, S.E. Kichanov, M. Taman, K.M. Nazarov, D.P. Kozlenko, W.M. Badawy «Determination of moisture distributions in porous building bricks by neutron radiography», *Applied Radiation and Isotopes*, 156, 108970 (2020).
 11. S.E. Kichanov, D.P. Kozlenko, A.K. Kirillov, E.V. Lukin, B. Abdurahimov, N.M. Belozerova, A.V. Rutkauskas, T.I. Ivankina, B.N. Savenko “A structural insight into the Chelyabinsk meteorite: neutron diffraction, tomography and Raman spectroscopy study”, *SN Applied Sciences*, 1:1563 (2019).
 12. A. El Abd, S.E. Kichanov, M. Taman, K.M. Nazarov “Penetration of water into cracked geopolymer mortars by means of neutron radiography”, *Construction and Building Materials*, 256, 119471 (2020).
 13. B.A. Bakirov, S.E. Kichanov, R.Kh. Khranchenkova, A.V. Belushkin, D.P. Kozlenko, A.G. Sitdikov “Studies of Coins of Medieval Volga Bulgaria by Neutron Diffraction and

- Tomography”, *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 14, 376-381 (2020).
14. S.E. Kichanov, D.P. Kozlenko, E.V. Lukin, A.V. Rutkauskas, E.A. Krasavin, A.Y. Rozanov, B.N. Savenko “A neutron tomography study of the Seymchan pallasite”, *Meteoritics & Planetary Science*, 53, 10, 2155-2164 (2018)
 15. И.А. Сапрыкина, С.Е. Кичанов, Д.П. Козленко, Е.В. Лукин “Возможности нейтронной томографии в археологии на примере исследования древнерусских украшений из тверского клада 2014 г.”, *Российская археология*, №3 (2018) 36-42.
 16. L. Kalvoda, S.E. Kichanov, M. Kučeráková, E.V. Lukin, S. Vratislav, “Ice Melting Kinetics in Sand–Water Mixtures Investigated by Neutron Radiography and Diffraction”, *Journal of Cold Regions Engineering*, 33, 3, 04019003 (2019).
 17. S.E. Kichanov, K.M. Nazarov, D.P. Kozlenko, M. Balasoiu, M. Nicu, L. Ionascu, A.C. Dragolici, F. Dragolici, B.N. Savenko “Neutron tomography studies of cement-based materials used for radioactive waste conditioning”, *Romanian Journal of Physics*, 64, 1-2, 803 (2019)
 18. А.В. Пахневич, Л.В. Зайцева, О.С. Самылина, С.Е. Кичанов «Возможности изучения строматолитов при совместном использовании методов томографии, сканирующей электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа», статья в книге «Эволюция биосферы с древнейших времен до наших дней. К 85-летию Г.А. Заварзина» ред. Л.М. Мельников, С.В. Рожнов., с.106
 19. И.А. Сапрыкина, С.Е. Кичанов, Д.П. Козленко «Возможности, ограничения и перспективы нейтронной томографии в сфере сохранения объектов археологического наследия», *Кристаллография*, 2019, т.64, №1, с.152-155.
 20. K.M. Nazarov, S.E. Kichanov, E.V. Lukin, A.V. Rutkauskas, B.N. Savenko “A spatial localization of structural degradation areas in the single crystal turbine blades by means of a neutron tomography method”, *Eurasian Journal of Physics and Functional Materials*, 4, 122-131 (2020).
 21. И.А. Сапрыкина, Л.А. Пельгунова, О.Л. Гунчина, И.Г. Равич, С.Е. Кичанов, Д.П. Козленко, К.М. Назаров «Некоторые замечания о технике изготовления боспорских статеров из фанагорийского клада 2011 г.» в книге «Фанагория. Результаты археологических исследований. Под общей редакцией В. Д Кузнецова. Том 5.» М.: Институт археологии РАН. – 2017. 748 с.
 22. M. Mednikova, I. Saprykina, S. Kichanov, D. Kozlenko «The Reconstruction of a Bronze Battle Axe and Comparison of Inflicted Damage Injuries Using Neutron Tomography,

- Manufacturing Modeling, and X-ray Microtomography Data», *Journal of Imaging*, 6, 45 (2020)
23. K.M. Nazarov, S.E. Kichanov, A. El Abd, M. Taman, D.P. Kozlenko, “Study of water infiltration into cement-based mortars using real-time thermal neutron radiography”, *Eurasian Physical Technical Journal*, 17, 1(33), 2020.
 24. K.M. Nazarov, B. Muhametuly, E.A. Kenzhin, S.E. Kichanov, D.P. Kozlenko, E.V. Lukin, A.A. Shaimerdenov “New neutron radiography and tomography facility TITAN at the WWR-K reactor”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 164572 (2020)
 25. I.Y. Zel, M. Petruzalek, S.E. Kichanov, K.M. Nazarov, T. Lokajicek, D.P. Kozlenko, I. Turkova, M. Kotrly, O. Raden “Contribution of neutron tomography to 3D heterogeneity analysis of granitic rocks”, *Acta Geodyn. Geomater.*, Vol. 17, No. 3 (199), 259–267, 2020
 26. A.V. Pakhnevich, L.V. Zaytseva, O.S. Samylina, S.E. Kichanov «The Use of Modern Physical Methods of Instrumental Analytics in the Study of Stromatolites», *Paleontological Journal*, 54, 8, 936-945 (2020)
 27. A.V. Pakhnevich, L.V. Zaytseva, O.S. Samylina, S.E. Kichanov «The Use of Modern Physical Methods of Instrumental Analytics in the Study of Stromatolites», *Paleontological Journal*, 54, 8, 936-945 (2020)
 28. K.M. Podurets, S.E. Kichanov, V.P. Glazkov, E.S. Kovalenko, M. M. Murashev, D.P. Kozlenko, E.V. Lukin, E.B. Yatsishina «Modern Methods of Neutron Radiography and Tomography in Studies of the Internal Structure of Objects», *Crystallography Reports*, 66, 2, 254-266 (2021)
 29. S.E. Kichanov, D.P. Kozlenko, I.A. Saprykina, E.V. Lukin, A.V. Rutkauskas, K.M. Nazarov, B.N. Savenko “A Study of the Archeological Objects by Means of a Neutron Tomography Method” *JINR NEWS*, 1, 20-23 (2017)
 30. D.P. Kozlenko, S.E. Kichanov, E.V. Lukin, A.V. Rutkauskas, A.V. Belushkin, G.D. Bokuchava, B.N. Savenko “Experimental Station of Neutron Radiography and Tomography at the Pulsed High-Flux IBR-2 Reactor: First Results” *JINR NEWS*, 1, 31-34 (2015)
 31. S.E. Kichanov, I.A. Saprykina, D.P. Kozlenko “Old Russian treasures meet with neutrons in Dubna”, *International NR Newsletter*, №12, p.12-13 (2017)
 32. S.E. Kichanov “The first steps in neutron tomography processing: a freeware solution for newbies”, *International NR Newsletter*, №12, p.13-17 (2017)
 33. Б. Мухаметулы, Д. П. Козленко, Е. А. Кенжин, С. Е. Кичанов, Е. В. Лукин, А. А. Шаймерденов, К. М. Назаров, Б. Н. Савенко “Первые научные результаты,

полученные на экспериментальной установке для нейтронной радиографии и томографии на реакторе ВВР-К”, JINR NEWS, 1, 20-23 (2020)

Список используемой литературы

1. Geballe T.H. The search for new materials // *Phys. C Supercond. its Appl.* –2000. –Vol. 341–348. –P. 37–40.
2. Kardjilov N., Manke I., Hilger A., Strobl M., Banhart J. Neutron imaging in materials science // *Materials Today.* –2011. –Vol. 14. –№ 6. –P. 248–256.
3. Hussey D.S., Jacobson D.L. Applications of neutron imaging and future possibilities // *Neutron News.* –2015. –Vol. 26. –№ 2. –P. 19–22.
4. Kardjilov N., Hilger A., Manke I., Strobl M., Dawson M., Banhart J. New trends in neutron imaging // *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip.* –2009. –Vol. 605. –№ 1–2. –P. 13–15.
5. Lehmann E.H., Kaestner A.P. 3D Neutron Imaging // *Encyclopedia of Analytical Chemistry.* John Wiley & Sons, Ltd. –2009.
6. Festa G., Kardjilov N., Andreani C. Cultural Heritage and Neutrons Part I // *Neutron Methods for Archaeology and Cultural Heritage / ed. Kardjilov N., Festa G.* –2017. 3–18 p.
7. Lehmann E., Lehmann, H. E. Neutron Imaging Facilities in a Global Context // *J. Imaging.* –2017. –Vol. 3. –№ 4. –P. 52.
8. Kozlenko D.P., Kichanov S.E., Lukin E. V., Rutkauskas A. V., Belushkin A. V., Bokuchava G.D., Savenko B.N. Neutron radiography and tomography facility at IBR-2 reactor // *Phys. Part. Nucl. Lett.* –2016. –Vol. 13. –№ 3. –P. 346–351.
9. Muhametuly B., et al. Concept of a Facility of Neutron Radiography and Tomography at the Research Reactor WWR-K in Almaty, Kazakhstan // *J. Surf. Investig.* –2019. –Vol. 13. –№ 5. –P. 877–879.
10. Kozlenko D., et al. The DN-6 Neutron Diffractometer for High-Pressure Research at Half a Megabar Scale // *Crystals.* –2018. –Vol. 8. –№ 8. –P. 331.
11. Saprykina I.A., Kichanov S.E., Kozlenko D.P. Possibilities, Limitations, and Prospects of Using Neutron Tomography and Radiography for Preservation of Archaeological Heritage Objects // *Crystallogr. Reports.* –2019. –Vol. 64. –№ 1. –P. 177–180.
12. Lukin E.V., Kozlenko D.P., Kichanov S.E., Rutkauskas A.V., Bokuchava G.D., Savenko

- B.N. First Attempts on Energy-selective Neutron Imaging at IBR-2 // *Physics Procedia*. – 2015. –Vol. 69.
13. Schneider C.A., Rasband W.S., Eliceiri K.W. NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis // *Nature Methods*. –2012. –Vol. 9. –№ 7. –P. 671–675.
 14. Chen R.C., Dreossi D., Mancini L., Menk R., Rigon L., Xiao T.Q., Longo R. PITRE: Software for phase-sensitive X-ray image processing and tomography reconstruction // *J. Synchrotron Radiat*. –2012. –Vol. 19. –№ 5. –P. 836–845.
 15. Brun F., et al. SYRMEP Tomo Project: a graphical user interface for customizing CT reconstruction workflows // *Adv. Struct. Chem. Imaging*. –2017. –Vol. 3. –№ 1.
 16. Пахневич А.В., Зайцева Л.В., Самылина О.С., Кичанов С.Е. Возможности изучения строматолитов при совместном использовании методов томографии, сканирующей электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа // *Эволюция биосферы с древнейших времен до наших дней*. –2019. –P. 294.
 17. Kichanov S.E., Kozlenko D.P., Lukin E. V., Rutkauskas A. V., Krasavin E.A., Rozanov A.Y., Savenko B.N. A neutron tomography study of the Seymchan pallasite // *Meteorit. Planet. Sci.* –2018. –Vol. 53. –№ 10. –P. 2155–2164.
 18. Kichanov S.E., et al. A structural insight into the Chelyabinsk meteorite: neutron diffraction, tomography and Raman spectroscopy study // *SN Appl. Sci.* –2019. –Vol. 1. – № 12. –P. 1–9.
 19. Kichanov S.E., Kozlenko D.P., Ivankina T.I., Rutkauskas A. V., Lukin E. V., Savenko B.N. The Neutron Tomography Studies of the Rocks from the Kola Superdeep Borehole // *Physics Procedia*. –2015. –Vol. 69. –P. 537–541.
 20. Kichanov S.E., et al. Studies of the Processes of Hardening of Cement Materials for the Storage of Aluminum Radioactive Waste by Neutron Radiography // *Phys. Part. Nucl. Lett.* –2020. –Vol. 17. –№ 1. –P. 73–78.
 21. Kichanov S.E., et al. Neutron tomography studies of cement-base materials used for radioactive waste conditioning // *Romanian Journal of Physics*. –2019. –Vol. 64. 803 p.
 22. El Abd A., Kichanov S.E., Taman M., Nazarov M. Penetration of water into cracked geopolymer mortars by means of neutron radiography // *Constr. Build. Mater.* –2020. –Vol. 256. –P. 119471.
 23. Kalvoda L., Kichanov S.E., Kučeráková M., Lukin E. V., Vratislav S. Ice Melting Kinetics

- in Sand-Water Mixtures Investigated by Neutron Radiography and Diffraction // *J. Cold Reg. Eng.* –2019. –Vol. 33. –№ 3.
24. Abramson M.G., Saprykina I.A., Kichanov S.E., Kozlenko D.P., Nazarov K.M. A Study of the Chemical Composition of the 3rd Century AD Bosporan Billon Staters by XRF-Analysis, Neutron Tomography and Diffraction // *J. Surf. Investig.* –2018. –Vol. 12. –№ 1. –P. 114–117.
 25. Kichanov S.E., Nazarov K.M., Kozlenko D.P., Saprykina I.A., Lukin E. V., Savenko B.N. Analysis of the internal structure of ancient copper coins by neutron tomography // *J. Surf. Investig.* –2017. –Vol. 11. –№ 3. –P. 585–589.
 26. Kichanov S., Saprykina I., Kozlenko D., Nazarov K., Lukin E., Rutkauskas A., Savenko B. Studies of Ancient Russian Cultural Objects Using the Neutron Tomography Method // *J. Imaging.* –2018. –Vol. 4. –№ 2. –P. 25.
 27. Inui M., Umezu N., Wakasaki K., Sato S. Thickness and clearance visualization based on distance field of 3D objects // *J. Comput. Des. Eng.* –2015. –Vol. 2. –№ 3. –P. 183–194.