# АКАДЕМИЯ НАУК РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ

На правах рукописи УДК - 620.179.155.5

## АБДУРАХИМОВ БЕХЗОДЖОН АБДУРАХМОНОВИЧ

## НЕЙТРОННАЯ РАДИОГРАФИЯ И ТОМОГРАФИЯ НА РЕАКТОРЕ ВВР-СМ И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ В ИССЛЕДОВАНИЯХ АРХЕОЛОГИЧЕСКИХ И ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ

01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики

**ДИССЕРТАЦИЯ** 

на соискание ученой степени доктора философии (PhD) по техническим наукам

**Научный руководитель:** д. ф.-м. н., проф. Ташметов М.Ю.

## оглавление

ВВЕДЕНИЕ	6						
ГЛАВА І. МЕТОД НЕЙТРОННОЙ РАДИОГРАФИИ И							
ТОМОГРАФИИ, КАК НЕРАЗРУШАЮЩИЙ МЕТОД							
ИССЛЕДОВАНИЯ ВНУТРЕННЕЙ СТРУКТУРЫ МАТЕРИАЛОВ	17						
§1.1. Исторические этапы становления метода нейтронной							
радиографии и томографии и области его применения	17						
§1.2. Особенности взаимодействия нейтронов с веществом	21						
§1.3. Особенности установки нейтронной радиографии и томографии	24						
§1.4. Математические аспекты нейтронной томографии	27						
§1.5. Применение нейтронной радиографии и томографии для							
исследования метеоритов, геологических объектов и объектов							
культурного наследия	33						
§1.5.1. Исследование внутренней структуры метеоритов	33						
§1.5.2. Структурные особенности лампрофировых даек	37						
§1.5.3. Элементы и особенности внутреннего строения объектов							
культурного наследия	40						
Выводы по первой главе	43						
ГЛАВА II. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ НЕЙТРОННОЙ							
РАДИОГРАФИИ И ТОМОГРАФИИ НА ПРИБОРНОЙ БАЗЕ							
РЕАКТОРОВ ВВР-СМ И ИБР-2. КОМПЛЕМЕНТАРНЫЕ							
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ	45						
§ 2.1. Создание установки нейтронной радиографии и томографии на							
реакторе ВВР-СМ							
§ 2.1.1. Исследовательский стационарный реактор ВВР-СМ	45						
§ 2.1.2. Конструкция и основные компоненты установки нейтронной							
радиографии и томографии	47						
§ 2.1.3. Первые экспериментальные результаты	52						

§2.2. Экспериментальная станция НРТ на базе импульсного реактора ИБР-2..... 55 § 2.3. Комплементарные методы для исследований минерального и 57 фазового состава геологических и археологических объектов..... 2.3.1. Специализированный спектрометр ДН-12 Ş на базе импульсного реактора ИБР-2..... 57 § 2.3.2. Метод рамановской спектроскопии..... 59 Выводы по второй главе..... 61 ГЛАВА III. КОМПЛЕКСНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ ОБЪЕКТОВ КУЛЬТУРНОГО НАСЛЕДИЯ...... 63 § 3.1. Описание серебряного дирхама Караханидов и методы исследования..... 63 § 3.2. Спектры рентгеновской дифракции дирхама Караханидов..... 65 § 3.3. Пространственное распределение основных фаз и продуктов коррозии в объеме караханидского дирхама..... 67 § 3.4. Описание древней румынской керамики и методы её 69 исследования..... § 3.5. Исследования фазового состава фрагментов древней румынской керамики..... 71 § 3.6. Особенности внутреннего строения фрагментов румынской керамики..... 73 Выводы по третьей главе..... 77 ГЛАВА IV. ПРОСТРАНСТВЕННОЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЕ НЕОДНОРОДНОСТЕЙ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА В ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТАХ..... 79 § 4.1. Описание фрагмента метеорита Куня-Ургенч и методы исследования..... 79 § 4.2. Исследования фазового состава метеорита Куня-Ургенч..... 81 4.3. Пространственное распределение минералов в объеме §. метеорита Куня-Ургенч..... 84

§ 4.4. Описание лампрофировых даек и методы их исследования								
§ 4.5. Спектры комбинационного рассеяния света, полученные для								
разных участков образцов лампрофировой дайки								
§ 4.6. Пространственное распределение структурных								
неоднородностей в лампрофировых дайках	94							
§ 4.7. Анализ трехмерных данных для характеристики структуры								
лампрофировых даек	96							
§ 4.7.1. Ориентация и сегментация стенок дайки	96							
§ 4.7.2. Распределение по размерам и ориентация включений								
Выводы по четвертой главе	104							
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	106							
БЛАГОДАРНОСТИ	108							
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ								
СПИСОК УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ, ЕДИНИЦ ИЗМЕРЕНИЯ,								
СИМВОЛОВ И ТЕРМИНОВ	132							

#### введение

Актуальность и востребованность темы диссертации. В настоящее время в современной экспериментальной физике быстрое развитие получают методы неразрушающего структурного анализа, которые играют важную роль не только в фундаментальных исследованиях, но и для решения широкого круга прикладных задач. В последние десятилетия наблюдается интенсивное развитие одного из представителей неразрушающих методов анализа – метода нейтронной радиографии и томографии. С помощью этого метода возможно визуализировать и детально исследовать трехмерное строение крупных массивных объектов, наблюдать неравномерное распределение различных кристаллических, аморфных, жидких фаз, выявлять внутренние поры и дефекты.

В настоящее время нейтронная радиография и томография широко используются в исследованиях материалов и изделий из различных областей астрофизика, науки: ядерные технологии, энергетика, геофизика, палеонтология, археология и т.д. Метод нейтронной радиографии и томографии имеет важные преимущества по сравнению с рентгеновской радиографией и томографией в связи с особенностями взаимодействия нейтрона с веществом. Так, нейтронный метод позволяет успешно изучать структурные особенности объектов, содержащих легкие элементы (например, <sup>1</sup>H, <sup>6</sup>Li, <sup>10</sup>B), элементы с близкими атомными номерами, даже изотопы одного Также фактором является высокая элемента. важным проникающая способность нейтронов, которая дает широкие возможности для исследования крупных и массивных объектов. Все эти особенности позволяют решать актуальные проблемы и задачи в исследованиях, в частности, археологических объектов, метеоритов и горных пород.

Наша республика обладает богатой коллекцией сохранившихся уникальных археологических объектов культуры. Для их изучения необходимы неразрущающие методы исследования, позволяющие получить информацию не только о внешней структуре, но и внутреннем строении,

наличии пор и микротрещин. В институте ядерной физики АН РУз функционирует исследовательский ядерный реактор ВВР-СМ – источник нейтронов, необходимый для нейтронной радиографии и томографии. установки нейтронной радиографии И томографии Создание на исследовательском ядерном реакторе с целью организации исследований внутреннего строения, дефектов, пор, микротрещин и их размеров, распределения элементов по объему образца является актуальной и востребованной научной и методической задачей. Направления этих фундаментальных исследований, имеющих огромное значение для развития науки нашей страны и её широкого практического применения, отражены в Стратегии<sup>1</sup> развития нового Узбекистана на 2022-2026 гг.

Исследования, проведенные в данной диссертационной работе, в определенной мере соответствуют задачам, обозначенным в Указе Президента Республики Узбекистан № УП-60 «О Стратегии развития нового Узбекистана на 2022-2026 гг.» от 28 января 2022 года, Постановлениях Президента N⁰ Республики Узбекистан ПП-3682 «O мерах ПО дальнейшему совершенствованию системы практического внедрения инновационных идей, технологий и проектов» от 27 апреля 2018 года, № ПП-3698 «О дополнительных мерах по совершенствованию механизмов внедрения инноваций в отрасли и сферы экономики» от 7 мая 2018 года, № ПП-4526 «О мерах по поддержке научно-исследовательской деятельности Института ядерной физики» от 21 ноября 2019 года, а также в других нормативноправовых документах, принятых в данном направлении.

Соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологий Республики Узбекистан. Диссертационная работа выполнена в соответствии с приоритетным направлением развития науки и

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Указ Президента Республики Узбекистан № УП-60 «О Стратегии развития нового Узбекистана на 2022– 2026 гг.» от 28 января 2022 г.

технологий в республике II. «Энергетика, энергосбережение и альтернативные источники энергии».

Степень изученности проблемы. Разработкой установок для исследований методом нейтронной радиографии и томографии, а также применением этого метода для структурных исследований геологических, астрофизических, палеонтологических И археологических объектов занимаются многие ученые и специалисты из ведущих научных центров мира, в том числе швейцарские (E. Lehmann, D. Mannes, A. Kaestner), немецкие (N. Kardjilov, I. Manke, J. Banhart), шведские (M. Strobl, R. Woracek), американские (D.S. Hussey, A.S. Tremsin, A.E. Craft), великобританские (W. Kockelmann), российские (С.Е. Кичанов, Д.П. Козленко, И.Ю. Зель), итальянские (G. Festa, F. Grazzi), венгерские (Z. Kis, L. Szentmiklósi, B. Maróti), казахстанские (К.М. Назаров, Б. Мухаметулы), узбекистанские (Б.С. Юлдашев, М.Ю. Ташметов) и другие специалисты.

В настоящее время с помощью нейтронной радиографии и томографии достаточно подробно исследованы керамические и металлические артефакты Этот культурного наследия, метеориты И горные породы. метод неразрушающего контроля также активно применяется в исследованиях приспособлений, палеонтологических инженерных объектов, изучении распределения воды в строительных материалах. Все это определяет значительный потенциал применения методов нейтронной радиографии и томографии для исследования научного и прикладного характера. За последние годы в Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ (Дубна, Россия) активно ведутся работы как в области применения этих методов в междисциплинарных исследованиях, так и в области разработки и создания Хорошим экспериментальных установок. соответствующих примером является станция нейтронной радиографии и томографии, созданная и запущенная в эксплуатацию на исследовательском реакторе BBP-К в Институте ядерной физики (Алматы, Республика Казахстан).

Исследовательский реактор ВВР-СМ ИЯФ АН РУз используется для исследований в широком спектре научных направлений, таких как ядерная физика, нейтронно-активационный анализ, облучение минералов, а также производство радиоизотопов для медицины. Учитывая растущую тенденцию запросов научного сообщества В междисциплинарных прикладных исследованиях в области техники, геофизики, астрофизики, археологии и палеонтологии, было принято решение о совместном с ОИЯИ создании новой базе экспериментальной установки нейтронной радиографии на исследовательского реактора BBP-CM.

Связь темы диссертационного исследования с планами научноисследовательских работ научно-исследовательского учреждения, где выполнена диссертация. Диссертационная работа выполнена в рамках утвержденной Постановлением Президента РУз № ПП-4526 от 21 ноября 2019 года программы научно-исследовательских работ Института ядерной физики АН РУз на 2020-2024 годы по теме: «Радиационно-стимулированные процессы при ядерной трансмутации легированного монокристаллического кремния».

Целью исследования являются разработка и создание установки нейтронной радиографии и томографии на горизонтальном канале ядерного реактора BBP-CM, и определение внутреннего строения и фазового состава археологических объектов, горных пород и метеорита.

#### Задачи исследования:

разработать, изготовить и провести монтаж основных узлов установки нейтронной радиографии и томографии на 5-ом горизонтальном канале исследовательского реактора BBP-CM;

установить экспериментальные возможности созданной установки нейтронной радиографии и томографии;

определить фазовый состав, пространственное распределение основных фаз и продуктов коррозии в металлической монете культурного наследия;

выполнить анализ пространственного распределения различных фаз, компонентов, структурных элементов и фазового состава в керамических объектах культурного наследия;

определить пространственное распределение минералов и фаз в метеорите Куня-Ургенч методом нейтронной томографии и дифракции;

определить пространственное распределение минералов, объемные распределения, морфологические особенности и орентационные эффекты сегментированных включений в горных породах - лампрофировых дайках.

**Объектом исследования** являются археологические, геологические и астрофизические объекты: медно-серебряная монета Караханидов, фрагменты древней румынской керамики, два крупных образца лампрофировых даек и фрагмент метеорита Куня-Ургенч.

**Предметом исследования** являются реализация метода нейтронной радиографии и томографии на горизонтальном канале реактора BBP-CM; особенности внутреннего строения, пространственные структурные неоднородности в археологических и геологических объектах, и их фазовый и минеральный состав.

Методы исследования: методы нейтронной радографии и томографии, нейтронной и рентгеновской дифракции, рамановской спектроскопии.

Научная новизна исследования заключается в следующем:

разработана и создана экспериментальная установка нейтронной радиографии и томографии на пятом горизонтальном канале исследовательского реактора BBP-CM с техническими параметрами L/D = 600 и пространственным разрешением 280 мкм;

разработана и изготовлена многокомпонентная коллиматорная система длиной 500 мм, диаметром входной 10 мм и выходной 25 мм апертуры, которая формирует нейтронный пучок с размерами до 90×90 мм<sup>2</sup>;

впервые на установке нейтронной радиографии и томографии определено пространственное распределение фаз меди 26% и серебра 74%,

продуктов коррозии (куприт, тенорит и халькоцит) и их объемы в дирхаме Караханидов;

установлены основные фазы (кварц и ортоклаз), их неоднородное пространственное распределение в объеме и распределение силикатных зерен с эквивалентными диаметрами от 0.2 до 2.5 мм в фрагментах древней румынской керамики;

установлены пространственное распределение силикатной и металлической фаз в объеме метеорита Куня-Ургенч, пространственные распределения и распределения по размерам включений из кварца и полевых шпатов в объеме лампрофировых даек.

#### Практические результаты исследования заключается в следующем:

показана возможность использования установки нейтронной радиографии и томографии для неразрушающего исследования объектов различного типа со сложным внутренним строением: от инженерных до археологических;

предложено использование включений из кварца и полевых шпатов в объеме лампрофировых даек как структурных маркеров для исследования процессов движения магмы в дайке;

установлено существование фаз оливина, пироксена, камасита и изменение фазового состава по объему метеорита Куня-Ургенч и наличие слабой аксиальной текстуры зерен камасита, сформировавшейся в результате ударного воздействия на метеорит.

Достоверность результатов исследования экспериментальных данных обеспечивается использованием современного оборудования и методик проведения исследований, подтверждается параметрами созданной установки и соответствием полученных результатов общефизическим представлениям, использованием аттестованных программ обработки данных.

Научная и практическая значимость результатов исследования. Научная значимость результатов заключается в развитии представлений о

структурных механизмах формирования свойств метеоритов и горных пород, а полученные результаты позволяют устанавливать исторические модели торговых или экспансионных источников тех или иных объектов культурного наследия. Пространственное разрешение созданной установки позволяет проводить неразрушающие исследования внутренних трещин и дефектов в конструкционных материалах различного технологического значения.

Практическое значение результатов определяется тем, что введенная в эксплуатацию установка нейтронной радиографии и томографии является единственной в Узбекистане и востребована для неразрушающего исследования объектов различного типа со сложным внутренним строением: от инженерных до археологических. Методические наработки по адаптации и применению анализа визуальных данных нейтронной радиографии и томографии, а также аналитические процедуры анализа трехмерных данных являются универсальными инструментами и могут использоваться на других установках по нейтронной радиографии и томографии.

Внедрение результатов исследования. На основе полученных результатов по созданию экспериментальной установки для нейтронной радиографии и томографии на базе реактора BBP-CM и исследованию структурных особенностей археологических и геологических объектов методами нейтронной радиографии и томографии:

созданная экспериментальная установка для нейтронной радиографии и томографии на пятом горизонтальном канале исследовательского реактора BBP-CM использовалась Институтом археологии Российской академии наук в совместных работах по неразрушающим структурным исследованиям объектов культурного наследия (письмо Института археологии Российской академии наук №14102/2115-503 от 28.02.2023), а также зарубежными исследователями (ссылки в международных научных журналах Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A: Accel. Spectrom. Detect. Assoc. Equip., 2021. Vol. 1015. No.1. p. 165760; Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A: Accel. Spectrom. Detect. Assoc. Equip., 2022. Vol. 1039. No.11. p. 167078; Scientific Reports, 2023. Vol.

13. р. 4799). Использование научных результатов позволило разработать и оптимизировать источник нейтронов для компактной тепловой нейтронной радиографии (TNR, NENU, Китай) для повышения эффективности замедления с помощью симуляции SuperMC;

результаты разработки и создания коллиматорной системы, состоящей из слоев парафина, борированного полиэтилена, кадмия и свинца, были использованы зарубежными исследователями (ссылки в международных научных журналах Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A: Accel. Spectrom. Detect. Assoc. Equip., 2021. Vol. 1015. No.1. p. 165760; Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A: Accel. Spectrom. Detect. Assoc. Equip., 2022. Vol. 1039. No.11. p. 167078; Scientific Reports, 2023. Vol. 13. p. 4799). Использование научных результатов позволило разработать коллиматорную систему для создания новых установок нейтронной радиографии и томографии;

полученные на установке нейтронной радиографии и томографии результаты: объемное распределение фаз меди и серебра, продуктов коррозии в дирхаме Караханидов и установленный медно-серебряный материал монеты не подверженный коррозии, были использованы в Институте археологии Российской академии наук (письмо Института археологии Российской академии наук №14102/2115-503 от 28.02.2023). Использование научных результатов позволило оценить содержание металлических компонент в медных и серебряных монетах из археологических раскопок на территории Российской Федерации;

результаты по исследованию фазового состава и пространственного распределения фаз в объеме древней румынской керамики были использованы зарубежными исследователями (ссылки в международных научных журналах Physics of Particles and Nuclei Letters, 2022. Vol. 19. pp. 434-439; Scientific Programming, 2022. Vol. 2022. 10 pages; Eurasian Journal of Physics and Functional Materials, 2022. Vol. 6. No. 1. pp. 56-70). Использование научных

результатов позволило реконструировать технологии изготовления древних артефактов.

Апробация работы. Результаты исследования обсуждались на 10 международных научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследований. По теме диссертации опубликованы 12 научных работ, в том числе 5 научных статей в зарубежных научных журналах, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан для публикации основных научных результатов докторских диссертаций.

Структура и объем диссертационной работы. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованной литературы. Объем диссертации составляет 132 страницы.

### Список опубликованных работ:

- Abdurakhimov B.A., Tashmetov M.Yu., Yuldashev B.S., Kichanov S.E., Lukin E.V., Kozlenko D.P., Kulikov S.A., Shvetsov V.N., Ismatov N.B., Saidov A.R., Normurodov A.B., Rutkauskas A.V. New neutron imaging facility at the WWR-SM reactor: Design and first results // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. Elsevier (Netherlands), 2021. Vol. 989. p. 164959. (No1. Web of Science; IF=1.455).
- Abdurakhimov B.A., Kichanov S.E., Talmaţchi C., Kozlenko D.P., Talmaţchi G., Belozerova N.M., Balaşoiu M., Belc M.C. Studies of ancient pottery fragments from Dobrudja region of Romania using neutron diffraction, tomography and Raman spectroscopy // Journal of Archaeological Science: Reports. Elsevier (Netherlands), 2021. Vol.35. p. 102755. (№3. Scopus; IF=1.633).
- 3. Abdurakhimov B.A., TashmetovM.Yu., Bakirov B.A., Yuldashev B.S., Kichanov S.E., Kozlenko D.P., Ismatov N.B. Structural studies of the Qarakhanid dirham using X-ray diffraction and neutron tomography methods // Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques.

– Pleiades Publishing, Ltd. (British Virgin Islands), 2021. – Vol. 15. – pp. 12321237. (№3. Scopus; IF=0.529).

- Zel I., Abdurakhimov B., Kichanov S., Lis O., Myrzabekova E., Kozlenko D., Tashmetov M., Ishbaev K., Kosbergenov K. Neutron Tomography Studies of Two Lamprophyre Dike Samples: 3D Data Analysis for the Characterization of Rock Fabric // Journal of Imaging. – MDPI (Switzerland), 2022. – Vol.8. – p. 80. (№3. Scopus; IF=3.428).
- Kichanov S.E., Abdurakhimov B.A., Zel I.Y., Kirillov A.K., Kozlenko D.P., Lapina I.K., Mentsin Y.L. The structural analysis of Kunya-Urgench chondrite: The nondestructive neutron studies // Meteoritics & Planetary Science. – The Meteoritical Society (United States), 2022. – Vol. 57(10). – pp. 1836-1845. (№1. Web of Science; IF=2.487).
- Abdurakhimov B., Kichanov S., Lukin E., Balasoiu M., Talmatchi C., Cliante T., Belc M., Kozlenko D. The studies of the Romanian ancient ceramics using the neutron tomography method // 19<sup>th</sup> International Balkan Workshop on Applied Physics, July 16-19, 2019: Book of Abstracts. Constanta (Romania), 2019. p. 178.
- Абдурахимов Б.А., Кичанов С.Е., Talmaţchi C., Козленко Д.П., Балашою М., Talmaţchi G., Руткаускас А.В., Belc M. Исследования фрагментов средневековой керамики методами нейтронной дифракции, томографии и рамановской спектроскопии // LIV Школа ПИЯФ по физике конденсированного состояния (ФКС-2020), 16–21 марта, 2020: Сборник тезисов – Санкт-Петербург (Россия), 2020. – С. 10.
- Abdurakhimov B.A., Kichanov S.E., Talmatchi C., Kozlenko D.P., Balasoiu M., Talmatchi G., Belc M. The study of ancient Romanian pottery fragments by nondestructive techniques at the IBR-2 reactor // International Conference "Condensed matter research at the IBR-2", October 12–16, 2020: Book of Abstracts. – Dubna (Russia), 2020. – p. 108.

- Zel I.Yu., Abdurakhimov B.A., Kichanov S.E., Kozlenko D.P. Neutron tomography of two lamprophyre dike samples from Uzbekistan: application of 3D image analysis for the characterization of rock fabric // Конференция по использованию рассеяния нейтронов в исследовании конденсированных сред (РНИКС-2021), 27 сентября – 1 октября, 2021: Тезисы докладов. – Екатеринбург (Россия), 2021. – С. 166.
- 10. Абдурахимов Б.А., Кичанов С.Е., Ташметов М.Ю., Юлдашев Б.С., Козленко Д.П., Исматов Н.Б., Лукин Е.В. Неразрушающие исследования объектов культурного наследия Узбекистана на новой установке нейтронной радиографии и томографии на реакторе BBP-CM // Конференция по использованию рассеяния нейтронов в исследовании конденсированных сред (РНИКС-2021), 27 сентября – 1 октября, 2021: Тезисы докладов. – Екатеринбург (Россия), 2021. – С. 263-264.
- Abdurakhimov B.A., Tashmetov M.Yu., Kichanov S.E., Kozlenko D.P., Yuldashev B.S., Lukin E.V., Ismatov N.B. Neutron imaging at the WWR-SM reactor: present status and obtained results // IV International scientific forum "Nuclear science and technologies" September 26–30, 2022: Book of Abstracts. – Almaty (Kazakhstan), 2022. – pp. 92-93.
- Abdurakhimov B.A., Tashmetov M.Yu., Kichanov S.E., Yuldashev B.S., Kozlenko D.P. Neutron Imaging in Uzbekistan // International Scientific Conference of Young Scientists "Science and Innovation-2022" October 20, 2022: Book of Abstracts. – Tashkent, 2022. – pp. 303-305.

# ГЛАВА І. МЕТОД НЕЙТРОННОЙ РАДИОГРАФИИ И ТОМОГРАФИИ, КАК НЕРАЗРУШАЮЩИЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ВНУТРЕННЕЙ СТРУКТУРЫ МАТЕРИАЛОВ

## §1.1. Исторические этапы становления метода нейтронной радиографии и томографии и области его применения

Разработка и развитие методов, которые позволяют исследовать внутреннею структуру объектов, не разрушая их, является одной из актуальных задач в современной науке. Применение подобных методик особенно востребовано в материаловедении, промышленности, археологии, геофизике и других областях науки [1-6].

Одним из таких методов, который активно развивается в последние десятилетия, является метод нейтронной радиографии и томографии (HPT). Метод нейтронной радиографии заключается в получении двумерных нейтронных изображений объектов исследования, где различие в нейтронных сечениях поглощения для разных элементов дает информацию о внутреннем распределении неоднородностей исследуемых материалов.

Для получения трехмерной модели внутренней структуры исследуемого объекта применяют метод нейтронной томографии, который является частным случаем метода нейтронной радиографии. В этом случае исследуемый объект вращают вокруг своей оси с определенным шагом относительно направления нейтронного пучка и делают радиографические снимки. Объемная реконструкция внутреннего строения исследуемого объекта выполняется из набора отдельных радиографических изображений с помощью математических алгоритмов.

По сравнению с комплементарным методом рентгеновской радиографии и томографии (PPT) метод HPT обладает рядом преимуществ. Так, нейтронная радиография позволяет успешно изучать структурные особенности объектов, содержащих легкие (<sup>1</sup>H, <sup>6</sup>Li, <sup>10</sup>B) элементы, элементы с близкими атомными

номерами и даже изотопы одного элемента. Также важным фактором является высокая проникающая способность нейтронов. Это даёт широкие возможности для исследования крупных и массивных объектов, содержащие тяжелые элементы, такие как титан, свинец и висмут [3, 6, 7].

Первые эксперименты по получению нейтронных изображений были проведены в 1935 г. Х. Кальманом и Э. Кюном спустя несколько лет после открытия нейтрона Чедвиком [8-10]. Они обнаружили, что при бомбардировке нейтронами материала испускается излучение, которое может засветить фотопленку. В 1946 году Питерс получил радиографические снимки различных объектов на более мощном источники нейтронов, но они также были низкого качества [11]. Первые нейтронные снимки более высокого качества были получены Дж. Тьюлисом в 1956 году на реакторе ВЕРО (Харвелл, Великобритания) [12, 13]. В конце семидесятых годов двадцатого века были разработаны основы динамической нейтронной радиографии или нейтронной визуализации в реальном времени [10, 14].

Примерно в тоже время появились первые работы по нейтронной томографии. Однако, первые детекторы представляли собой гадолиниевый конвертор и эмульсионную пленку, что существенно затрудняло получение большого числа проекций и получение цифровых данных с пленок [15]. Создание новых сцинтилляционных детекторов, применение цифровых видео камер, а также совершенствование компьютерной техники привело к быстрому развитию данной методики. В период с 1994 по 2004 год было построено 5 станций по НРТ [10]. Это радиографическая станция на исследовательском реакторе BRR (1994 г.) в исследовательском институте атомной энергии МҮА КFKI (Будапешт, Венгрия) [16], станция нейтронной трансмиссионной радиографии NEUTRA (1997 г.) [17] на нейтронном источнике (SNS) SINQ в институте Пауля Шеррера (Филлиген, Швейцария), станция NIF (2003 г.) в центре нейтронных исследований Национального института стандартов и технологий (NIST) (Гейтерсберг, штат Мэриленд, США) [18], установки нейтронной радиографии и томографии (2001 г.) на

исследовательском реакторе SAFARI-1 (Претория, ЮАР) [19] и станция ANTARES (2004 г.) на исследовательском реакторе FRM II [20] (Гархинг, Германия).

На сегодняшний день в мире на различных источниках нейтронов существует большое количество исследовательских станций нейтронной радиографии и томографии. Стоит отметить, что не так давно были построены станции НРТ в России. Это установка ДРАКОН на монохроматическом пучке исследовательского реактора ИР-8 в НИЦ «Курчатовский институт» (г. Москва) [21] и станция НРТ на 14-м канале импульсного высокопоточного реактора ИБР-2 в ЛНФ, ОИЯИ (г. Дубна) [22]. Также в 2019 г. была введена в эксплуатацию еще одна станция НРТ ТІТАN на исследовательском реакторе ВВР-К в Институте ядерной физики (Алматы, Республика Казахстан) [23]. В таблице 1 представлены работающие станций НРТ в мире [24] и их основные характеристики. Помимо уже существующих станций НРТ [24], ведутся работы по проектированию и созданию новых установок: ОDIN на европейском импульсном источнике SNS (Ок-Ридж, США) [26].

С учетом особенностей взаимодействия нейтронов с веществом, развития техники и алгоритмов обработки получаемых экспериментальных данных с момента первых экспериментов по нейтронной радиографии и томографии, методы НРТ активно применяются в исследованиях палеонтологии [27], геофизики [6, 28], материаловедении [3, 29] и во многих других областях науки [1, 30-32]. Также активно задействуется данная методика при исследовании объектов культурного наследия, где объектами исследования являются редкие и уникальные образцы, состоящие из различных сплавов, глин, керамик и т.д. [2, 33, 34].

Широкий спектр научных областей, где применение метода НРТ, показывает необходимость развития данной методики, как с точки зрения

технических характеристик, так и алгоритмов обработки полученных экспериментальных данных.

## Таблица 1.1

СТРАНА	Центр	Источник	Установка	Характеристики			
Австрация	ANSTO	OPAL peaktop	DINGO	L/D=1000.			
<i>i</i> ibe ipullin		of the pountop	Directo	$1.15 \times 10^7 \text{ H/cm}^2 \times \text{c}$			
Великобритания	RAL	ISIS	IMAT	L/D=2000;			
1				9.6×10 <sup>4</sup> н/см <sup>2</sup> ×с			
Венгрия	BNC	BRR реактор	NORMA	L/D=233;			
				$2.7 \times 10^7$ н/см <sup>2</sup> ×с			
Венгрия	BNC	BRR реактор	DNR	L/D=600;			
				$1.7 \times 10^3$ н/см <sup>2</sup> ×с			
Германия	TU Munich	FRM-2 peaktop	ANTARES	L/D=200;			
				$4 \times 10^8$ н/см <sup>2</sup> ×с			
Германия	TU Munich	FRM-2 реактор	NECTAR	L/D=132;			
				$1.2 \times 10^7$ H/cm <sup>2</sup> ×c			
Германия	HZB	BER-2 реактор	CONRAD	L/D=500;			
				$5.8 \times 10^{\circ} \text{ H/cm}^2 \times \text{c}$			
Казахстан	ФКИ	ВВР-К реактор	TITAN	L/D=350;			
D	OHUH		LIDT	$1 \times 10^{7} \text{ H/cm}^{2} \times \text{c}$			
Россия	Оияи	ИБР-2 реактор	HPI	L/D=200;			
Docourg		UD & poortop	ПРАКОЦ	$J.J \times 10^{-}$ H/CM ×C			
госсия		rif-o peaktop	ДГАКОП	L/D=130, 3.6×10 <sup>6</sup> µ/cm <sup>2</sup> ×c			
США	NIST	NBSR nearton	BT_2	J.0×10 H/CM ×C			
CIIII		NDSR peaktop	D1-2	$5 \times 10^{6} \text{ H/cm}^{2} \times \text{c}$			
CIIIA	ORNL	HFIR peaktop	CG-1D	L/D=725:			
		r		$7.5 \times 10^{6} \text{ H/cm}^{2} \times \text{c}$			
Швейцария	PSI	SINQ	NEUTRA	L/D=550;			
-		-		$7.2 \times 10^{6}$ н/см <sup>2</sup> ×с			
Швейцария	PSI	SINQ	ICON	L/D=686;			
				$3.2 \times 10^{6}$ н/см <sup>2</sup> ×с			
Южная Африка	NECSA	SAFARI реактор	SANRAD	L/D=525;			
				$2.5 \times 10^6$ н/см <sup>2</sup> ×с			
Южная Корея	KAERI	HANARO	NI	L/D=278;			
				$2 \times 10^7$ н/см <sup>2</sup> ×с			
Япония	JAEA	JRR3 peaktop	NI	L/D=185;			
			DADEN	$1.5 \times 10^{\circ} \text{ H/cm}^2 \times \text{c}$			
Япония	JAEA	J-PARC	RADEN	L/D=600;			
				$2 \times 10^{\circ} \text{ H/cm}^2 \times \text{c}$			

## Список действующих установок по НРТ в мире [24]

#### §1.2. Особенности взаимодействия нейтронов с веществом

Поскольку нейтрон является электрически нейтральной частицей, он слабо взаимодействует с веществом и поэтому глубоко проникает внутрь него. В отличие от рентгеновских лучей, которые преимущественно взаимодействуют с электронной оболочкой атома, нейтрон взаимодействует на уровне ядра [35]. Мера взаимодействия нейтрона с одним ядром определяется микроскопическим сечением:

$$\sigma = \int d\sigma = \int \frac{dN}{n} \tag{1.1}$$

где dN-количество нейтронов, взаимодействующих с ядром мишени [c<sup>-1</sup>], ппоток падающих нейтронов [c<sup>-1</sup>×см<sup>-2</sup>]. Единицей сечения является барн (1 барн =  $10^{-24}$  см<sup>2</sup>). Взаимодействие нейтрона с ядром может приводить к поглощению ядром нейтрона или его рассеянию. Поэтому полное микроскопическое сечение является суммой сечения рассеяния  $\sigma_s$  и сечения поглощения  $\sigma_a$ . Макроскопическое сечение  $\Sigma$  [см<sup>-1</sup>] определяет вероятность взаимодействия между нейтроном и материалом и имеет формулу

$$\Sigma = N\sigma \tag{1.2}$$

где N (см<sup>-3</sup>) – количество ядер в единице объема. Для материала, состоящего из ядер разных изотопов или элементов, полное сечение представляет собой сумму макроскопических сечений разных ядер. Макроскопическое сечение также известно, как коэффициент ослабления µ в законе Бугера-Ламберта-Бэра [36]:

$$I = I_0 e^{-\mu d} \tag{1.3}$$

где  $I_0$  и I – интенсивности падающего и прошедшего пучка, соответственно,  $\mu$  – линейный коэффициент ослабления материала, d – толщина исследуемого объекта. На практике иногда пользуются отношением  $\mu/\rho$ , которое называется массовым коэффициентом ослабления и определяется как [37]:

$$\frac{\mu}{\rho} = \frac{\sigma_t N_A}{A} \,, \tag{1.4}$$

где A – массовое число атомного ядра,  $N_A = 6.02 \times 10^{23}$  моль $^{-1}$  – число Авогадро и  $\rho$  – плотность.

В радиографическом эксперименте изображение формируется также в соответствии с экспоненциальным законом:

$$I(x, y, E) = I_0(x, y, E) exp[-\int \mu(x, y, z, E) ds]$$
(1.5)

где E – энергия нейтронов, x, y – координаты в плоскости детектора, z – координата вдоль направления пучка, а s – длина пути через образец. Распределение интенсивности пучка, прошедшего через объект I(x, y) является его нейтронной проекцией или радиографическим снимком [38]. Радиографический снимок содержит в себе интегральную информацию о распределении в объекте линейного коэффициента ослабления, однако для полного восстановления трехмерной функции объекта  $\mu(x, y, z, E)$  необходимо получение набора радиографических снимков, снятых при разных углах падения пучка на образец [7, 39, 40].

В отличии от рентгеновского излучения, как уже было указано раньше, нейтроны довольно чувствительны к легким атомам таким, как водород, литий, бор и т.д. На рис.1.1 показано, что массовый коэффициент ослабления для рентгеновского излучения линейно увеличивается с атомным номером [41], чего не наблюдается для нейтронов. Так, ослабление нейтронного пучка, проходящего через образец, является более селективным и зависит от свойств ядер, а также энергии самих нейтронов. При наличии разных фаз в образце на радиографическом снимке наблюдаются контрастные области, соответствующие разному коэффициенту ослабления нейтронов. На рис.1.2 представлена периодическая таблица коэффициента ослабления нейтронов для всех элементов.



Рис. 1.1. Зависимость массового коэффициента ослабления µ/р от порядкового номера элемента для тепловых нейтронов 25 мэВ (красные точки) и рентгеновских лучей с энергией 100 кэВ (синяя линия) [41]

Attenuation coefficients for Thermal Neutrons (cm <sup>-1</sup> )																	
										-							
1a	2a	3b	4b	5b	6b	7b		8		1b	2b	3a	4a	5a	6a	7a	0
н																	He
3.44																	0.02
Li	Be											В	С	N	0	F	Ne
3.30	0.79											101.60	0.56	0.43	0.17	0.20	0.10
Na	Mg	]										AI	Si	P	S	CI	Ar
0.09	0.15											0.10	0.11	0.12	0.06	1.33	0.03
ĸ	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
0.06	0.08	2.00	0.60	0.72	0.54	1.21	1.19	3.92	2.05	1.07	0.35	0.49	0.47	0.67	0.73	0.24	0.61
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	1	Xe
0.08	0.14	0.27	0.29	0.40	0.52	1.76	0.58	10.88	0.78	4.04	115.11	7.58	0.21	0.30	0.25	0.23	0.43
Cs	Ba	La	Hf	Та	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	TI	Pb	Bi	Po	At	Rn
0.29	0.07	0.52	4.99	1.49	1.47	6.85	2.24	30.46	1.46	6.23	16.21	0.47	0.38	0.27			
Fr	Ra	Ac	Rf	Ha													
	0.34																
	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu			
*Lanthanides	0.14	0.41	1.87	5.72	171.47	94.58	1479.04	0.93	32.42	2.25	5.48	3.53	1.40	2.75			
	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr			
**Actinides	0.59	8.46	0.82	9.80	50.20	2.86								neut.			

Рис. 1.2. Периодическая таблица с коэффициентами ослабления тепловых нейтронов элементов [42]

Например, на рис.1.3 представлены два радиографических снимка телефона, полученных рентгеновской (*a*) и нейтронной (б) радиографиями.

Так как телефон состоит из металлических и водородосодержащих элементов, то из-за разной природы взаимодействия рентгеновского излучения и нейтронов с веществом, наблюдаются разные по информативности изображения. Рентгеновское излучение с более низкой энергией 170 кэВ не могло проникнуть через более плотные материалы телефона. В то же время нейтроны проникают глубоко внутрь модельного объекта, взаимодействуют с легкими элементами и как результат, показывают более детализировано внутреннее устройство телефона, чем на рентгеновском снимке.





Рис. 1.3. Радиографические изображения дискового телефона: *а* – рентгеновский снимок; б – нейтронный снимок [43]

## §1.3. Особенности установки нейтронной радиографии и томографии

Схематическое представление [24, 44] типичной установки для нейтронной радиографии и томографии изображено на рис.1.4. Установка состоит из четырех основных компонентов: источник нейтронов, нейтроновод с коллиматорами для формирования пучка, гониометр для вращения образца и детекторная система.

При прохождении пучка нейтронов через изучаемый объект, происходит ослабление данного пучка в соответствии с его составом, геометрической формой, плотностью вещества и толщиной. Прошедшие через образец нейтроны конвертируются в видимый свет (фотоны) сцинтиллятором и регистрируются цифровой видеокамерой.



Рис. 1.4. Принципиальная схема установки нейтронной радиографии и томографии [44]

Как правило, сцинтилляторы состоят из смеси двух компонент: поглотителя, испускающего при взаимодействии с нейтронами ионизирующие частицы,

$$^{6}Li + n \rightarrow T + \alpha + 4.79 \, MeV \tag{1.6}$$

и оптического люминофора, испускающего под действием ионизирующего видимый [45, 46]. Наиболее излучения свет распространенным сцинтиллятором является <sup>6</sup>LiF/ZnS. Чем толще сцинтилляционный экран, тем выше эффективность преобразования нейтронов <sup>6</sup>LiF, но начиная примерно с 450 мкм световыход уже не следует этой тенденции [47]. Повышенное рассеяние света, связанное с более толстыми сцинтилляторами, также снижает получаемое пространственное разрешение. На сегодняшний день достигнутое характерное пространственное разрешение таких детекторов – 50÷100 мкм [45, 48]. На практике используются сцинтилляторы <sup>6</sup>LiF/ZnS толщиной от 50 до 400 мкм.

Для получения более высокого пространственного разрешения Однако необходимы очень тонкие сцинтилляторы. В ЭТОМ случае эффективность преобразования <sup>6</sup>Li будет слишком низкой. Поэтому переходят на сцинтиллятор Gd<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S (Gadox). Природный гадолиний имеет сечение поглощения тепловых нейтронов в 50 раз выше, чем у <sup>6</sup>Li (даже в 270 раз выше для изотопа <sup>157</sup>Gd). Типичная толщина сцинтиллятора Gadox составляет от 10 до 30 мкм [35].

В результате взаимодействия нейтронов с веществом сцинтиллятора полученные фотоны отражается ОТ зеркала или системы зеркал, расположенных углом 45° под К оси пучка, попадают И на высокочувствительную ПЗС (ССD) или КМОП (СМОS) камеру [39].

Установка системы зеркал дает возможность защитить оптический сенсор видеокамеры от облучения нейтронами и сопутствующим гаммаизлучением, тем самым предотвратить его радиационное повреждение и деградацию, и как следствие продлить срок эксплуатации. Несмотря на это, гамма-излучение, генерируемое при взаимодействии нейтронов с образцом и окружающей средой, все еще может достигать чипа камеры и создавать белые пятна на радиографических снимках. В зависимости от количества пикселей на чипе камеры и размера области сцинтиллятора, сфокусированного на этот чип с помощью оптических линз, можно получить различные эффективные размеры пикселей.

Вся детекторная система находится в светонепроницаемом кожухе. Это необходимо, чтобы предотвратить попадание рассеянного света и исказить результаты эксперимента.

Пространственное разрешение установок НРТ зависит от разрешения сцинтилляционного экрана и цифровой видеокамеры, а также от коллимации нейтронного пучка. Коллимация нейтронного пучка определяется характеристическим параметром для HPT – соотношением L/D [1, 6], где L это расстояние между входной апертурой коллиматорной системы и положением исследуемого образца К диаметру входной апертуры коллиматоров D. Это отношение ограничивает геометрическое разрешение или коллимационное размытие изображения d на определенном расстоянии образец-детектор l, определяемом выражением

$$d = l \times (L/D)^{-1}$$
(1.7).

Таким образом, хорошо коллимированный пучок (т.е. пучок с малой угловой расходимостью) является фундаментальной предпосылкой для достижения высокого пространственного разрешения. В настоящее время доступны значения L/D от нескольких сотен до тысячи и поле зрения (Field of view, FOV) от 10 × 10 до 40 × 40 см<sup>2</sup> [36].

### § 1.4. Математические аспекты нейтронной томографии

Математические основы нейтронной визуализации являются общими для всех неразрушающих методов, которые используют не преломляющее или недифрагирующее излучение для исследования материалов [49, 50].

Томография выполняется в два основных этапа:

сбор данных, т.е. получение набора радиографических изображений объекта;

▶ реконструкция трехмерной модели по набору проекций.

Трехмерная модель коэффициента ослабления образца может быть восстановлена по набору полученных изображений образца, повернутого на разные углы [51]. Объект можно рассматривать как разделенный на тонкие срезы, параллельные плоскости (x, y). Каждый срез представляет собой двумерную функцию f(x, y), которая описывает зависящий от положения коэффициент ослабления  $\mu(x, y)$ . Срезы сканируются под разными углами ( $\theta$ ) от 0° до 180° с одинаковыми угловыми шагами и измеряются их проекции  $P_{\theta}(t)$  (рис.1.5).

Уравнение линии пучка в направлении *s* выражается в координатах  $\theta$ , *t*:

$$x\cos\theta + y\sin\theta = t \tag{1.8}$$

Интенсивность прошедшего пучка подчиняется закону ослабления (1.5), поэтому проекция  $P_{\theta}(t)$  определяется, как

$$P_{\theta}(t) = \ln\left(\frac{I_0(t)}{I_{\theta}(t)}\right) = \int_{(\theta,t)} f(x,y) ds$$
(1.9)

Выражение (1.9) можно записать в виде двойного интеграла:

$$P_{\theta}(t) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) \delta_D(x \cos \theta + y \sin \theta - t) dx dy$$
(1.10)

где  $\delta_D$  - дельта-функция Дирака [51].



Рис. 1.5. Образец с распределением коэффициента ослабления f(x, y) поворачивается и сканируется в плоскости (x, y) [36]

Совокупность всех проекций  $P_{\theta}(t)$  функции f(x, y) называется преобразованием Радона функции f(x, y) [52]. Графики преобразований Радона называются синограммами. Двумерное изображение восстанавливается по проекциям  $P_{\theta}(t)$  с использованием теоремы Фурье о срезе: одномерное преобразование Фурье проекции, взятой под углом  $\theta$ , равно центральному радиальному срезу под углом  $\theta$  двумерного

преобразования Фурье исходного объекта (рис.1.6). Для определенного угла  $\theta$  преобразование одномерное Фурье проекции  $P_{\theta}(t)$  равно

$$S_{\theta}(w) = \int_{-\infty}^{\infty} P_{\theta}(t) e^{-2\pi i w t} dt \qquad (1.11)$$

Двумерное преобразование Фурье функции f(x, y):

$$F(u,v) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x,y) e^{-2\pi i (ux+vy)} dx dy$$
(1.12)

где  $u = w \cos \theta$  и  $v = w \sin \theta$ . Тогда согласно теореме

$$F(w\cos\theta, w\sin\theta) = S_{\theta}(w) \tag{1.13}$$

Имея проекционные данные F(u, v) и применяя двумерное обратное преобразование Фурье, можно определить и f(x, y).



Рис. 1.6. Связь между преобразованием Фурье проекции и преобразованием Фурье объекта [51]

Из-за сильно неравномерного распределения F(u, v) прямой расчет по обратному Фурье-преобразованию на практике не используется ввиду возможных значительных искажений. Поэтому применяется метод обратной проекции (FBP) [51], который также вытекает из теоремы Фурье о срезе следующим образом:

Используя полярные координаты, соотношение (1.12) записывается в виде,

$$f(x,y) = \int_0^\pi \int_{-\infty}^\infty F(w,\theta) e^{2\pi i w t} |w| dw d\theta \qquad (1.14)$$

ИЛИ

$$f(x,y) = \int_0^\pi \left[ \int_{-\infty}^\infty S_\theta(w) e^{2\pi i w t} |w| dw \right] d\theta$$
(1.15)

согласно соотношению (1.13). Обозначая член в скобках как

$$Q_{\theta}(t) = \int_{-\infty}^{\infty} S_{\theta}(w) e^{2\pi i w t} |w| dw \qquad (1.16)$$

имеем:

$$f(x,y) = \int_0^{\pi} Q_{\theta}(t) d\theta \qquad (1.17)$$

Соотношение (1.17) представляет собой операцию фильтрации, в которой функция фильтрации (или функция отклика в пространстве Фурье) в частотном пространстве (u, v) равна |w|. Реконструкция f(x, y) получается путем суммирования  $Q_{\theta}(t)$  по всем углам  $\theta$ , т.е. выполняется обратное проецирование. На практике, вместо фильтра |w| используются модификации в виде нелинейных функций (рис.1.7): фильтры Шеппа-Логана, Косинусный, Хэмминга и Ханна [53]. Одним из предпочтительных фильтров, является фильтр Шеппа-Логана, предназначенный для ослабления высокочастотной компоненты изображения.

Другим важным аспектом является количество необходимых проекций. Для определения необходимого количества проекций можно воспользоваться теоремой Фурье о срезах. Точки в частотном пространстве равномерно расположены по радиальным линиям (представляющим проекции) с 30 интервалом  $\Delta \omega_r = \frac{1}{NT}$ , где *N* – количество точек в проекции (т. е. количество пикселей по ширине изображения) и *T* – ширина пикселя.



Рис. 1.7. Амплитудная характеристика различных фильтров, используемых для реконструкции [53]

Наибольшая частота определяется по теореме Найквиста [51] соотношением  $\omega_{max} = \frac{1}{2T}$ , где  $\omega_{max}$  – радиус диска (см. рис.1.8). Наибольший интервал между двумя последовательными точками выборки будет  $\Delta \omega_a = \omega_{max} \Delta \theta$ , где  $\Delta \theta$  – угловой интервал между проекциями. Для обеспечения достаточной выборки угловые и радиальные интервалы во всех точках частотного пространства должны быть одинакового порядка ( $\Delta \omega_a = \Delta \omega_r$ ). Из этого равенства следует связь между угловым расстоянием между проекциями и количеством точек,  $\Delta \theta = \frac{2}{N}$ . Таким образом можем сделать вывод, что для получения изображения высокого качества количество проекций, необходимых для поворота на 180°, равно  $\frac{\pi}{\Lambda \theta}$  или  $\frac{\pi N}{2}$ .



Рис. 1.8. Частотный диапазон с точками, равномерно расположенными на радиальных линиях [51]

Помимо методов реконструкции, основанных на Фурье преобразовании, существует класс алгебраических методов, использующих итерационные вычисления: алгебраическая техника реконструкции (ART) [54], на основе которой были построены алгоритм одновременной итерационной реконструкции (SIRT) [55], и алгоритм одновременной алгебраической реконструкции (SART) [1]. В этих алгоритмах реконструкция объекта путём решения происходит системы линейных уравнений методом последовательных приближений [54, 55]. Однако, главным недостатком этих алгоритмов является то, что по сравнению с методом обратных проекций они требовательны к вычислительным ресурсам вплоть до необходимости применения схем параллельных вычислений.

Реконструкция трехмерной модели объекта по его проекциям может быть выполнена с помощью программного пакета SYRMEP Tomo Project (STP) [56]. Когда реконструкция завершена и срезы получены, объемные данные можно импортировать в программу VGStudio MAX 2.2, предназначенную для визуализации трехмерных данных и работы с ними.

# § 1.5. Применение нейтронной радиографии и томографии для исследования метеоритов, геологических объектов и объектов культурного наследия

Метод НРТ широко применяется в различных областях науки для решения своих конкретных задач. В частности, НРТ активно применяется для исследования внутренней структуры геологических объектов и объектов культурного наследия.

### § 1.5.1. Исследование внутренней структуры метеоритов

Одной из актуальных задач современной науки является исследование метеоритов. Это связано с оценкой рисков столкновений таких астрофизических объектов с Землей, оценка влияния их структуры и состава на мощность взаимодействия с атмосферой и степень энерговыделения [57-59]. Также метеориты являются важным источником информации о формировании нашей солнечной системы на ранних этапах её развития.

Основной сложностью исследования метеоритов является то, что они – довольно редкие объекты. Информацию о внутренней структуре метеоритов получали с помощью металлографического метода, когда наборы разрезанных и полированных срезов метеоритов использовались для подготовки объемных трехмерных (3D) томографических моделей. Но это приводило к разрушению исследуемого объекта. Поэтому исследование неразрушающими методами является более предпочтительным. Одним из методов является рентгеновская томография, но она имеет ряд ограничений, связанных с размерами исследуемых объектов и наличием металлических фаз. Последнее приводит к трудностям исследования железокаменных метеоритов. Эти ограничения делают нейтронную томографию привлекательным инструментом для исследований внутренней структуры метеоритов [39]. В работе [60] были выполнены исследования внутренней структуры группы железных метеоритов методом НРТ. На рис.1.9 показаны нейтроннорадиографические изображения исследованных в работе образцов. Пиксели материала, характеризующиеся большим ослаблением нейтронов, являются светлыми, а фазы, характеризующиеся меньшим ослаблением нейтронов (камасит), являются темными [60]. На основе различного коэффициента ослабления холодных нейтронов для никеля и железа нейтронная томография позволила реконструировать богатые никелем (таенит) и бедные никелем (камасит) металлические фазы. Таким образом, мера средней ширины самых крупных камаситовых пластинок определена неразрушающим способом. Кроме того, размер, форма и пространственная корреляция между кристаллами камасита и таенита получили более эффективно и точно, чем с помощью металлографического исследования.



Рис. 1.9. Нейтронно-радиографические изображения образцов метеорита: (А) Агудал; (В) Сеймчан; (С) Сихотэ-Алинского; (D) Муонионалуста и (Е) Кампо-дель-Сьело [60]

В другой работе [61] методом НРТ была исследована внутренняя структура фрагмента Сеймчанского метеорита. Была получена информация о пространственном распределении различных компонентов метеорита (рис.1.10) и распределении объемов, средних размерах и морфологических параметрах как металлического компонента FeNi, так и зерен оливина. Металлические области отмечены красным цветом, а оливиновый минералжелтым (рис.1.10-*a*).



Рис. 1.10. *а*) Виртуальная 3D модель фрагмента метеорита Сеймчан. b) Гистограмма шкалы оттенков серого изученного сеймчанского метеорита. Пики, соответствующие компонентам оливина и металла, отмечены цветом [61]

В [62] исследованы трехмерное распределение водных фаз метеорита MillerRange 03346 с использованием нейтронной и рентгеновской томографий, чтобы определить, являются ли изменения взаимосвязанными и повсеместными. Этот метеорит был классифицирован как нахлит, то есть отнесен к подгруппе марсианских метеоритов. Результаты показывают дискретные кластеры водных фаз внутри и вокруг зерен оливина с ограниченной взаимосвязанностью между кластерами (рис.1.11). Это

означает, что жидкость была локализована и возникла в результате таяния местного подповерхностного льда после удара. На рис.1.11А и В представлены 3D модели образца, где оливин (на основе рентгеновского объема) и водные компоненты (на основе объема нейтронов) были сегментированы и объединены. На рис.1.11С показаны отдельные элементы внутренней структуры этого метеорита.



Рис. 1.11. Комбинированные рентгеновский и нейтронный объемы метеорита Miller Range 03346 [62]

В работе были выделены два кластера на основе их взаимосвязи с водным материалом. Образец был обрезан, чтобы показать часть внутренней части (рис.1.11D). Серый фон - это объем рентгеновского снимка, где яркий минерал соответствует титаномагнетиту; желтым квадратом обозначено одно зерно
оливина, которое также видно на рис.1.11Е. Рентгеновское изображение и соответствующий срез, на котором выделены области с высоким коэффитциентом ослабления нейтронов (рис.1.11Е). Желтые квадраты соответствуют зерну оливина, отмеченному на рис.1.11D.

Не менее интересным для исследования является метеорит –хондрит Куня-Ургенч. Данный метеорит упал 20 июня 1998 года на хлопковое поле «Дайханбирлешик», расположенное недалеко от города Куня-Ургенч, Туркменистан [63-66]. Размеры основной массы метеорита составили 72×81×48 см<sup>3</sup> [63, 65]. Мелкие куски были размером до 10 см. Общий вес собранных осколков метеорита составил около 40 кг, а общая масса метеоритного вещества оценивается в одну тонну.

Исследования фазового состава метеорита показали, что метеорит является каменным с высоким содержанием железо – никелевой фазы [63, 65] и относится к обычной группе хондритов (H5, W0). Также в Куня-Ургенч присутствует оливин по Fa18.0, а пироксен по Fs15.9 [63]. Несмотря на то, что метеорит занимает третье место по размеру в мире, практически нет данных о его фазовом, минеральном составе и внутренней структуре.

#### § 1.5.2. Структурные особенности лампрофировых даек

Дайки являются основными проводящими каналами базальтовой магмы в земной коре и верхней мантии. Предполагается, что поток расплава в таком табличном канале должен быть ламинарным, сохраняя это состояние на больших расстояниях. Следовательно, можно было бы ожидать, что дайки свидетельствуют о направлении потока магмы и, поэтому, могут предоставить важную информацию о местоположении и распространенности источников магмы.

Относительно быстрое остывание движущейся расплавленной породы способствует сохранению отпечатков магматического потока, таких как развитие специфических структур в породе или индикаторов потока: выравнивание деформированных везикул, миндалин и глазков (ocelli) [67-69], ориентации кристаллографические предпочтительные минералов [70], табличных предпочтительные ориентации вкраплений [71], линии поверхности [72], включая морщины, канавки пальцев и анизотропию магнитной восприимчивости (АМВ, например, [73]). Последняя упомянутая АМВ является одним из важных внутренних индикаторов движения магмы, характеризующегося магнитной линеацией и слоением. Его развитие в основном связано с выравниванием зерен магнетита под некоторым углом смачивания по отношению к направлению потока (например, [73]). Хотя многочисленные работы показали корреляцию измеренных АМВ образцов дайки с направлением потока магмы, существует многообразие в отношении осей магнитных эллипсоидов к направлению потока и ориентации стенок дайки: нормальные (симметричные, асимметричные), промежуточные и обратные структуры (например, см. пример составной лампрофировой дайки, изученный в [74]). Более того, в тех ситуациях, когда структура потока была деформирована региональными напряжениями (например, [75]) или/и отсутствуют окончательные доказательства направления потока в дайках, интерпретация измерений AMB без дополнительной информации, извлеченной из других индикаторов потока, становится затруднительной.

Макроскопические признаки структуры, связанной с потоком, могут быть обнаружены среди прочего в сфероидальной (или овоидной) текстуре, образованной включениями деформированных миндалин, везикул и глазков (ocelli) (например, [69]). Однако в большинстве случаев петрографический анализ даек в значительной степени ограничивается структурой течения, обнаженной на поверхности, либо обнаруженной в шлифах. С этой точки зрения, методы рентгеновской и нейтронной томографии потенциально могут обеспечить полную трехмерную картину сфероидальной текстуры, выраженное пространственным распределением, морфологией частиц и распределением ориентации различных видов включений внутри объема дайки. Показано [76-79], что нейтронная радиография и томография являются

эффективными методами изучения внутренней структуры различных магматических и метаморфических пород, а также строительных И археологических материалов. В случае горных пород высокая проникающая способность нейтронов по сравнению с рентгеновским излучением позволяет измерять довольно большие объемы, в то время как высокий контраст между водными и безводными минералами на нейтронных изображениях [76, 80] обеспечивает необходимые условия для фазовой сегментации. Это имеет особое значение, поскольку магматические дайки представляют собой относительно плотные породы в основной массе, состоящие из амфиболов и полевых шпатов, в то время как сфероидальные включения, которые могут образовывать связанную с потоком текстуру, представлены кварцем, полевыми шпатами, кальцитом И другими минералами, довольно прозрачными для нейтронов.

Нуратинский регион Южного Тянь-Шаня, расположенный на стыке двух континентальных литосферных плит (Кыргызско-Казахстанской и Алайской), характеризуется экстенсивным развитием магматических образований [81]. Койташский гранитоидный интрузив, расположенный в Нуратинской зоне оруденения, рассечен многочисленными дайками лампрофиров, диоритовых порфиритов, диабазов, кварцевых монцонитпорфиров, субмеридионального гранодиорит-порфиров гранит-И направления, количество которых более 30 [81].

Ранее проведенные микроскопические исследования лампрофировых даек показали преобладающее содержание амфибола (40-70%) и плагиоклаза (30-60%), а иногда и присутствие кварца (до 2%) и единичных зерен разложенного пироксена [81]. Разработка методов исследования и алгоритмов обработки, полученных данных для подобных объектов, которые находятся на территории Республики Узбекистан, даст важную информацию о процессах сейсмической активности на её территории, формирования магматических каналов и т.п.

#### § 1.5.3. Элементы и особенности внутреннего строения объектов культурного наследия

Сегодня для исследования археологических объектов активно применяются методы неразрушающего контроля, таких как рентгеновская и нейтронная томография [2, 82-84], нейтронно-активационный анализ [85] и другие.

В археологии предметом исследования часто выступают объекты, которые имеют плохую сохранность и являются редкими, а порой единственными в своё роде. Такие предметы требуют особого подхода при исследованиях. Поэтому применение методов неразрушающего контроля, таких как рентгеновская и нейтронная томография [2, 82-84], нейтронноактивационный анализ [85] и др. становится все более востребованным в этой области науки.

В археологии особое внимание уделяется исследованию объектов из керамики. Они являются чрезвычайно важным источником информации о культурных группах и их исторической локализации [86, 87]. Несмотря на доступность и распространение фрагментов керамики, следует отметить, что керамика представляет собой сложный материал с запутанным фазовым составом, включающим несколько кристаллических и аморфных фаз [87], распределения [88], неоднородность пространственного компонентов сомнения в отношении состава глазури и пигментов декоративных слоев [89] и т.д. Знание состава керамики или глиняных материалов, а также узоров украшения поверхности может дать новые предположения о технологии изготовления В определенные исторические периоды, культурном происхождении артефактов, деградации внутреннего объема с течением времени. Систематические исследования древней керамики дают интересные исторические данные, включая художественные приемы, использованные при историческую путей, ИХ декорировании, реконструкцию торговых С стороны, культурную социальную эволюцию И т.д. другой И 40

неразрушающие методы позволяют получить такие структурные данные, как фазовый состав, сборка скрытых компонентов, пространственное расположение трещин и дефектов, следы распространения коррозии [87, 90].

Ярким примером таких объектов являются фрагменты керамики из региона Добруджа, который занимает территории между Дунаем и Черным морем [91]. Фрагменты керамики были обнаружены во время археологических работ в крепости Капидава, недалеко от города Констанца, Румыния. Крепость была построена в римский период в начале второго века как castellum, фундамент, перестроенный во второй половине третьего века, как часть системы фортификаций, защищавших местное население [92]. Это одно из хорошо сохранившихся римских и византийских укреплений в Добрудже. Расположение этой крепости рядом с бродом, пересекающим Дунай, неоднократно привлекало к ней внимание переселенцев. Его разрушение было нанесено аваро-славянскими нападениями на провинцию Скифия. Военная функция крепости сохранялась до начала правления Ираклия, позже крепость восстановила свою роль защитника населения к концу 10 века н.э., когда она будет перестроена византийской администрацией [93, 94].

Принимая во внимание большое количество источников об историческом периоде на данной территории, применение метода НРТ позволит разработать новые подходы к изучению подобных объектов и сравнить их с имеющимися уже результатами. Это в свою очередь позволит применять разработанную методику к исследованию культурного наследства Республики Узбекистан.

Вторым большим направлением исследований, проводимых в области исследований объектов культурного наследия, являются неразрушающие исследования монет [39]. Как и другие металлические древние объекты культурного наследия, монеты имеют проблему сохранностии частичного или полного разрушения из-за процессов коррозии с течением времени [95-99]. Основная причина - взаимодействие с химически агрессивной средой, такой как атмосфера, соленая вода, щелочная почва [99-102]. Кроме того, имеет место также несоблюдение условий бережного хранения и неправильная консервация. Поэтому существует довольно много экспериментальных и теоретических работ по исследованию и объяснению коррозионных процессов [99, 101] и способов их проникновения в медные, серебряные или золотые монеты [102, 103]. Современные методы структурной неразрушающей диагностики [1] корродированных могут предоставить монет соответствующие данные для необходимой основы такого исследования. И, в частности, типичные методы археометрии, такие как (PΦA), рентгенофлуоресцентный анализ оптическая электронная И микроскопия, имеют существенные ограничения по глубине проникновения [104-106]. Естественные экспериментальные методы глубоким с проникновением в основную массу монет [107, 108] выглядят весьма многообещающими. Современная рентгеновская дифракция является распространенным структурным методом фазового анализа материалов и хорошо зарекомендовала себя для идентификации фаз нумизматических предметов [95, 96, 98, 100, 109]. Другим, малоизвестным структурным методом является нейтронная радиография и томография, которые дают возможность получить расположение скрытых внутренних компонентов [1, 108, 110, 111], пространственное распределение химических фаз в объеме массивных металлических объектов. Высокая глубина проникновения нейтронов имеет решающее значение для исследования металлических монет с сильным проникновением коррозии в объем.

На территории современного Узбекистана находят много монет, принадлежащих династии Караханидов (персидский: ناين اخارف) между 10 и 13 веками нашей эры [112, 113]. Следует отметить, что хронология правления караханидских ханов и илаков, имена и титулы, сложные династические отношения между ханами и илаками устанавливаются монетами [112].

Применение метода НРТ позволит определить пространственное распределение основных фаз и продуктов коррозии в металлических монетах

культурного наследия. Исследование подобных объектов позволит расширить знания о том периоде.

#### Выводы по первой главе

Как было показано выше, метод НРТ активно развивается и широко применяется для исследования внутренней структуры различных объектов. Он позволяет визуализировать и детально исследовать трехмерное строение крупных массивных объектов, наблюдать неравномерное распределение различных кристаллических, аморфных, жидких фаз, выявлять внутренние поры и дефекты. По сравнению с рентгеновской радиографией и томографией метод НРТ позволяет успешно изучать структурные особенности объектов, содержащих легкие элементы (например, <sup>1</sup>H, <sup>6</sup>Li, <sup>10</sup>B), элементы с близкими атомными номерами, даже изотопов одного элемента. Кроме того, высокая проникающая способность нейтронов дает широкие возможности для исследования крупных и массивных объектов.

Исходя из вышеизложенного, целью диссертационной работы являются разработка и создание установки нейтронной радиографии и томографии на горизонтальном канале ядерного реактора BBP-CM, и определение внутреннего строения и фазового состава археологических объектов, горных пород и метеорита.

Для достижения указанной цели были поставлены задачи:

 разработать, изготовить и провести монтаж основных узлов установки нейтронной радиографии и томографии на 5-м горизонтальном канале исследовательского реактора BBP-CM;

 установить экспериментальные возможности созданной установки нейтронной радиографии и томографии;

 определить фазовый состав, пространственное распределение основных фаз и продуктов коррозии в металлической монете культурного наследия;

 выполнить анализ пространственного распределения различных фаз, компонентов, структурных элементов и фазового состава в керамических объектах культурного наследия;

• определить пространственное распределение минералов и фаз в метеорите Куня-Ургенч методом нейтронной томографии и дифракции;

• определить пространственное распределение минералов, объемные распределения, морфологические особенности и орентационные эффекты сегментированных включений в горных породах - лампрофировых дайках.

# ГЛАВА II. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ НЕЙТОННОЙ РАДИОГРАФИИ И ТОМОГРАФИИ НА ПРИБОРНОЙ БАЗЕ РЕАКТОРОВ ВВР-СМ И ИБР-2. КОМПЛЕМЕНТАРНЫЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ

Развитие приборной базы на исследовательских ядерных реакторах является актуальной задачей в мире. Это связано с тем, что методы нейтронного рассеяния активно используются в различных областях науки, начиная от ядерной физики и заканчивая археологией. В последние десятилетия растет запрос на исследования материалов методами неразрушающего контроля, а именно методом НРТ.

Принимая это во внимание, в 2019 году началось проектирование и создание новой томографической станции на 5-м горизонтальном канале исследовательского реактора ВВР-СМ (ИЯФ АН РУз). Проектирование новой установки, изготовление необходимого оборудования, монтаж основных узлов экспериментальной установки были выполнены в довольно короткие сроки [114]. В 2020 году данная станция была введена в эксплуатацию. В этой Главе представлены конструкция, технические параметры этой установки, а также краткий обзор первых полученных экспериментальных результатов.

Также в главе приведены обзоры экспериментальной станции НРТ [115] расположенной на 14 канале импульсного высокопоточного реактора ИБР-2 (ОИЯИ, г. Дубна, Россия), нейтронного дифрактометра ДН-12 [116] расположенной на 12 канале этого реактора и рамановского спектрометра LabRAM HR [117] производства HORIBA ABX SAS с гелий-неоновым лазером.

## § 2.1. Создание установки нейтронной радиографии и томографии на реакторе BBP-CM

#### § 2.1.1. Исследовательский стационарный реактор ВВР-СМ

Исследовательский реактор ВВР-СМ [118, 119] с водным охлаждением находится в поселке Улугбек и в 2009 году реактор переведен на использование низкообогащенного топлива. Он возобновил свою работу в 2017 году [120]. Реактор ВВР-СМ является многоцелевым водо-водяным реактором бассейнового типа со стационарным потоком нейтронов. В качестве теплоносителя используется замедлителя, И защиты дистиллированная вода, отражателя – бериллий. Поэтому ВВР-СМ относится к классу реакторов на тепловых нейтронах. Максимальный поток тепловых нейтронов в активной зоне составляет 1.4×10<sup>14</sup> н/(см<sup>2</sup>×с), в бериллиевом отражателе - 1.0×10<sup>14</sup> н/(см<sup>2</sup>×с). Схематическое представление расположения нейтронных пучков показано на рис.2.1.



Рис. 2.1. Схематическое расположение радиальных горизонтальных нейтронных каналов на исследовательском реакторе BBP-CM

На исследовательском реакторе ВВР-СМ имеется девять радиальных горизонтальных каналов и вертикальные каналы для облучения в активной

зоне и в зоне бериллиевого отражателя [118, 119]. А также графитовая тепловая колонна, на которой расположен нейтронный дифрактометр ДН-500, предназначенный для проведения экспериментов по физике конденсированных сред.

На реакторе ВВР-СМ проводятся исследования в широком спектре научных направлений, таких как ядерная физика, нейтронно-активационный анализ, облучение минералов, а также производство радиоизотопов для медицины [114, 121]. Технические характеристики этого реактора полностью удовлетворяют требованиям нейтронного источника для создания установки для нейтронной радиографии и томографии [39, 114]. Учитывая растущую тенденцию запросов научного сообщества в междисциплинарных прикладных исследованиях [1, 2, 79, 114] в области техники и растениеводства, геологии, астрофизики, археологии и палеонтологии, было принято решение о создании новой экспериментальной установки НРТ [114, 121] на 5-м горизонтальном канале реактора BBP-CM.

# § 2.1.2. Конструкция и основные компоненты установки нейтронной радиографии и томографии

Проектирование работы началось с подготовки чертежа создаваемой Ha установки. рис.2.2-а представлено расположение установки В экспериментальном зале реактора ВВР-СМ, вид сверху. С учетом других экспериментальных приборов, ограничений геометрии а также экспериментального зала реактора новая установка нейтронной радиографии и томографии была установлена на 5-м горизонтальном канале реактора с диаметром 100 мм.

Одно из уникальных свойств конструкции специальных опор – это возможность смещения вакуумированной трубы в трех координатах. На рис.2.2-б эти опоры обозначены буквами в и г. Такое смещение позволяет, например, определить центр пучка выходящего из канала реактора;



Рис. 2.2. Чертеж установки нейтронной радиографии и томографии в зале реактора BBP-CM: *a*- вид сверху, б- вид сбоку

вожможность модификации установки путем добавления монохроматора для разработки энергоселективной нейтронной радиографии и томографии; добавление висмутового или сапфирового фильтра для подавления быстрых нейтронов и гамма-излучения, присутсвующих в спектре нейтронов.

3D- модель новой установки представлена на рис.2.3. Она состоит из следующих узлов: источника нейтронов (реактор BBP-CM), нейтроновода и коллиматорной системы, детекторной системы, гониометра для вращения образца на 180° и бетонной биологической защиты с ловушкой нейтронов.



Рис. 2.3. Схема основных узлов установки нейтронной радиографии и томографии: 1- нейтронный источник, 2- коллиматорная система и её поперечное сечение, 3- вакуумированная труба-нейтроновод, 4детекторная система и положение гониометра, 5- бетонная биологическая защита и ловушка [121]

Нейтроновод состоит из вакуумированной трубы длиной 5500 мм. Вакуумация трубы необходима для уменьшения потерь в интенсивности из-за рассеяния нейтронов на воздухе [115]. Внутри нейтроновода находится коллимационная система. Длинна коллимационной системы составляет 500 мм. Диаметр D коллиматорного отверстия расширяется с 10 мм на входе до 25 мм на выходе. Корпус коллиматора (рис.2.3-2) состоит из нескольких чередующихся слоев: парафиновой части длиной 300 мм, бор- полиэтилена толщиной 100 мм, миллиметровой кадмиевой фольги и свинцового слоя толщиной 100 мм. Такой коллиматор обеспечивает защиту как от гамма-излучения, так и от быстрых нейтронов, присутствующих в спектре нейтронов [114].

Как уже было написано в Главе 1, пространственное разрешение радиографических установок, а значит и качество получаемых нейтронных изображений, зависят от характеристического параметра L/D [39, 122], который определяется отношением расстояния L между входной апертурой коллиматорной системы и положением исследуемого образца к диаметру входной апертуры коллиматоров D. Пространственное разрешение нейтронных изображений тем лучше, чем выше значение этого параметра L/D [5, 7].

На установке HPT реактора BBP-CM расстояние L между входной апертурой коллиматорной системы и положением образца составляет 6 м, поэтому характеристический параметр L/D [122] для установки равен 600. Максимальные размеры пучка нейтронов составляют 90 × 90 мм<sup>2</sup>. В этой конфигурации нейтронов плотность потока тепловых в позиции образцасоставляет ~ 9  $\times$  10<sup>6</sup> н/см<sup>2</sup>  $\times$  с. При строительстве биологической защиты были использованы 2500 бетонных блоков размером 250×250×300  ${\rm мm}^3$ и несколько крупных бетонных плит. Уровень радиации за биологической защитой не выше ~3 мкЗв/ч во время работы установки при открытом шибере [39].

Также при создании установки НРТ была заложена возможность использования монокристалла сапфира для подавления фонового гаммаизлучения и излучения быстрых нейтронов в коллиматорной системе.

Двухзеркальная детекторная система установки показана на рис.2.4. В качестве преобразователя нейтронов используется сцинтилляционный экран <sup>6</sup>LiF/Zn(Cd)S:Ag производства RC TRITEC Ltd (Швейцария) [114]. Толщина

сцинтиллятора составляет 0.2 мм. Свет от сцинтиллятора отражается от двух зеркал и фокусируется на CCD - матрице оптическим объективом Nikon 105 мм 1:1.4D AF Nikkor [114, 121]. Нейтронные изображения регистрируются с CCD ProLine PL-09000 камеры производства помошью FingerLakesInstrumentation (Нью-Йорк, США). Квантовая эффективность ССD камеры на длине волны 605 нм (оранжевый свет) – не менее 68%. Характеристические параметры высокочувствительной видеокамеры высокого разрешения приведены в таблице 2.1.



Рис. 2.4. Фотографии детекторной системы установки нейтронной радиографии и томографии: 1- светонепроницаемый борполиэтиленовый кожух, 2- позиция сцинтилляционного экрана, 3поворотный гониометр, 4- ССД- камера, 5- объектив, 6- зеркало [121]

Таблица 2.1

#### Основные характеристические параметры CCD – камеры ProLine PL-09000 [121]

Тип CCD - матрицы	ON Semi KAF-09000
Размер ССD матрицы (пикселей)	$3056 \times 3056$
Размер ССD матрицы (мм)	36.6 × 36.6
Размер одного пикселя матрицы (мкм)	12

Для расчета пространственного разрешения детекторной системы использовался метод размытия изображения края кадмиевой фольги толщиной 0.2 мм [45, 123, 124]. Из профиля краевого изображения этой пластины рассчитывались функции линейного пространственного распределения и итоговое пространственное разрешение детекторной системы [111]. Получено, что размер одного пикселя нейтронного радиографического изображения составляет 61×61 мкм, а пространственное разрешение изображений, регистрируемых при размере нейтронного пучка 9×9 см<sup>2</sup> – 280 мкм [121].

Для нейтронной проведения экспериментов по томографии используется большая моторизованная поворотная платформа (модель: 8MR190-90-4247) производства Standa Ltd. (г. Вильнюс, Литва). Минимальный шаг вращения составляет 0.01°. Для снятия полной картины образец вращается на 180°. Высокий поток нейтронов на исследуемом образце определяет короткое время экспозиции - от 3 секунд при регистрации одного изображения [114, 121].

Полученные нейтронные изображения корректируются на фоновые шумы детекторной системы и нормализуются на падающий нейтронный пучок с помощью программного пакета ImageJ [125]. Томографическая реконструкция из набора угловых проекций исследуемых объектов осуществляется программой H-PITRE [126] и SYRMEP Tomo Project [56]. Для визуализации и анализа получаемых трехмерных данных используются программный комплекс VGStudio MAX 2.2 фирмы Volume Graphics (г. Гейдельберг, Германия) [115] и специальные плагины 3D viewer ImageJ [127].

#### § 2.1.3. Первые экспериментальные результаты

В качестве примера первых экспериментальных результатов, полученных на новой установке НРТ [121, 128] на реакторе BBP-CM, представлено изображение металлического навесного замка (рис.2.5*a*).

Внутренний механизм замка и его стальные элементы хорошо различимы на нейтронном радиографическом изображении [114]. Наблюдается хороший радиографический контраст между различными частями исследуемого замка. На этом рисунке также представлено нейтронное радиографическое изображение системы корней ростка кукурузы (рис.2.56). Нейтроны легко проникают через контейнер и почву и визуализируют структуру органического вещества.



# Рис. 2.5. *а*) Фотография и радиографическое изображение металлического замка. б) Фотография ростка кукурузы и радиографическое изображение корней исследуемого растения в контейнере [121]

Также было проведено несколько томографических тестовых экспериментов. В качестве примера на рис.2.6 представлена восстановленная из томографических данных трехмерная модель секундомера. Цветовая схема соответствует коэффициентам ослабления нейтронного пучка от низкого (синий) до высокого (красный) уровня. Внутренний механизм секундомера и его стальные зубчатые элементы хорошо различимы на 3D-модели.



## Рис. 2.6. Фотография и виртуальный срез реконструированной 3Dмодели секундомера [121]

Неразрушающий характер методов нейтронной радиографии и томографии имеет хорошие перспективы для изучения структурной организации уникальных археологических объектов культурного наследия региона [114, 129]. Подобные исследования будут являться одним из ключевых направлений планируемых экспериментальных работ на созданной установке [114, 121]. Первым изученным археологическим объектом стала бронзовая курильница в форме оленя (рис.2.7) [114], датируемая III-IV в. нашей эры и найденная на археологических раскопках в районе поселения Дальварзинтепа Сурхандарьинской области Республики Узбекистан.



Рис. 2.7. а) Фотография бронзовой курильницы в форме оленя. Представлены восстановленная из данных нейтронной томографии трехмерная модель курильницы (б) и несколько виртуальных срезов этой модели (в) [121] Цветовая схема соответствует коэффициентам ослабления нейтронного пучка от низкого (синий) до высокого (красный) уровня. Области с низким коэффициентам ослабления показывают, что это полый объект, а неоднородная структура стен, вероятно, вызвана коррозией.

Представленные первые экспериментальные результаты указывают на значительный потенциал для использования методов НРТ в различных междисциплинарных областях исследований [114], включая инженерные науки и материаловедение, археологию, растеневодство и др.

## § 2.2. Экспериментальная станция НРТ на базе импульсного реактора ИБР-2

В 2014 году на 14-м канале импульсного высокопоточного реактора ИБР-2 была построена станция НРТ [22, 115]. Схема станции и её основные узлы представлены на рис.2.8. Основные узлы этой установки такие же, как и на станции НРТ на реакторе ВВР-СМ [121].



Рис. 2.8. Схема основных узлов экспериментальной станции HPT на реакторе ИБР-2: 1 – детекторная система и гониометр; 2 –

вакуумированный кожух системы коллиматоров, формирующих нейтронный пучок; 3 – вакуумный пост для откачки воздуха из кожуха системы коллиматоров; 4 – место расположения монокристаллического фильтра; 5 – закладная труба для коллиматоров, формирующих пучок от замедлителя реактора [22, 115] Для защиты видеокамеры от радиационного излучения реализована система зеркал. Они выводят свет от сцинтиллятора в сторону от прямого пучка нейтронов и направляют его в объектив видеокамеры. Проведение томографических экспериментов обеспечивает система гониометров HUBER с минимальным углом поворота до 0.02°. Время съемки одного нейтронного изображения составляет от 10 секунд. Среднее время одного томографического эксперимента составляет 3.5-4 часа. Основные параметры экспериментальной станции представлены в таблице 2.2 [115].

#### Таблица 2.2

## Основные технические параметры экспериментальной станции НРТ

Параметры	Значения
Характеристический параметр L/D	200-2000
Диаметр входной апертуры коллиматорной системы D	5 – 50 мм
Расстояние между входной апертурой коллиматорной	
системы и положением образца L	10 м
Размеры нейтронного пучка (Field of view)	20×20 см <sup>2</sup>
Плотность потока тепловых нейтронов на образце	$5.5 \times 10^{6} \text{ н/см}^{2} \times \text{с}$
Время экспозиции	от 10 с
Пространственное разрешение при размере пучка	
$20 \times 20 \text{ cm}^2$	324 мкм
Размер одного пикселя нейтронного	
радиографического изображения	81×81 мкм
Тип CCD - матрицы	HAMAMATSU
Размер ССД матрицы	2048×2048 пиксель
	24.5×24.5 мм
Размер одного пикселя матрицы	12×12 мкм
Оптическая система видеокамеры	Объектив «Nikon»
	с фокусным
	расстоянием 50 мм
	и шириной
	диафрагмы 1:1.4D
Тип сцинтиллятора	<sup>6</sup> LiF/ZnS
Толщина сцинтиллятора	0.2 мм

[115]

## § 2.3. Комплементарные методы для исследований минерального и фазового состава геологических и археологических объектов

В Лаборатории нейтронной физики им. И.М. Франка ОИЯИ создан экспериментальный комплекс для исследования внутренней структуры различных материалов [39]. Он был задействован для получения более надежных и достоверных экспериментальных данных о структурных особенностях объектов исследования, а также последующей интерпритации полученной информации. Данный комплекс включает в себя нейтронный дифрактометр и рамановский спектрометр.

#### § 2.3.1. Специализированный спектрометр ДН-12 на базе импульсного реактора ИБР-2

В середине девяностых годов прошлого века в Лаборатории нейтронной физики им. И.М. Франка ОИЯИ (г. Дубна, Россия) на 12 канале импульсного высокопоточного реактора ИБР-2 был создан специализированный спектрометр **ДН-12** [116]. Он позволяет проводить исследования кристаллической и магнитной структуры различных материалов при высоких давлениях до 5 ГПа и низких температурах до 10 К. Уникальность данной установки заключается в том, исследования проводятся с рекордномалыми объемами образца до 0.2 мм<sup>3</sup>. Так как реактор ИБР-2 является импульсным источником нейтронов, на спектрометре ДН-12 реализована техника дифракционного эксперимента по методу времени пролета, где съемка дифрактораммы происходит по длине волны при фиксированном угле [116, 130, 131]. Схема спектрометра и его фотография представлены на рис.2.9. Все основные параметры представлены в таблице 2.3 В диссертационной работе данный сектрометр был применен для исследования кристаллической структуры и фазового состава исследуемых объектов.



# Рис. 2.9. *а*- Общая схема спектрометра ДН-12 на 12 канале реактора ИБР-2 с обозначением основных его компонентов. б- Фотография кольцевой детекторной системы спектрометра ДН-12 в защитном кожухе [116]

Таблица 2.3 Основные технические параметры спектрометра ДН-12 [116]

Параметры	Значения
Плотность потока тепловых нейтронов в позиции	
образца	$2 \times 10^6$ н/см $^2 \times c$
Расстояния:	
замедлитель - образец	26.0 м
образец – детектор	0.4 м
Диапазон:	
по длине волны	0.8÷10 Å
по углу рассеяния	45°÷138°
по $d_{ m hkl}$	0.5÷12 Å
Разрешение ( $\Delta d/d$ <i>npu</i> $d=2$ Å):	
при $2\theta = 90^{\circ}$	0.022
при $2\theta = 135^{\circ}$	0.012
Телесный угол детекторной системы	0.125 срад
Объемы исследуемых образцов	$0.2 - 5 \text{ mm}^3$
Диапазон давлений	0-8 ГПа
Диапазон температур	10 – 300 К
Характерное время измерения одного дифракционного	
спектра	1-30 часов

#### § 2.3.2. Метод рамановской спектроскопии

Комбинационное рассеяние света (КРС) или Рамановское рассеяние – это эффект неупругого рассеяния, открытый Ч.В. Раманом в 1921 году. Ч.В. Раман наблюдал «модифицированное» рассеяние света с измененной длиной волны и назвал этот эффект «новым типом вторичного излучения» [132]. С тех пор этот тип рассеяния получил название рамановского рассеяния или эффекта Рамана.

Когда свет (фотоны) взаимодействует с веществом, свет может поглощаться или рассеиваться. При работе с молекулами взаимодействие со светом, в первую очередь, определяется энергетическими уровнями степеней свободы молекул. Процесс рассеяния можно разделить на две группы: упругое рассеяние, также называемое рэлеевским рассеянием, при котором рассеянные фотоны имеют ту же энергию ( $E_s$ ), что и падающие фотоны ( $E_L$ ), т.е.  $E_s = E_L$ ; неупругое рассеяние, при котором рассеянные фотоны имеют энергию, отличную от энергии падающих фотонов, т.е.  $E_s \neq E_L$ . На рис.2.10 представлена диаграмма уровней энергии для процесса комбинационного рассеяния и рэлеевского рассеяния. обычно очень слабое. В процессе рэлеевского рассеяния не происходит изменения энергии, и фотоны возвращаются в то же энергетическое состояние (колебательное состояние). Процесс КРС включает поглощение энергии, а молекулярная энергия находится между основным колебательным состоянием (v=0) и возбужденным состоянием с более высокой энергией (v=1). Это называется стоксовым рассеянием, т.е.  $E_S < E_L$ . Кроме того, молекулы, уже находящиеся в колебательно возбужденном состоянии (v=1), также могут рассеиваться и возвращаться в основное состояние (v=0), передавая избыток энергии рассеянным фотонам. Это называется антистоксовым рассеянием, т.е. E<sub>S</sub>>E<sub>L</sub>. По сравнению со стоксовым рассеянием антистоксово рассеяние обычно очень слабое.





Энергия, потерянная фотонами при рассеянии, называется рамановским сдвигом и определяется в энергии как  $E_R = E_L - E_S$ . Рамановские сдвиги обычно выражаются в волновых числах и обозначаются как Δv R (см<sup>-1</sup>). Модуль рамановского сдвига соответствует волновому числу колебательной моды  $(v\bar{v}=\hbar\omega v/hc)$ , участвующей в рассеянии, т.е.  $v\bar{v}=|\Delta v\bar{R}|$ . Типичный спектр комбинационного рассеяния обычно отображает изменения интенсивности комбинационного рассеяния как функцию рамановского сдвига (а не длины волны). Пики в рамановском спектре соответствуют определенным колебательным модам молекулы, а рамановский сдвиг, т.е. положение пика в волновом числе, отражает колебательную энергию соответствующей моды [133, 134]. Измерение и анализ сигналов, возникающих в результате КРС, называются рамановской спектроскопией. В дополнение к ИК-спектроскопии, рамановская спектроскопия является основным методом, используемым для идентификации молекул. Установки для изучения спектров КРС достаточно просты.

Для экспериментов с помощью метода КРС в данной диссертационной работе использовался спектрометр LabRAM HR [117] (HORIBA ABX SAS,

Монпелье, Франция) с гелий-неоновым лазером (рис.2.11). Длина волны лазера составляет 633 нм [39], дифракционная решётка 1800 штр./мм. Измерения проводились в разных местах на поверхности образцов.



Рис. 2.11. Рамановский спектрометр LabRAM HR Evolution [117]

#### Выводы по второй главе

Во второй главе диссертационной работы представлены результаты создания установки для нейтронной радиографии и томографии на 5-м канале исследовательского реактора ВВР-СМ (ИЯФ АН РУз) и полученные первые результаты на ней.

На основании полученных в главе II результатов сделаны следующие выводы:

1. Разработана, спроектирована и построена станция нейтронной радиографии и томографии на 5-м канале исследовательского реактора BBP-СМ (ИЯФ АН РУз). Она состоит из нейтронного источника, нейтроновода и коллиматорной системы, детекторной системы, гониометра для вращения образца на 180° и бетонной биологической защиты с ловушкой нейтронов.

2. Установлено, что технические параметры установки L/D = 600 позволяют проводить эксперименты по нейтронной структурной диагностике

с пространственным разрешением 280 мкм с полем зрения детектора 90×90 мм<sup>2</sup>.

3. Плотность потока нейтронов в позиции образца составляет ~ 9 × 10<sup>6</sup> н/см<sup>2</sup>×с. Время экспозиции - от 3 секунд при регистрации одного изображения. Среднее время на проведение томографического эксперимента составляет 34 минуты.

4. Проведены первые тестовые радиографические эксперименты металлического замка и корневой системы кукурузы. Внутренний механизм замка и его стальные элементы хорошо различимы на нейтронном радиографическом изображении. Наблюдается хороший радиографический контраст между различными частями исследуемого замка. На примере корневой системы кукурузы было установлено, что нейтроны легко контейнер проникают через И почву И визуализируют структуру органического вещества.

5. Проведены первые тестовые томографические эксперименты на примере секундомера. Построена его трехмерная модель, где хорошо различимы внутренние механизмы. Получены коэффициенты ослабления нейтронного пучка для разных областей секундомера.

6. Проведены первые тестовые томографические эксперименты археологического объекта – бронзовой курильницы в форме оленя. Построена её трехмерная модель. Получены коэффициенты ослабления нейтронного пучка для разных областей курильницы. Установлено, что области с низким коэффициентом ослабления нейтронов показывают, что это полый объект, а неоднородная структура стен, вероятно, вызвана проникновением коррозии.

## ГЛАВА III. КОМПЛЕКСНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ ОБЪЕКТОВ КУЛЬТУРНОГО НАСЛЕДИЯ

В главе представлены результаты исследования археологических объектов: Серебряный дирхам Караханидов исследовался метолом нейтронной томографии на установке нейтронной радиографии и томографии [121, 135], созданной на 5-м горизонтальном канале реактора ВВР-СМ. Также привлекался метод рентгеновской дифракции для исследования фазового состава данной монеты. Исследования фрагментов древней румынской керамики были выполнены методами рамановской спектроскопии, нейтронной дифракции и томографии [136, 137].

## § 3.1. Описание серебряного дирхама Караханидов и методы исследования

В качестве модельного объекта культурного наследия современного Узбекистана была выбрана корродированная серебряная монета, принадлежащая династии Караханидов между 10 и 13 веками нашей эры [112, 113].

Фотография исследуемого дирхама Караханидского ханства представлена на рис.3.1. На аверсе монеты в центре изображен традиционный узор - калима. Круглая надпись по краю не сохранилась. Ржавая оборотная сторона указывает на характерные черты надписи с указанием региона чеканки – Шаш [138, 139]. Монета имеет неправильную округлую форму, диаметр около 28 мм, вес ~2.9 г. С обеих сторон видны темные и коричневые участки патины или коррозии.

Фазовый анализ монеты и продуктов коррозии был изучен с использованием метода рентгеновской дифракции на дифрактометре EMPYREAN PANanalytical (Малверн, Вустершир, Великобритания). Использовалось обычное CuK<sub>α</sub>-излучение с длиной волны  $\lambda = 1.54$  Å.

Рентгенограммы были записаны в диапазоне углов рассеяния 20°-120° со скоростью сканирования 0.33 град/мин. Дифрактограмму анализировали методом Ритвельда [140] с использованием программного пакета Fullprof [141].



Рис. 3.1. Фотография реверса и аверса исследуемого дирхама Караханидского ханства. Представлена масштабная линейка [142]

Эксперименты по нейтронной томографии проводились на установке нейтронной радиографии и томографии [121], расположенной на 5-м канале BBP-CM. Набор исследовательского реактора радиографических изображений был собран с помощью детекторной системы на основе ПЗСкамеры ProLine PL-09000 с максимальным полем зрения 90×90 мм<sup>2</sup>. Эксперименты по томографии проводились с использованием кругового гониометра с шагом вращения 0.45°. Общее количество измеренных радиографических проекций составило 400. Время экспозиции для одной проекции составило 3 с. Общее время эксперимента составило 34 мин. Данные изображения были скорректированы для изображения темного тока камеры и нормализованы к изображению падающего пучка нейтронов с использованием программного обеспечения ImageJ [125]. Томографическая реконструкция была выполнена с помощью программного обеспечения SYRMEP Tomo Project (STP) [56] с использованием алгоритма SIRT. Наконец, был собран большой набор данных, содержащий объемное распределение 3D-пикселей (вокселей). Размер одного вокселя в наших исследованиях составляет 61×61×61 мкм. Плагин 3D viewer ImageJ использовался для визуализации и анализа реконструированных трехмерных данных [127].

#### § 3.2. Спектры рентгеновской дифракции дирхама Караханидов

С помощью рентгеноструктурного анализа был изучен фазовый состав на поверхности средневекового дирхама Караханидов. Спектры рентгеновской дифракции, полученные как для лицевой, так и для обратной сторон исследуемого дирхама, представлены на рис.3.2.



Рис. 3.2. Рентгеновские дифракционные спектры реверса и аверса исследуемого дирхама. Представлены экспериментальные данные и расчитанный методом Ритвельда профиль. Ниже приведены расчетные положения Брэгговских пиков наблюдаемых фаз: а- серебро, b- медь, скуприт, d- тенорит, е- халькоцит [142]

Наблюдаются хорошо разделенные дифракционные пики фаз меди и серебра. Анализ дифрактограмм с использованием метода Ритвельда показывает среднее содержание фаз меди и серебра в  $25.5 \pm 1.0\%$  и  $74.5 \pm 1.0\%$ . Это соответствует массовым соотношениям 17:83. Существует довольно много дифракционных пиков, которые связаны с коррозией на поверхности дирхама. Анализ дифракционных данных указывает на несколько фаз, которые содержат корродированный материал: куприт Cu<sub>2</sub>O, тенорит CuO и халькоцит Cu<sub>2</sub>S. Предполагается, что фаза куприта связана с участками патины коричневого цвета, в то время как фазы тенорита и халькоцита связаны с темными участками поверхностной коррозии. Параметры решетки наблюдаемых фаз исследуемого дирхама приведены в таблице 3.1.

#### Таблица 3.1

## Пространственная группа и параметры решетки наблюдаемых фаз исследуемого дирхама [142]

Фаза	Пространственная группа	Параметры решетки
Серебро	Fm3m	a = 4.086(3) Å
Медь	Fm3m	a = 3.615(2) Å
Куприт	Pm3m	<i>a</i> = 4.273(2) Å
Тенорит	C 2/c	a = 4.684(3) Å, $b = 3.423(5)$ Å, $c = 5.123(3)Å, \beta = 99.5(5)^{\circ}$
Халькоцит	P 2 <sub>1</sub> /c	a = 15.246(6) Å, $b = 11.884(8)$ Å, $c = 13.494(6)$ Å, $\beta = 116.4(6)^{\circ}$

Минеральный состав патины свидетельствует о длительном пребывании дирхама в засоленной среде, предположительно в почве или песке. Отсутствие минеральных маркеров хлора, таких как хлораргирит или атакамит, может косвенно указывать на отсутствие длительного контакта с атмосферой.

Можно видеть, что интенсивность дифракционных пиков для разных фаз довольно сильно зависит от локальных эффектов, таких как лицевая и обратная стороны дирхама. Это может быть связано с сильной неравномерностью пространственного распределения как основных фаз меди и серебра, так и фаз продуктов коррозии. Для более детального изучения пространственного распределения композитных фаз дирхама были проведены исследования по нейтроной томографии.

## § 3.3. Пространственное распределение основных фаз и продуктов коррозии в объеме караханидского дирхама

Коэффициент ослабления нейтронного пучка для серебра почти на порядок больше соответствующего коэффициента для меди [143] и оксидов меди. В этом случае ожидается хороший радиографический контраст в экспериментах ПО нейтронной радиографии И томографии [142]. Действительно, на восстановленной с помощью нейтронной томографии трехмерной модели дирхама легко разделить пространственное распределение (рис.3.3а). Предполагается, области различных фаз красные что соответствуют металлической фазе, а синие – продуктам коррозии. Цветовая схема показывает коэффициент ослабления нейтронов от низкого (синий) до высокого (красный) уровня. Видно высокое проникновение коррозии в объем монеты. По данным нейтронной томографии можно оценить объемы медносеребряного материала и корродированных участков. Общий объем исследуемого дирхама образован 1558071 вокселом или 353 мм<sup>3</sup>. Объем сохранившегося медно-серебряного материала занимает 218 мм<sup>3</sup> или 61.7% от общего объема монеты. Интересно, что серебро и медь неравномерно распределены в сохранившемся металлическом фрагменте (рис.3.36), а объем богатой серебром части не превышает 73 мм<sup>3</sup>. Несколько поперечных срезов реконструированной 3D-модели монеты представлены на рис.3.3в. Видно, что в нескольких местах коррозия полностью заменяет металлическую часть монеты. Толщина коррозионного слоя варьируется от нескольких десятков микрон до полной толщины монеты 0.8 мм.



Рис. 3.3. Трехмерная модель монеты, восстановленная по данным нейтронной томографии (*a*) и сохранившемуся медно-серебряному материалу монеты (б). Несколько продольных виртуальных срезов реконструированной 3D-модели (в) [142]

Сравнение восстановленной 3D-модели монеты с фотографией (рис.3.1) указывает на фазу куприта как на вещество максимального проникновения коррозии в объем монеты. Остальные фазы коррозии связаны скорее с расположением поверхности. В соответствии с данными работы [103] коррозионный материал локализован в областях с преобладающим содержанием меди в медно-серебряных монетах. Мы предположили, что деградация [106] содержания меди в монете приводит к перераспределению доминирующей фазы наблюдаемого сплава Cu-Ag в сторону содержания серебра. Поэтому данные рентгеноструктурного анализа свидетельствуют о повышенном содержании серебра до 74.5%. Если принять во внимание объем

дирхама, то общее содержание серебра в исследуемой монете достигает 26 мас. % или 0.76 г. Следует отметить, что в объеме древних медно-серебряных монет наблюдаются участки с преобладающим содержанием серебра [103, 106, 108].

## § 3.4. Описание древней румынской керамики и методы её исследования

Представлены результаты экспериментальных исследований внутренних структурных особенностей фрагментов керамики методами нейтронной дифракции и томографии, комплементарным методом рамановской спектроскопии [144, 145]. Для исследований были выбраны три представителя фрагментов археологической керамики (рис.3.4): два из типов столовых амфор (Образец №1 и Образец №2) и один из транспортной амфоры (Образец №3).



# Рис. 3.4. Фотографии исследованных фрагментов керамики. Желтыми стрелками отмечены беловатые зерноподобные включения в Образце №2. Показана масштабная линейка [145]

Эти типы амфор использовались с 4 века до первой половины 7 века нашей эры [146, 147]. Фрагменты изогнутой цилиндрической формы имеют

одинаковые диаметры примерно 25 мм и длины, близкие к ~80 мм. Все фрагменты имеют красно-коричневый цвет. На одном фрагменте изображена пещера с остатками тела амфоры. Образец №2 имеет отчетливый спиральный рисунок на поверхностии несколько беловатых зерноподобных включений (рис.3.4).

Керамические артефакты были извлечены из помещения византийского здания, использовавшегося в качестве хранилища, расположенного в восточной части крепости Добруджа (Румыния). Они были обнаружены на разрушенном уровне здания, датируемого второй половиной 6 века нашей эры [148].

Для определения фазового состава исследуемых объектов были выполнены эксперименты с помощью метода КРС на спектрометре LabRAM HR [117] (HORIBA ABX SAS, Монпелье, Франция) с гелий-неоновым лазером (рис.2.12). Длина волны лазера составляет 633 нм. Измерения проводились в разных местах на поверхности образцов. В экспериментах использовалась диафрагма с размерами щели 11 мкм и пятидесятикратный объектив [39]. Также были проведены эксперименты по нейтронной дифракции на спектрометре ДН-12 [116] расположенного на 12 канале импульсного реактора ИБР-2. Время измерения одного спектра составляло 30 минут. Анализ дифракционных данных производился методом Ритвельда с помощью программы FullProf [141].

Эксперименты по нейтронной томографии проводились на установке нейтронной радиографии и томографии [22, 115], расположенной на 14-м канале импульсного реактора ИБР-2. Набор радиографических изображений был собран с помощью детекторной системы на основе высокочувствительной камеры с ПЗС-чипом HAMAMATSU. Эксперименты по томографии проводились с шагом вращения 0,5°; общее количество измеренных радиографических проекций составило 360. Время экспозиции для одной проекции составило 20 с. Общее время эксперимента составило 6 часов. Данные изображения были скорректированы для изображения темнового тока камеры и нормализованы к изображению падающего пучка нейтронов с использованием программного обеспечения ImageJ [125]. Томографическая реконструкция была выполнена с помощью программного обеспечения SYRMEP Tomo Project (STP) с использованием алгоритма SIRT [56]. Программное обеспечение VGStudio MAX 2.2 компании Volume Graphics (Гейдельберг, Германия) использовалось для визуализации и анализа реконструированных трехмерных данных.

#### § 3.5. Исследования фазового состава фрагментов древней румынской керамики

Спектры комбинационного рассеяния света (КРС), полученные из выбранных точек поверхности фрагментов керамики, показаны на рис.3.5.



Рис. 3.5. Спектры комбинационного рассеяния света, полученные из выбранных участков на поверхности фрагментов керамики Образец\_1, Образец\_2 и Образец\_3. Обозначены соответствующие линии комбинационного рассеяния доминирующих фаз: кварц (Qtz), полевой шпат (F) и гематит (Hem) [145]

Наиболее интенсивные линии комбинационного рассеяния на 1161, 808, 463, 356, 265, 207, и 128 см<sup>-1</sup> могут быть отнесены к кварцевой фазе [149-151]. Слабые пики при 510 и 394 см<sup>-1</sup> могут соответствовать фазе полевого шпата и гематита, соответственно. Положение пика указывает на возможное преобладание силикатного минерала лабрадорита ((Ca,Na) Al, Si)<sub>4</sub>O<sub>8</sub>) в фазе полевого шпата [151]. На одном из спектров комбинационного рассеяния света (здесь не показан) наблюдалась интенсивная линия при 3189 см<sup>-1</sup> валентных колебаний  $\nu$ (O–H), что может свидетельствовать о присутствии локального количества воды или некоторых гидроксидов.

Спектры нейтронной дифракции исследованных фрагментов керамики представлены на рис.3.6.



Рис. 3.6. Спектры нейтронной дифракции фрагментов керамики. Показаны экспериментальные точки и подогнанный профиль. Тики рассчитанные положения пиков Брэгга фаз кварца и ортоклаза.

Обозначены дифракционные пики фазы ортоклаза [145]
Довольно сложный фон нейтронограмм свидетельствует об аморфной фазе глины [92]. Наблюдаемые дифракционные пики соответствуют фазе кварца [92, 152]. Кристаллическая структура этой фазы описывается тригональной структурой пространственной группой  $P3_121$  с параметрами элементарной ячейки а = 4.908(5) Å и с = 5.414(4) Å. На спектре Образца №1 имеются некоторые дополнительные дифракционные пики. Полагается, что эти дифракционные пики соответствуют дополнительной фазе ортоклаза [152, 153]. Кристаллическая структура этой фазы описывается моноклинной симметрией  $C1_2/m1$  с параметрами решетки а = 8.622(9) A, b = 12.997(6) A, c = 7.222(8) Å и β = 116.5(1)<sup>0</sup>.

## § 3.6. Особенности внутреннего строения фрагментов румынской керамики

Пространственное распределение внутренних компонентов фрагментов керамики было исследовано с помощью метода нейтронной томографии. Различия в составе различных компонентов в исследуемых фрагментах керамики привели к нейтронно-радиографическому контрасту.

Реконструированная 3D-модель Образца №1 представлена на рис.3.7. Видно, что поглощение нейтронов внутри объема фрагмента керамики неоднородно. Видны несколько приповерхностных областей, относящихся к областям с более высоким коэффициентом ослабления нейтронов. Мы предполагаем, различия поглощении нейтронов ЧТО В связаны с незавершенностью процесса обжига при изготовлении амфор [152-154], что является причиной разной степени окисления в сердцевине и поверхностных областях. Помимо поверхностных слоев, в объеме керамического Образца №1 наблюдается несколько округлых образований (рис.3.7), которые могут быть зернами фазы ортоклаза или других силикатов [152]. Объем этих зерен составляет 107800 вокселей или 15.2 мм<sup>3</sup>, в то время как весь объем фрагмента Образца №1 состоит из 47859248 вокселей или 6729 мм<sup>3</sup>. Расчетная объемная доля силикатных компонентов в исследуемом фрагменте составляет 0.2%. Средний объем зерен силикатов составляет 0.08 мм<sup>3</sup>, но медианное значение составляет 0.012 мм<sup>3</sup>.



Рис. 3.7. 3D-модель после томографической реконструкции, продольные и поперечные срезы 3D-модели фрагмента керамики Образец\_1. Цветовая схема показывает степень поглощения нейтронов от низкой (синий) до высокой (красный). Области с более низким коэффициентом ослабления нейтронов можно отнести к областям с незавершенным процессом обжига [145]

3D-модель Образца №2 после томографической реконструкции показана на рис.3.8. Наблюдались крупные предположительно силикатные зерна с высокими коэффициентами ослабления нейтронного пучка, а также большие и малые впадины и трещины. Следует отметить, что в основании ручки имеется большое количество удлиненных трещин и впадин (рис.3.8), что может указывать на слоистую структуру ручки амфоры, неоднократно отмечавшемся в других исследованиях [91, 155].

Было получено несколько морфологических особенностей обнаруженных силикатных зерен. Эти зерна занимают около ~0.9% от общего объема фрагментов керамики. Размеры бесформенных зерен анализировали в пересчете на эквивалентный диаметр [156]. Полученные распределения эквивалентных диаметров силикатных зерен для Образцов №1 и №2 представлены на рис.3.9.



Рис. 3.8. 3D-модель после томографической реконструкции, продольные и поперечные виртуальные срезы 3D-модели фрагмента керамики Образца\_2. Цветовая схема показывает степень поглощения нейтронов от низкой (зеленый) до высокой (красный). Высокий коэффициент ослабления нейтронов можно объяснить наличием силикатных зерен внутри объема фрагмента [145]



Рис. 3.9. Распределение эквивалентных диаметров наблюдаемых силикатных зерен внутри древней керамики Образцов №1 и №2 [145]

# Характерные размеры большинства силикатных зерен находятся в диапазоне 0.2–1 мм, больший диаметр составляет 2.76(2) мм. Среди отличий следует отметить более изотропное распределение коэффициента ослабления

нейтронов по всему объему Образца №2. Приповерхностный слой, наблюдаемый в Образце №1, не обнаружен. Можно предположить, что этот фрагмент амфоры имел другие условия обжига, но для подтверждения этой гипотезы требуются более детальные физико-химические исследования.

Реконструированная 3D-модель Образца №3 представлена на рис.3.10. Цветовая схема показывает степень поглощения нейтронов от низкой (синий) до высокой (красный). Области с более низким коэффициентом ослабления нейтронов можно отнести к областям с незавершенным процессом обжига. Темно-синие закругленные отверстия – это скрытые пустоты и трещины внутри объема фрагмента. Удивительно, но в этом образце не обнаружено силикатных зерен. Был обнаружен неравномерный поверхностный слой толщиной до 2-3 мм, как в Образце №1. Расчетный объем, занимаемый этим слоем, составлял 30.2 (3) мм<sup>3</sup>. В объеме фрагмента Образца №3 видно большое количество сферических пустот.



Рис. 3.10. 3D-модель после томографической реконструкции, продольные и поперечные виртуальные срезы 3D-модели фрагмента керамики Образца №3 [145]

Видно, что первые два фрагмента керамики характеризуются наличием крупных зерен кварца и ортосиликатов. В Образце №1 наблюдается сильный

эффект пространственного разделения фаз из-за нарушения недостаточной технологии обжига. Хотя на Образце №2 виден декоративный спиральный узор, грубость обработки керамики можно объяснить более низкими и дешевыми технологическими требованиями к амфорам, используемым для перевозки и хранения вина для солдат гарнизона древней крепости [147]. Напротив, в амфоре Образца №3 отсутствуют крупные силикатные зерна. Здесь следует учитывать разное расположение гончарных мастерских, а также более строгие правила при изготовлении амфор для длительной транспортировки продукта.

В качестве заключительного замечания следует отметить, что первичные результаты могут открыть новые научные направления анализа на основе структурных характеристик для идентификации керамических образцов, дополняя существующие.

#### Выводы по третьей главе

Результаты главы III показывают возможности метода нейтронной радиографии и томографии и комплементарных экспериментальных методов при исследовании объектов культурного наследия на примере серебряного дирхама Караханидов и фрагментов древней керамики.

1. Методом рентгеноструктурного анализа был установлен фазовый состав на поверхности средневекового дирхама Караханидов. Установлено среднее содержание фаз меди и серебра в  $25.5 \pm 1.0\%$  и  $74.5 \pm 1.0\%$ . Что соответствует массовым соотношениям 17:83. Установлено наличие несколько фаз, содержащих корродированный материал: куприт Cu<sub>2</sub>O, тенорит CuO и халькоцит Cu<sub>2</sub>S. Получены параметры кристаллической структуры наблюдаемых фаз.

 Методом НРТ исследована внутренняя структура дирхама Караханидов. Рассчитан объем – 353 мм<sup>3</sup> – медно-серебряного материала и корродированных участков. Рассчитан объем сохранившегося медносеребряного материала. Он составляет 218 мм<sup>3</sup> или 61.7% от общего объема монеты. Содержание меди в монете приводит к перераспределению доминирующей фазы наблюдаемого сплава Cu-Ag в сторону содержания серебра. Данные рентгеноструктурного анализа свидетельствуют 0 74.5%. повышенном содержании серебра ДО Рассчитана толщина коррозионного слоя. Она варьируется от нескольких десятков микрон до полной толщины монеты 0.8 мм.

3. Методом рамановской спектроскопии установлен фазовый состав трех образцов древней керамики из крепости Добруджа, Румыния. Было установлено наличие кварца, полевого шпата и гематита. В фазе полевого шпата преобладает силикатный минерал лабрадорит ((Ca,Na) Al, Si)<sub>4</sub>O<sub>8</sub>).

4. Метод нейтронной дифракции показал наличие кварца во всех трех образцах румынской керамики. В образце №1 наблюдаются дифракционные пики, которые соответствуют дополнительной фазе ортоклаза. Получены параметры кристаллической решетки наблюдаемых фаз.

5. Методом HPT исследовано пространственное распределение внутренних компонентов трех фрагментов древней керамики из крепости Добруджа, Румыния. В образце **№**1 наблюдаются несколько приповерхностных областей, относящихся к областям с более высоким коэффициентом ослабления нейтронов. Наблюдаемые округлые образования могут быть зернами фазы ортоклаза или других силикатов. Их объемная доля составляет 0.2%. Средний объем зерен силикатов составляет 0.08 мм<sup>3</sup>. В образце №2 приповерхностный слой, наблюдаемый в образце №1, не обнаружен. Наблюдаются крупные зерна с высокими коэффициентами ослабления нейтронного пучка. Их объемная доля составляет ~0.9%. Средний объем зерен силикатов составляет 0.2-1 мм<sup>3</sup>. В образце № 3 обнаружен неравномерный поверхностный слой толщиной до 2-3 мм, как в Образце №1. Расчетный объем, занимаемый этим слоем, составлял 30.2(3) мм<sup>3</sup>.

78

# ГЛАВА IV. ПРОСТРАНСТВЕННОЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЕ НЕОДНОРОДНОСТЕЙ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА В ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТАХ

В главе представлены результаты исследования метеорита Куня-Ургенч и двух горных пород лампрофировых даек из Койташской гранитоидной интрузии (Джизакская область). Внутренняя структурная организация фазового состава фрагмента метеорита Куня-Ургенч была исследована методами нейтронной дифракции и томографии [157]. Внутренняя структура лампрофировых даек была исследована методом нейтронной томографии и методом рамановской спектроскопии [158, 159].

## § 4.1. Описание фрагмента метеорита Куня-Ургенч и методы исследования

Фрагмент метеорита Куня-Ургенч был получен из коллекции метеоритного хранилища Музея истории астрономии Астрономического института имени Штернберга Московского государственного университета M.B. Ломоносова (Россия), содействии имени при Евразийского обшества. Фрагмент астрономического метеорита имеет размеры приблизительно 45×42×21 мм<sup>3</sup> (рис.4.1а). Весь фрагмент покрыт темно-Ha поверхности коричневым налетом. видны несколько участков, предположительно соответствующих фазам оливина и ортопироксена, а также зерна металлического камасита.

Для определения фазового состава метеорита были выполнены эксперименты по нейтронной дифракции на спектрометре ДН-12 [116] расположенного на 12 канале импульсного реактора ИБР-2. Были проведены измерения различных областей метеорита, которые соответствовали разной глубине проникновения нейтронов. Время измерения одного спектра

79

составляло 30 минут. Анализ дифракционных данных производился методом Ритвельда [140] с помощью программы FullProf [141].



# Рис. 4.1. а) Фотография исследуемого фрагмента хондрита Куня-Ургенч. Показана масштабная линейка. Фотография помеченного небольшого участка на поверхности фрагмента метеорита (b) с металлическим включением (c) [157]

Эксперименты по нейтронной томографии проводились на установке нейтронной радиографии и томографии [22, 115], расположенной на 14-м канале импульсного реактора ИБР-2. Набор радиографических изображений был собран с помощью детекторной системы на основе высокочувствительной камеры с ПЗС-чипом НАМАМАТЅU. Эксперименты по томографии проводились с шагом вращения 0.5°; общее количество измеренных радиографических проекций составило 360. Время экспозиции для одной проекции составило 20 с. Общее время эксперимента составило 6 часов. Данные изображения были скорректированы для изображения темнового тока камеры и нормализованы к изображению падающего пучка нейтронов с использованием программного обеспечения ImageJ [125]. Томографическая реконструкция была выполнена с помощью программного обеспечения SYRMEP Tomo Project (STP) [56] с использованием алгоритма SIRT. Программное обеспечение VGStudio MAX 2.2 компании Volume Graphics (Гейдельберг, Германия) использовалось для визуализации и анализа реконструированных трехмерных данных.

#### § 4.2. Исследования фазового состава метеорита Куня-Ургенч

С помощью микроскопа Leica M165 с видеокамерой было получено несколько изображений с поверхности исследуемого метеорита (рис.4.1b и с). Предварительные микроскопические данные показывают легкую литологию [160] хондрита Куня-Ургенч, где основными минералами являются оливин и пироксен [161, 162].

Фрагменты нейтронных дифракционных спектров, снятых в разных толщинах метеорита показаны на рис.4.2. Наблюдаемые дифракционные пики относятся к основным фазам хондрита Куня-Ургенч [63, 65]: оливин, пироксен и камасит.

спектре, соответствующему толщине 5 мм, наблюдается сильный Ha рефлекс на d<sub>hkl</sub> ~ 2.1 Å, который соответствует кубической фазе камасита. Из обработки полученных нейтронных дифракционных спектров установлено, что параметры элементарной ячейки a = 2.869(2) Å. Они близких значениям для α-железа. Это указывает на низкое содержание никеля в камасите. Оценка содержания никеля дает среднее значение 2.7(5) %, что значительно ниже, чем в палласите Сеймчана [61] или хондрите из Челябинска [163]. Измеренные дифракционные спектры для разных толщин метеорита показали очень небольшое отклонение содержания никеля в фазе камасита в пределах  $\pm 0.5$  %, что не превышает погрешности измерения. Также нейтронная дифракция показала присутствие минерала оливина в образце. Фаза форстерита имеет орторомбическую структуру с пространственной группой Рbnm, где параметры решетки составили a = 4.7750(4) Å, b = 10.1976(5) Å и c = 5.9980(3)А. Из полученных параметров решетки этого минерала можно оценить их относительное содержание. Оценка дает состав оливина в метеорите Куня-Ургенч как  $Fo_{92}Fa_{08}$ .





Также обнаружены рефлексы, соответствующие минеральной фазе пироксена с орторомбической структурой и параметрами элементарной ячейки а = 18.355(3) Å, b = 8.996(3) Å, c = 5.082(3) Å. Рассчитанные значения хорошо согласуются со значениями, полученными для других метеоритов [162, 164]. Таким образом, относительное содержание железа в пироксене оценивается как Fe/(Fe + Mg) = 0.09(2).

Зависимость объемных долей фаз в фрагменте метеорита от положения сканирования в эксперименте показана на рис.4.3. Контур фрагмента метеорита, как показано на рис.4.1а, добавлен на график для улучшения 82 восприятия измерительных объемов в результате процедуры сканирования. Сплошные линии представляют сплайновую интерполяцию экспериментальных данных. При изменении положения сканирования в дифракционном эксперименте обнаружено изменение относительного содержания основных фаз в хондрите. Доля фазы оливина варьирует от 33.3(2) % до 42.5(3) % при среднем значении 39.6(2) %; содержание пироксена изменяется от 47.4(2) % до 53.4(2) %, а среднее значение его доли составляет 47.4(3) %. Камасит занимает довольно большую часть объема фрагмента метеорита – 12.9(2) %, при этом его доля колеблется от 8.2(2) % до 15.4(2) %. Эти результаты свидетельствуют о неоднородном пространственном распределении минеральных фаз в объеме метеорита, которые могут быть выявлены и проанализированы методом нейтронной томографии.



Рис. 4.3. Объемные доли оливина (Ol), пироксена (Px) и камасита (Fe) в зависимости от глубины проникновения нейтронов в объем метеорита при нейтронно-дифракционном сканировании [157]

## § 4.3. Пространственное распределение минералов в объеме метеорита Куня-Ургенч

Пространственное распределение составных компонентов метеорита анализировалось методом нейтронной томографии [29, 79]. Резкий контраст коэффициентов ослабления нейтронов между различными компонентами метеоритов [7, 79, 165], а также комплексный анализ трехмерных данных, полученных из экспериментов по нейтронной томографии, позволяют выявить ряд структурных и петрологических особенностей хондрита Куня-Ургенч.

Реконструированная 3D-модель и несколько виртуальных срезов фрагмента Куня-Ургенчского метеорита показаны на рис.4.4. Металлические области отмечены красным цветом, оливиновые и пироксеновые компоненты – зелено-синими. Фракции оливина и пироксена представлены более прозрачными для удобства (рис.4.4*a*). Существуют отчетливые (красные) области с высоким ослаблением нейтронов, которые могут быть отнесены к богатой железом металлической фазе, такой как камасит. Сине – серые области представляют собой области с низким поглощением нейтронов минералами на основе силикатов [39] (рис.4.4б-г). Коэффициент ослабления нейтронов  $\alpha$ -Fe для нейтронов с энергией 25 мэВ составляет около 1.26 см<sup>-1</sup>, что больше, чем соответствующие значения для компонентов оливина и пироксена, даже для богатых железом минералов: фаялита Fe<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> (0.64 см<sup>-1</sup>) и ферросилита FeSiO<sub>3</sub> (0.55 см<sup>-1</sup>). Соответственно, включения  $\alpha$ -Fe имеют хороший контраст с силикатными компонентами в данных нейтронной томографии.





Согласно результатам измерений нейтронной дифракции (рис.4.3), металлическая фаза камасита занимает относительно большой объем фрагмента метеорита. Наблюдалось несколько хорошо различимых крупных металлических зерен размером 0.5–2 см и множество мелких зерен камасита, похожих на металлические капли (рис.4.4а-г). Наблюдаемые зерна металла расположены вблизи поверхности фрагмента метеорита (рис.4.4в и г).

Из полученных трехмерных нейтронных данных [61, 163, 166] можно проанализировать объемные и морфологические особенности исследуемого

метеорита. Общий объем 3D-реконструкции фрагмента метеорита Куня-Ургенч состоит из 157197884 вокселов, что соответствует объему 22103.28 мм<sup>3</sup>. Объем металлических зерен составляет 2927.06 мм<sup>3</sup> или объемная доля компонентов камасита в образце Куня-Ургенч составляет 13.24 %, что хорошо согласуется с результатами нейтронной дифракции (рис.4.3). Пространственное распределение коэффициента ослабления нейтронов внутри зерен камасита однородно в отличие от исследований палласита Сеймчан [61], где не было обнаружено областей богатых никелем.

Металлические зерна камасита (678 зерен) были выделены из всего виртуального объема образца Куня-Ургенча (рис.4.4а). Было извлечено одно крупное зерно объемом 93.56 мм<sup>3</sup>, и обнаружено лишь несколько крупных зерен объемом более 10 мм<sup>3</sup>. Остальные металлические зерна представляют собой мелкие частицы со средним объемом 0.243 мм<sup>3</sup>. Размеры частиц камасита оценивали по их эквивалентному диаметру — диаметру шара того же объема, что и частица (например, [167]). Рассчитанное распределение эквивалентных диаметров частиц камасита представлено на рис.4.5*a*. Этот характерный размер металлических частиц фрагмента Куня-Ургенча находится в диапазоне 0.2-8 мм (рис.4.5*a*), но самое крупное зерно имеет размер около 14 мм.

Некоторые морфологические параметры могут быть получены из трехмерных данных нейтронной томографии [77, 167]. Для оценки формы частиц было рассчитано распределение параметра сферичности [168], которое варьируется от 1.0 для идеально сферических частиц до 0.0 для частиц неправильной формы (рис.4.5б). Согласно рис.4.5б, среднее значение сферичности составляет около 0.5, что указывает на сильное отклонение форм частиц от сферических к более вытянутым или уплощенным. Можно предположить, что выделенные зерна или частицы камасита внутри фрагмента метеорита Куня-Ургенч могут быть описаны несферической вытянутой формой [169]. Распределение параметра компактности [170] показано на рис.4.5в.

86



Рис. 4.5. Распределение параметров эквивалентного диаметра (*a*), сферичности (б), компактности (в) и элонгации (г) выделенных зерен камасита внутри объема метеорита Куня-Ургенч [157]

Среднее значение этого параметра составляет около 0.17, что указывает на некоторую гладкую неразветвленную поверхность металлических частиц. Распределение параметра элонгации [169, 170] представлено на рис.4.5г. Среднее значение параметра элонгации наблюдаемых частиц камасита составляет около 0.4. что соответствует отношению главных осей эллипсоидов, равному 2.5. Основываясь на расчетных данных, можно предположить, что большинство частиц имеют «лопастную» форму [171], которая просто описывается как вытянутые частицы, сплющенные вдоль одной из осей эллипсоида. Если форма частиц не является изометрической (вытянутой, сплющенной и т.д.), как показано на рис.4.56-г, тогда ей можно приписать определенную ориентацию, используя тензор инерции частицы [77]. Последующий анализ ориентации частиц может выявить наличие предпочтительной ориентации: направлений или плоскостей, вдоль которых преимущественно ориентируются оси частиц [78].

Следуя [77], можно вычислить компоненты тензора момента инерции для каждой частицы и использовать соответствующие собственные векторы в качестве трех ортонормированных осей частицы, которые определяют ориентацию частицы. На рис.4.6 показаны ориентации двух главных осей металлических частиц, соответствующие наибольшему и наименьшему моментам инерции (стереографическая проекция верхней полусферы). Размер символов пропорционален эквивалентному диаметру металлических частиц, что также отражено на цветовой шкале. Ось Z – это ось вращения поворотного стола в томографической установке (рис.4.6).



Рис. 4.6. Стереограммы ориентации главных осей инерции *I<sub>min</sub>* (*a*) и *I<sub>max</sub>* (б) частиц камасита метеорита Куня-Ургенч относительно лабораторной системы координат в томографическом эксперименте [157]

Для обеих главных осей полученные распределения неравномерны, что свидетельствует о наличии текстуры формы: оси  $I_{\min}$  сосредоточены вокруг оси Z, в то время как оси  $I_{\max}$  в основном параллельны оси Z. Полученную текстуру можно отнести к аксиальному типу, когда ориентировки одной оси образуют пояс, а второй оси — единый полюс в направлении, 88

перпендикулярном к плоскости пояса. Такая конфигурация предпочтительных ориентаций обычно характерна для ориентации кристаллов или форм пластинчатых минералов (например, [78]) и может быть сформирована в результате процесса седиментации. Важно отметить, что размер металлических частиц не коррелирует с предпочтительными ориентациями (рис.4.6), что указывает на то, что это не повлияло на формирование структуры формы. Согласно предыдущим исследованиям [172, 173], ударная нагрузка может вызвать развитие текстуры формы с выраженными признаками аксиальной текстуры.

На нейтронных изображениях трудно однозначно разделить конечные элементы оливина или пироксена, хотя коэффициенты ослабления нейтронов для фаялита и ферросилита больше, чем для соответствующих богатых магнием форстерита и энстатита. Эта разница для нейтронов с энергией 25 мэВ не превышает 0.3 см<sup>-1</sup>, что может привести к кумулятивной гистограмме коэффициента ослабления с сильно перекрывающимися распределениями для силикатов, богатых Mg и Fe. Следует также отметить, что силикатные фазы в фрагменте хондрита имеют неоднородное распределение на рис.4.46-г, что, вероятно, связано со смешением фаз. Силикатные фазы образуют сложные морфологические структуры. Были выделены области с наименьшими коэффициента ослабления нейтронов значениями (рис.4.7*a*), которые предположительно соответствуют силикатным фазам с наименьшим содержанием железа, таким как форстерит и энстатит. Объем метеорита представлен более прозрачным для удобства (рис.4.7*a*). Увеличенная 3Dмодель таких агрегатов представлена на рис.4.76. Распределение здесь может представлять собой силикатную смесь с градиентными изменениями содержания железа или магния. В качестве примера на рис.4.7в представлен поперечный томографический срез реконструированного объема фрагмента Красные области соответствуют метеорита. высокому коэффициенту ослабления нейтронов в металлическом компоненте камасита. Сине – серые области представляют собой области с низким поглощением нейтронов минералами на основе силиката [39].



Рис. 4.7. *а*) Разделенный и выделенный 3D объем компонентов оливина и пироксена (темные области) внутри реконструированной 3D модели фрагмента метеорита Куня-Ургенч. б) Увеличенная область реконструированной модели с выделенными бедными железом частицами внутри фрагмента метеорита Куня-Ургенч. в) Пример виртуальных срезов метеорита Куня-Ургенч, иллюстрирующих расположение камаситовых и силикатных компонентов внутри объема метеорита. г) Распределение эквивалентных диаметров, выделенных железодефицитных силикатных областей внутри объема метеорита Куня-Ургенч [157]

Представлены соответствующие шкалы (рис.4.7в). Стоит отметить, что камаситовая и силикатная фазы имеют видимые границы (рис.4.7в), и не происходит перераспределения железа вокруг металлических зерен, как это наблюдалось в Челябинском метеорите [163]. Это может указывать на 90

отсутствие или неинтенсивный обмен железа между металлическими и силикатными компонентами.

Также были рассчитаны эквивалентные диаметры предполагаемых областей дефицита железа, как показано на рис.4.7г. Характерные размеры этих областей находятся в диапазоне до 1 мм, хотя самая большая из них имеет размер около 5 мм.

## § 4.4. Описание лампрофировых даек и методы их исследования

Два образца лампрофировых даек из Койташской гранитоидной интрузии Образец №1 – образец, показывающий контакт узкой лампрофировой дайки с гранодиоритом (рис.4.8); Образец №2 – фрагмент более широкой лампрофировой дайки (рис.4.8). Предыдущие микроскопические наблюдения этих лампрофировых даек показали преобладающее содержание амфибола (40-70%) и плагиоклаза (30-60%), а иногда и присутствие кварца (до 2%) и единичных зерен разложенного пироксена [81].



Рис. 4.8. Фотографии исследованных образцов лампрофировой дайки Образец №1 и Образец №2. Несколько морщин, связанных с потоком, выделены красным цветом (Образец №2). Показана увеличенная область морщин [159] Для определения минерального состава лампрофировых даек были выполнены эксперименты с помощью метода КРС на спектрометре LabRAM HR [117] с гелий-неоновым лазером (рис.2.12). Длина волны лазера составляет 633 нм. Измерения проводились в разных местах на поверхности образцов. В экспериментах использовалась диафрагма с размерами щели 11 мкм и пятидесятикратный объектив.

Эксперименты по нейтронной томографии проводились на установке нейтронной радиографии и томографии [22, 115], расположенной на 14-м канале импульсного реактора ИБР-2. Набор радиографических изображений был собран с помощью детекторной системы на основе высокочувствительной камеры с ПЗС-чипом HAMAMATSU. Эксперименты по томографии проводились с шагом вращения 0.5°; общее количество измеренных радиографических проекций составило 360. Время экспозиции для одной проекции составило 20 с. Общее время эксперимента составило 6 часов. Данные изображения были скорректированы для изображения темнового тока камеры и нормализованы к изображению падающего пучка нейтронов с использованием программного обеспечения ImageJ [125]. Томографическая реконструкция была выполнена с помощью программного обеспечения SYRMEP Tomo Project (STP) [56] с использованием алгоритма SIRT. Программное обеспечение VGStudio MAX 2.2 компании Volume Graphics использовалось для визуализации и анализа реконструированных трехмерных данных.

## § 4.5. Спектры комбинационного рассеяния света, полученные для разных участков образцов лампрофировой дайки

Методом рамановской спектроскопии исследован минеральный состав горных пород - даек лампрофиров из Койташской гранитоидной интрузии. На рис.4.9 показаны выбранные спектры комбинационного рассеяния света (КРС), полученные для обеих групп точек измерения на поверхности каждого образца: тела дайки и включений. Согласно рис.4.9*a*, плагиоклаз является

доминирующей минеральной фазой полевошпатовой матрицы Образца\_1, хотя высокий уровень шума в большинстве спектров не позволил нам отличать различные минералы полевого шпата. Кроме того, было найдено несколько миндалин, в основном состоящих из кварца и иногда кальцита (рис.4.96) [159]. По-видимому, глазки и ксенокристы в Образце №1 были представлены плагиоклазом и щелочными полевыми шпатами, как следует из спектров комбинационного рассеяния света на рис.4.9б.



Рис. 4.9. Выбранные спектры комбинационного рассеяния света, полученные из разных точек на поверхности исследуемых образцов горных пород, Образец №1 (*a*- дайка, б- включения) и Образец №2 (вдайка, г- включения). Звездочка на спектре (б) соответствует основному рамановскому сдвигу кальцита 1086 см<sup>-1</sup> [159]

Набор спектров комбинационного рассеяния дайки Образец №2 аналогичен спектрам, собранным для дайки Образец №1 (рис.4.9в, г). Спектры 93

комбинационного рассеяния Образца <u>№</u>2 подтверждают наличие полевошпатовой матрицы, состоящей из плагиоклаза и щелочных полевых шпатов (рис.4.9в). Качественное различие между полевыми шпатами было проведено на основе их основных полос комбинационного рассеяния, как указано в [151]. Сфероидальные включения (миндалины, глазки и, возможно, ксенокристы) в Образце №2 в основном содержали кварц и плагиоклаз (рис.4.9г). Фаза мелкозернистого амфибола не была выделена в полученных спектрах из-за высокой фотолюминесценции и шероховатой поверхности обоих образцов даек. Тем не менее, результаты рамановской спектроскопии согласуются с микроскопическими наблюдениями, показывая основной вклад полевых шпатов (рис.4.9а, в).

## § 4.6. Пространственное распределение структурных неоднородностей в лампрофировых дайках

3D-модели дайки Образец №1 и Образец №2, восстановленные по данным нейтронной томографии, представлены на рис.4.10. Соответствующие наборы 3D-данных были намеренно преобразованы в 16-битный формат (целые числа 0... 65 535, см. также цветные полосы на рис.4.10) для экономии памяти при последующей обработке. В Образец №1 наблюдаются два разных подобъема (рис.4.10*a*, в). Дайка сильно ослабляет нейтроны (подобъем, богатый амфиболами), и рассекает относительно прозрачную гранодиоритовую вмещающую породу, состоящую в основном из полевых шпатов и кварца. Границы между этими подобъемами почти параллельны, хотя их ориентация не совпадает с лабораторной системой координат.



Рис. 4.10. Реконструированные виртуальные модели изученных образцов дайки: верхний ряд - 3D- модели; нижний ряд - выбранные 2D- срезы («грд» - гранодиорит). (*a*, в)- Образец №1; (б, г)- Образец №2. Отмечены пространственные положения срезов на трехмерной модели.

# Цветные шкалы показывают диапазон изменения значений коэффициента ослабления нейтронов, преобразованных в 16-битные целые числа [159]

В обоих образцах внутри объема дайки имеются округлые области с высоким ослаблением нейтронов, по-видимому, соответствующие водосодержащим вкраплениям, либо амфибола, либо слюды, либо и того, и другого. Согласно результатам рамановской спектроскопии (рис.4.9б, г), области с низким ослаблением нейтронов представляют собой сфероидальные включения, содержащие в основном полевой шпат и кварц. Эти включения с низким коэффициентом ослабления хорошо различимы на 2D-срезах (Рис. 4.10в, г). В Образце №1 они показали тенденцию выравниваться вдоль направления, параллельного стенкам дайки, как показано на рис.4.10в.

Для дальнейшего анализа данных томографии Образца №1 требовалось выполнить следующие задачи: (1) отделить дайку от вмещающего гранодиорита и устранить его влияние на фазовую сегментацию; (2) определить ориентацию стенок дайки и сегментировать плоскости в 3D, по которым протекал поток магмы. Из-за размытости изображения и неоднородного распределения фаз стандартные алгоритмы сегментации и обрезки соответствующих объемов не принесли удовлетворительных результатов. Был применён оригинальный алгоритм для разделения объема дайки и сегментации стенок дайки. Этот подход более подробно представлен в следующем параграфе.

## § 4.7. Анализ трехмерных данных для характеристики структуры лампрофировых даек

## § 4.7.1. Ориентация и сегментация стенок дайки

Плоскопараллельный контакт дайки с гранодиоритом в Образце №1 напоминает наличие наслоения: слой дайки находится между слоями гранодиорита. Такие 3D структуры могут быть проанализированы с помощью метода сканирования [78], предназначенного для выявления слоистых и изображениях. линеаризованных структур на трехмерных Метол сканирования основан на непрерывном сканировании 3D-данных под разными последующих вычислениях вариации значений углами зрения И интенсивности (степени неоднородности), полученных на элементах плоскости или линии под каждым углом. Следуя процедуре, полностью описанной в [78], 3D-данные были повернуты с шагом 5 градусов так, чтобы ось z набора данных переместилась на верхнюю полусферу ( $2\pi$  охвата). На каждом шаге вращения 3D-данные были разделены на плоские элементы перпендикулярные текущей оси z, И (срезы), линейные элементы, параллельные текущей оси z. Затем вычисляются две величины: вариация в σ<sub>P</sub> – взвешенное стандартное отклонение интенсивности плоскости изображения, собранного по элементам плоскости; линейная вариация  $\sigma_L$  –

96

взвешенное стандартное отклонение интенсивности изображения, собранное по линейным элементам. Полученные распределения  $\sigma_P$  и  $\sigma_L$  на единичной сфере могут выявить определенные плоскости или направления (слоистость или линейность), связанные со структурным упорядочением в объеме образца.

На рис.4.11*а* и б показаны полученные пространственные распределения  $\sigma_P$  и  $\sigma_L$ , нанесенные на стереографическую проекцию. Масштабная линейка на диаграмме показана в отн. ед. Пурпурные звезды и линии обозначают направление максимума  $\sigma_P$  и соответствующую плоскость нормаль к этому направлению (рис.4.11*a*, б). Оба распределения взаимно согласуются и показывают наличие наслоения или слоения. На диаграмме  $\sigma_P$  (рис.4.11*a*) имеется полюс максимальных значений вокруг определенного направления — по нормали к слоям или стенкам дайки. На диаграмме  $\sigma_L$  (рис.4.11б) имеется полюс максимальных значений в определенной плоскости - плоскости стенок дайки. Таким образом, из диаграмм  $\sigma_P$  и  $\sigma_L$  была определена ориентация стенок дайки, выявив ориентацию нормали.

Чтобы определить пространственное положение стенок дайки в Образце\_1, 3D-данные были приведены к ориентации, где z-ось была параллельна к нормали стенок дайки, согласно рис.4.11*a* и б.

При такой ориентации стенки дайки находились в горизонтальной плоскости. Затем сегментация границ дайки была эквивалентна определению конкретных номеров срезов. Были найдены номера срезов, соответствующие стенкам дайки, выбрав соответствующий порог для значений интенсивности, усредненных по горизонтальным срезам. Для 3D-визуализации была построена модель стенок дайки из изображений масок, сформированных после операции пороговой обработки.

На рис. 4.11в,г показаны виртуальные модели стенок дайки, рассекающих образец №1. Из этих рисунков четко видно, что стенки дайки, определенные полуавтоматически, хорошо согласуются с фактическим изменением коэффициента ослабления нейтронов, вызванным магматическим

97

вторжением. Хотя границы между дайкой и гранодиоритом не являются идеально ровными, они практически параллельны, сохраняя это свойство по всему объему. Полученная модель стенок дайки позволила однозначно отделить дайку от гранодиорита.



Рис. 4.11. Рассчитанные стереографики плоскостных σ<sub>P</sub>(*a*) и линейных σ<sub>L</sub> (б) пространственных вариаций коэффициента ослабления нейтронов для Образца №1. Полученные виртуальные модели плоскопараллельных стенок дайки показаны пурпурным цветом в 3Dмодели (в) и выбранном 2D- срезе (г) [159]

#### § 4.7.2. Распределение по размерам и ориентация включений

Фазовая сегментация сфероидальных включений была выполнена путем пороговой обработки уже выделенного объема дайки Образца №1 и 3Dмодели Образца №2. Каждой из сегментированных везикул был присвоен серийный номер (метка) на изображении для выполнения морфологического анализа каждой частицы. На рис.4.12 показаны полученные пространственное распределение и распределение по размерам включений в объемах даек.

Размеры включений оценивались с использованием их эквивалентного диаметра – диаметра шара с объемом, равным объему включения. В обоих образцах включения распределены практически равномерно, без какой-либо зависимости от их размера. Согласно гистограммам (рис.4.12), большинство включений не превышают 5 мм, а самые крупные из них составляют около 10 мм. Наличие некоторой упорядоченности включений наблюдается в Образце №1 (рис.4.12*a*), в то время как в Образце №2 таких явных признаков нет (рис.4.126).



Рис. 4.12. Пространственное и размерное распределение сегментированных включений в Образце №1 (*a*) и Образце №2 (б). Частицы в 3D-моделях окрашены в соответствии с приведенными ниже гистограммами [159]

Чтобы количественно оценить выравнивание включений, необходимо математически определить саму ориентацию. В качестве ориентации частиц

использовались ориентации трех главных осей эллипсоида Лежандра [77, 78], имеющего такой же тензор момента инерции, что и сама частица. Таким образом, была определена ориентация, как ориентация трех главных осей эллипсоида Лежандра или эквивалента тензора момента инерции. Компоненты тензора момента инерции были рассчитаны для каждой выделенной соответствующие частицы, И главные оси инерции (соответствующие собственным значениям  $I_{\min}$ ,  $I_{int}$ ,  $I_{max}$ ) использовались в качестве ортонормированного базиса. Полученные стереографики пространственных распределений главных осей для формы включений показаны на рис.4.13. Для этих графиков были взяты только те частицы, размеры эллипсоида Лежандра которых отличаются как минимум в 1.5 раза, а эквивалентный диаметр составляет более 0.5 мм. Это было сделано для исключения мелких частиц или тех, которые слабо вытянуты или сплющены, ориентация которых может быть определена неоднозначно.

Ориентация осей включений (рис.4.13) показывает неравномерное распределение, и это особенно заметно для самых маленьких осей с наибольшей инерцией  $I_{max}$ . Контуры Камба [174], примененные для выделения наличия предпочтительных ориентаций в распределениях осей, статистически значимы. На этих стереодиаграммах имеется полюс с наибольшей концентрацией осей  $I_{max}$  в направлении, субпараллельном лабораторной хуплоскости в Образце №1, и в направлении, субпараллельном лабораторной z - оси в Образце №2. Другие оси демонстрируют меньшую локализацию.

В Образце №1 оси минимальной инерции образуют пояс, перпендикулярный полюсу на соответствующей диаграмме  $I_{max}$  (рис.4.13*a*). Оси промежуточных значений инерции образуют часть пояса в той же плоскости, что и для осей  $I_{min}$ . В Образце №2 оси минимального и промежуточного значений инерции имеют полюса в одной плоскости, но во взаимно перпендикулярных направлениях.

Для обеспечения более надежной оценки предпочтительных ориентаций включений, был выполнен непараметрический бутстрэппинг набора данных тензора инерции частиц. Это аналогично процедуре, обычно используемой при анализе магнитной анизотропии [175]. В бутстреп-расчетах были использованы нормализованные тензоры инерции, чтобы минимизировать влияние размеров частиц, и выполнили в целом 10 000 симуляций. Доверительные области были рассчитаны для расстояния ориентации (например, [176]) между ориентацией тензора средней инерции и соответствующей ориентацией включений.



Рис. 4.13. Стереографические проекции верхней полусферы главных осей тензора инерции включений в Образце №1 (*a*) и Образце №2 (б).
Размер символов пропорционален эквивалентному диаметру частиц. Контуры Камба (Е = 3σ) показаны на уровнях 2σ, 4σ, 6σ, 8σ [159]

Распределения главных осей тензоров, полученные после моделирования, показаны на рис.4.14. Для обоих образцов минимальный разброс наблюдался для оси максимальной инерции. Промежуточная и максимальная оси инерции в Образце №1 образуют пояс (рис.4.14*a*), в то

время как в Образце №2 эти оси разделены на стереоплоти (рис.4.14б). Направления главных осей окрашены так же, как на рис.4.13: красный-  $I_{min}$ , зеленый-  $I_{int}$ , синий-  $I_{max}$ . Белые звездочки обозначают ориентацию главной оси  $I_{max}$  среднего тензора инерции. Пурпурные звездочки и линии обозначают направление нормали к плоскости стенок дайки и саму плоскость соответственно. Черные линии очерчивают области, соответвующие доверительному интервалу 95% (рис.4.14). Для сравнения, на рис.4.14*a* показана ориентация стенок дайки для Образца №1. Промежуточная и максимальная оси инерции тензора средней инерции почти параллельны стенкам дайки.



Рис. 4.14. Результаты бутстрэп расчетов. Стереографические проекции главных осей тензора инерции (красный – I<sub>min</sub>, зеленый – I<sub>int</sub>, синий – I<sub>max</sub>) включений в Образце №1 (а) и Образце №2 (б). Звездочка, треугольник и квадрат обозначают направления главных осей среднего тензора инерции [159]

Более того, проекция стенок дайки и ее нормаль лежат в пределах 95% доверительного интервала ориентации частиц (рис.4.14*a*). Угол между осью минимальной инерции и нормалью к плоскости стенок дайки составляет 7°, с максимальным отклонением около 30° в пределах 95% доверительного интервала. Это означает, что включения имеют тенденцию выравнивать свою наименьшую ось перпендикулярно стенкам дайки и, следовательно,

направлению потока магмы. В дайке Образца №2 промежуточная и максимальная оси инерции ориентированы субпараллельно ху-плоскости (рис.4.14б), согласно ориентации морщин, наблюдаемых на поверхности образца (рис.4.8).

Наблюдаемая предпочтительная ориентация в затвердевшей магме тесно связана с гидродинамикой расплавленной породы. Движение магмы внутри дайки может быть аппроксимировано моделями движения ньютоновской или бингмановской жидкости в табличном канале (например, [177]). Градиент скорости возник из-за трения жидкости со стенками канала, что определяет напряжения сдвига, действующие на все элементы или (вкрапленники, включения В жидкости: твердые ксенокристы), несмешивающиеся жидкие или газообразные везикулы. Общая тенденция включений выравниваться субпараллельно направлению потока жидкости широко наблюдалась в дайках, а также предсказывалась лабораторными и [178-181], теоретическими моделями хотя в большинстве случаев подразумевается циклическое движение, зависящее от деформации сдвига и нестабильности движения в случае неосесимметричных частиц [182].

В Образце №1 включения в дайке представлены преимущественно миндалинами, глазками и ксенокристами вытянутой и сплюснутой формы. Эта смесь включений различной формы имеет общую структуру с четко выраженной плоскостью слоения, наклоненной в среднем на 7 градусов к стенкам дайки, а наименьшие оси почти перпендикулярны направлению потока (рис.4.13 и 4.14). Хотя наибольшие оси включений субпараллельны направлению потока из-за касательных напряжений, наблюдаемая объемная конфигурация предпочтительных ориентаций главных осей не совпадает с моделями движения твердых осесимметричных сфероидов, а только с мозаичной имбрикационной моделью [183]. В моделях твердых частиц (например, [182]) стабильными состояниями являются состояния, когда наименьшая ось ориентирована перпендикулярно плоскости градиента

103

скорости, вовремя tumbling mode для идеально вытянутых сфероидов (стержней) и log-rolling mode для идеально сплюснутых сфероидов (дисков). Однако следует подчеркнуть, что вращения триаксиального эллипсоида вокруг его осей симметрии в условиях сдвигового потока не являются стабильными, в отличие от случаев осесимметричных сфероидов [182].

Аналогичное сравнение можно провести для случая деформирования первоначально сферических газообразных или жидких везикул в сдвиговом потоке, наибольшие когда оси деформированных эллипсоидов субпараллельны направлению потока с углом смачивания (with an imbrication angle), зависящим от числа капилляров [180, 181]. Было показано [181], что при простом сдвиговом потоке сферический везикул деформируется в удлиненный триаксиальный эллипсоид. Самая большая ось везикулы увеличивается с ростом напряжения, в то время как другие оси уменьшаются. Важно отметить, что наименьшая ось (ось  $I_{max}$ ) наклонена к нормали стенок канала, а наибольшая ось (ось Imin) - к направлению потока [181, 184]. Такая ориентация деформированной везикулы может объяснить предпочтительные ориентации включений, которые наблюдались в Образце №1 (рис.4.13а и 4.14а). По-видимому, большинство включений в движущейся магме были представлены несмешивающимися жидкими каплями и газообразными были кристаллизованы везикулами, которые позже ИЛИ заполнены вторичными минералами и образовали глазки и миндалины.

#### Выводы по четвертой главе

Результаты главы IV показывают возможности метода нейтронной радиографии и томографии и комплементарных экспериментальных методов при исследовании метеоритов и геологических объектов на примере метеорита Куня-Ургенч и двух горных пород – лампрофировых даек.

 Методом нейтронной томографии проанализирован объем и морфологические особенности исследуемого метеорита. Общий объем составляет 2927.06 мм<sup>3</sup>. Рассчитаны объемные распределения

104

и морфологические характеристики для металлической компоненты этого метеорита: металлические зерна имеют размер от 0.2 мм до 8 мм. Объемная доля камасита составляет 13.24 %.

- 2. Методом нейтронной дифракции исследован фазовый состав метеорита Куня-Ургенч. Обнаружены следующие фазы: камасит, оливин, пироксен. Доля фазы оливина варьирует от 33.3(2) % до 42.5(3) %; доля пироксена варьируется от 47.4(2) % до 53.4(2) %, доля камасита колеблется от 8.2(2) % до 15.4(2) %. Рассчитаны параметры кристаллической структуры наблюдаемых фаз.
- 3. Методом рамановской спектроскопии исследован минеральный состав горных пород – даек. Установлено, что плагиоклаз является доминирующей минеральной фазой полевошпатовой матрицы в одном образце. Также обнаружено присутствие кварца и кальцита. В другом образце обнаружено наличие полевошпатовой матрицы, состоящей ИЗ плагиоклаза И щелочных полевых шпатов. Сфероидальные включения в основном содержали кварц И плагиоклаз.
- 4. Получены объемные и ориентационные распределения структурных элементов в образцах горных пород – лампрофировых дайках. Размер большинства включений не превышают 5 мм, а самые крупные из них составляют около 10 мм. Восстановлены ориентационные полюсные фигуры для этих структурных элементов по данным нейтронной томографии.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертационной работе представлены результаты, как по созданию установки нейтронной радиографии и томографии на реакторе BBP-CM, так и результаты по исследованию структурных неоднородностей в широком круге прикладных исследований. Метод нейтронной радиографии и томографии позволил выявить структурные неоднородности на микронном уровне в метеорите и горных породах, рассчитать статистические и морфологические закономерности, провести неразрушающие исследования редких объектов культурного наследия.

Из основных результатов диссертационной работы следует отметить следующие:

- Разработаны, скомпонованы и протестированы детекторная система, блок коллиматоров, системы биологической защиты для станции нейтронной радиографии и томографии на реакторе ВВР-СМ, ИЯФ АН РУз. Технические параметры установки L/D = 600 с полем зрения 90×90 мм<sup>2</sup> позволяют проводить эксперименты по нейтронной структурной диагностике с пространственным разрешением 280 мкм.
- 2. Исследованиями на созданной установке нейтронной радиографии и томографии, а также методом рентгеновской дифракции, детектирована фазовая сегментация серебряной монеты Караханидов. Объемная фракция меди и серебра составила 26% и 74%. Получено неравномерное распределение проникновения коррозии, в основном фазы куприта, в объем монеты. Выделены участки металлического материала монеты, не подверженные коррозии, которые составляют 220 мм<sup>3</sup> или 62% от объема всей монеты.
- Исследованы структурные особенности древней керамики комплементарными методами. Обнаружены участки с различными коэффициентами поглощения нейтронов, что может быть связано с условиями отжига керамических изделий. Кроме этого, обнаружены

зерна силикатов со средними размерами 0.2–2 мм, что может указывать на разные местоположения древних гончарных мастерских.

- 4. Из данных нейтронной томографии получены пространственные распределения минералов в метеорите Куня-Ургенч. Рассчитаны объемные распределения и морфологические характеристики для металлической компоненты этого метеорита: металлические зерна имеют размер от 0.2 мм до 8 мм. Методом нейтронной дифракции установлен фазовый состав метеорита.
- 5. Получены объемные и ориентационные распределения структурных элементов в образцах горных пород - лампрофировых дайках. Размер большинства включений не превышают 5 мм, а самые крупные из них составляют около 10 мм. Восстановлены ориентационные полюсные фигуры для этих структурных элементов по данным нейтронной томографии.
- 6. Экспериментальные результаты, полученные на установке нейтронной радиографии и томографии ИЯФ АН РУз свидетельствуют о возможности проведения исследований на уровне ведущих мировых установок различных объектов с хорошим разрешением и за короткое время измерения.

## БЛАГОДАРНОСТИ

Выполнение данной диссертационной работы было бы невозможно без помощи и поддержки многих людей, которым я хочу выразить свою благодарность.

Выражаю огромную благодарность научному руководителю д.ф-м.н. проф. Ташметову Маннаб Юсуповичу за предложение темы и постоянную помощь при выполнении диссертационной работы.

Я также рад поблагодарить моих руководителей из Лаборатории нейтронной физики имени И.М. Франка Объединенного института ядерных исследований, д.т.н. Кичанова Сергея Евгеньевича и д.ф-м.н. Козленко Дениса Петровича, за помощь, оказанную в процессе выполнения работы, и полезные обсуждения. Дополнительно хочу отметить неоценимый вклад коллег из ЛНФ ОИЯИ и выражаю благодарность А.В. Руткаускасу, И.Ю. Зель, Е.В. Лукину, К. Назарову, Б.А. Бакирову.

Я в неоценимом долгу перед моими учителями, Султонмурод Алиевым и ныне покойным Закиржоном Каноковым. Моя искренняя признательность за советы и поддержку, которые помогли мне в период работы над диссертацией PhD.

Я также в вечном долгу перед своими родителями, Абдурахмоном Абдурахимовым и Малохат Рахмоновой, за их бесконечную любовь и благословения, поддержку и понимание, а также их ободрение на каждом этапе моей жизни.
## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

- Andersen I.S., McCreery R.L., Bilheux H.Z. Neutron Imaging and Applications // A Reference for the Imaging Community. – Springer Publishing (USA), 2009. – Vol. 200. – No. 2209. – p. 341.
- Kardjilov N., Festa G. Neutron Methods for Archaeology and Cultural Heritage // Neutron Scattering Applications and Techniques. – Springer Cham (Germany), 2017. – p. 349.
- Kardjilov N., Manke I., Hilger A., Strobl M., Banhart J. Neutron imaging in materials science // Materials Today. – Elsevier (Netherlands), 2011. – Vol. 14. – No. 6. – pp. 248-256.
- Craft A.E., Barton J.P. Applications of neutron radiography for the nuclear power industry // Physics Procedia. – Elsevier (Netherlands), 2017. – Vol. 88. – pp. 73-80.
- Hussey D.S., Jacobson D.L. Applications of neutron imaging and future possibilities // Neutron News. Taylor & Francis Online (UK), 2015. Vol. 26. No. 2. pp. 19-22.
- Kaestner A., Vontobel P., Lehmann E. Neutron Imaging Methods in Geoscience // Advances in Computed Tomography for Geomaterials: GeoX 2010. – Wiley Online Library (USA), 2010. – pp. 352-365.
- Lehmann E.H., Kaestner A.P. 3D Neutron Imaging // Encyclopedia of Analytical Chemistry: Applications, Theory, and Instrumentation. – John Wiley & Sons, Ltd. (UK), 2006.
- Chadwick J. Possible existence of a neutron // Nature. Nature Publishing Group (UK), 1932. – Vol. 129. – No. 3252. – p. 312.
- Kallman H. Neutron radiography // Research. NIH (USA), 1948. Vol. 1. No. 6. – pp. 254-260.
- Brenizer J.S. A review of significant advances in neutron imaging from conception to the present // Physics Procedia. – Elsevier (Netherlands), 2013.

– Vol. 43. – pp. 10-20.

- Peter O. Neutronen-durchleuchtung // A Journal of Physical Sciences: Zeitschrift f
  ür Naturforschung A – De Gruyter (Germany), 1946. – Vol. 1. – No. 10. – pp. 557-559.
- Thewlis J. Neutron Radiography // British Journal of Applied Physics. IOP Publishing (UK), 1956. – Vol. 7. – No. 10. – p. 345.
- Thewlis J., Derbyshire R.T.P. Report AERE M/TN 37 // Atomic Energy Research Establishment. – (UK), 1956.
- 14. Kawasaki S. A thermal neutron television system using a high yield neutron generator // Nuclear Instruments and Methods. Elsevier (Netherlands), 1968.
   Vol. 62. No. 3. pp. 311-315.
- Matsumoto G., Krata S. The neutron computer tomography // Neutron Radiography: Proceedings of the First World Conference San Diego, California, USA December 7–10, 1981. – Springer (Netherlands), 1983. – pp. 899-906.
- Balaskó M., Sváb E. Dynamic neutron radiography instrumentation and applications in Central Europe // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A: Accel. Spectrom. Detect. Assoc. Equip. – Elsevier (Netherlands), 1996. – Vol. 377. – No. 1. – pp. 140-143.
- 17. Lehmann E.H., Vontobel P., Wiezel L. Properties of the radiography facility NEUTRA at SINQ and its potential for use as European reference facility // Nondestructive Testing and Evaluation. Taylor and Francis Ltd. (UK), 2001. Vol. 16. No. 2-6. pp. 191-202.
- Hussey D.S., Jacobson D.L., Arif M., Huffman P.R., Williams R.E., Cook J.C. New neutron imaging facility at the NIST // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A: Accel. Spectrom. Detect. Assoc. Equip. – Elsevier (Netherlands), 2005. – Vol. 542. – No. 1-3. – pp. 9-15.
- 19. De beer F.C., Strydom W.J. Neutron radiography at SAFARI-1 in South Africa
  // Nondestructive Testing and Evaluation. Taylor and Francis Ltd. (UK),
  2001. Vol. 16. No. 2-6. pp. 163-176.

- Calzada E., Schillinger B., Grünauer F. Construction and assembly of the neutron radiography and tomography facility ANTARES at FRM II // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A: Accel. Spectrom. Detect. Assoc. Equip. Elsevier (Netherlands), 2005. Vol. 542. No. 1-3. pp. 38-44.
- Somenkov V.A., Glazkov V.P., Em V.T., Gureev A.I., Murashev M.M., Sadykov R.A., Axenov S.N., Trunov D.N., Stolyarov A.A., Alexeev A.A., Kravchuk L.V. On the Complex Radiation Diagnostics Facility "DRAGON" // Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. – Pleiades Publishing, Ltd. (UK), 2019. – Vol. 13. – pp. 870-876.
- Kozlenko D.P., Kichanov S.E., Lukin E.V., Rutkauskas A.V., Bokuchava G.D., Savenko B.N., Pakhnevich A.V., Rozanov A.Y. Neutron radiography facility at IBR-2 high flux pulsed reactor: First results // Physics Procedia. – Elsevier (Netherlands), 2015. – Vol. 69. – pp. 87-91.
- Nazarov K.M., Muhametuly B., Kenzhin E.A., Kichanov S.E., Kozlenko D.P., Lukin E.V., Shaimerdenov A.A. New neutron radiography and tomography facility TITAN at the WWR-K reactor // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A: Accel. Spectrom. Detect. Assoc. Equip. – Elsevier (Netherlands), 2020. – Vol. 982. – No. 1. – p. 164572.
- Lehmann E.H. Neutron imaging facilities in a global context // Journal of Imaging. – MDPI (Switzerland), 2017. – Vol. 3. – No. 4. – p. 52.
- Strobl M. The Scope of the Imaging Instrument Project ODIN at ESS // Physics Procedia. – Elsevier (Netherlands), 2015. – Vol. 69. – pp. 18-26.
- Bilheux H., Herwig K., Keener S., Davis L. Overview of the Conceptual Design of the Future VENUS Neutron Imaging Beam Line at the Spallation Neutron Source // Physics Procedia. – Elsevier (Netherlands), 2015. – Vol. 69. – pp. 55-59.
- 27. Pakhnevich A., Kurkin A., Lavrov A., Tarasenko K., Kovalenko E., Kaloyan A., Podurets K. Synchrotron and neutron tomography of paleontological objects on the facilities of the Kurchatov Institute // Journal of Imaging. –MDPI

(Switzerland), 2018. – Vol. 4. – No. 8. – p. 103.

- Perfect E., Cheng C.L., Kang M., Bilheux H.Z., Lamanna J.M., Gragg M.J. et al. Neutron imaging of hydrogen-rich fluids in geomaterials and engineered porous media: A review // Earth-Science Reviews. Elsevier (Netherlands), 2014. Vol. 129. pp. 120-135.
- Lehmann E.H., Kaestner A., Grünzweig C., Mannes D., Vontobel P., Peetermans S. Materials research and non-destructive testing using neutron tomography methods // International Journal of Materials Research. – De Gruyter (Germany), 2014. – Vol. 105. – No. 7. – pp. 664-670.
- Grünzweig C., Mannes D., Kaestner A., Schmid F., Vontobel P., Hovind J. et al. Progress in Industrial Applications using Modern Neutron Imaging Techniques // Physics Procedia. – Elsevier (Netherlands), 2013. – Vol. 43. – pp. 231-242.
- Butler L.G., Schillinger B., Ham K., Dobbins T.A., Liu P., Vajo J.J. Neutron imaging of a commercial Li-ion battery during discharge: Application of monochromatic imaging and polychromatic dynamic tomography // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A: Accel. Spectrom. Detect. Assoc. Equip. – Elsevier (Netherlands), 2011. – Vol. 651. – No. 1. – pp. 320-328.
- 32. Van Tittelboom K., Snoeck D., Vontobel P., Wittmann F.H., De Belie N. Use of neutron radiography and tomography to visualize the autonomous crack sealing efficiency in cementitious materials // Materials and Structures. – Springer Science+Business Media (Germany), 2013. – Vol. 46. – No. 1-2. – pp. 105-121.
- 33. Robertson T.J.M. Neutron radiography as a non-destructive tool in archaeology // Non-Destructive Testing. Elsevier (Netherlands), 1975. Vol. 8. No. 1. pp. 17-20.
- 34. Kichanov S., Saprykina I., Kozlenko D., Nazarov K., Lukin E., Rutkauskas A. et al. Studies of Ancient Russian Cultural Objects Using the Neutron Tomography Method // Journal of Imaging. MDPI (Switzerland), 2018. –Vol. 4. No. 2. p. 25.

- Peetermans S.L.X. Energy-selective neutron imaging for materials science // Thesis. – Lausanne, EPFL (Switzerland), 2015. – p. 179.
- 36. Burca G. Combined neutron imaging and diffraction: instrumentation and experimentation // PhD thesis. Open University (UK), 2013. p. 248.
- Тюфяков Н.Д., Штань А.С. Основы нейтронной радиографии // Книга. М., Атомиздат (Россия), 1975. – С. 256.
- Von der Hardt P., Röttger H. (ed.). Neutron radiography handbook: nuclear science and technology // Book. Springer Dordrecht (Netherlands), 2012. p. 170.
- 39. Кичанов С.Е. Экспериментальные методы нейтронной радиографии и томографии на импульсном высокопоточном реакторе ИБР-2 и стационарном исследовательском реакторе ВВР-К // Диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук, 01.04.01. – Объединенный институт ядерных исследований (Россия), 2021. – С. 222.
- 40. Schillinger B., Lehmann E., Vontobel P. 3D neutron computed tomography: Requirements and applications // Physica B: Condensed Matter. – Elsevier (Netherlands), 2000. – Vol. 276. – pp. 59-62.
- Strobl M., Manke I., Kardjilov N., Hilger A., Dawson M., Banhart J. Advances in neutron radiography and tomography // Journal of Physics D: Applied Physics. – IOP Publishing (UK), 2009. – Vol. 42. – p. 243001.
- 42. De Beer FC. Neutron and X-ray radiography/tomography: Non-destructive analytical tools for the characterization of nuclear materials // Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy. SciELO (South Africa), 2015. Vol. 115. No. 10. pp. 913-924.
- 43. <u>https://phoenixwi.com/neutron-radiography/neutron-image-gallery/</u>
- 44. Di Luozzo N., Schulz M., Fontana M. Imaging of boron distribution in steel with neutron radiography and tomography // Journal of Materials Science. Springer Science+Business Media (Germany), 2020. Vol. 55. No. 18. pp.7927-7937.

- 45. Lehmann E.H., Tremsin A., Grünzweig C., Johnson I., Boillat P., Josic L. Neutron imaging Detector options in progress // Journal of instrumentation. IOP Publishing (UK), 2011. Vol. 6. No. 1. p. C01050.
- 46. Nikolic R.J., Cheung C.L., Reinhardt C.E., Wang T.F. Roadmap for high efficiency solid-state neutron detectors // Optoelectronic Devices: Physics, Fabrication, and Application II. – SPIE Digital Library (USA), 2005. –Vol. 6013. – p. 601305.
- Iwase H., Katagiri M., Shibayama M. Optimization of the thickness of a ZnS/6LiF scintillator for a high-resolution detector installed on a focusing small-angle neutron scattering spectrometer (SANS-U) // Journal of Applied Crystallography. – Blackwell Publishing Inc. (UK), 2012. – Vol. 45. – pp. 507-512.
- 48. Trtik P., Hovind J., Grünzweig C., Bollhalder A., Thominet V., David C. et al. Improving the Spatial Resolution of Neutron Imaging at Paul Scherrer Institut
  The Neutron Microscope Project // Physics Procedia. – Elsevier (Netherlands), 2015. – Vol. 69. – pp. 169-176.
- Tobin K.W., Bingham P.R., Gregor J. Mathematics of Neutron Imaging // Neutron Imaging and Applications. – Springer Publishing (USA), 2009. – pp. 109-127.
- Balasko M., Svab E., Endrczy G. Comparison of neutron radiography with other nondestructive methods // IEEE Transactions on Nuclear Science. – Institute of Electrical and Electronics Engineers (USA), 2005. – Vol. 52. – No. 1. – pp. 330-333.
- Kak A.C., Slaney M. Principles of computerized tomographic imaging // Classics in Applied Mathematics. – IEEE Press: University of Michigan (USA), 1988. – p. 323.
- Radon J. On the determination of functions from their integral values along certain manifolds // IEEE Transactions on Medical Imaging. – Institute of Electrical and Electronics Engineers (USA), 1986. – Vol. 5. – No. 4. – pp. 170-176.

- 53. Lee S.W., Lee C.L., Cho H.M., Park H.S., Kim D.H., Choi Y.N., Kim H.J. Effects of reconstruction parameters on image noise and spatial resolution in cone-beam computed tomography // Journal of the Korean Physical Society. – Han'guk Mulli Hakhoe (Republic of Korea), 2011. – Vol. 59. – pp. 2825-2832.
- 54. Gordon R., Bender R., Herman G.T. Algebraic reconstruction techniques (ART) for three-dimensional electron microscopy and X-ray photography // Journal of theoretical biology. Elsevier (Netherlands), 1970. Vol. 29. No. 3. pp. 471-481.
- 55. Gilbert P. Iterative methods for the three-dimensional reconstruction of an object from projections // Journal of theoretical biology. Elsevier (Netherlands), 1972. Vol. 36. No. 1. pp. 105-117.
- 56. Brun F., Massimi L., Fratini M., Dreossi D., Billé F., Accardo A., Pugliese R., Cedola A. SYRMEP Tomo Project: a graphical user interface for customizing CT reconstruction workflows // Advanced structural and chemical imaging. – Springer Open (Switzerland), 2017. – Vol. 3. – No. 4. – p. 9.
- Rumpf C.M., Lewis H.G., Atkinson P.M. Asteroid impact effects and their immediate hazards for human populations // Geophysical Research Letters. – American Geophysical Union (USA), 2017. – Vol. 44. – No. 8. – pp. 3433-3440.
- Bischoff A., Stoeffler D. Shock metamorphism as a fundamental process in the evolution of planetary bodies: Information from meteorites // European Journal of Mineralogy. – E. Schweizerbart'sche Verlagsbuchhandlung (Germany), 1992. – Vol. 4. – No. 4. – pp. 707-755.
- 59. Van Schmus W.R. The mineralogy and petrology of chondritic meteorites // Earth-Science Reviews. – Elsevier (Netherlands), 1969. – Vol. 5. – No. 3. – pp. 145-184.
- Caporali S., Grazzi F., Salvemini F., Garbe U., Peetermans S., Pratesi G. Structural characterization of iron meteorites through neutron tomography // Minerals. – MDPI (Switzerland), 2016. – Vol. 6. – No. 1. – p. 14.

- 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 // Meteoritics & Planetary Science. – Meteoritical Society (USA), 2018. – Vol. 53. – No. 10. – pp. 2155-2164.
- Martell J., Alwmark C., Daly L., Hall S., Alwmark S., Woracek R., Hektor J., Helfen L., Tengattini A., Lee M. The scale of a martian hydrothermal system explored using combined neutron and x-ray tomography // Science Advances. AAAS (USA), 2022. Vol. 8. No. 19. p. eabn3044.
- Grossman J.N. The Meteoritical Bulletin, No. 83 // Meteoritics & Planetary Science. – Meteoritical Society (USA), 1999. – Vol. 34. – No. 83. – pp. A169-A186.
- 64. Bronshten V.A. Astronomical conditions of the fall and the orbit of the Kunya-Urgench meteorite // Astronomy Letters. Maik Nauka/Interperiodica Publishing (Russian Federation), 1999. Vol. 25. pp. 119-121.
- Mukhamednazarov S. Observation of a bolide and the fall of the first large meteorite in Turkmenistan // Astronomy Letters. – Maik Nauka/Interperiodica Publishing (Russian Federation), 1999. – Vol. 25. – pp. 150-152.
- 66. Alexeev V.A., Gorin V.D., Ivliev A.I., Kashkarov L.L., Ustinova G.K. Combined Study of Thermoluminescence, Tracks, and Radionuclides in the Recently Fallen Kunya-Urgench Chondrite // Geochemistry International. Maik Nauka/Interperiodica Publishing (Russian Federation), 2001. Vol. 39. pp. 1043-1055.
- 67. Philpotts A.R. Density, surface tension and viscosity of the immiscible phase in a basic, alkaline magma // Lithos. Elsevier (Netherlands), 1972. Vol. 5. pp. 1-18.
- 68. Nicolas A. Kinematics in magmatic rocks with special reference to gabbros // Journal of Petrology. – Oxford University Press (United Kingdom), 1992. – Vol. 33. – No. 4. – pp. 891-915.
- 69. Philpotts A.R., Philpotts D.E. Upward and downward flow in a camptonite dike as recorded by deformed vesicles and the anisotropy of magnetic susceptibility

(AMS) // Journal of Volcanology and Geothermal Research. – Elsevier (Netherlands), 2007. – Vol. 161. – pp. 81-94.

- 70. Bascou J., Camps P., Dautria J.M. Magnetic versus crystallographic fabrics in a basaltic lava flow // Journal of Volcanology and Geothermal Research. Elsevier (Netherlands), 2005. Vol. 145. pp. 119-135.
- Paterson S.R., Vernon R.H., Tobisch O.T. A review of criteria for the identification of magmatic and tectonic foliations ingranitoids // Journal of Structural Geology. – Elsevier (Netherlands), 1989. – Vol. 11. – pp. 349-363.
- Varga R.J., Gee J.S., Staudigel H., Tauxe L. Dike surface lineations as magma flow indicators within the sheeted dike complex of the Troodos ophiolite, Cyprus // Journal of Geophysical Research: Solid Earth. – Wiley-Blackwell (USA), 1998. – Vol. 103. – pp. 5241-5256.
- 73. Knight M.D., Walker G.P.L. Magma flow directions in dikes of the Koolau complex, Oahu, determined from magnetic fabric studies (Hawaii) // Journal of Geophysical Research: Solid Earth. Wiley-Blackwell (USA), 1988. Vol. 93. pp. 4301-4319.
- 74. Hrouda F., Faryad S.W., Kubínová Š., Verner K., Chlupácová M. Simultaneous free flow and forcefully driven movement of magma in lamprophyre dykes as indicated by magnetic anisotropy: Case study from the central bohemian dyke swarm, Czech Republic // Geosciences. MDPI (Switzerland), 2019. Vol. 9. No. 3. p. 104.
- 75. Correa-Gomes L.C., Souza Filho C.R., Martins C.J.F.N., Oliveira E.P. Development of symmetrical and asymmetrical fabrics in sheet-like igneous bodies: The role of magma flow and wall-rock displacements in theoretical and natural cases // Journal of Structural Geology. Elsevier (Netherlands), 2001. Vol. 23. pp. 1415-1428.
- 76. Zel I.Y., Petružálek M., Kichanov S.E., Nazarov K.M., Lokajícek T., Kozlenko D.P., Turková I., Kotrlý M., Onysko R. Contribution of neutron tomography to 3D heterogeneity analysis of granitic rocks // Acta Geodynamica et

Geomaterialia. – Institute of Rock Structures and Mechanics, Czech Academy of Sciences (Czech Republic), 2020. – Vol. 17. – pp. 259-267.

- Zel I.Y., Kenessarin M., Kichanov S.E., Balasoiu M., Kozlenko D.P., Nazarov K., Nicu M., Ionascu L., Dragolici A.C., Dragolici F. Spatial distribution of graphite in cement materials used for radioactive waste conditioning: An approach to analysis of neutron tomography data // Cement and Concrete Composites. Elsevier (Netherlands), 2021. Vol. 119. p. 103993.
- 78. Zel I.Y., Petružálek M., Lokajícek T., Ivankina T.I., Kichanov S.E., Kozlenko D.P., Porosnicu I., Schnabl P., Pruner P., Duliu O.G. Assessment of structural, magnetic, and P-wave velocity anisotropy of two biotite gneisses from X-ray and neutron tomography // Tectonophysics. Elsevier (Netherlands), 2021. Vol. 812, p. 228925.
- Podurets K.M., Kichanov S.E., Glazkov V.P., Kovalenko E.S., Murashev M.M., Kozlenko D.P., Lukin E.V., Yatsishina E.B. Modern Methods of Neutron Radiography and Tomography in Studies of the Internal Structure of Objects // Crystallography Reports. Maik Nauka/Interperiodica Publishing (Russian Federation), 2021. Vol. 66. pp. 254-266.
- Vontobel P., Lehmann E., Carlson W.D. Comparison of X-ray and neutron tomography investigations of geological materials // IEEE Transactions on Nuclear Science. – Institute of Electrical and Electronics Engineers (USA), 2005. – Vol. 52. – pp. 338-341.
- Ishbaev K.D., Shukurov A.K., Kosbergenov K.M. Lamprophyres and mineralization of the Koytash ore field (Southern TienShan) // LITHOSPHERE (Russia). – Zavaritsky Institute of Geology and Geochemistry, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences (Russian Federation), 2020. – Vol. 20. – pp. 231-253.
- Janssens K., Van Grieken R. (ed.). Non-destructive micro analysis of cultural heritage materials // Comprehensive analytical chemistry. – Elsevier (Netherlands), 2004. – p. 789.
- 83. Lang J., Middleton A. Radiography of cultural material // Book. Elsevier

(Netherlands), 2005. – p. 189.

- 84. Mannes D., Schmid F., Frey J., Schmidt-Ott K., Lehmann E. Combined neutron and X-ray imaging for non-invasive investigations of cultural heritage objects // Physics Procedia. Elsevier (Netherlands), 2015. Vol. 69. pp. 653-660.
- Hughes M.J. Neutron activation analysis at the British Museum, London // Archaeometry. – Blackwell Publishing Inc. (UK), 2007. – Vol. 49. – No. 2. – pp. 255-270.
- Bennington S.M. The use of neutron scattering in the study of ceramics // Journal of Materials Science. – Springer Science+Business Media (Germany), 2004. – Vol. 39. – No. 22. – pp. 6757-6779.
- Moraru L., Szendrei F. Structural features of archaeological pottery // Journal of Engineering Studies and Research. "Alma Mater" Publishing House (Romania), 2011. Vol. 17. No. 4. pp. 73-78.
- Pereira M.A.S., Marques J.G., Santos J.P., Burbidge C.I., Dias M.I., Prudêncio M.I. Neutron imaging techniques applied to studies in the archaeological and cultural heritage fields // Mediterranean Archaeology and Archaeometry. – The University of the Aegean (Greece), 2013. – Vol. 13. – No. 3. – pp. 137-143.
- Papadopoulou D., Sakalis A., Merousis N., Tsirliganis N.C. Study of decorated archeological ceramics by micro X-ray fluorescence spectroscopy // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A: Accel. Spectrom. Detect. Assoc. Equip. – Elsevier (Netherlands), 2007. – Vol. 580. – No. 1. – pp. 743-746.
- Kockelmann W., Pantos E., Kirfel A. Neutron and synchrotron radiation studies of archaeological objects // Radiation in Art and Archeometry. – Elsevier (Netherlands), 2000. – pp. 347-377.
- Bocharov S., Francois V., Sitdikov A. Glazed pottery of the Mediterranean and the Black Sea Region, 10th–18th Centuries // Book. – Kazan – Kishinev (Russian Federation), 2017. – Vol. 2. – p. 843.
- 92. Kockelmann W., Kirfel A., Hähnel E. Non-destructive phase analysis of archaeological ceramics using TOF neutron diffraction // Journal of

Archaeological Science. – Elsevier (Netherlands), 2001. – Vol. 28. – No. 2. – pp. 213-222.

- 93. Opriş I.C. Late Roman and Early Byzantine pottery from Capidava and its Lower Danube context (4th - 6th century) // Book. – Editura Enciclopedică (Romania), 2003. – p. 88.
- 94. Opriş I.C., Rațiu A. Capidava II Building C1 Contributions to the history of annona militaris in the 6<sup>th</sup> century // Book. – Mega Publishing House, Cluj-Napoca (Romania), 2017. – p. 209.
- 95. Fabrizi L., Di Turo F., Medeghini L., Di Fazio M., Catalli F., De Vito C. The application of non-destructive techniques for the study of corrosion patinas of ten Roman silver coins: The case of the medieval Grosso Romanino // Microchemical Journal. Elsevier (Netherlands), 2019. Vol. 145. pp. 419-427.
- 96. Martins C.M.B., Martins J.I. Identification of corrosion products on a medieval copper-silver coin // Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces.
   Pleiades Publishing, Ltd. (UK), 2011. Vol. 47. pp. 128-132.
- 97. Kirfel A., Kockelmann W., Yule P. Non-destructive chemical analysis of old South Arabian coins, fourth century BCE to third century CE // Archaeometry.
  Blackwell Publishing Inc. (UK), 2011. – Vol. 53. – No. 5. – pp. 930-949.
- 98. Fierascu R.C., Fierascu I., Ortan A., Constantin F., Mirea D.A., Statescu M. Complex archaeometallurgical investigation of silver coins from the XVI<sup>th</sup> – XVIII<sup>th</sup> century // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B: Beam Interact. Mater. At. – Elsevier (Netherlands), 2017. – Vol. 401. – pp. 18-24.
- Doménech A., Doménech-Carbó M.T., Pasies T., Del Carmen Bouzas M. Modeling Corrosion of Archaeological Silver-Copper Coins Using the Voltammetry of Immobilized Particles // Electroanalysis. – Wiley-VCH (Germany), 2012. – Vol. 24. – No. 10. – pp. 1945-1955.
- 100. Mezzi A., Riccucci C., De Caro T., Angelini E., Faraldi F., Grassini S., Gouda V.K. Combined use of SA-XPS, XRD and SEM+ EDS for the micro-chemical characterisation of Ag-based archaeological artefacts // Surface and Interface

Analysis. – John Wiley & Sons Inc. (USA), 2014. – Vol. 46. – No. 10-11. – pp. 801-806.

- 101. Casaletto M.P., Ingo G.M., Riccucci C., Faraldi F. Production of reference alloys for the conservation of archaeological silver-based artifacts // Applied Physics A: Materials Science and Processing. – Springer Verlag (Germany), 2010. – Vol. 100. – pp. 937-944.
- 102. Rice D.W., Peterson P., Rigby E.B., Phipps P.B.P., Cappell R.J., Tremoureux R. Atmospheric corrosion of copper and silver. Journal of the Electrochemical Society. IOP Publishing (UK), 1981. Vol. 128. No. 2. p. 275.
- 103. Salvemini F., Olsen S.R. Luzin V., Garbe U., Davis J., Knowles T., Sheedy K. Neutron tomographic analysis: Material characterization of silver and electrum coins from the 6th and 5th centuries BCE // Materials Characterization. – Elsevier (Netherlands), 2016. – Vol. 118. – pp. 175-185.
- 104. Tate J. Some problems in analysing museum material by nondestructive surface sensitive techniques // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B: Beam Interact. Mater. At. – Elsevier (Netherlands), 1986. – Vol. 14. – No. 1. – pp. 20-23.
- 105. Weber G., Guillaume J., Strivay D., Garnir H.P., Marchal A., Martinot L. Is the external beam PIXE method suitable for determining ancient silver artifact fineness? // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B: Beam Interact. Mater. At. – Elsevier (Netherlands), 2000. – Vol. 161-163. – pp. 724-729.
- 106. Beck L., Bosonnet S., Réveillon S., Eliot D., Pilon F. Silver surface enrichment of silver – copper alloys: a limitation for the analysis of ancient silver coins by surface techniques // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B: Beam Interact. Mater. At. – Elsevier (Netherlands), 2004. – Vol. 226. – No. 1-2. – pp. 153-162.
- 107. 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 // Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. – Pleiades

Publishing, Ltd. (UK), 2018. – Vol. 12. – pp. 114-117.

- 108. Bakirov B.A., Kichanov S.E., Khramchenkova R.K., Belushkin A.V., Kozlenko D.P., Sitdikov A.G. Studies of Coins of Medieval Volga Bulgaria by Neutron Diffraction and Tomography // Journal of Surface Investigation: Xray, Synchrotron and Neutron Techniques. – Pleiades Publishing, Ltd. (UK), 2020. – Vol. 14. – pp. 376-381.
- 109. Di Fazio M., Di Turo F., Medeghini L., Fabrizi L., Catalli F., De Vito C. New insights on medieval Provisini silver coins by a combination of non-destructive and micro-invasive techniques // Microchemical Journal. – Elsevier (Netherlands), 2019. – Vol. 144. – pp. 309-318.
- 110. Lehmann E., Mannes D., Kaestner A., Grünzweig C. Recent applications of neutron imaging methods // Physics Procedia. – Elsevier (Netherlands), 2017.
  – Vol. 88. – pp. 5-12.
- 111. Kardjilov N., Hilger A., Manke I., Strobl M., Treimer W., Banhart J. Industrial applications at the new cold neutron radiography and tomography facility of the HMI // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A: Accel. Spectrom. Detect. Assoc. Equip. Elsevier (Netherlands), 2005. Vol. 542. No. 1-3. pp. 16-21.
- 112. Biran M. Karakhanid Khanate // The Encyclopedia of Empire. John Wiley & Sons, Inc. (USA), 2016. pp. 1-2.
- 113. Abazov R. The Karakhanid State (999-1140) // The Palgrave Concise Historical Atlas of Central Asia. – Palgrave Macmillan, New York (USA), 2008. – pp. 40-41.
- 114. Кичанов С.Е., Лукин Е.В., Козленко Д.П., Швецов В.Н., Куликов С.А., Абдурахимов Б.А., Ташметов М.Ю., Юлдашев Б.С., Исматов Н.Б., Саидов А.Р., Нормуродов А. Создание новой станции нейтронного имиджинга в Институте ядерной физики (Узбекистан): трансфер знаний и опыта ОИЯИ странам-участницам // Новости ОИЯИ. – Издательство ОИЯИ (Россия), 2021. – №. 2. – С. 26-29.
- 115. Козленко Д.П., Кичанов С.Е., Лукин Е.В., Руткаускас А.В., Белушкин

А.В., Бокучава Г.Д., Савенко Б.Н. Экспериментальная установка для исследований с помощью методов нейтронной радиографии и томографии на реакторе ИБР-2 // Письма в ЭЧАЯ. – Издательство ОИЯИ (Россия), 2016. – Т. 13. – №. 3. – С. 550-557.

- 116. Aksenov V.L., Balagurov A.M., Kozlenko D.P., Savenko B.N., Sheptyakov D.V., Glazkov V.P., Somenkov V.A. Time-of-flight neutron diffractometer for investigation of microsamples under high external pressure // Physica B: Condensed Matter. Elsevier (Netherlands), 1997. Vol. 241-243. pp. 219-220.
- 117. <u>https://www.horiba.com/rus/scientific/products/detail/action/show/Product/la</u> bram-hr-evolution-1083/
- 118. Yuldashev B.S., Ashrapov T.B., Karabaev K., Ryazantsev E.P., Egorenkov P.M., Nasonov V.A., Karpukhin A.A., Taliev A.V. The WWR-CM reactor conversion to use of the IRT-3M type FA with 36% enriched uranium // IAEA (Austria), 1999. No. IAEA-SM-360/46P. pp. 189-190.
- 119. Baytelesov S.A., Kungurov F.R. WWR-SM research reactor operation and maintenance // Research Reactors: Addressing Challenges and Opportunities to Ensure Effectiveness and Sustainability. – Summary of an International Conference. Supplementary Files. IAEA (Austria), 2020. – Vol. 52. – No. 5.
- 120. Sharma R., Chatzis I. IAEA Assesses Operation and Maintenance Practices at Uzbekistan's Research Reactor // IAEA Department of Nuclear Energy (Austria), 2018.
- 121. Abdurakhimov B.A., Tashmetov M.Yu., Yuldashev B.S., Kichanov S.E., Lukin E.V., Kozlenko D.P., Kulikov S.A., Shvetsov V.N., Ismatov N.B., Saidov A.R., Normurodov A.B., Rutkauskas A.V. New Neutron Imaging Facility at the WWR-SM Reactor: Design and First Results // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A: Accel. Spectrom. Detect. Assoc. Equip. – Elsevier (Netherlands), 2021. – Vol. 989. – p. 164959.
- 122. Kobayashi H. Design and basic character of neutron collimator on radiography

// JAERI-Conf-99-006. – Proceedings of the sixth Asian symposium on research reactors (Japan), 1999. – Vol. 31. – No. 9. – pp. 367-372.

- 123. Williams S.H., Hilger A., Kardjilov N., Manke I., Strobl M., Douissard P.A. et al. Detection system for microimaging with neutrons // Journal of instrumentation. – IOP Publishing (UK), 2012. – Vol. 7. – No. 2. – p. P02014.
- 124. Dinca M., Pavelescu M. Calculus for a neutron imaging system based on a CCD camera // Romanian Journal of Physics. – Romanian Academy Publishing (Romania), 2006. – Vol. 51. – No. 3-4. – pp. 363-370.
- 125. Schneider C.A., Rasband W.S., Eliceiri K.W. NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis // Nature methods. – Nature Publishing Group (UK), 2012. – Vol. 9. – pp. 671-675.
- 126. 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 // Journal of synchrotron radiation. – Wiley-Blackwell (USA), 2012. – Vol. 19. – pp. 836-845.
- 127. Collins T.J. ImageJ for microscopy // BioTechniques. Eaton Publishing Company (USA), 2007. – Vol. 43. – No. S1. – pp. S25-S30.
- 128. Abdurakhimov B.A., Tashmetov M.Yu., Kichanov S.E., Kozlenko D.P., Yuldashev B.S., Lukin E.V., Ismatov N.B. Neutron imaging at the WWR-SM reactor: present status and obtained results // IV International scientific forum "Nuclear science and technologies" September 26–30, 2022: Book of Abstracts. – Almaty (Kazakhstan), 2022. – pp. 92-93.
- 129. Abdurakhimov B.A., Tashmetov M.Yu., Kichanov S.E., Yuldashev B.S., Kozlenko D.P. Neutron Imaging in Uzbekistan // International Scientific Conference of Young Scientists "Science and Innovation-2022" October 20, 2022: Book of Abstracts. – Tashkent, 2022. – pp. 303-305.
- 130. Chernikov A., Dobrin I., Kovalenko N., Kulikov S., Culicov O., Popovici I. Enache D., Dobrin A. Development of the sample environment system for the DN-12 diffractometer on the IBR-2M pulsed reactor (pressure – temperature – magnetic field). Project status // Journal of Physics: Conference Series. – IOP

Publishing (UK), 2018. – Vol. 1021. – p. 012048.

- 131. Руткаускас А.В. Влияние высокого давления на кристаллическую и магнитную структуру сложных оксидов и интерметаллидов кобальта // Диссертация на соискание ученой степени кандидат наук, 01.04.07. – Объединенный институт ядерных исследований (Россия), 2020. – С. 112.
- 132. Raman C.V., Krishnan K.S. A new type of secondary radiation // Nature. –
   Nature Publishing Group (UK), 1928. Vol. 121. pp. 501-502.
- 133. Smith E., Dent G. Modern Raman spectroscopy A practical approach // Book.
   John Wiley & Sons Ltd. (UK), 2005. p. 203.
- 134. Dao N.Q. Dispersive Raman Spectroscopy, Current Instrumental Designs // Encyclopedia of Analytical Chemistry: Applications, Theory and Instrumentation. – John Wiley & Sons, Ltd. (UK), 2006.
- 135. Абдурахимов Б.А., Кичанов С.Е., Ташметов М.Ю., Юлдашев Б.С., Козленко Д.П., Исматов Н.Б., Лукин Е.В. Неразрушающие исследования объектов культурного наследия Узбекистана на новой установке нейтронной радиографии и томографии на реакторе ВВР-СМ // Конференция по использованию рассеяния нейтронов в исследовании конденсированных сред (РНИКС-2021), 27 сентября – 1 октября, 2021: Тезисы докладов. – Екатеринбург (Россия), 2021. – С. 263-264.
- 136. Абдурахимов Б.А., Кичанов С.Е., Talmaţchi С., Козленко Д.П., Балашою М., Talmaţchi G., Руткаускас А.В., Belc М. Исследования фрагментов средневековой керамики методами нейтронной дифракции, томографии и рамановской спектроскопии // LIV Школа ПИЯФ по физике конденсированного состояния (ФКС-2020), 16–21 марта, 2020: Сборник тезисов. Санкт-Петербург (Россия), 2020. С. 10.
- 137. Abdurakhimov B.A., Kichanov S.E., Talmatchi C., Kozlenko D.P., Balasoiu M., Talmatchi G., Belc M. The study of ancient Romanian pottery fragments by nondestructive techniques at the IBR-2 reactor // International Conference "Condensed matter research at the IBR-2", October 12–16, 2020: Book of

Abstracts. – Dubna (Russia), 2020. – p. 108.

- 138. Кочнев Б.Д. Свод надписей на караханидских монетах: антропонимы и титулатура // Восточное историческое источниковедение и специальные исторические дисциплины. – М., 1995. – №. 4. – С. 201-208.
- 139. Album S. Checklist of Islamic Coins, 3rd Edition // Book. Stephen Album Rare Coins Inc (USA), 2011. – p. 324.
- 140. Rietveld H.M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures
  // Journal of applied Crystallography. John Wiley & Sons Ltd. (UK), 1969. –
  Vol. 2. No. 2. pp. 65-71.
- 141. Rodríguez-Carvajal J. Recent advances in magnetic structure determination by neutron powder diffraction // Physica B: Condensed Matter. Elsevier (Netherlands), 1993. Vol. 192. No. 1-2. pp. 55-69.
- 142. Abdurakhimov B.A., Tashmetov M.Yu., Bakirov B.A., Yuldashev B.S., Kichanov S.E., Kozlenko D.P., Ismatov N.B. Structural studies of the Qarakhanid dirham using X-ray diffraction and neutron tomography methods // Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. Pleiades Publishing, Ltd. (UK), 2021. Vol. 15. pp. 1232-1237.
- 143. Kienzle P. NIST Neutron Activation and Scattering Calculator // NIST Center for Neutron Research. NIST (USA), 2014.
- 144. Abdurakhimov B., Kichanov S., Lukin E., Balasoiu M., Talmatchi C., Cliante T., Belc M., Kozlenko D. The studies of the Romanian ancient ceramics using the neutron tomography method // 19th International Balkan Workshop on Applied Physics, July 16-19, 2019: Book of Abstracts. Constanta (Romania), 2019. p. 178.
- 145. Abdurakhimov B.A., Kichanov S.E., Talmaţchi C., Kozlenko D.P., Talmaţchi G., Belozerova N.M., Balaşoiu M., Belc M.C. Studies of ancient pottery fragments from Dobrudja region of Romania using neutron diffraction, tomography and Raman spectroscopy // Journal of Archaeological Science: Reports. Elsevier (Netherlands), 2021. Vol. 35. p. 102755.

- 146. Paraschiv-Talmaţchi C. Researches of Byzantine Amphorae Discovered in Southern Dobrudja (10th-14th century) // Русский сборник (Россия), 2016. – C. 130-143.
- 147. Opaiţ A., Aspecte ale vieţii economice din ptovincia Scythia (secolele IV-VI p. Ch.), Producţia ceramicii locale şi de import // Bucureşti: Bibliotheca Thracologica XVI (Romania), 1996. p. 336.
- 148. Covacef Z., Potârniche T. Sectorul de E intra muros. Cronica cercetarilor arheologice din Romania // (Romania), 2011. Vol. 45. pp. 22-23.
- 149. Germinario C., Cultrone G., De Bonis A., Izzo F., Langella A., Mercurio M., Morra V., Santoriello A., Siano S., Grifa C. The combined use of spectroscopic techniques for the characterisation of Late Roman common wares from Benevento (Italy) // Measurement. – Elsevier (Netherlands), 2018. – Vol. 114. – pp. 515-525.
- 150. Medeghini L., Lottici P.P., De Vito C., Mignardi S., Bersani D. Micro-Raman spectroscopy and ancient ceramics: applications and problems // Journal of Raman Spectroscopy. – John Wiley & Sons Ltd. (UK), 2014. – Vol. 45. – No. 11-12. – pp. 1244-1250.
- 151. Mernagh T.P. Use of the laser Raman microprobe for discrimination amongst feldspar minerals // Journal of Raman Spectroscopy. – John Wiley & Sons Ltd. (UK), 1991. – Vol. 22. – No. 8. – pp. 453-457.
- 152. Ghergari L.M., Stâncel C. A mineralogical study of Late Bronze Age ceramics from Palatca (Transylvania, Romania) // Studia UBB Geologia. – "Babes-Bolyai" University (Romania), 2012. – Vol. 57. – No. 1. – pp. 13-21.
- 153. Ionescu C., Ghergari L., Horga M., Rădulescu G. Early Medieval ceramics from the Viile Tecii archaeological site (Romania): an optical and XRD study // Studia UBB Geologia. "Babes-Bolyai" University (Romania), 2007. Vol. 52. No. 2. pp. 29-35.
- 154. Ion R.M., Ion M.L., Fierascu R., Serban S., Dumitriu I., Radovici C., Bauman I., Cosulet S., Niculescu V.I.R. Thermal analysis of Romanian ancient ceramics

// Journal of thermal analysis and calorimetry. – Akademiai Kiado (Hungary),2010. – Vol. 102. – pp. 393-398.

- 155. Emami M., Sakali Y., Pritzel C., Trettin R. Deep inside the ceramic texture: A microscopic–chemical approach to the phase transition via partial-sintering processes in ancient ceramic matrices // Journal of Microscopy and Ultrastructure. The Saudi Society of Microscopes (Saudi Arabia), 2016. Vol. 4. No. 1. pp. 11-19.
- 156. Gregorová E., Pabst W., Vaněrková L. Anisometric particle systems from shape characterization to suspension rheology // AIP Conference Proceedings.
   American Institute of Physics (USA), 2009. Vol. 1145. No. 1. pp. 1027-1030.
- 157. Kichanov S.E., Abdurakhimov B.A., Zel I.Y., Kirillov A.K., Kozlenko D.P., Lapina I.K., Mentsin Y.L. The structural analysis of Kunya-Urgench chondrite: The nondestructive neutron studies // Meteoritics & Planetary Science. – The Meteoritical Society (USA), 2022. – Vol. 57. – No. 10. – pp. 1836-1845.
- 158. Zel I.Yu., Abdurakhimov B.A., Kichanov S.E., Kozlenko D.P. Neutron tomography of two lamprophyre dike samples from Uzbekistan: application of 3D image analysis for the characterization of rock fabric // Конференция по использованию рассеяния нейтронов в исследовании конденсированных сред (РНИКС-2021), 27 сентября – 1 октября, 2021: Тезисы докладов. – Екатеринбург (Россия), 2021. – С. 166.
- 159. Zel I., Abdurakhimov B., Kichanov S., Lis O., Myrzabekova E., Kozlenko D., Tashmetov M., Ishbaev K., Kosbergenov K. Neutron Tomography Studies of Two Lamprophyre Dike Samples: 3D Data Analysis for the Characterization of Rock Fabric // Journal of Imaging. – MDPI (Switzerland), 2022. – Vol. 8. – p. 80.
- 160. Kaeter D., Ziemann M.A., Böttger U., Weber I., Hecht L., Voropaev S.A., Korochantsev A.V., Kocherov A.V. The Chelyabinsk meteorite: New insights from a comprehensive electron microscopy and Raman spectroscopy study with evidence for graphite in olivine of ordinary chondrites // Meteoritics &

Planetary Science. – The Meteoritical Society (USA), 2018. – Vol. 53. – No. 3. – pp. 416-432.

- 161. Krot A.N., Amelin Y., Bland P., Ciesla F.J., Connelly J., Davis A.M., Huss G.R. et al. Origin and chronology of chondritic components: A review // Geochimica et Cosmochimica Acta. Elsevier (Netherlands), 2009. Vol. 73. No. 17. pp. 4963-4997.
- 162. Mouri T., Enami M. Raman spectroscopic study of olivine-group minerals // Journal of Mineralogical and Petrological Sciences. – Japan Association of Mineralogical Sciences (Japan), 2008. – Vol. 103. – No. 2. – pp. 100-104.
- 163. Kichanov S.E., Kozlenko D.P., Kirillov A.K., Lukin E.V., Abdurakhimov B., Belozerova N.M., Rutkauskas A.V., Ivankina T.I., Savenko B.N. A structural insight into the Chelyabinsk meteorite: neutron diffraction, tomography and Raman spectroscopy study // SN Applied Sciences. – Springer Nature (Switzerland), 2019. – Vol. 1. – pp. 1-9.
- 164. Bersani D., Aliatis I., Tribaudino M., Mantovani L., Benisek A., Carpenter M. A., Gatta G.D., Lottici P.P. Plagioclase composition by Raman spectroscopy // Journal of Raman Spectroscopy. John Wiley & Sons Ltd. (UK), 2018. Vol. 49. No. 4. pp. 684-698.
- 165. Sears V.F. Neutron scattering lengths and cross sections // Neutron news. –
   Taylor & Francis Online (UK), 1992. Vol. 3. No. 3. pp. 26-37.
- 166. Ebel D.S., Rivers M.L. Meteorite 3-D synchrotron microtomography: Methods and applications // Meteoritics & Planetary Science. – The Meteoritical Society (USA), 2007. – Vol. 42. – No. 9. – pp. 1627-1646.
- 167. Jennings B.R., Parslow K. Particle size measurement: the equivalent spherical diameter // Proceedings of the Royal Society A. Mathematical, Physical and Engineering Sciences. The Royal Society Publishing (UK), 1988. Vol. 419. No. 1856. pp. 137-149.
- 168. Rao C., Tutumluer E., Stefanski J.A. Coarse aggregate shape and size properties using a new image analyzer // Journal of testing and evaluation. –

ASTM International (USA), 2001. – Vol. 29. – No. 5. – pp. 461-471.

- 169. Mora C.F., Kwan A.K.H. Sphericity, shape factor, and convexity measurement of coarse aggregate for concrete using digital image processing // Cement and concrete research. – Elsevier (Netherlands), 2000. – Vol. 30. – No. 3. – pp. 351-358.
- 170. Mora C.F., Kwan A.K.H., Chan H.C. Particle size distribution analysis of coarse aggregate using digital image processing // Cement and Concrete Research. – Elsevier (Netherlands), 1998. – Vol. 28. – No. 6. – pp. 921-932.
- 171. Angelidakis V., Nadimi S., Utili S. Elongation, flatness and compactness indices to characterise particle form // Powder Technology. – Elsevier (Netherlands), 2022. – Vol. 396. – pp. 689-695.
- 172. Friedrich J.M., Wignarajah D.P., Chaudhary S., Rivers M.L., Nehru C.E., Ebel D.S. Three-dimensional petrography of metal phases in equilibrated L chondrites Effects of shock loading and dynamic compaction // Earth and Planetary Science Letters. Elsevier (Netherlands), 2008. Vol. 275. No. 1-2. pp. 172-180.
- 173. Gattacceca J., Rochette P., Denise M., Consolmagno G., Folco L. An impact origin for the foliation of chondrites // Earth and Planetary Science Letters. – Elsevier (Netherlands), 2005. – Vol. 234. – No. 3-4. – pp. 351-368.
- 174. Kamb W.B. Ice petrofabric observations from Blue Glacier, Washington, in relation to theory and experiment // Journal of Geophysical Research. American Geophysical Union (USA), 1959. Vol. 64. No. 11. pp. 1891-1909.
- 175. Constable C., Tauxe L. The bootstrap for magnetic susceptibility tensors // Journal of Geophysical Research: Solid Earth. – Wiley-Blackwell (USA), 1990.
  – Vol. 95. – No. B6. – pp. 8383-8395.
- 176. Matthies S., Vinel G.W., Helming K. Standard Distributions in Texture Analysis // Maps for the Case of Cubic-Orthorhombic Symmetry. – Akademie-Verlag Berlin (Germany), 1987. – p. 442.
- 177. Féménias O., Diot H., Berza T., Gauffriau A., Demaiffe D. Asymmetrical to

symmetrical magnetic fabric of dikes: Paleo-flow orientations and paleostresses recorded on feeder-bodies from the Motru Dike Swarm (Romania) // Journal of Structural Geology. – Elsevier (Netherlands), 2004. – Vol. 26. – No. 8. – pp. 1401-1418.

- 178. Gay N.C. Pure shear and simple shear deformation of inhomogeneous viscous fluids.
  1. Theory // Tectonophysics. Elsevier (Netherlands), 1968. Vol. 5. No. 3. pp. 211-234.
- 179. Jezek J., Schulmann K., Paterson S. Modified Jeffery model: Influence of particle concentration on mineral fabric in moderately concentrated suspensions // Journal of Geophysical Research: Solid Earth. – Wiley-Blackwell (USA), 2013. – Vol. 118. – No. 3. – pp. 852-861.
- 180. Taylor G.I. The formation of emulsions in definable fields of flow // Proceedings of the Royal Society A. Mathematical, Physical and Engineering Sciences. – The Royal Society Publishing (UK), 1934. – Vol. 146. – No. 858. – pp. 501-523.
- 181. Guido S., Villone M. Three-dimensional shape of a drop under simple shear flow // Journal of Rheology. American Institute of Physics (USA), 1998. Vol. 42. No. 2. pp. 395-415.
- 182. Cui Z., Zhao L., Huang W.X., Xu C.X. Stability analysis of rotational dynamics of ellipsoids in simple shear flow // Physics of Fluids. – American Institute of Physics (USA), 2019. – Vol. 31. – No. 2. – p. 023301.
- 183. Hastie W.W., Watkeys M.K., Aubourg C. Characterisation of grain-size, shape and orientation of plagioclase in the Rooi Rand dyke swarm, South Africa // Tectonophysics. – Elsevier (Netherlands), 2013. – Vol. 583. – pp. 145-157.
- 184. Rust A.C., Manga M., Cashman K.V. Determining flow type, shear rate and shear stress in magmas from bubble shapes and orientations // Journal of Volcanology and Geothermal Research. – Elsevier (Netherlands), 2003. – Vol. 122. – No. 1-2. – pp. 111-132.

## СПИСОК УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ, ЕДИНИЦ ИЗМЕРЕНИЯ, СИМВОЛОВ И ТЕРМИНОВ

ИЯФ АН РУз	– Институт ядерной физики Академии наук Республики
	Узбекистан
BBP-CM	– Водо-водяной реактор–серийный модифицированный
ИБР-2	– Импульсный быстрый реактор
ЛНФ	– Лаборатория нейтронной физики им.И.М.Франка
ИRИО	– Объединенный институт ядерных исследований
ПЗС (CCD)	– Прибор с зарядовой связью (charge-coupled device)
КМОП (CMOS)	– Комплементарная структура металл-оксид-
	полупроводник (Complementary metal-oxide
	semiconductor)