

Ба 209257/р

АКАДЕМИЯ НАУК БССР  
ИНСТИТУТ ПРИКЛАДНОЙ ФИЗИКИ

На правах рукописи

Для служебного пользования

Экз. № 000014 \*

ХОЛМЕЦКИЙ Александр Леонидович

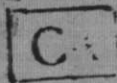
**ПРИНЦИПЫ ПОСТРОЕНИЯ  
ГАММА-РЕЗОНАНСНОЙ АППАРАТУРЫ  
ДЛЯ ПРИКЛАДНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ  
И НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ**

Специальность: 05.11.13 — приборы и методы контроля  
веществ, материалов и изделий

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Минск 1986



Работа выполнена на кафедре ядерной физики Белорусского ордена  
Трудового Красного Знамени государственного университета имени  
В.И. Ленина

Научный руководитель - кандидат технических наук,  
доцент ЧУДАКОВ В.А.

Официальные оппоненты : доктор физико-математических  
наук, профессор МАКАРОВ Е.Ф.

кандидат технических наук  
ДАНИЛОВ В.А.

Ведущая организация - Институт аналитического приборо-  
строения НТО АН СССР, г. Ленинград

Защита состоится 26 июня 1986г. на заседании специа-  
лизированного Совета К006.13.01 Института прикладной физики  
АН БССР по адресу: 220600, г. Минск, ГСП, ул. Академическая, 16,  
Институт прикладной физики АН БССР.

Автореферат разослан "24" мая 1986 года

Ученый секретарь  
специализированного Совета

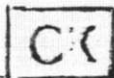
*Рудницкий*

РУДНИЦКИЙ В.А.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Внутренняя структура металлов и сплавов определяет их важнейшие характеристики: прочность, пластичность, коррозионную стойкость и др. Ее изучение базируется на различных физических методах, в том числе и радиационных. Среди последних все большее внимание привлекает метод ядерного гамма-резонанса (ЯГР), позволяющий получать обширную, а зачастую и уникальную информацию. Тем не менее, ЯГР-спектроскопия, по-существу, не вышла за рамки лабораторного применения. Для проведения мессбауэровских измерений в производственных условиях необходимо преодоление ряда методических и технических трудностей, прежде всего повышение экспрессности и обеспечение высокой точности и достоверности результатов при воздействии внешних дестабилизирующих факторов, характерных для производственных условий (механических и акустических вибраций, изменении температуры и т.д.). Развитие методов резонансного детектирования и технологий приготовления источников излучения высокой удельной активности позволяют успешно решать задачу повышения производительности измерений. В последнее время появились работы по применению ЯГР-спектроскопии для целей неразрушающего контроля материалов и изделий, которые, однако, далеко не исчерпывают возможностей метода, например: контроль качества поверхностей металлов с целью развития современных технологий их обработки (радиационной, ионно-плазменной, лазерной и др.); исследование и контроль процессов трения и износа; экспрессный фазовый анализ геологических объектов в полевых условиях и т.д. Решение этих задач сдерживается отсутствием мессбауэровских спектрометров, способных работать в сложных эксплуатационных условиях. В свете этого актуально создание ЯГР-спектрометра с высокими точностными и эксплуатационными параметрами для прикладных исследований и неразрушающего контроля.

Цель работы. Разработать и обосновать способы улучшения основных параметров ЯГР-спектрометра - скоростного разрешения, временной стабильности и линейности скоростной шкалы и тем самым создать предпосылки для широкого применения ЯГР-спектроскопии в промышленности; экспериментально проверить эффективность разработанных методов и аппаратуры применительно к задачам неразрушающего контроля поверхностных слоев металлов и сплавов.



70.4.2.2010



Научная новизна. Предложены и разработаны ЯГР-спектрометры модуляционно-временного типа, отличающиеся повышенной защищенностью от внешних дестабилизирующих факторов, предъявляющие существенно менее жесткие требования к параметрам электромеханического тракта задания движения и обладающие высокой точностью измерения гамма-резонансных спектров.

Предложен и обоснован новый алгоритм функционирования ЯГР-спектрометров в режиме постоянных скоростей, основанный на организации дополнительной обратной связи по скорости с цифровым измерением ее величины.

Впервые решен вопрос автоматической линеаризации в процессе измерения скоростной шкалы ЯГР-спектрометра с гармоническим заданием скорости.

Предложен ряд систем стабилизации коэффициента передачи спектрометрического тракта с автоматическим выводом на реперный пик.

Выявлены процессы, ответственные за образование импульсов фотоэлектронных умножителей (ФЭУ) в радиационных гамма-полях с помощью новой методики для изучения воздействия гамма-излучения на спектрометрические параметры ФЭУ.

Методом электронной мессбауэровской спектроскопии изучены структурные особенности тонких поверхностных слоев металлов, обусловленные различными технологиями обработки.

Практическая ценность. На основе развитых в диссертации технических принципов создан автоматизированный двухканальный модуляционно-временной ЯГР-спектрометр, который использовался для неразрушающего контроля качества закалки легированных сталей в процессе выполнения хоз. договора с Тульским металлургическим заводом "Исследование структуры и свойств штамповых сталей с целью повышения прочности штампов". Проведен цикл исследований по модификации свойств поверхности металлов при различных технологиях обработки (механическом воздействии, ионной имплантации), показавший возможности ЯГР-спектроскопии как метода неразрушающего контроля поверхностных слоев материалов и изделий.

Ряд разработок используется в процессе опытно-конструкторской работы по созданию многомерного параметрического спектрометра Мессбауэра (Институт аналитического приборостроения ИТО АН СССР, г. Ленинград).

Годовой экономический эффект от внедрения результатов дис-

сертационной работы составил 27,9 тыс. рублей.

Апробация результатов работы. Основные результаты работы докладывались на:

- IX Всесоюзной конференции "Неразрушающие физические методы и средства контроля" (г. Минск, 1981 г.);
- XIII и XIV Всесоюзных совещаниях по физике взаимодействия заряженных частиц с кристаллами (г. Москва, 1983 + 1984 г.г.);
- III Всесоюзном совещании по физике и технологии упрочнения поверхности металлов (г. Ленинград, 1984 г.);
- IX Уральской школе металловедов-термистов (г. Свердловск, 1985 г.);
- I Всесоюзном совещании по ядерно-спектроскопическим исследованиям сверхтонких взаимодействий (г. Москва, 1985 г.);
- Республиканской конференции молодых ученых (г. Минск, 1984 г.).

Публикации. Основные результаты работы опубликованы в 31 печатных изданиях. По теме диссертационной работы получены 17 авторских свидетельств и положительных решений на выдачу авторских свидетельств.

Структура и объем работы. Диссертация общим объемом 170 страниц содержит введение, четыре главы, снабженные краткими выводами, заключение, список литературы (133 наименования) и приложение. Работа включает 54 рисунка и 2 таблицы.

Основные научные положения, выносимые на защиту.

1. Улучшение скоростного разрешения и повышение временной стабильности работы достигаются при введении в структуру ЯГР-спектрометра дополнительной системы для цифрового измерения скорости и корректировки условий измерения в соответствии с ее изменениями как в режиме переменной, так и постоянной скоростей.
2. Стабилизация параметров и минимизация интегральной нелинейности скоростной шкалы достигаются за счет дополнительных корректирующих систем в цепи цифрового измерения скорости.
3. Механическая система движения в сочетании с блоком цифрового измерения скорости позволяет повысить перемещаемую системой движения массу и расширить диапазон изменения задаваемой скорости при сохранении высокой точности измерения гамма-резонансных спектров.
4. Возможность минимизации габаритов системы движения

в ЯГР-спектрометре с гармоническим заданием скорости и автоматической линеаризацией скоростной шкалы создает техническую основу разработки портативного прибора специализированного типа для неразрушающего контроля, например, переносного мессбауэровского толщиномера покрытий.

Б. Разработанная методика для изучения механизмов воздействия гамма-излучения на параметры ФЭУ позволяет исследовать основные процессы, ответственные за образование выходных импульсов ФЭУ при облучении источником  $^{57}\text{Co}$  с целью дальнейшего развития методов резонансного детектирования применительно к задачам неразрушающего контроля.

## СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертации и сформулирована цель работы, приведено ее краткое содержание и основные научные положения, выносимые на защиту.

В первой главе рассмотрены общие вопросы построения ЯГР-спектрометров, а также возможные пути использования ЯГР-спектроскопии в прикладных исследованиях и неразрушающем контроле. Кратко изложены особенности построения основных узлов спектрометра - системы задания движения, регистрирующего тракта и устройства синхронизации их работы. Рассмотрены параметры мессбауэровских спектрометров - скоростное разрешение, линейность скоростной шкалы, временная стабильность работы и способы их измерения. На основании проведенного анализа выявляются технические трудности, связанные с развитием ЯГР-спектроскопии как метода неразрушающего контроля.

Вторая глава диссертации посвящена вопросам разработки ЯГР-спектрометров с цифровым измерением скорости и анализу их характеристик. Структурная схема такого спектрометра отличается от традиционной включением блока цифрового измерения скорости и корректировки скоростной шкалы при воздействии помечающих факторов. Конкретная структура блока определяется видом используемого движения - с переменной или постоянной скоростями. В режиме работы с переменной скоростью его основное назначение - организовать дискретизацию как оси скоростей, так и оси времени. В соответствии с этим предложено назвать спектрометр модуляционно-временным (МВ).

В п. 2.1 описана структурная схема МВ спектрометра. Блок цифрового измерения скорости близок по структуре к следующему аналого-цифровому преобразователю. В такой системе реализуется процесс измерения моментов времени, когда скорость принимает заданные значения через равные интервалы, определяемые величиной шага дискретизации выходного напряжения цифро-аналогового преобразователя (ЦАП), входящего в состав блока. В эти моменты времени производится переключение регистрирующих каналов устройства накопления, работающего в режиме временного анализа. Для обеспечения одинаковых условий счета по каналам регистратора, каждый из них открывается на фиксированное время, равное минимально возможному временному интервалу между соседними импульсами стробирования. Регулировка цены канала скоростной шкалы производится путем пропорционального изменения чувствительности датчика скорости и опорного напряжения ЦАПа.

В п. 2.1.1. проводится оценка величины собственного скоростного разрешения  $\Gamma_{\nu}$  МВ спектрометра. В отличие от ЯР-спектрометра временного типа, минимально возможная дискретизация значений скорости, определяющая скоростное разрешение, зависит не только от величины скоростного шума, но и его спектрального состава. При частоте возмущений  $\omega \ll 2\pi/t_0$  ( $t_0$  - ширина скоростного канала) блок цифрового измерения скорости позволяет эффективно корректировать параметры скоростной шкалы. В частности, хаотические внешние вибрации, являющиеся низкочастотными, не влияют на величину  $\Gamma_{\nu}$ . Собственное скоростное разрешение определяется флуктуациями скорости при частотах  $\omega \gg 2\pi/t_0$ . Поэтому воздействие блока цифрового измерения скорости сводится к фильтрации частотного спектра скоростного шума по верхним частотам с граничным значением  $\omega_0 = 2\pi/t_0$ . Передаточная функция фильтра верхних частот

$$K(i\omega) = \frac{i\omega}{\omega_0 + i\omega}$$

Спектральная плотность скоростного шума выбиралась в виде

$$S(\omega) = \begin{cases} A/\omega & |\omega| < \omega_0 \\ 0 & |\omega| \geq \omega_0 \end{cases},$$

где  $A$  - постоянная,  $\omega_r$  - верхняя граничная частота, определяемая быстродействием аналоговых элементов в усилителе системы задания движения. Для этого случая отношение собственного скоростного разрешения МВ спектрометра  $\Gamma_{\psi}$  к скоростному разрешению ЯГР-спектрометра временного типа  $\Gamma'_{\psi}$  равно

$$\frac{\Gamma_{\psi}}{\Gamma'_{\psi}} = \sqrt{\frac{\ln(\omega_r^2/\omega_0^2 - 1)}{2(\ln\omega_r - 1)}}.$$

При стандартной организации электродинамического тракта  $\omega_r/\omega_0 \sim 10 + 100$ . Тогда  $\Gamma_{\psi} \approx (0,3 + 0,5) \Gamma'_{\psi}$ .

На МВ спектрометре проводилось измерение ЯГР-спектров эталонных образцов Всесоюзного научно-исследовательского института физико-технических и радиотехнических измерений (ВНИИФТРИ). Ширина резонансных линий нитропрусида натрия, аппроксимированных функцией Лоренца, -  $0,22 \pm 0,005$  мм/с.

В п. 2.1.2 рассмотрены факторы, влияющие на временную стабильность параметров скоростной шкалы. Основной фактор - дрейф параметров блока цифрового измерения скорости, прежде всего компаратора напряжения и ЦАП, входящих в его состав. Режим работы компаратора описывается выражением

$$U_1 = U_2 + \Delta U(t), \quad (1)$$

где  $U_1$ ,  $U_2$  - напряжения на его входах,  $\Delta U(t)$  - зависящая от времени систематическая ошибка срабатывания. Дрейф выходного сигнала ЦАП можно представить в виде двух составляющих: аддитивной и мультипликативной, причем последней для ЦАП в интегральном исполнении можно пренебречь. Вследствие этого, в МВ спектрометре сравнительно просто достигается временная стабильность цены скоростного канала. Для стабилизации положения нуля скорости вводится дополнительная система регулирования, обеспечивающая равенство средних значений выходных сигналов датчика скорости и ЦАП. Оценка временной стабильности параметров скоростной шкалы, проведенная на эталонных образцах ВНИИФТРИ, дала следующие значения: дрейф цены канала - менее  $10^{-1}$  мкм/с, смещение положения нуля скорости - не более 2 мкм/с за 10 часов работы.

В п. 2.1.3 проведен анализ линейности скоростной шкалы



МВ спектрометра. Отмечается, что основным источником нелинейности является погрешность работы датчика скорости. Описан метод, позволяющий существенно уменьшить величину интегральной нелинейности. В общем случае связь между текущим значением скорости  $v$  и номером канала  $n$  скоростной шкалы может быть выражена в виде:

$$n = T v f(v/v_0), \quad (2)$$

где  $f(v/v_0)$  — некоторая функция скорости, определяющая нелинейность скоростной шкалы,  $T$  — постоянная,  $v_0$  — максимальная скорость. Пренебрегая нелинейностью работы ЦАП, зависимость его выходного напряжения  $u_n$  от  $n$  запишем в виде:

$$u_n = \alpha v f(v/v_0), \quad (3)$$

где  $\alpha$  — постоянная. Если модулировать значения уровней дискретизации ЦАПа по закону

$$u'_n = u_n / f(v/v_0), \quad (4)$$

то из (3) и (4) следует, что

$$u'_n = \alpha v, \quad (5)$$

то есть новые значения  $u'_n$  линейно связаны с текущими значениями скорости, что обеспечивает линейность скоростной шкалы. Можно показать, что закон модуляции (5) выполняется при изменении опорного напряжения ЦАПа  $u'_0$  по закону

$$u'_0 = u_0 / f(v/v_0).$$

В первом приближении с достаточной для практических целей точностью, функция  $f(v/v_0)$  может быть аппроксимирована прямой. Рассмотрен конкретный алгоритм минимизации интегральной нелинейности скоростной шкалы при наличии 8 точек в мессбауэровском спектре. Для эталонного образца ВНИИТРИ  $\alpha$ -Fe, количественная обработка спектров дала следующие значения: интегральная нелинейность  $\eta \leq 0,07\%$ ; среднеквадратичное отклонение  $\sigma \leq 0,05\%$ .

В п. 2.2 рассмотрена возможность реализации больших значений скорости и повышенной мощности системы движения в МВ спектрометре. Основой для его построения является включение блока цифрового измерения сигнала датчика скорости, размещенного на под-

вижной части механической системы движения. В этом случае допустимо использование произвольного периодического закона движения  $f(\omega t)$ , где  $f(\omega t)$  и ее производная — гладкие и монотонные в каждом полупериоде изменения функции. При автоматической линеаризации скоростной шкалы, осуществляемой блочком цифрового измерения скорости, в зависимости от вида  $f(\omega t)$ , теряется некоторая часть физической информации  $\epsilon$ . Показано, что

$$\epsilon = 1 - \frac{\omega}{2\pi \cdot |f''(\omega t)|_{\max}} \int_0^{2\pi/\omega} |f''(\omega t)| dt, \quad (6)$$

где  $\omega$  — круговая частота,  $|f''(\omega t)|_{\max}$  — максимум функции  $|f''(\omega t)|$ . Возможность применения практически произвольного закона  $f(\omega t)$  радикально меняет подход к выбору системы движения. Главным критерием становится ее простота. Можно использовать, например, устройство для преобразования вращательного движения в возвратно-поступательное. В соответствии с (6), в этом случае теряется  $\sim 1/3$  информации. Действующий макет ЯР-спектрометра с повышенной мощностью системы движения был апробирован на эталонных образцах ВВИИТРИ. При нагрузке на шток вибратора 0,5 кГ, интегральная нелинейность  $\eta \leq 0,15\%$ .

В режиме постоянных скоростей использование механической системы сочетается с цифровым измерением относительного смещения. Цифровой код временного интервала, за который происходит изменение смещения на фиксированную величину, задает номер регистрирующего канала. При такой организации регистрирующей системы каждый канал многоканального запоминающего устройства соответствует определенному значению скорости независимо от ее возможных отклонений от заданного закона за счет несовершенства механической конструкции и вибраций от трения.

В п. 2.3 рассмотрен алгоритм функционирования ЯР-спектрометра с цифровым измерением постоянной скорости. Измерительный блок представляет собой двухуровневую систему, одна из которых является системой автоматического регулирования для стабилизации скорости, а вторая оптимизирует величину скоростного разрешения. Эффективная стабилизация скорости возможна при условии, когда точность измерения ее текущих значений выше, чем точность ее отработки в отсутствие блока цифрового измерения скорости.

Измерение скорости производится путем сравнения точного треугольного сигнала с выходным напряжением датчика скорости. В результате на выходе компаратора формируется импульс, длительность которого пропорциональна текущему значению скорости. Цифровой код этой длительности сравнивается с опорным цифровым кодом, и в случае их неравенства, формируется соответствующий управляющий сигнал на задающий генератор. Основными источниками временной нестабильности работы системы является изменение режима работы компаратора в соответствии с (1), а также дрейф аддитивной и мультипликативной составляющих сигнала ЦАПа, с помощью которого вырабатывается треугольный сигнал. По аналогии с МВ спектрометром, развивается метод повышения временной стабильности параметров блока цифрового измерения скорости. Показано, что дисперсия скорости, возникающая за счет введения дополнительной системы регулирования, существенно меньше скоростного шума.

В п. 2.4 излагаются методы повышения разрешения и линейности скоростной шкалы ЯГР-спектрометра с цифровым измерением постоянной скорости. Для оптимизации скоростного разрешения в состав измерительного блока вводится дифференциальный дискриминатор с автоматическим выбором порогов срабатывания, близких к выходному напряжению датчика скорости. Когда сигнал скорости выходит за пределы обозначенной полосы, запрещается поступление импульсов со спектрометрического тракта и прерывается счет таймера, измеряющего время экспозиции в каналах. Автоматическая установка пороговых напряжений производится по тождественной процедуре сравнения, используемой для задания текущих значений скорости, с тем же самым треугольным сигналом, но с несколько отличными значениями опорного цифрового кода. Рассмотрены условия, при которых обеспечивается эффективная работа системы. Показано, что собственное разрешение может быть меньше скоростного шума.

Метод повышения линейности скоростной шкалы развивается на той же основе, что для МВ спектрометра. При амплитуде треугольного сигнала  $U_0$  и длительности  $T$  связь между задаваемым значением опорного цифрового кода и выходным напряжением датчика скорости  $U_N$  имеет вид

$$U_N = U_0 (1 - 2N_0/T\nu) \quad (7)$$

где  $\nu$  - частота заполнения измеряемых временных интервалов,

соответствующих длительности выходных импульсов компаратора.

Соотношение между скоростью  $v_N$  и напряжением  $U_N$

$$U_N = \tau f(v/v_0) v_N, \quad (8)$$

где  $f(v/v_0)$  - функция, характеризующая нелинейность преобразования значений скорости в напряжение. Из (8) следует, что при модуляции амплитуды треугольного сигнала по закону

$$U'_0 = U_0 / f(v/v_0) \quad (9)$$

новые значения  $U'_N$  линейно связаны с относительной скоростью. Для обеспечения условия (9) необходимо и достаточно модулировать опорное напряжение  $U'_{0n}$  ЦАП, вырабатывающего треугольный сигнал, по закону

$$U'_{0n} = U_{0n} / f(v/v_0).$$

В п. 2.5 рассмотрена возможность построения ЯГР-спектрометра без измерительной катушки в системе движения. Колебание источника производится по гармоническому закону, для организации обратной связи по скорости используется принцип электромеханической обратной связи с автокомпенсационной мостовой схемой. Это позволяет реализовать малогабаритные варианты системы движения с целью создания портативных специализированных приборов для промышленного применения, в которых не требуется прецизионная точность измерений. Рассмотрены методы автоматической линеаризации скоростной шкалы при гармоническом задании скорости в ходе самого измерения. Наиболее последовательный метод - измерение цифрового кода гармонической функции, изменяющейся синфазно со скоростью, и формирование импульсов временной развертки на равные изменения этого кода.

В действующем макете ЯГР-спектрометра с уменьшенными габаритами системы движения (вес вибратора 400 Г, размеры  $\phi$  50 мм x 120 мм) скоростное разрешение по нитропруссиду натрия - 0,30 мм/с, интегральная нелинейность  $\leq 1\%$ . Полученные параметры вполне достаточны для решения прикладных задач, например, неразрушающего контроля толщины покрытий методом ЯГР. Описана структурная схема толщиномера и некоторые результаты измерения толщины покрытий из нитрида титана на сталях.

В третьей главе представлены результаты работы по совершенствованию регистрирующего канала спектрометра, включающего в себя спектрометрический тракт и устройство накопления инфор-

мации, и развитию методов детектирования излучения, сопровождающих эффект резонансного взаимодействия.

В п. 3.1 описаны разработанные методы регистрации конверсионных электронов для мессбауэровской спектроскопии. Когда толщина образца сравнима с пробегом мессбауэровских гамма-квантов, для регистрации электронов может быть использован сцинтилляционный детектор с тонким пластмассовым сцинтиллятором. При этом образец помещается вплотную на поверхность сцинтиллятора. Показано, что при толщине последнего  $\leq 0,1$  мм, эффективность регистрации гамма- и рентгеновского излучений, составляющих фон измерения, близка к нулю. Для случая произвольной толщины образца предложен метод регистрации конверсионных электронов, основанный на измерении световых характеристик микрозарядов, вызываемых электронами в разреженном воздухе. Образец размещается параллельно входному окну ФЭУ на малом расстоянии от него. Электростатическое поле в зоне вылета электронов определяется разностью потенциалов фотокатода ФЭУ и образца. Облучение последнего производится касательным пучком гамма-квантов.

Показано, что определенный вклад в фоновую скорость счета в обоих методах регистрации электронов вносят радиационные шумы ФЭУ.

В п. 3.2 приводятся результаты изучения механизма радиационных шумов ФЭУ при облучении источником  $^{57}\text{Co}$  на основе метода разделения световых и несветовых процессов, дающих вклад в амплитудное распределение выходных импульсов ФЭУ. Исследования показали, что заметный вклад в фоновую скорость счета вносит черенковское излучение в стекле ФЭУ высокоэнергетических электронов, рождаемых гамма-квантами примесного изотопа  $^{60}\text{Co}$ . Поэтому для повышения производительности низкофоновых измерений (регистрации конверсионных электронов, резонансном детектировании), основанных на применении сцинтилляционных детекторов, к источнику  $^{57}\text{Co}$  должны предъявляться повышенные требования на изотопную чистоту.

В п. 3.3 описаны принципы построения систем стабилизации коэффициента передачи спектрометрического тракта ЯП-спектрометра. Предложена дифференциальная система стабилизации по пику мессбауэровского излучения с автоматическим выводом системы в рабочий режим.

В п. 3.4 рассмотрены некоторые принципы автоматизации гам-

ма-резонансных измерений. Проведен краткий анализ способов обмена данными между ЭВМ и экспериментальной установкой. Описана структурная схема автоматизированного МВ ЯГР-спектрометра на основе обмена данными через канал прямого доступа в память ЭВМ.

В четвертой главе представлены результаты, полученные при использовании разработанной аппаратуры для целей неразрушающего контроля структурного и фазового состояния поверхностей железо-содержащих сплавов при различных технологиях обработки.

В п. 4.1 описан автоматизированный комплекс мессбауэровской аппаратуры, включающий два МВ-спектрометра, на котором проводились исследования.

В п. 4.2 приводятся результаты контроля физико-химических изменений на поверхности чугуна (СЧ 21-40) при различных режимах шлифования. Цель этих исследований - выяснение возможностей гамма-резонансной спектроскопии как метода неразрушающего контроля режимов механической обработки, с учетом состава смазочных композиций и класса шероховатости. Представляет интерес связанная с этим возможность контроля процессов трения и износа, изучение их влияния на фазово-структурное состояние поверхности и т.п.

Исследуемые образцы обрабатывались на плоско-шлифовальном станке с кругом из карбида кремния в присутствии смазочно-охлаждающей жидкости. Один образец оставлен как контрольный, второй образец был подвергнут сухому шлифованию до 9 класса шероховатости. При шлифовании третьего образца применялась смазка ЕНЗ-4, четвертого - композиционная металлизированная смазка на основе ЕНЗ-4, в которую были введены порошки меди (15 вес. %) и никеля (3 вес. %) дисперсностью 71 мкм. Измерения ЯГР-спектров проводились с регистрацией конверсионных электронов (толщина зондируемого слоя  $\sim 10^3 \text{ \AA}$ ) и характеристического рентгеновского излучения железа 6,3 КэВ (толщина зондируемого слоя  $\sim 10 \text{ мкм}$ ). Полученные спектры показали, что основные изменения структуры происходят на глубине до  $10^3 \text{ \AA}$ . При сухом шлифовании образуется аустенит, при использовании ЕНЗ-4 и ЕНЗ-4 +  $\text{Cu} + \text{Ni}$  аустенит практически полностью превращается в ферромагнитные фазы системы  $\alpha\text{-Fe}$ . Обнаружено частичное внедрение частиц меди и никеля в решетку  $\alpha\text{-Fe}$ . Выявлено благоприятное воздействие частиц пластичных металлов на структуру обрабатываемой

поверхности, что проявляется в относительном увеличении фактора  $f$  при шлифовании в металлизированной смазке. Изменение содержания  $\gamma$ -Fe и  $\alpha$ -Fe в поверхностном слое, а также относительное изменение фактора  $f$ , оцениваемое по общей площади спектров, могут служить критериями для оценки качества обрабатываемой поверхности, так как их корреляции с физико-химическими свойствами контролируемых объектов хорошо известны.

В п. 4.3 исследуется связь параметров гамма-резонансных спектров с хорошо изученными свойствами полированных поверхностей. Для этой цели были выбраны образцы из стали 45 цилиндрической формы ( $\phi$  18 мм x 16 мм). Их торцевые поверхности шлифовались на плоско-шлифовальном станке с кругом из карбида кремния. Затем одна из поверхностей была подвергнута полировке, на последней стадии которой использовалась алмазная паста с величиной зерна абразива  $\sim 0,25$  мкм. Анализ гамма-резонансных спектров, измеренных при регистрации конверсионных электронов, выявил полное превращение аустенита в карбиды железа, а также ряд других, менее интенсивных фазовых превращений. Поскольку структуры  $\gamma$ -Fe и  $\alpha$ -Fe имеют разные плотности, магнитные и другие свойства, то  $\gamma \rightarrow \alpha$  и другие превращения приводят к значительному изменению свойств полированных поверхностей, отмеченному ранее многими авторами. В частности, повышенная твердость слоев Бейбли при полировании углеродистых сталей в определенной мере связана с превращением аустенита в карбиды.

В п. 4.4 приведены результаты неразрушающего контроля образцов стали Р6М5, имплантированными ионами  $W^{+}$  с энергией 100 кэВ. Измерение мессбауэровских спектров проводилось при регистрации конверсионных электронов и характеристического рентгеновского излучения. Полученные ЯГР-спектры в первом приближении представляют собой суперпозицию  $\alpha$ -фаз железа (феррита и мартенсита) и аустенита. При облучении поверхности стали по всей контролируемой глубине ( $\sim 10$  мкм) происходит перестройка структуры мартенсита. В слое  $\sim 10$  мкм концентрация аустенита практически не изменилась. В слое  $\sim 10^3$  Å концентрация  $\gamma$ -Fe почти в два раза возросла. Характер этих превращений позволяет заключить, что облучение поверхности металла ионами вызывает эффекты, в определенной степени аналогичные локальной термической обработке. Общая толщина слоя, на которой наблюдаются фазовые превращения,

по крайней мере на два порядка превышает пробег ионов в мишени.

В п. 4.5 анализируются результаты неразрушающего контроля фазового состава поверхностей штампов, изготовленных из высококачественных легированных сталей при различных режимах закалки. По ЯГР-спектрам проводилось измерение соотношений концентраций  $\gamma$ - и  $\alpha$ -фаз железа и мартенсита к чистому  $\alpha$ -железу. Глубина контролируемого слоя  $\sim 10^3$  Å. В предположении, что фактор Дебая-Валлера одинаков для всех состояний железа, отношение искомых концентраций равно отношению площадей под ЯГР-спектром соответствующих фаз. Оценка относительной погрешности измерения площади  $S$  при 256 каналах накопления проводилась по формуле

$$\delta_S^2 = \sqrt{\frac{1}{S} + \frac{\ell^2}{128} \frac{N_\varphi}{S^2}},$$

где  $\ell$  - число точек на линии,  $N_\varphi$  - число импульсов в канале вдали от резонанса. По результатам исследования серии образцов установлено, что отношение концентраций мартенсита и  $\alpha$ -железа приблизительно линейно растет с увеличением концентрации легирующих добавок и зависит от их типа. При температуре закалки выше некоторой критической, это отношение остается примерно постоянным. Результаты мессбауэровских исследований поверхностей штампов, наряду с данными электронной микроскопии, использовались для отработки технологии закалки штамповых сталей на одном из предприятий г. Тулы. Фактический экономический эффект от использования этих результатов составил 27,9 тыс. рублей.

В п. 4.6 представлены результаты измерения содержания остаточного аустенита ( $A_{\text{ост.}}$ ) в образцах быстрорежущей стали Р6М5, изготовленных в Институте прикладной физики (ИПФ) АН БССР. Работа проводилась с целью эталонирования образцов по  $A_{\text{ост.}}$ , которые в дальнейшем использовались для опробирования развитого в ИПФ АН БССР метода шумов Баркгаузена для экспрессного контроля количества  $A_{\text{ост.}}$  в инструменте. Измерения мессбауэровских спектров проводились в геометрии рассеяния с регистрацией 6,3 КэВ рентгеновского излучения железа. Содержание  $A_{\text{ост.}}$  определялось как отношение площади под ЯГР-спектром аустенита к общей площади под ЯГР-спектром. На этих же образцах проводилось измерение количества  $A_{\text{ост.}}$  с помощью рентгеновско-



го и магнитного ( по намагниченности насыщения) методов.

Рентгеновские измерения образцов проводились в Институте надежности и долговечности машин АН БССР на дифрактометре ДРОН-2,0 в монохроматизированном  $CoK\alpha$  излучении. Намагниченность насыщения в образцах определялась в ИПФ АН БССР на баллистической установке БУ-3 с помощью пермеаметра сильных полей.

При сравнении результатов измерения содержания  $A_{ост.}$  в образцах по трем методам наблюдается качественное согласие во всей области измеряемых значений  $A_{ост.}$  ( от 0 до 30 % ). В диапазоне изменения  $A_{ост.}$  от 8 % до 30 % имеется количественное соответствие между данными ЯГР и рентгенографией. В области малых содержаний  $A_{ост.}$  ( $\leq 5\%$ ) результаты измерений с помощью ЯГР-спектроскопии дали завышенные значения по сравнению с рентгеновским и магнитным методами. Одной из причин такого расхождения результатов, по-видимому, является то, что аустенит в стали Р6М5 может находиться в виде высокодисперсной фазы, которая не регистрируется рентгеновским методом. В этом случае ЯГР-спектроскопия и рентгенография могут выступать как методы, дополняющие друг друга.

В ЗАКЛЮЧЕНИИ излагаются основные результаты диссертационной работы:

1. Предложены, разработаны и реализованы принципы построения нового типа ЯГР-спектрометров с переменной скоростью - модуляционно-временного. Высокие точность измерений, защищенность от внешних дестабилизирующих факторов и сравнительная простота реализации открывают возможность для их широкого применения в прикладных исследованиях.

2. Надежная стабилизация параметров и минимизация интегральной нелинейности скоростной шкалы МВ спектрометра достигаются корректирующей системой в цепи цифрового измерения скорости.

3. Применение механических систем движения в МВ спектрометре позволяет повысить массу перемещаемого объекта и расширить диапазон задаваемых значений скорости без снижения высоких точностных характеристик скоростной шкалы.

4. Технической основой разработки портативного ЯГР-прибора

специализированного типа для неразрушающего контроля служит спектрометр с гармоническим заданием скорости и автоматической линеаризацией скоростной шкалы, допускающий малогабаритные варианты системы движения.

5. Новый алгоритм функционирования ЯГР-спектрометра в режиме постоянных скоростей, основанный на организации дополнительной обратной связи по скорости с цифровым измерением ее величины, обеспечивает стабилизацию задаваемых значений скорости и минимизацию интегральной нелинейности скоростной шкалы.

6. Разработаны, реализованы и исследованы методы регистрации конверсионных электронов для мессбауэровской спектроскопии, позволяющие осуществить экспрессный неразрушающий контроль тонких поверхностных слоев материалов.

7. Стабилизация коэффициента передачи спектрометрического тракта с автоматическим выводом на реперный пик повышает надежность эксплуатации ЯГР-спектрометра.

8. Исследованы процессы, ответственные за образование выходных импульсов ФЭУ в гамма-полях. Показано, что для  $^{57}\text{Co}$  основным источником радиационного шума является высокоэнергетическое излучение примесного изотопа  $^{60}\text{Co}$ .

9. Электронная мессбауэровская спектроскопия может служить методом неразрушающего контроля структуры тонких поверхностных слоев металлов ( $\sim 10^3 \text{ \AA}$ ), наиболее чувствительной к внешним воздействиям.

10. Разработанная аппаратура использована для неразрушающего контроля фазового состава поверхностных слоев изделий из штамповых сталей. Полученные результаты внедрены на одном из предприятий г. Тулы.

Публикации по теме диссертации

1. ЯГР-спектрометр для прикладных исследований / О.М. Аншаков, Э.И. Нестерович, А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков - В кн.: Неразрушающие физические методы и средства контроля: Тез. докл. IX Всес. конф., Секция I: - М.: ВНИИРТ (ротапринт), 1981, с. 208-209.
2. Аншаков О.М., Чудаков В.А., Холмецкий А.Л. Стабилизированный сцинтилляционный датчик гамма-гамма-плотности. - там же, с. 152 - 153.
3. Стабилизированный сцинтилляционный спектрометр рассеянного низкоэнергетического гамма-излучения / О.М. Аншаков, В.А. Чудаков, А.Л. Холмецкий, В.И. Гуринович. - ПТЭ, 1982, № 6, с. 31-34.
4. Изучение механизма образования выходных импульсов фотоэлектронных умножителей гамма-квантами различной энергии / О.М. Аншаков, Б.В. Налибоцкий, А.И. Перцев, А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков. - ПТЭ, 1983, № 5, с. 44-46.
5. Структурные изменения в сплаве железа, облученного ионами вольфрама / В.В. Понарядов, А.Л. Холмецкий, В.М. Анищик, В.А. Чудаков. - В кн.: XIII Всес. совещание по физике взаимодействия заряженных частиц с кристаллами: Тез. докл. - М.: Изд-во МГУ, 1983, с. 129.
6. Изменения в поверхностных слоях железа и стали, имплантированных ионами  $V^+$  и  $W^+$  / В.М. Анищик, М. Машлан, В.В. Понарядов, А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков. - В кн.: XIV Всес. совещание по физике взаимодействия заряженных частиц с кристаллами: Тез. докл. - М.: Изд-во МГУ, 1984, с. 141-142.
7. Мессбауэровская спектроскопия тонких пленок с регистрацией конверсионных электронов / О.М. Аншаков, В.Л. Гурачевский, А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков. - Вестник ЕГУ, сер. I физ., мат. и мех., 1984, № 2, с. 18-21.
8. Мессбауэровский толщиномер защитных покрытий / О.М. Аншаков, В.Л. Гурачевский, М. Машлан, А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков. - Вестник ЕГУ, сер. I физ., мат. и мех., 1985, № 1, с. 15-19.
9. Метод мессбауэровской спектроскопии с регистрацией конверсионных электронов / В.Л. Гурачевский, М. Машлан, О.В. Мисе-

вич, А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков. - ДАН СССР, 1985, XXIX, № 4, с. 329-332.

10. Применение эффекта Мессбауэра для изучения поверхности металлов после механической обработки / В.Л. Гурачевский, М. Машлан, О.В. Мисевич, А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков. - В кн.: Достижения в области металловедения и термической обработки: Тез. докл. докл. IX Уральской школы металловедов-термистов. - Свердловск, 1985, с. 55.

11.  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращение в поверхностном слое стали после полирования / В.Л. Гурачевский, М. Машлан, А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, Г.П. Шпеньков. - В кн.: III Всес. семинар по физике и технологии упрочнения поверхностей: Тез. докл. - Л.: 1985, с. 38.

12. Метод регистрации конверсионных электронов для мессбауэровской спектроскопии / В.Л. Гурачевский, М. Машлан, О.В. Мисевич, А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков. - В кн.: I Всес. совещание по ядерно-спектроскопическим исследованиям сверхтонких взаимодействий: Тез. докл. - М.: Изд-во МГУ, 1985, с. 106.

13. Гамма-резонансный комплекс на линии с микро-ЭВМ / Е.В. Гильдюкевич, В.Л. Гурачевский, Е.М. Литвинович, М. Машлан, О.В. Мисевич, А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков. - М.: Деп. ВИНТИ № 4112-85, 32 с.

14. Экспресс-обработка данных ЯГР-экспериментов в спектрометре на линии с микро-ЭВМ / Е.В. Гильдюкевич, В.Л. Гурачевский, М. Машлан, О.В. Мисевич, А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков. - Вестник БГУ, сер. I физ., мат. и мех., 1985, № 3, с. 70-72.

15. А.с. № 860600 (СССР). Способ стабилизации энергетической шкалы спектрометра и устройство для его осуществления / А.Л. Холмецкий, О.М. Аншаков, В.А. Чудаков, В.И. Гуринович.

16. А.с. № 988074 (СССР). Мессбауэровский спектрометр / А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, О.М. Аншаков, Н.С. Шуба, В.И. Гуринович.

17. А.с. № 989960 (СССР). Система стабилизации спектрометра ионизирующих излучений / А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, О.М. Аншаков, В.И. Гуринович.

18. А.с. № 1028169 (СССР). Ядерный гамма-резонансный спектрометр / А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, О.М. Аншаков, В.И. Гуринович.

19. А.с. № 1044179 (СССР). Мессбауэровский спектрометр с

постоянной скоростью / А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, О.М. Аншаков, В.Л. Гурачевский.

20. А.с. № IC75830 (СССР). Ядерный гамма-резонансный спектрометр / А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, В.Л. Гурачевский, О.М. Аншаков.

21. А.с. № IO82I40 (СССР). Спектрометр ядерного гамма-резонанса с постоянной скоростью / А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, В.Л. Гурачевский, О.М. Аншаков.

22. А.с. № IO9I725 (СССР). Дифференциальная система стабилизации энергетической шкалы спектрометра / В.А. Чудаков, А.Л. Холмецкий, О.М. Аншаков, В.И. Гуринович.

23. А.с. № IO93IO4 (СССР). Мессбауэровский спектрометр с постоянной скоростью / А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, О.М. Аншаков, В.Л. Гурачевский, В.И. Гуринович.

24. А.с. № IO93IO5 (СССР). Мессбауэровский спектрометр / А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, В.Л. Гурачевский, О.М. Аншаков.

25. А.с. № IO9579I (СССР). Мессбауэровский спектрометр / О.М. Аншаков, В.А. Чудаков, В.И. Гуринович, А.Л. Холмецкий.

26. А.с. № II02360 (СССР). Система стабилизации энергетической шкалы детектора мессбауэровского спектрометра / О.М. Аншаков, А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, В.Л. Гурачевский, В.И. Гуринович.

27. А.с. № III5562 (СССР). Ядерный гамма-резонансный спектрометр с постоянной скоростью / А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, В.Л. Гурачевский, О.М. Аншаков.

28. А.с. № II40587 (СССР). Ядерный гамма-резонансный спектрометр / А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, В.Л. Гурачевский, О.М. Аншаков.

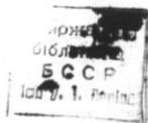
29. А.с. № II49764 (СССР). Мессбауэровский спектрометр / О.В. Мисевич, А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, В.Л. Гурачевский, М. Машлан.

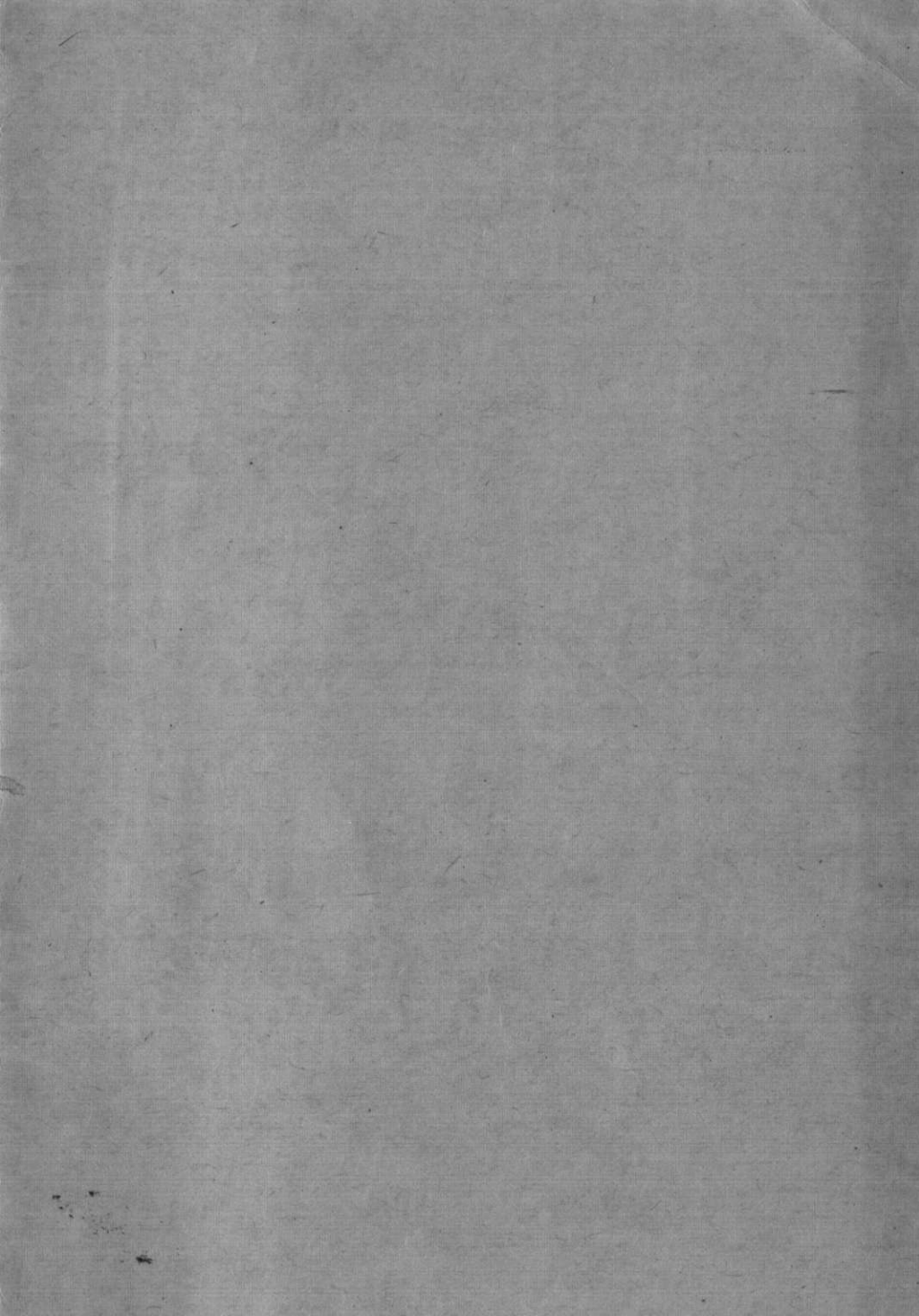
30. Положительное решение от 28.12.84 г. по заявке № 3677518/24. Мессбауэровский спектрометр / А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, В.Л. Гурачевский, О.В. Мисевич.

31. Положительное решение от 26.02.85 г. по заявке № 3780845/24. Мессбауэровский спектрометр / А.Л. Холмецкий, В.А. Чудаков, В.Л. Гурачевский, О.В. Мисевич.

---

Подп.и печ.22.05.86г. Формат 60x84 I/I6. Усл.печ.л.1,16.  
Тираж 100экз. Бесплатно. Заказ 094/156. ППП БелНИИТИ.  
220004, Минск, пр.Машерова,23.





Бесплатно.

ПОЛ. АДВО.  
1994



0000004035457

2