

УДК 538.911

ИЗГОТОВЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНЫХ МАЛОПЛОТНЫХ КОНВЕРТЕРОВ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В РЕНТГЕНОВСКОЕ И НОВЫЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ ПЛОТНОСТИ СЛОЁВ ИЗ НАНОЧАСТИЦ ТЯЖЁЛЫХ МЕТАЛЛОВ

И.В. Акимова, Н.Г. Борисенко, А.И. Громов, Ю.А. Меркульев, А.С. Орехов

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Физический институт им. П.Н. Лебедева Российской академии наук, Москва, Россия

Предложен метод измерения плотности слоёв из наночастиц тяжёлых элементов с использованием компьютерного рентгеновского микротомографа, заключающийся в том, что параллельно с нанесением слоя на подложку слой из наночастиц осаждается на стоящий рядом тонкий графитовый стержень — «свидетель». Средний диаметр частиц около 100 нм. При одинаковых режимах работы томографа на эталонных слоях металла измеряется коэффициент пропускания для данного металла. Из полученных коэффициентов пропускания рентгеновских изображений «шапочки» на графитовом стержне определяется эффективная толщина $t_{\text{эфф}}$, которая делится на реальную толщину t_x и умножается на плотность металла ρ . Эта процедура позволяет определить плотность слоя $\rho_f = \rho t_{\text{эфф}} / t_x$. Наши рентгеновские измерения позволили впервые установить, что плотность слоя наночастиц висмута толщиной около 100 мкм уменьшается по высоте (снизу) от 130 до 80 мг/см³. На конференции в Германии нашими студентами была представлена компьютерная программа для обработки рентгеновских изображений «свидетелей» и расчёта плотности слоёв малоплотных металлов. Мишени из малоплотного висмута были использованы в экспериментах на Nd-лазере в Центре атомных исследований в Бомбее, Индия.

Ключевые слова: непрямые мишени, конвертер, малоплотный металл.

FABRICATION OF EFFECTIVE LOW-DENSITY CONVERTER OF INTENSIVE LASER RADIATION TO X-RAY AND NOVEL MEASUREMENT METHOD OF LAYER DENSITY FROM HEAVY METAL NANOPARTICLES.

I.V. Akimova, N.G. Borisenko, A.I. Gromov, Yu.A. Merkuliev, A.S. Orekhov

P.N. Lebedev Physical Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia

A method of measuring high-Z metal nanoparticles layer density using x-ray computer micro tomography scanner is proposed. This method is based on using a thick carbon pivot (“witness”) near the targets during the layer evaporation. The average particle size is about 100 nanometers. The transmittance for the reference metal layers is measured in the same modes of the scanner. Then this transmittance of the top of the pivot is used to calculate the efficient thickness t_{eff} , which is divided by real thickness t_x and is multiplied by density of metal ρ . These steps make available the density of the layer: $\rho_f = \rho t_{\text{eff}} / t_x$. Our research made possible to find out that the density profile in the nanoparticle layer is increasing in the top-down direction. If the thickness of the layer is 100 mkm, the density is 130 on the bottom and 80 mg/cc on the top. Our students presented a computer software for “witness” image processing and layer density calculation on conference in Germany. The targets made of low density bismuth were used during the experiments with Nd-laser in the Bhabha Atomic Research Center in Mumbai, India.

Key word: indirect targets, converter, low-density metal.

ВВЕДЕНИЕ

Энергетическая эффективность рентгеновских (непрямых) лазерных термоядерных мишеней и нейтронный выход существенно зависят от средней энергии спектра (температуры) и интенсивности рентгеновского излучения в «коужухе»-конвертере лазерного излучения в рентгеновское излучение [1—3]. В качестве конвертера обычно используется золото. Недавно в работах [4, 5] теоретически было предсказано повышение температуры рентгеновского излучения в конвертере при замене сплошного золота на пену из золота. Экспериментальная проверка [6] подтвердила теоретические предсказания. Плазма от золотой пены разлетается несколько медленнее, чем плазма (корона) от сплошного металла, что является дополнительным преимуществом применения пены, так как позволяет уменьшить объём «коужуха», увеличив интенсивность излучения на рабочей капсуле-мишени с DT-смесью. Как показано в [4], повышение температуры и интенсивности рентгеновского излучения существенно зависит от того, какой плотности будет малоплотное золото, причём оптимальная плотность подбирается для определённой длительности лазерного импульса и для плотности потока лазерного излучения на поверхности конвертера.

Мы запланировали экспериментально сравнить проверку эффективности конверсии лазерного излучения на сплошном и малоплотном тяжёлом металле. Ранее [7, 8] мы производили слои малоплотного металла на плоских и сферических лазерных мишенях из наночастиц меди с плотностью от 30 до 100 мг/см³ методом

осаждения наночастиц («снега») в разреженном инертном газе. Загрузка нашей технологической установки составляет от 3 до 10 г, что для отработки технологии работы с золотом представлялось нам слишком затратной работой. Поэтому мы выбрали висмут, как близкий к золоту элемент, и отработали методику изготовления мишней и способ измерения плотности слоёв висмута. Ранее для измерения плотности производилось измерение веса слоя и его площади и толщины с помощью микроскопа. Но для мишней малой площади этот способ даёт погрешность до 30%. Мы применили рентгеновскую томографию измерения плотности слоя мишени и плотности слоя на стоящем рядом с мишенью графитовом стержне — «свидетеле».

Мы выполнили сравнительные эксперименты с мишнями, имеющими слои из сплошного и малоплотного висмута, на Nd-лазере Атомного исследовательского центра им. Баба в Индии и убедились, что коэффициент конверсии на малоплотном висмуте выше на 10%. [9]. Только отработав технологические приёмы и методы измерения плотности, мы перешли к изготовлению мишней из малоплотного золота и поставке таких мишней в эксперимент.

В данной работе кратко описаны методика изготовления малоплотных слоёв из наночастиц тяжёлого металла и процедура аттестации их характеристик (измерения толщины, плотности и пр.). Основной задачей была разработка метода измерения толщины осаждённого слоя и распределения плотности малоплотного металла по его толщине.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СЛОЁВ ИЗ НАНОЧАСТИЦ МЕТАЛЛОВ

Изготовление наночастиц металлов и формирование слоёв малоплотных веществ из этих наночастиц проводятся в специальной (высокой) технологической установке (рис. 1) по широко применяемой в мире методике из тумана в разреженном инертном газе (чистом азоте, аргоне или гелии) [7, 10]. Нагреватель позволяет получить густой атомарный поток металла, который в холодном разреженном (1—5 мм рт. ст.) газе в камере высотой 1,5 м постепенно превращается в твёрдые наночастицы металла (металлический «снег»). Экспериментально показано, что диаметр наночастиц металла и плотность получаемого слоя зависят от давления газа в камере и его состава. В атмосфере гелия частицы получаются мельче и плотность слоя ниже. Оптимальным давлением для получения плотности слоя наночастиц менее одной сотой от плотности сплошного металла для любого газа считается давление 1—5 мм рт. ст. (150—700 Па). Горячий поток металла испускается в течение нескольких минут (от 3 до 20 мин), а осаждение металлического «снега» происходит в течение 16—48 ч. До сих пор остаётся неясным, каким образом происходит постепенное осаждение такого снега, в основном, в виде отдельных наночастиц или их хлопьев (клубков или нитей-усов). Срез слоя наночастиц висмута показан на рис. 2.

Нанопорошки из многих металлов при окислении на воздухе загораются или даже взрываются (например, алюминий или железо). Чтобы не повредить покрытие на мишнях, камера медленно (1 ч) заполняется азотом, а затем воздухом. В зависимости от технологических режимов испарения металла (температуры испарителя, состава газа и его давления) и условий осаждения наночастиц получаются слои плотностью от 0,1 до 0,001 плотности сплошного металла [7—8]. В некото-

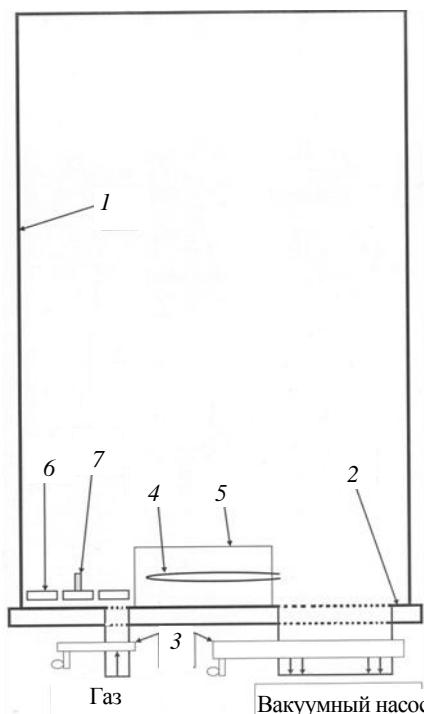


Рис. 1. Схема установки для изготовления нанопорошков: 1 — колпак вакуумного объёма; 2 — плита установки; 3 — вентили вакуумного насоса и подачи газа; 4 — нагреваемый сосуд с металлом; 5 — тепловой экран; 6 — мишени на столике для образцов; 7 — «свидетель»

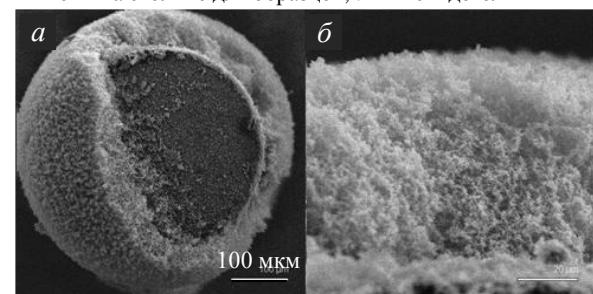


Рис. 2. Срез слоя наночастиц висмута, нанесённого на графитовый стержень диаметром 400 мкм, шкала 100 мкм (а) и разрез слоя при большем увеличении, масштаб — 20 мкм (б)

рых работах утверждается, что слои по структуре представляют собой фракталы [11], т.е. их структура подобна при изменении масштаба наблюдения (например, от 10—20 к 200—400 мкм) [12].

В качестве иллюстрации на рис. 3 приведены картинки слоёв металла из наночастиц, полученные на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ).

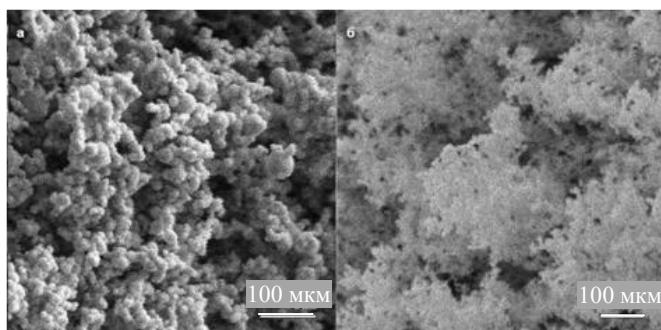


Рис. 3. Слои из наночастиц меди (а) и висмута (б) с плотностью 0,1 г/см³, шкала 2 мкм

нам при выборе алгоритма расчёта плотности слоёв. Во-первых, размеры частиц металла могут варьироваться от 10 до 1000 нм. Во-вторых, структура слоя имеет вид случайно сложенных цепочек наночастиц («клубка ниток»). В-третьих, в структуре слоя встречаются пустоты размером от 1 до 10 мкм, масштаб которых тем больше, чем меньше плотность.

Можно сделать оценки скорости V осаждения наночастиц металла в камере с разреженной атмосферой, используя классическую формулу Стокса для силы сопротивления движения сферы в вязкой среде с вязкостью η и приняв, что сила сопротивления равна силе веса сферы радиусом r и плотностью ρ (g — ускорение свободного падения):

$$V = 9\rho gr^2/2\eta.$$

Скорость падения наночастицы висмута с твёрдотельной плотностью диаметром 100 нм в атмосфере аргона с давлением 500 Па приблизительно равна 20 см/ч. Если нам надо собрать все частицы металлического «смога» вплоть до частиц диаметром 10 нм, то мы должны ждать их осаждения более месяца.

Попытаемся объяснить взаимное влияние наночастиц при осаждении. Объём камеры осаждения около 0,05 м³ = 0,5·10⁵ см³, в камеру испаряется 5 г металла. Если считать, что образуются частицы диаметром 100 нм, т.е. весом около 5·10⁻¹⁵ г, то в 1 см³ будет до 1,6·10¹⁰ частиц. Среднее расстояние между ними около 17 мкм. При таком расстоянии падение одинаковых сфер не приводит к появлению существенных аэродинамических сил притяжения. Однако из-за широкого распределения наночастиц по размерам (для частиц меди определялось нами [7—8] как логнормальное распределение) можно ожидать, что более тяжёлые частицы, падая с большей скоростью, могут привлекать к себе более легкие, образуя цепочки или клубки цепочек. Представленные на рис. 3 изображения с СЭМ показывают, что в осаждённом слое образуются полости размером 1—4 мкм, характерные для формирования слоя из клубков. Также отчётливо

видны цепочки из наночастиц. Возможна комбинация процессов: осаждение хлопьев и последующее осаждение мелких частиц. При этом, как известно из литературы [12], поверхность не становится более гладкой, а возможно появление крупного рельефа — «пиков» на поверхности, вероятно, из-за того, что падающие наночастицы и поверхностный слой имеют разный электрический заряд.



Рис. 4. Схема плоской мишени в лазерном эксперименте

Надо заметить, что контроль на СЭМ является разрушающим, образец не может быть возвращён в лазерный эксперимент, так как для того чтобы снять заряд электронов от пучка электронов СЭМ (слой из наночастиц металла — плохой проводник), на поверхность слоя наносится слой золота толщиной 40—100 нм. При этом цепочки наночастиц слипаются и на вид становятся толстыми.

Изучение снимков слоёв наночастиц металлов со сканирующего электронного микроскопа позволяет сделать выводы, которые понадобятся

$$V = 9\rho gr^2/2\eta.$$

Скорость падения наночастицы висмута с твёрдотельной плотностью диаметром 100 нм в атмосфере аргона с давлением 500 Па приблизительно равна 20 см/ч. Если нам надо собрать все частицы металлического «смога» вплоть до частиц диаметром 10 нм, то мы должны ждать их осаждения более месяца.

Попытаемся объяснить взаимное влияние наночастиц при осаждении. Объём камеры осаждения около 0,05 м³ = 0,5·10⁵ см³, в камеру испаряется 5 г металла. Если считать, что образуются частицы диаметром 100 нм, т.е. весом около 5·10⁻¹⁵ г, то в 1 см³ будет до 1,6·10¹⁰ частиц. Среднее расстояние между ними около 17 мкм. При таком расстоянии падение одинаковых сфер не приводит к появлению существенных аэродинамических сил притяжения. Однако из-за широкого распределения наночастиц по размерам (для частиц меди определялось нами [7—8] как логнормальное распределение) можно ожидать, что более тяжёлые частицы, падая с большей скоростью, могут привлекать к себе более легкие, образуя цепочки или

клубки цепочек. Представленные на рис. 3 изображения с СЭМ показывают, что в осаждённом слое образуются полости размером 1—4 мкм, характерные для формирования слоя из клубков. Также отчётливо

видны цепочки из наночастиц. Возможна комбинация процессов: осаждение хлопьев и последующее осаждение мелких частиц. При этом, как известно из литературы [12], поверхность не становится более гладкой, а возможно появление крупного рельефа — «пиков» на поверхности, вероятно, из-за того, что падающие наночастицы и поверхностный слой имеют разный электрический заряд.

ОПИСАНИЕ ЛАЗЕРНОЙ МИШЕНИ И ЕЁ ХАРАКТЕРИСТИК

Для экспериментов на одноканальных лазерных установках обычно используются плоские лазерные мишени. Схема эксперимента показана на рис. 4.

Основное рабочее вещество — слой из наночастиц висмута наносился на плёнку из нитрата целлюлозы толщиной 0,2—0,3 мкм, слой золота — на фольгу из сусального золота толщиной 0,14 мкм. В прозрачных полимерных плёнках происходит интерференция света при отражении от двух поверхностей плёнки, и по цвету можно оценить толщину. Для более точных измерений толщины и шероховатости плёнки применялся оптический профилометр. Эта плёнка крепилась к медной шайбе диаметром 8 мм с отверстием диаметром 2,5 мм. В шайбе имеется прорезь 2—3 мм для наблюдения сбоку динамики плаズмы и переноса энергии по рентгеновскому излучению.

Обычно в качестве характеристик мишени требуется указать [13] элементный состав вещества, его плотность, толщину слоя, а также погонную массу — произведение плотности на толщину, шероховатость поверхности на лицевой и тыльной стороне. Толщина рабочего слоя измеряется на оптическом микроскопе, шероховатость — на микроскопе и профилометре. Надо заметить, что плотность слоя мишени можно было бы измерить с точностью 10% при взвешивании мишени, но вес рабочего слоя обычно составляет от 0,1 до 3 мг. Мы не имели возможность использовать весы с точностью 0,01 мг. При аттестации (характеризации) мишеней со слоем из наночастиц применявшимся нами металлов возникли определённые трудности. Порошок металла с диаметром «снежинок» 50—200 нм выглядит совершенно чёрным, т.е. не отражает свет. Применение оптического профилометра затруднительно, а измерение толщины слоя на оптическом микроскопе не даёт удовлетворительной точности из-за того, что слой на краях мишени более толстый. Поэтому было решено использовать метод и приборы рентгеновской микroradiографии.

ОБЩЕЕ ОПИСАНИЕ МЕТОДА РЕНТГЕНОВСКОЙ МИКРОРАДИОГРАФИИ СЛОЁВ МИШЕНЕЙ ИЗ НАНОЧАСТИЦ МЕТАЛЛА

Схема рентгеновского контроля погонной массы слоя мишени из наночастиц висмута и золота показана на рис. 5. Источник параллельного рентгеновского излучения (трубка с ускоряющим напряжением 3—10 кВ, диаметр излучателя 2—3 мкм, или 20—40 кВ с металлическим анодом, диаметр пятна 5—7 мкм) имеет спектр, близкий к тормозному спектру, нижняя энергия которого обрезана из-за поглощения и рассеяния в окне из бериллия толщиной 0,5—1,0 мм. Расстояние от трубы до образца 180 мм, от образца до детектора 25 мм. Спектр из трубы с энергией 20—40 кВ содержит также монохроматические линии металла анода, доля которых в спектре не определена. Кроме того, нами не определена чувствительность детектора (люминофора Phosphor 43) к квантам разной энергии. Поэтому необходимо было проводить сравнительные измерения пропускания рентгеновского излучения слоёв малоплотного металла: для висмута — эталонные образцы сплошного металлического висмута толщиной 0,25, 0,5, 1, 2 и 3 мкм, для золота — толщиной 0,14, 0,28 и 0,42 мкм.

Обычный вид ослабления интенсивности рентгеновского излучения I после прохождения слоя вещества толщиной t записывается в виде

$$I = I_0 \exp(-\mu t), \quad (1)$$

где I_0 — исходная интенсивность; μ — коэффициент линейного поглощения, см^{-1} . Измерения коэффициента ослабления в металлических слоях и слоях малоплотного металла проводились в одинаковых условиях (напряжение на аноде трубы 40 кВ и одинаковая регистрирующая система), чтобы исключить поправки влияния спектра на измеряемые величины.

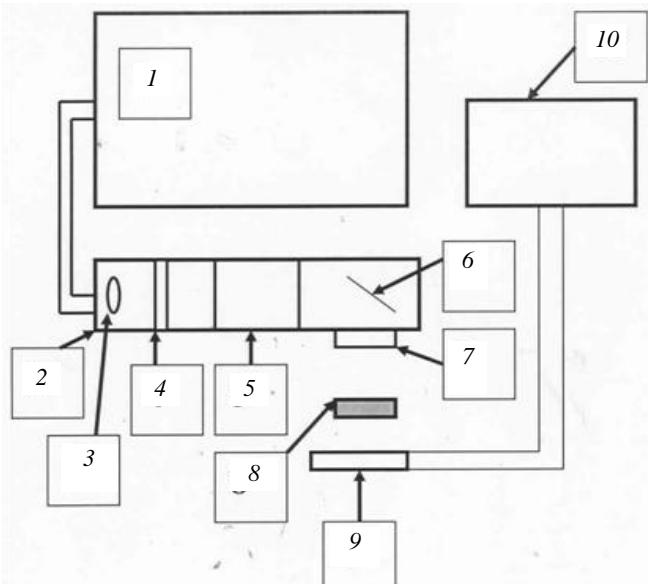


Рис. 5. Схема рентгеновского контроля: 1 — блок питания рентгеновской трубы; 2 — трубка; 3 — источник электронов; 4 — электрод высокого напряжения; 5 — фокусирующий магнит; 6 — медный анод; 7 — бериллиевое окно; 8 — образец; 9 — детектор — люминофор и CCD-камера; 10 — ЭВМ

При обработке строки данных для висмута от детектора I и усреднении для 3 пикселей по ширине прописи (1 пиксель панели детектора имеет размер 21,2 мкм) во взаимно перпендикулярных направлениях получены значения I_w — интенсивности на детекторе в поле без образца, I_d — интенсивности

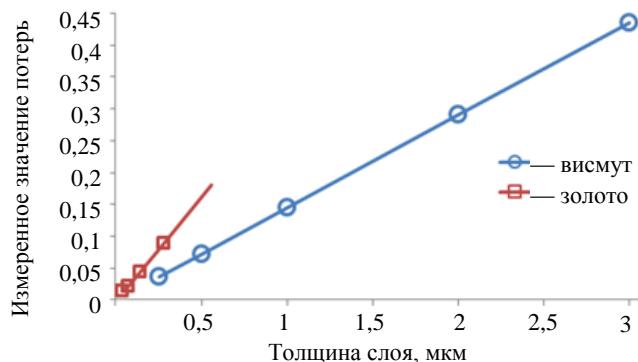


Рис. 6. Измеренное значение натурального логарифма интенсивности рентгеновского излучения при прохождении металла определённой толщины

ПРИМЕНЕНИЕ «СВИДЕТЕЛЕЙ» ДЛЯ КОНТРОЛЯ ТОЛЩИНЫ И ПЛОТНОСТИ СЛОЯ НАНОЧАСТИЦ МЕТАЛЛА НА КОМПЬЮТЕРНОМ РЕНТГЕНОВСКОМ МИКРОТОМОГРАФЕ

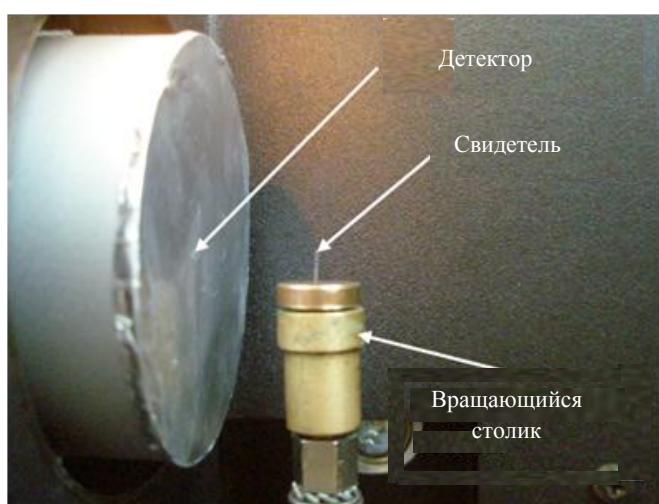


Рис. 7. Фотография свидетеля на столике томографа

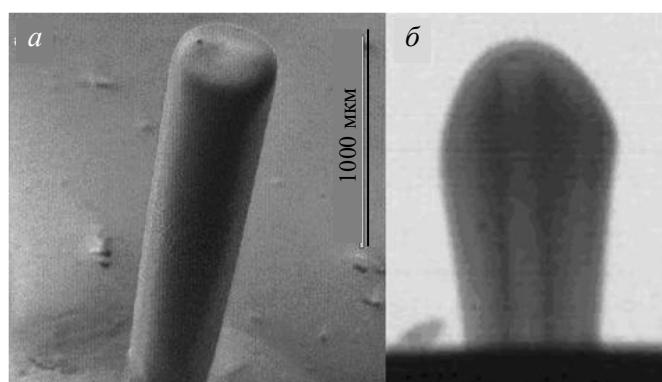


Рис. 8. Снимки «свидетелей»: *а* — на СЭМ с нанесением малоплотного висмута; *б* — на рентгеновском томографе с толстым слоем золота («свидетель» диаметром 300 мкм различим как светлая полоса)

на полностью закрытом детекторе (фон) и интенсивности рентгеновского излучения на детекторе после прохождения слоёв висмута или золота толщиной t (t_1 , t_2 , t_3) — I_1 , I_2 , I_3 , которые дают возможность определить

$$\mu = \{\ln [(I_w - I_d)/(I_x - I_d)]\}/t_x, \quad (2)$$

где I_x — интенсивность для определённой толщины t_x . Наклон прямой зависимости логарифма $[(I_w - I_d)/(I_x - I_d)]$ от t_x , представленный на рис. 6, даёт значения μ . Полученный коэффициент линейного поглощения сплошного висмута 1445 ± 6 1/см, или в единицах погонной массы $\mu_a = 162 \pm 1$ см²/г, а для золота $\mu = 31\ 350 \pm 20$ и $\mu_a = 164 \pm 1$ см²/г.

Для измерения толщины и плотности слоя малоплотного металла было предложено расположить рядом с мишениями в технологической установке «свидетели» — вертикально стоящие на латунных шайбах стержни из материала, слабо поглощающего рентгеновское излучение. В качестве таких стержней были выбраны графитовые стержни цанговых карандашей, верхняя площадка которых тщательно полировалась для получения строго горизонтальной поверхности (рис. 7).

Таким образом получались рабочие мишени и образцы, на которых уже можно было оценить толщину и плотность слоя по картинкам, сделанным при облучении рентгеновским излучением сбоку.

На рис. 7 показан образец на столике томографа, который дискретно поворачивается так, чтобы позволить получить 200 или 400 вертикальных сечений рентгеновского изображения образца. Пример такого СЭМ и рентгеновских снимков показан на рис. 8. Программа прибора позволяет вывести рентгеновское изображение и показать три перпендикулярных сечения.

Прибор — компьютерный рентгеновский микротомограф Skyscan 1074 позволяет получить объёмное изображение «свидетеля», что давало возможность проанализировать однородность выпадения «снега» из наночастиц металла, т.е. оценить однородность потоков частиц в технологической установке.

Программное обеспечение прибора не позволяет получить какие-либо дополнительные сведения об образце, кроме его объёмного изображения с местом размещения дефектов или полостей в его структуре на экране монитора компьютера. Для определения линейных размеров, т.е. геометрических характеристик исследуемого образца надо обрабатывать вручную выдаваемые прибором таблицы данных интенсивностей в каждом пикселе камеры (в Excel).

В каждом кадре проверялась однородность засветки поля по зонам без образца. Это осуществляется сравнением средних значений на площадках 10×10 пикселей на участках, близких к границе кадра. Если обнаруживался градиент яркости (обычно не более 1—2%), то вводилась поправка при расчёте толщины и плотности слоя.

При рассмотрении какого-либо сечения «свидетеля» с нанесённым слоем из наночастиц висмута и его прописей (рис. 9 и 10) и его сравнении с рентгеновским изображением сплошного цилиндра или трубки из какого-то материала мы замечаем, что у образцов из сплошного материала переход к полю без образца более крутой. Это наводит на мысль, что плотность слоя висмута уменьшается по направлению к внешнему краю.

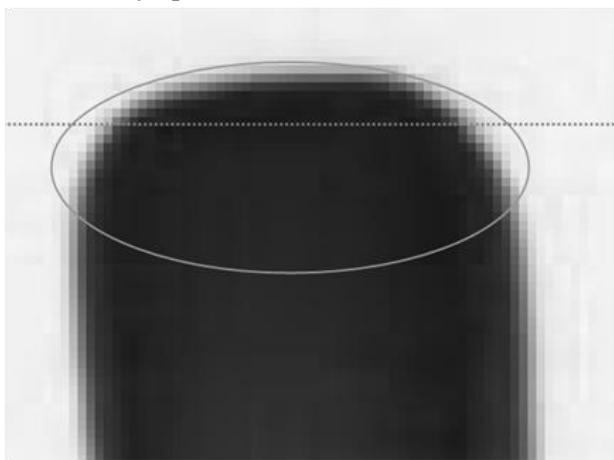


Рис. 9. Рентгеновский снимок «свидетеля» диаметром 0,7 мм со слоем малоплотного висмута толщиной около 130 мкм. Эллипс описывает внешнюю поверхность «шапочки». Горизонтальная линия показывает нижнюю поверхность висмута, над поверхностью графита

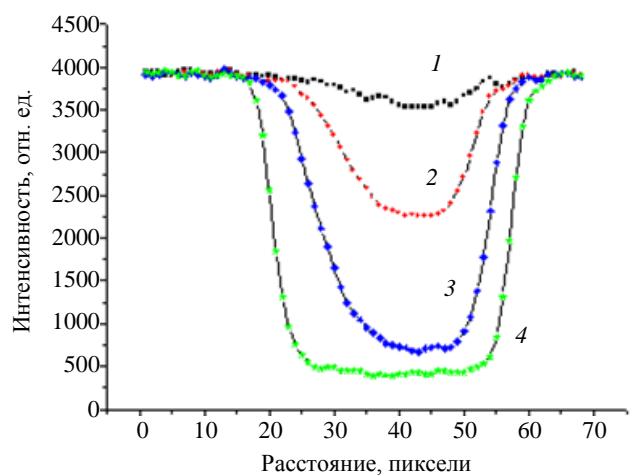


Рис. 10. Зависимость интенсивности рентгеновского излучения вдоль горизонтальных линий сверху вниз в верхней части слоя висмута на «свидетеле», приведённом на рис. 9: 1 — верхний слой пикселей; 2 — третий слой; 3 — шестой слой; 4 — восьмой слой, пересекающий графитовый стержень

РАСЧЁТ ПЛОТНОСТИ СЛОЯ ИЗ НАНОЧАСТИЦ НА ГРАФИТОВОМ СТЕРЖНЕ ПО ЛИНЕЙНЫМ (ГОРИЗОНТАЛЬНЫМ ИЛИ ВЕРТИКАЛЬНЫМ) СЕЧЕНИЯМ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ

Основная трудность измерения плотности тонких малоплотных слоёв на рентгеновском микротомографе заключалась в том, что толщина слоя, создаваемого нами на лазерных мишенях (40—120 мкм), лишь в несколько раз больше пространственного разрешения томографа, которое определяется размером пикселя CCD -камеры $21,2 \times 21,2$ мкм.

На рис. 9 показано сильно увеличенное рентгеновское изображение «свидетеля» с относительно толстым (~130 мкм) покрытием из малоплотного висмута. Хорошо видны на границе изображения отдельные пиксели. На изображении расположен контур эллипса серого цвета, верхняя часть которого описывает контур внешнего слоя покрытия («шапочки на свидетеле»). Видно, что большая ось эллипса располагается заметно ниже нижней границы покрытия на графитовом стержне (шестой ряд пикселей сверху). Горизонтальная штриховая линия показывает сечение нанесённого покрытия на границе с верхним торцом графитового стержня. Если мы допускаем изменение плотности по толщине слоя, то должны решать обратную задачу, в которой в горизонтальном сечении присутствуют пиксели от внешнего слоя и других следующих за ним. В первом приближении мы допустили, что форма покрытия имеет вид эллипсоида вращения и состоит из определённого числа слоёв (пикселей) от поверхности графитового стержня к верхней границе. Горизонтальное сечение состоит из участков с разной плотностью, которые

приписываются определённым слоям в эллипсоиде. Зависимость плотности от номера слоя (или высоты слоя) предполагается параболической (близкой к линейной, с малым квадратичным членом). Такие условия позволяют путём нескольких итераций с применением метода наименьших квадратов находить зависимость плотности малоплотного слоя от его высоты, которая уже не меняется от одного расчёта к другому.

Форма «шапки» говорит о том, что слой порошка рос не только сверху, но и сбоку графитового стержня. Поэтому верхний слой на графите имеет диаметр почти на 15% больше диаметра графитового стержня, а диаметр большой оси эллипса почти на 25% больше диаметра графитового стержня 0,4 мм. Интенсивность рентгеновского излучения, прошедшего сквозь внешние слои, сильно увеличивается при движении по радиусу от центральной осевой линии образца. Это означает, что внешний слой менее плотный или волнистый (тогда за счёт большого размера пикселя в поле зрения попадают провалы в слое).

Зависимость интенсивности рентгеновского излучения, прошедшего сквозь верхнюю часть толстого слоя на «свидетеле» по горизонтальным линиям, показана на рис. 10. Заметно ослаблено изменение рентгеновского излучения в верхних слоях, а также при проходе излучения через боковые слои висмута ниже верхней границы сквозь графитовый стержень (нижняя кривая).

Используя формулу (2), мы находим толщину слоя металла $t_{\text{эф}}$, эквивалентную по поглощению рентгеновского излучения поглощению в малоплотном слое, а затем определяем плотность малоплотного металла

$$\rho_f = \rho t_{\text{эф}} / t_x, \quad (3)$$

где ρ — плотность металла; t_x — толщина малоплотного слоя.

Из выражений (2) и (3) можно вывести формулу для расчёта эффективной плотности малоплотного висмута для данного i -го слоя

$$\rho_i = (\rho / \mu t_i) \ln [(I_w - I_d) / (I_f - I_d)], \quad (4)$$

где t_i — диаметр i -го слоя; I_w , I_d и I_f — интенсивность без образца, с толстым образцом (фон) и интенсивность в слое по диаметру (минимальная в слое). При симметричном виде «шляпки»

$$I_f = (\sum_n I_n) / m_i, \quad (5)$$

где I_n — интенсивность в n -пикселе i -го слоя; m_i — число пикселей в диаметре i -го слоя.

Зависимость интенсивности для вертикального сечения картинки толстого слоя показана на рис. 11.

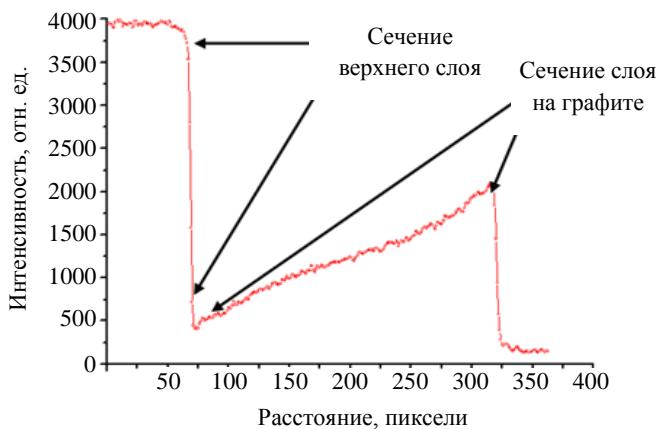


Рис. 11. Зависимость интенсивности рентгеновского излучения вдоль вертикальной линии по оси свидетеля, показанной на рис. 9

ляющих графитовых стержней были сделаны после исключения поглощения в графите. Оказалось, что плотность висмута на боковой поверхности выше на 10—15%, чем в верхнем слое, но также она уменьшается к внешней поверхности. Обнаружена разнотолщина покрытия на боковой поверхности цилиндра, достигающая 10—30%, свидетельствующая о наличии движения газа в технологической камере из-за различия температуры отдельных элементов конструкции нагревателя металла.

Толщина слоя на верхней площадке графитового стержня приблизительно равна 6 пикселям, или 130 ± 5 мкм. Слой малоплотного висмута на боковой поверхности графитового стержня уменьшается к низу, но не становится нулевым. Значение интенсивности после прохождения чистого графитового стержня по диаметру — 3160.

Применение данных из зависимости интенсивности от координаты в расчёте по формулам (4) и (5) дало значения плотности малоплотного висмута, меняющейся от нижнего слоя к верхней границе от 130 до 80 мг/см³ со средним значением 115 мг/см³.

Аналогичные расчёты плотности слоёв малоплотного висмута на горизонтальных составляющих позволили исключить поглощение в графите. Оказалось, что плотность висмута на боковой поверхности выше на 10—15%, чем в верхнем слое, но также она уменьшается к внешней поверхности. Обнаружена разнотолщина покрытия на боковой поверхности цилиндра, достигающая 10—30%, свидетельствующая о наличии движения газа в технологической камере из-за различия температуры отдельных элементов конструкции нагревателя металла.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ СЛОЯ ИЗ НАНОЧАСТИЦ МЕТАЛЛОВ

Представленные для исследований образцы слоёв из наночастиц висмута на поверхности графитовых стержней имели существенно разные по толщине слои, а иногда и стержни с осыпавшимися слоями. Дефектные стержни с отставшим слоем оказались полезными для калибровки диаметра графитового стержня в единицах пикселя детектора.

Стержни с осыпавшимся слоем порошка и стержни до нанесения слоёв, а также специальные тестовые образцы в виде стержней и трубочек из металлов, стекла и полимеров использовались при изучении влияния параметров излучателя на точность определения границы (размытия изображения из-за размывов рентгеновского источника).

Применённые тестовые объекты исследования позволили показать, что на границе образца прибор даёт ослабленное значение интенсивности в пикселе детектора, что мы назвали «неполным заполнением». Поэтому в алгоритм обработки было введено правило — не учитывать внешние информативные точки в кривой ослабления рентгеновского излучения. Неинформационные точки — данные детектора, которые соответствуют интенсивности на детекторе без образца в пределах статистической ошибки в данном конкретном пикселе.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предложен метод измерения плотности слоя из наночастиц металла с применением «свидетеля» — тонкого графитового стержня с полированной верхней площадкой.

Разработан алгоритм расчёта плотности и толщины слоя из наночастиц металла на поверхности «свидетеля» осаждения слоя — тонкого графитового стержня по результатам рентгеновских измерений методом микрорадиографии на компьютерном рентгеновском микротомографе Scyscan 1074.

Введено понятие неполного заполнения пикселя CCD-матрицы рентгеновского детектора во внешнем осаждённом слое, что позволило исключить при расчёте сверхнизкую плотность внешнего слоя.

Показано, что в процессе роста слоя из наночастиц висмута последние осаждаемые слои имеют плотность в 1,5—2,0 раза меньше, чем начальный участок слоя. Верхний слой на плоской поверхности графитового стержня («шляпка свидетеля») слегка асимметричен, по-видимому, из-за наклона графитового стержня или из-за слабого потока газа в технологической установке в начальный момент нанесения.

Показано, что в верхней части цилиндрического слоя он растёт по направлению вниз (по высоте, соизмеримой с толщиной верхнего слоя), а затем плавно убывает до основания. Оценен эксцентриситет цилиндрического слоя по отношению к оси графитового стержня, что отчасти связано с отклонением стержня от вертикали, а также с наличием конвективного движения газа в камере технологической установки.

Флуктуации значений в отдельных пикселях детектора в небольших областях (например, 5×5 пикселей) дают основание утверждать, что наночастицы оседают в виде клубка частиц («хлопьев снега») или в виде нитей и лишь на конечной стадии осаждения в виде отдельных частиц.

В целом следует сказать, что метод измерения толщины и плотности слоёв из наночастиц металла позволяет, используя рентгеновскую аппаратуру, получить измеряемые характеристики с точностью 3—5%.

REFERENCES

1. **Garanin S.G., Derkach V.N., Shnyagin R.A.** Formation of the uniform irradiation of a target in high-power laser facilities. — Kvantovaya Elektronika (Quantum Electronics), 2004, vol. 35(5), p. 427 (in Russian).
2. **Garanin S.G.** Powerful lasers and their application in studies of physics of high energy densities. — Uspekhi Fizicheskikh Nauk (Advances in physical sciences), 2011, vol. 181, № 4, pp. 434—441 (in Russian).
3. **Gus'kov S.Yu., Merkul'ev Yu.A.** Low-density absorber-converter of laser target with direct irradiation by laser beams: Preprint FIAN, 1999 (in Russian); Gus'kov S.Yu., Merkul'ev Yu.A. Effective laser absorber —

- converter to x -ray. — Kvantovaya Elektronika (Quantum Electronics), 2001, vol. 31, № 4, pp. 311—317 (in Russian).
- 4. **Rosen M.D., Hammer J.H.** Analytic expressions for optimal inertial-confinement-fusion wall density and wall loss. — Phys. Rev., 2005, E 72, 056403. 5 p.
 - 5. **Hammer J.H., Rosen M.D.** A consistent approach to solving the radiation diffusion equation. — Physics of Plasmas, 2003, vol. 10, № 5, pp. 1829—1845.
 - 6. **Young P.E., Rosen M.D., Hammer J.H., Hsing W.S., Glendinning S.G., Turner R.E., Kirkwood R., Schein J., Sorce C., Satcher Jr. J.H., Hamsa A., Reibold R.A., Hibbard R., Landen O., Reighard A., McAlpin S., Stevenson M., Thomas B.** Demonstration of the density dependence of X-ray flux in a laser-driven hohlraum. — Phys. Rev. Lett., 2008, vol. 101, № 3, p. 035001.
 - 7. **Gromov A.I., Merkul'ev Yu.A.** Diagnostic laser targets. — In.: Laser thermonuclear targets and superstrong microbulbs. Proceedings of Physical Institute of AS, 1992, pp. 47—60 (in Russian).
 - 8. **Borisenko N.G., Merkul'ev Yu.A., Gromov A.I.** Microheterogeneous targets a new challenge in technology, plasma physics, and laser interaction with matter. — J. of the Moscow Physical Society, 1994, vol. 4, № 3, pp. 247—273.
 - 9. **Borisenko N.G., Chaurasia S., Dharishwar L.J., Gromov A.I., Gupta N.K., Leshma P., Merkuliev Yu.A., Munda D.S., Orekhov A.S., Tripathi S.** Laser study into and explanation of the direct-indirect target concept. — Book of abstract IFSA, 2011, p. 218.
 - 10. **Morokhov I.D., Trusov L.I., Chizhik S.P.** Superdispersed metallic environment — M.:Atomizdat. 1977. 264 p. (in Russian).
 - 11. **Lushnikov A.A., Negin A.E., Pokhomov A.V., Smirnov B.M.** Aerogel structures in gas. — Uspekhi Fizicheskikh Nauk (Advances in physical sciences), 1991, vol. 161, № 2, pp. 113—123 (in Russian).
 - 12. **Smirnov B.M.** Fractal ball — a new state of matter — Uspekhi Fizicheskikh Nauk (Advances in physical sciences), 1991, vol. 161, № 8, pp. 141—153 (in Russian).
 - 13. **Khalenkov A.M., Borisenko N.G., Kondrashov V.N., Merkuliev Yu.A., Limpouch J., Pimenov V.G.** Experience of microheterogeneous target fabrication to study energy transport in plasma near critical density. — Laser & Particle Beams, 2006, vol. 24, pp. 283—290.

AUTHORS

Akimova I.V. P.N. Lebedev Physical Institute of the Russian Academy of Sciences, Leninskij Prospekt 53, 119991 Moscow, Russia; akimova@sci.lebedev.ru

Borisenko N.G. P.N. Lebedev Physical Institute of the Russian Academy of Sciences, Leninskij Prospekt 53, 119991 Moscow, Russia; ngor@sci.lebedev.ru

Gromov A.I. P.N. Lebedev Physical Institute of the Russian Academy of Sciences, Leninskij Prospekt 53, 119991 Moscow, Russia; agrom@sci.lebedev.ru

Merkuliev Yu.A. P.N. Lebedev Physical Institute of the Russian Academy of Sciences, Leninskij Prospekt 53, 119991 Moscow, Russia; merkuli@sci.lebedev.ru

Orekhov A.S. P.N. Lebedev Physical Institute of the Russian Academy of Sciences, Leninskij Prospekt 53, 119991 Moscow, Russia; orekhov@sci.lebedev.ru

Received 15 February 2012
Problems of Atomic Science and Technology
Ser. Thermonuclear Fusion, 2012, issue 2, pp. 122—130.