

## **Рентгеновский контроль плотности слоев из наночастиц тяжелых металлов в лазерных мишенях.**

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

### **Аннотация.**

Предложен метод измерения плотности слоев из наночастиц тяжелых 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  $t_{\text{eff}}$ , которая делится на реальную толщину  $t_L$  и умножается на плотность металла  $D_0$ . Эта процедура позволяет определить плотность слоя

$$D_{\text{eff}} = D_0 \cdot t_{\text{eff}} / t_L$$

Наши рентгеновские измерения позволили нам впервые установить, что плотность слоя наночастиц висмута толщиной около 100 микрон уменьшается по высоте (снизу в вверх) от  $130 \text{ мг/см}^3$  до  $80 \text{ мг/см}^3$ . В работе [1] была представлена компьютерная программа для обработки рентгеновских изображений «свидетелей» и расчета плотности слоев малоплотных металлов.

Мишени из малоплотного висмута были использованы в экспериментах на Nd-лазере в Центре атомных исследований в Бомбее, в Индии [2].

1. L.A. Borisenko, A.S. Malikova, A.S. Orekhov. Image-processing of low-density metal nanoparticle layers (Bi) from the X-ray tomography Sky-Scan-1074. 4<sup>th</sup> EMMI Workshop on Plasma Physics with Heavy Ions and Laser Beams.
2. N.G. Borisenko, S. Chaurasia, L.J. Dharishwar, A.I. Gromov, N.K. Gupta, P. Leshma, Yu.A. Merkuliev, D.S. Munda, A.S. Orekhov, S. Tripathi. Laser study into and explanation of the direct-indirect target concept. Book of abstract IFSA 2011, p. 218.

# **Рентгеновский контроль плотности слоев из наночастиц тяжелых металлов лазерных мишеней.**

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

## **1. Введение.**

Наночастицы различных металлов давно применяются в промышленности при производстве изделий из тугоплавких материалов, взрывчатых веществ или как добавки в машинное масло для автомобилей [1]. В Физическом институте им. П.Н. Лебедева (ФИАН) наночастицы металлов применялись как диагностические добавки в различных слоях лазерных мишеней [2] и как затравка турбулентных потоков для повышения устойчивости сжатия в лазерной плазме [3]. Миллиметровые комочки из наночастиц использовались в качестве исходных гранул при производстве лазерных мишеней в виде тонкостенных металлических сферических оболочек [4]. Сравнительно недавно наночастицы металлов как добавки в слои малоплотных веществ стали применяться для формирования микротурбулентности в плазме [5]. Предложено использовать внешние слои термоядерных мишеней в виде слоев малоплотного тяжелого металла для конверсии энергии лазерного излучения в мягкое рентгеновское излучение в конструкциях, так называемых, прямых-непрямых мишеней [6]. В настоящее время конверсия лазерного излучения в рентгеновское излучение в используемых непрямых лазерных термоядерных мишенях происходит на внутренней золотой поверхности внешнего контейнера (кожуха для рабочей капсулы–сферы с дейтерий-тритиевой смесью) [7]. Недавно было теоретически показано [8] и экспериментально подтверждено [9] в традиционных конструкциях непрямых мишеней, что коэффициент конверсии увеличивается при замене слоя из сплошного золота на слой из пористого малоплотного золота. Ранее аналогичный эффект повышения интенсивности мягкого рентгеновского излучения наблюдался на малоплотных соединениях олова в работах по разработке конвертеров лазерного излучения в мягкое рентгеновское излучение для установок лазерной литографии [10].

Ранее в ФИАН были разработаны методы изготовления мишеней (в т.ч. сферических) со слоями из наночастиц меди и олова [11] (основной разработчик А.И. Громов). Также была создана рентгеновская аппаратура контроля толщины и плотности слоев на мишенях [12]. Мишени ФИАН со слоями наночастиц висмута были использованы в экспериментах на лазере в Центре Атомных исследований им. Баба в Мумбаи Индии [13]. Аттестация мишеней проводилась, используя оптический микроскоп и весы (с точностью 0.5 мг), а также был применен метод рентгеновской микрорадиографии [14]. В последнее время применялся рентгеновский компьютерный микротомограф, возможности которого ранее были продемонстрированы нами в работе [15].

В данной работе кратко описана методика изготовления малоплотных слоев из наночастиц висмута и процедура аттестации их характеристик (толщины, плотности и пр.). Основной задачей было разработка метода измерения толщины осажденного слоя и распределения плотности висмута по его толщине.

## **2. Краткое описание технологии изготовления слоев из наночастиц металлов.**

Изготовление наночастиц металлов и формирование слоев малоплотных веществ из этих наночастиц производится в специальной технологической установке (см. рис. 1 и 2) широко применяемой в мире методике из тумана-«изморози» в разреженном

инертном газе (чистом азоте, аргоне или гелии) [1,16]. Нагреватель позволяет получить густой атомарный поток металла, который в холодном разреженном (1-5 мм рт. ст.) газе в камере высотой 1,5 метра постепенно превращается в «изморозь» из наночастиц металла (металлический «снег» или «смог»). Экспериментально показано, что диаметр наночастиц металла и плотность получаемого слоя зависит 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 считается давление 1-5 мм рт. ст. (150- 700 Па). До сих пор остается неясным постепенное осаждение такого снега происходит в основном в виде отдельных наночастиц или их хлопьев (клубков или нитей-усов). Горячий поток металла испускается в течение нескольких минут (от 3 до 20 минут), а осаждение металлического «снега» происходит в течение 16-48 часов.

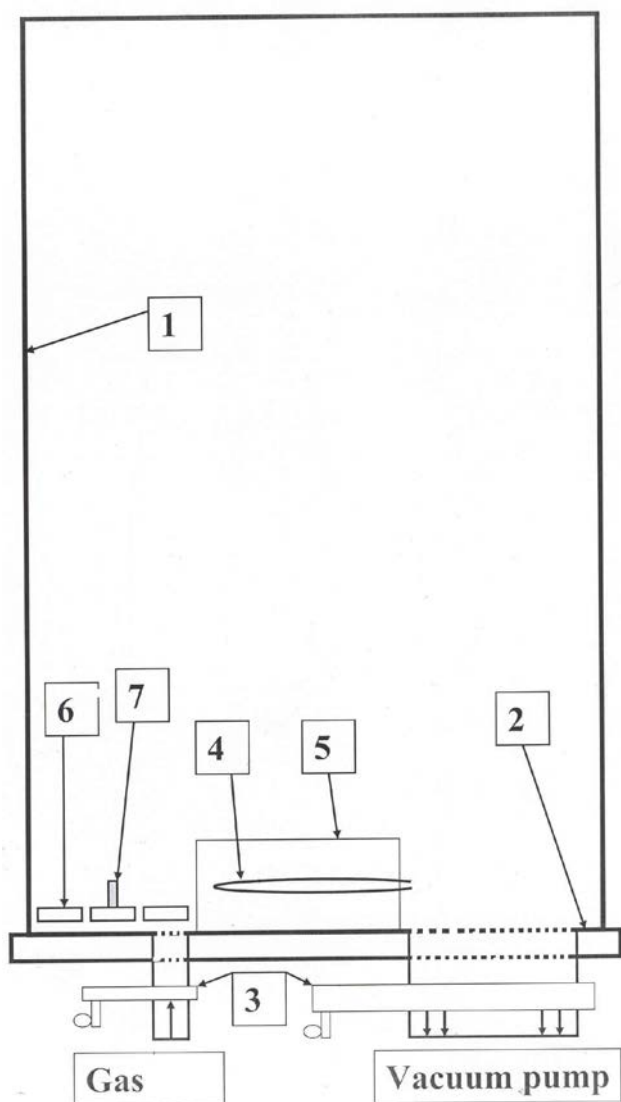


Рис.1. Схема установки для изготовления нанопорошков: 1 – колпак вакуумного объема, 2 – плита установки, 3 – вентили вакуумного насоса и подачи газ, 4 – нагреваемый сосуд с металлом, 5 – тепловой экран, 6 – мишени на столике для образцов, 7 – свидетель.



Рис.2. Фото технологической установки, рядом А.И. Громов

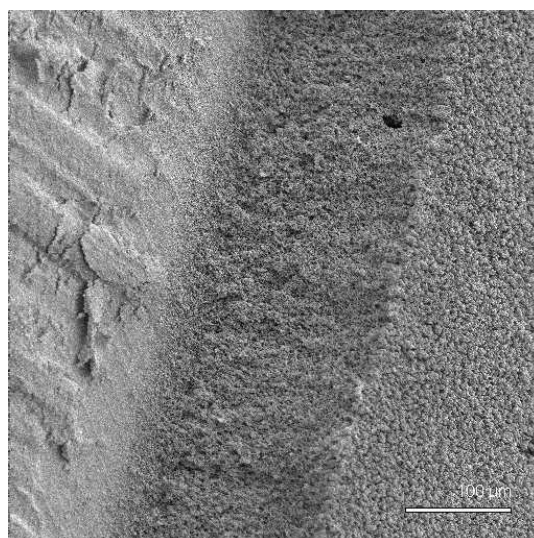


Рис.3. Срез слоя наночастиц олова с молибденом, шкала 100 мкм.



Испаритель металла: слева - керамическая трубочка испаритель, в центре - с одним тепловым экраном и справа - с двумя тепловыми экранами

Нанопорошки из многих металлов при окислении на воздухе загораются или даже взрываются (например, алюминий или железо). Чтобы не повредить покрытие на мишенях, камера медленно (1 час) 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 с плотностью от 0,1 до 0,001 плотности сплошного металла [17]. В некоторых работах утверждается, что слои по структуре представляют собой фракталы [18], т.е. их структура подобна при изменении масштаба наблюдения (например, 10-20 мкм и 200-400 мкм).

В качестве иллюстрации приведем картинки слоев металла из наночастиц, полученные на сканирующем электронном микроскопе (далее СЭМ), рисунки 3-7.

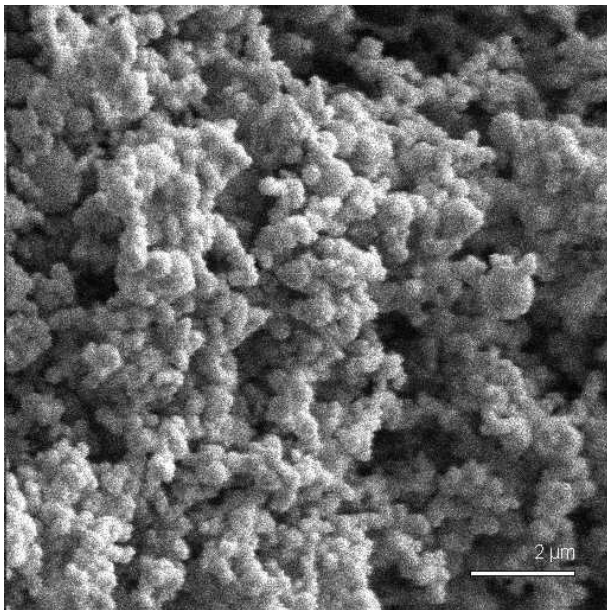


Рис. 4. Слой порошка меди с плотностью 0,1 г/см<sup>3</sup>, шкала 2 мкм

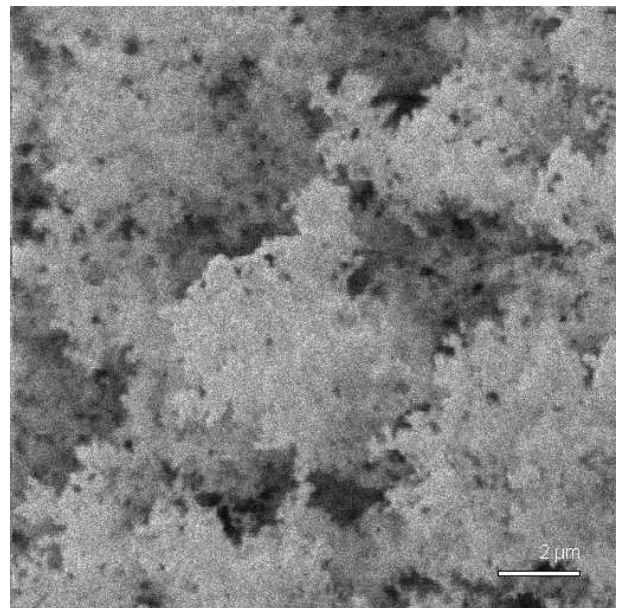


Рис. 5. Порошок висмута с плотностью около 0.05 г/см<sup>3</sup>, шкала 2 мкм

Надо заметить, что контроль на СЭМ является разрушающим, образец не может быть возвращен в лазерный эксперимент, т.к. 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 слои из цепочек наночастиц становятся более грубыми и толстыми.

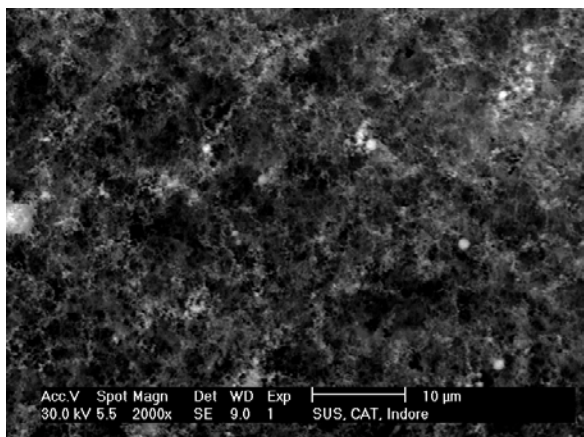


Рис. 6. Слой из композиции частиц молибдена и олова с плотностью  $0,1 \text{ г/см}^3$ .

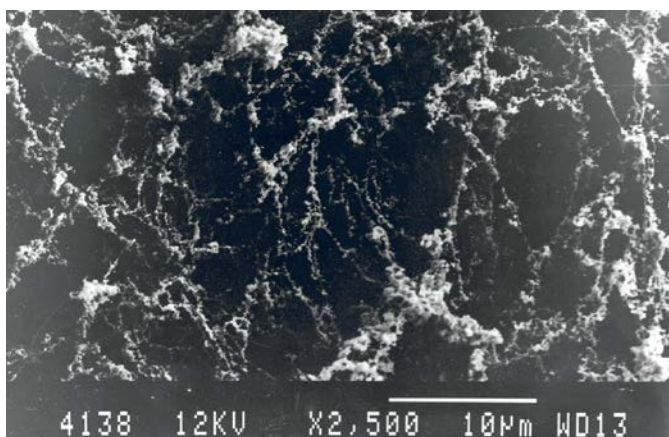


Рис. 7. Слой порошка меди с плотностью  $0,02 \text{ г/см}^3$

Изучение снимков слоев наночастиц металлов со сканирующего позволяет сделать выводы, которые понадобятся нам при выборе алгоритма расчета плотностей слоев. Во-первых, размеры частиц металла могут варьироваться от 10 нм до 1000 нм. Во-вторых, структура слоя имеет вид случайно сложенных цепочек наночастиц («клубка ниток»). В-третьих, в структуре слоя встречаются пустоты с размерами от 1 мкм до 10 мкм, масштаб которых тем больше, чем меньше плотность.

Если рассматривать тонкий слой наночастиц в оптический микроскоп в проходящем свете, то, кажется, что слой сформирован из цепочек клубков диаметром 70-100 мкм и имеет промежутки между цепочками 10-20 мкм (смотри микрофотографию на рисунке 8), т.е. клубки из цепочек наночастиц диаметром 5-10 мкм образуют цепочки таких клубков, формируя фрактальную структуру.

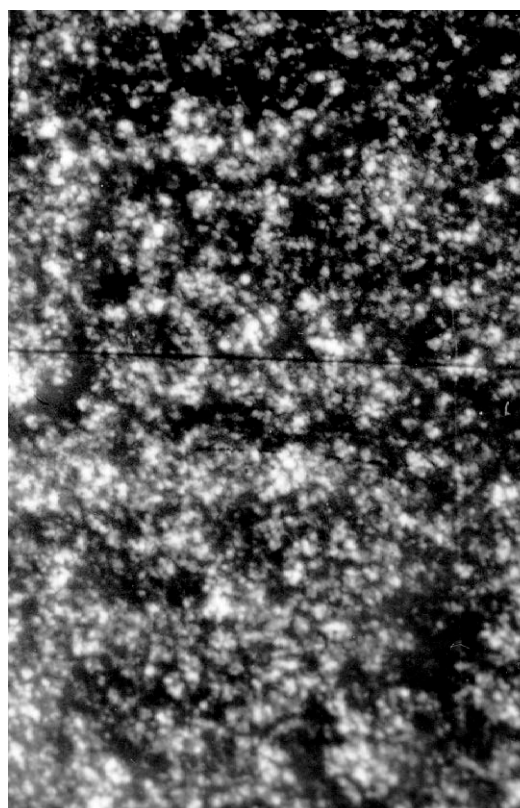
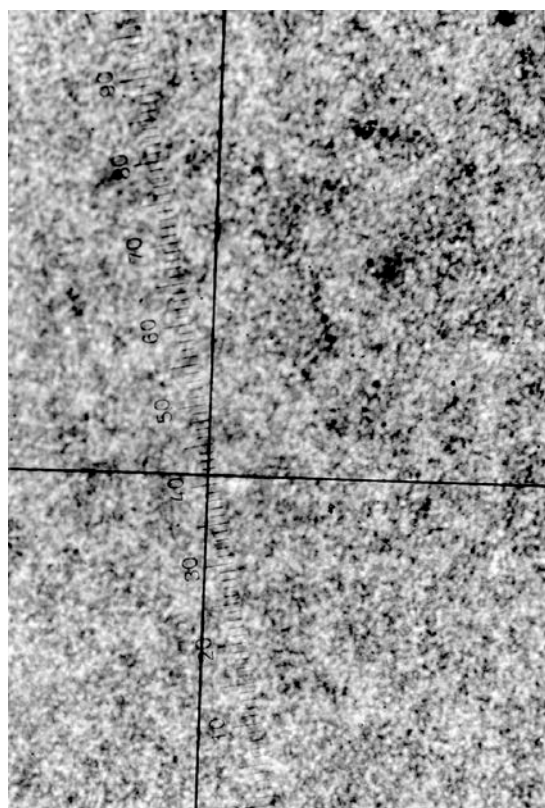


Рис. 8. Микрофотографии тонких слоев из наночастиц меди. Ширина кадра: левого - 840 мкм, правого - 560 мкм

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  $\eta$  и приняв, что сила сопротивления равна силе веса сферы радиуса  $r$  с плотностью  $\rho$  ( $g$  – ускорение свободного падения)

$$V=9\rho\cdot g\cdot r^2/2\eta$$

Скорость падения наночастицы висмута с плотностью 8.9 г/см<sup>3</sup> диаметром 100 нм в атмосфере аргона с давлением 500 Па приблизительно равна 20 см/час. Если нам надо собрать все частицы металлического «смога» вплоть до частиц с диаметром 10 нм, то мы должны ждать их осаждения более месяца.

Попытаемся оценить взаимное влияние наночастиц на скорость осаждения. Объем камеры осаждения около 0.05 м<sup>3</sup>=0.5·10<sup>5</sup> см<sup>3</sup>, в камеру испаряется 5 грамм металла. Если считать, что образуются частицы с диаметром 100 нм, т.е. с весом около 5·10<sup>-15</sup> грамма, то в см<sup>3</sup> будет до 1.6·10<sup>10</sup> 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 как логнормальное распределение) можно ожидать, что более тяжелые частицы, падая с большей скоростью, могут привлекать к себе более легкие, образуя цепочки или клубки цепочек. Представленные на рис. 3-5 изображения со СЭМ показывают, что в осажденном слое образуются полости с размером 1-4 мкм, характерные для формирования слоя из клубков. Также отчетливо видны цепочки из наночастиц. Возможна комбинация процессов: осаждение хлопьев и последующее осаждение мелких частиц. При этом, как известно из литературы [19], 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.

### 3. Описание лазерной мишени и ее характеристик.

Для экспериментов на одноканальных лазерных установках использовались плоские лазерные мишени, схема которой и фотография приведены на рисунках 9 и 10.

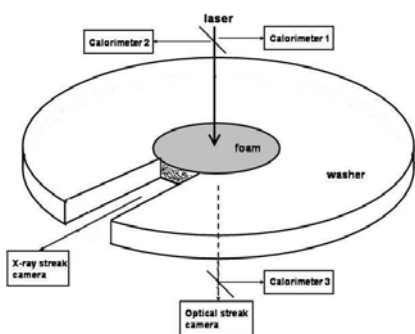


Рис. 9. Схема мишени в лазерном эксперименте.

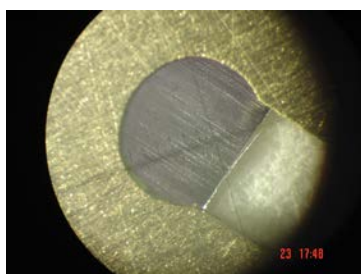


Рис.10. Микрофотография мишени

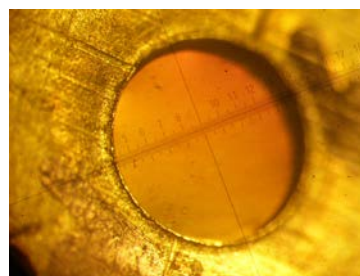


Рис.11. Фотография держателя с тонкой пленкой

Основное рабочее вещество - слой из наночастиц висмута наносился на пленку из нитрата целлюлозы толщиной 0,2-0,3 мкм. В таких пленках происходит интерференция света при отражении от двух поверхностей пленки и по цвету можно оценить толщину (см. рис. 11). Для более точных измерений толщины и шероховатости пленки применялся оптический профилометр. Эта пленка крепилась к медной шайбе диаметром 8 мм с отверстием диаметром 2,5 мм. В шайбе имеется прорезь 2-3 мм для наблюдения динамики плазмы и переноса энергии по рентгеновскому излучению с использованием рентгеновского электронно-оптического преобразователя (стрик-камеры).

Для оптимизации параметров не прямых мишеней желательно было бы работать с золотом как рентгеновским конвертером, но для нас это требует больших финансовых затрат, на которые мы решились лишь в последнее время. Испаритель металла испускает 5-10 г вещества в камеру большого объема. Висмут был выбран как близкий к золоту элемент, порошок которого не взрывоопасен.

Обычно в качестве характеристик мишени требуется указать [20] элементный состав вещества, его плотность, толщину слоя, (а также погонную массу: произведение плотности на толщину), шероховатость внутренней и внешней поверхности. 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 мг до 3 мг. Мы не имели возможность использовать весы с точностью 0,01 мг.

При аттестации (характеризации) мишеней со слоем из наночастиц висмута возникли определенные трудности. Порошок металла с диаметром «снежинок» 50-200 нм выглядит совершенно черным, т.е. не отражает свет. Применение оптического профилометра затруднительно, а измерение толщины слоя на оптическом микроскопе не дает удовлетворительной точности из-за того, что слой на краях мишени более толстый. Поэтому было решено использовать метод и приборы рентгеновской микрофотографии.

#### 4. Общее описание метода рентгеновской микрорадиографии слоев мишеней из наночастиц висмута.

Схема рентгеновского контроля погонной массы слоя мишени из наночастиц висмута показана на рисунке 12. Источник рентгеновского излучения (трубка с ускоряющим излучением 3-10 кВ или 20-40 кВ с металлическим анодом) имеет спектр, близкий к тормозному спектру, нижние энергии которого обрезаны из-за поглощения и рассеяния в окне из толстого 0.5-1.0 бериллия. Спектр из трубки с энергией 20-40 кВ содержит также монохроматические линии металла анода, доля которых в спектре не определена. Кроме того не определена чувствительность детектора к квантам разной энергии. Поэтому необходимо было проводить сравнительные измерения пропускания рентгеновского излучения слоев малоплотного металла. Для меди использовались слои с толщиной 0.45 мкм и 3.5 мкм, для висмута эталонных образцов сплошного металлического висмута толщиной 0,25 мкм, 0,5 мкм, 1 мкм, 2 мкм и 3 мкм. Кроме того, проведены калибровки с кварцем 0.5 мкм и 1.0 мкм, а также полимером (полиэтиленом) с толщиной 1, 2 и 3 мм (смотри таблицу 1 и график на рисунке 13).

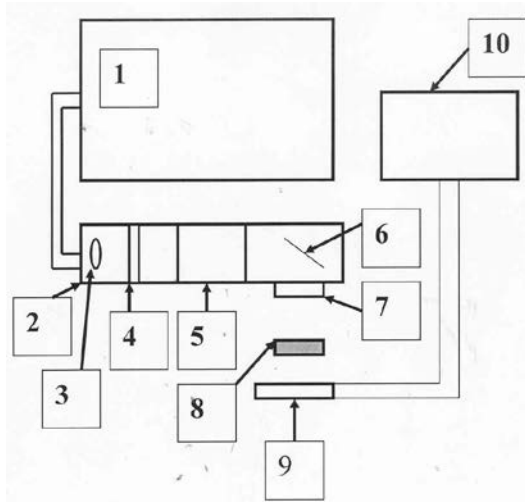


Рис. 12. Схема рентгеновского контроля: 1 - блок питания рентгеновской трубки, 2 – трубка, 3 – источник электронов, 4 – электрод высокого напряжения, 5 – фокусирующий магнит, 6 – медный анод, 7 – бериллиевое окно, 8 – образец, 9 - детектор - люминофор и CCD-камера.

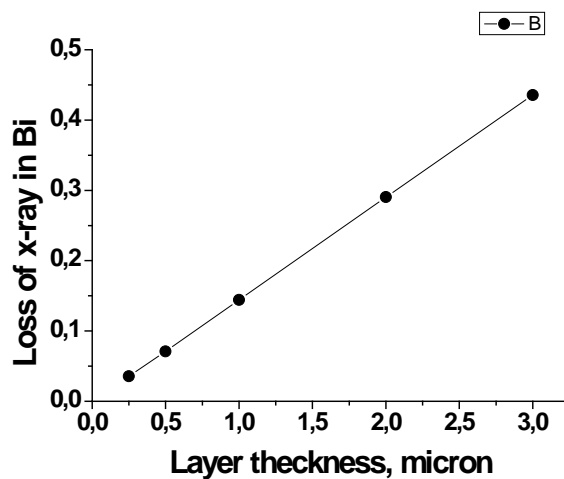


Рис. 13. Зависимость логарифма ослабления интенсивности рентгеновского излучения от толщины слоя различных веществ

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

$$I = I_0 \exp(-\mu t)$$

где  $I_0$  – исходная интенсивность,  $\mu$  – коэффициент ослабления в  $\text{см}^{-1}$ .

На рисунке 14 показан рентгеновский снимок держателя (шайбы) со слоями (толщиной 1,2 и 3 мкм) металлического висмута на пленке из нитрата целлюлозы толщиной 0,2 мкм. При обработке строки данных от детектора  $I$  и усреднении для 3 пикселей по ширине прописи (1 пиксель панели детектора имеет размер 21,2 мкм) в нескольких направлениях получены кривые, подобные представленным на рис. 15.



На почти горизонтальных участках кривых получены 5 усредненных значений  $I$ :  $I_w$ - интенсивность на детекторе в поле без образца,  $I_d$  – интенсивность на полностью закрытом детекторе (фон) и интенсивности рентгеновского излучения на детекторе после прохождения слоев висмута толщиной  $t$  соответственно 1, 2 и 3 мкм -  $I_1, I_2, I_3$ .

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

где  $I_x$  – интенсивность для определенной толщины.

**Таблица 1.** Измеренные коэффициенты ослабления рентгеновского излучения от трубки с напряжением 30 кВ для слоев металлического висмута.

Вещество	Толщина слоя, мкм.	Измеренное значение ослабления $\ln [(I_w - I_d) / (I_x - I_d)]$	$\mu$ – коэффициент ослабления, $\text{см}^{-1}$	Среднее значение $\mu$
Висмут	0.25	0.0357	1428±20	0.1446±6
	0.50	0.0709	1418±20	
	1.0	0.1442	1442±5	
	2.0	0.2904	1452±6	
	3.0	0.4355	1452±6	

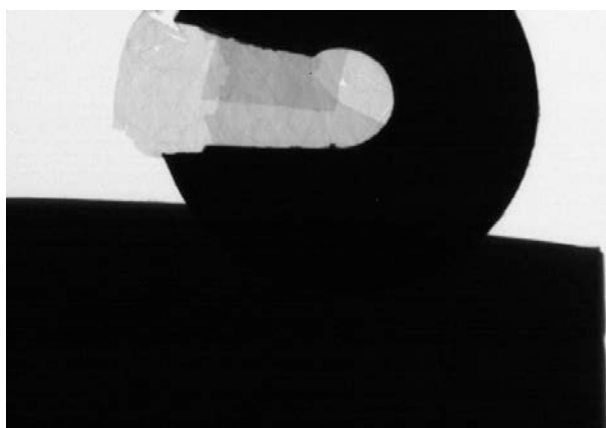


Рис.14. Рентгеновский снимок держателя со слоями висмута толщиной 1, 2 и 3 мкм

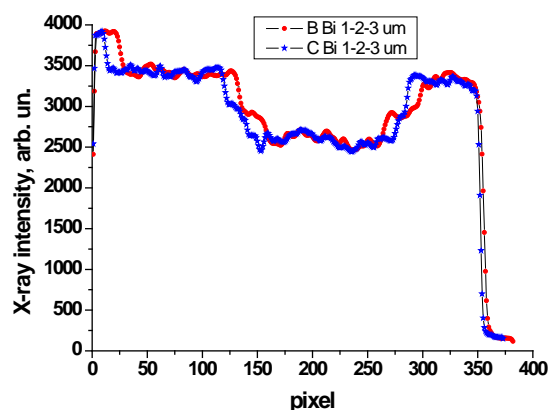


Рис. 15. Зависимость интенсивности рентгеновского излучения от координаты в пикселях.

Полученный коэффициент поглощения сплошного металла  $\mu = 1445 \pm 5$  1/см или, в



Рис. 16. Рентгеновский снимок держателя со слоем малоплотного висмута

единицах погонной массы,  $\mu_a = 162 \pm 1$   $\text{см}^2/\text{г}$ . На рисунке 16 показан рентгеновский снимок мишени (шайбы) со слоем малоплотного висмута на пленке из нитрата целлюлозы толщиной 0,3 мкм. Ослаблением рентгеновского излучения в полимере можно пренебречь. Ослабление рентгеновского излучения (рис. 16) в слое малоплотного висмута дает значение погонной массы  $m_a = 3,22 \pm 0,02$   $\text{мг}/\text{см}^2$ , что при толщине слоя 40 мкм должно соответствовать плотности около 80  $\text{мг}/\text{см}^3$ . Но значения толщины и плотности требовалось еще найти экспериментально.

## 5. Применение «свидетелей» для контроля толщины и плотности слоя наночастиц висмута на компьютерном рентгеновском микротомографе.

Для измерения толщины и плотности слоя малоплотного металла было предложено расположить в технологической установке рядом мишенями «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 (см. рис. 17)

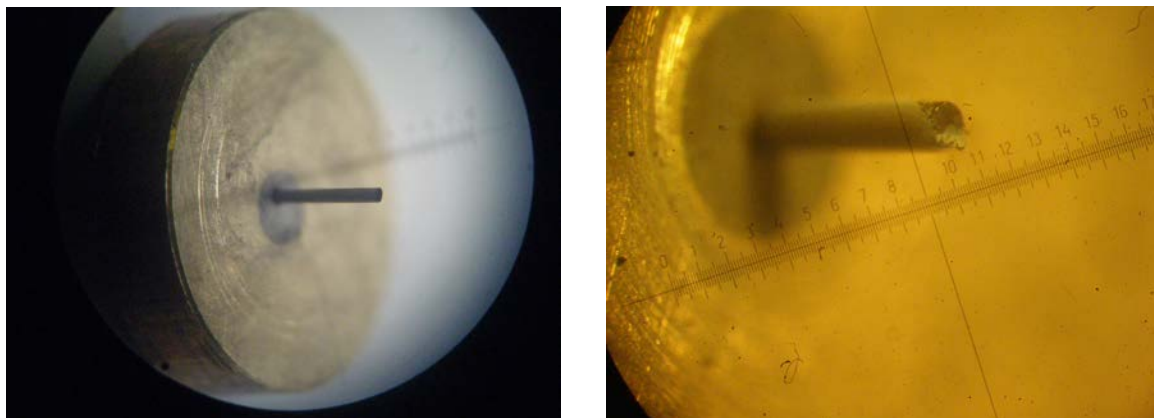


Рис.17. «Свидетель» до и после нанесения слоя наночастиц висмута (верхний слой разрушен).

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.

Прибор – компьютерный рентгеновский микротомограф Skyscan 1070 (см. схему и фото на рис. 18 и 19) позволяет получить объемное изображение «свидетеля», что давало возможность проанализировать однородность выпадения «снега» из наночастиц металла, т.е. оценить однородность потоков частиц в технологической установке.



Рис.18. А.С. Орехов за рентгеновским микротомографом



Рис.19. Составные части рентгеновского микротомографа SkyScan 1070

На рисунке 20 показан образец на столике томографа, который дискретно поворачивается так, чтобы позволить получить 100 или 200 вертикальных сечений рентгеновского изображения образца. Программа прибора позволяет вывести рентгеновское изображение и показать три перпендикулярных сечения.

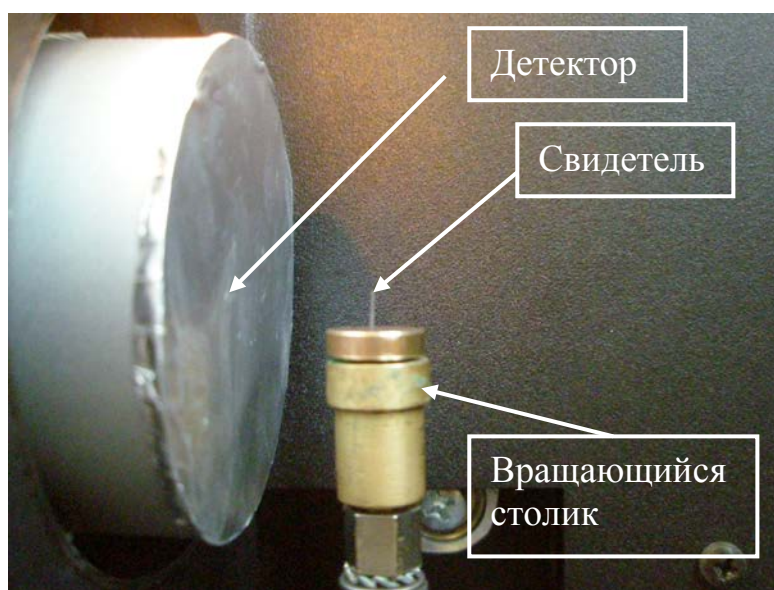


Рис.20. Фотография свидетеля на столике томографа

Программное обеспечение прибора не позволяет получить какие-либо дополнительные сведения об образце, кроме его объемного изображения с местом размещения дефектов или полостей 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 10x10 пикселей на участках, близких к границе кадра. Если обнаруживался градиент яркости (обычно, не более 1-2%), то вводилась поправка при расчете толщины и плотности слоя.

При рассмотрении какого-либо сечения «свидетеля» с нанесенным слоем из наночастиц висмута (и его пропись – см. рис. 21 и 23) и его сравнении с рентгеновским изображением сплошного цилиндра или трубки из какого-то материала (см. сечения на рис. 22), то 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.

## 6. Расчет плотности слоя из наночастиц на графитовом стержне по линейным (горизонтальным или вертикальным) сечениям рентгеновского изображения.

Основная трудность измерения плотности тонких малоплотных слоев на рентгеновском микротомографе заключалась в том, что его пространственное разрешение, определяемое размером пикселя CCD-камеры 20.5x20.5 мкм, мало по сравнению с толщинами создаваемых нами слоев на лазерных мишенях (40-120 мкм).

На рис. 21 показано сильно увеличенное рентгеновское изображение «свидетеля» с относительно толстым ( $\approx 110$  мкм) слоем малоплотного висмута. Хорошо видны на границе изображения отдельные пиксели. На изображении расположен контур эллипса белого цвета, описывающий контур слоя («шапочки на свидетеле»). Видно, что большая ось эллипса располагается заметно ниже (5-6 слоев) нижней границы слоя на графитовом стержне (шестой слой сверху). Во-первых, это 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 по большой оси эллипса почти на 25% больше. Во-вторых, интенсивность в верхних слоях сильно уменьшается при движении по радиусу от центральной осевой линии образца. Это означает, что внешний слой менее плотный или волнисты (тогда за счет большого размера пикселя в поле зрения попадают провалы в слое).

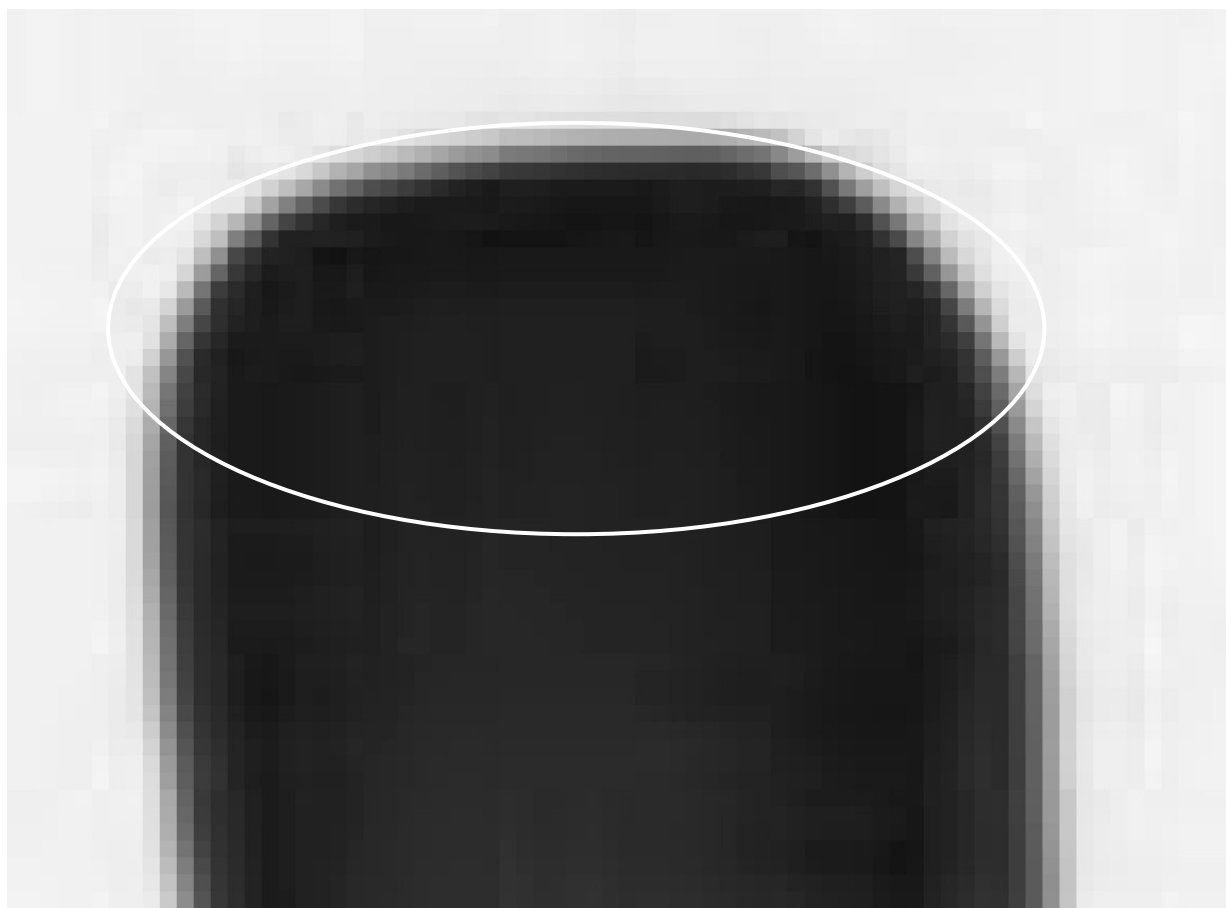


Рис. 21. Рентгеновский снимок графитового стержня («свидетеля») с нанесенным на него толстым ( $\approx 110$  мкм) слоем из наночастиц висмута. Белая линия – эллипс, верхняя часть которого описывает верхнюю границу  $V_i$ -слоя

Для наглядности рассмотрим на рис. 22 зависимость интенсивности рентгеновского излучения от координаты горизонтального сечения изображения чистого графитового стержня для прописи шириной 1, 3 и 5 пикселей. Хорошо видно, что более широкие прописи более плавные из-за увеличения статистической точности. Кроме того, интенсивность быстро увеличивается при приближении к внешней границе стержня. На рисунке видно, что расчетная зависимость ослабления рентгеновского излучения сквозь графитовый стержень хорошо согласуется с измеренным ослаблением.

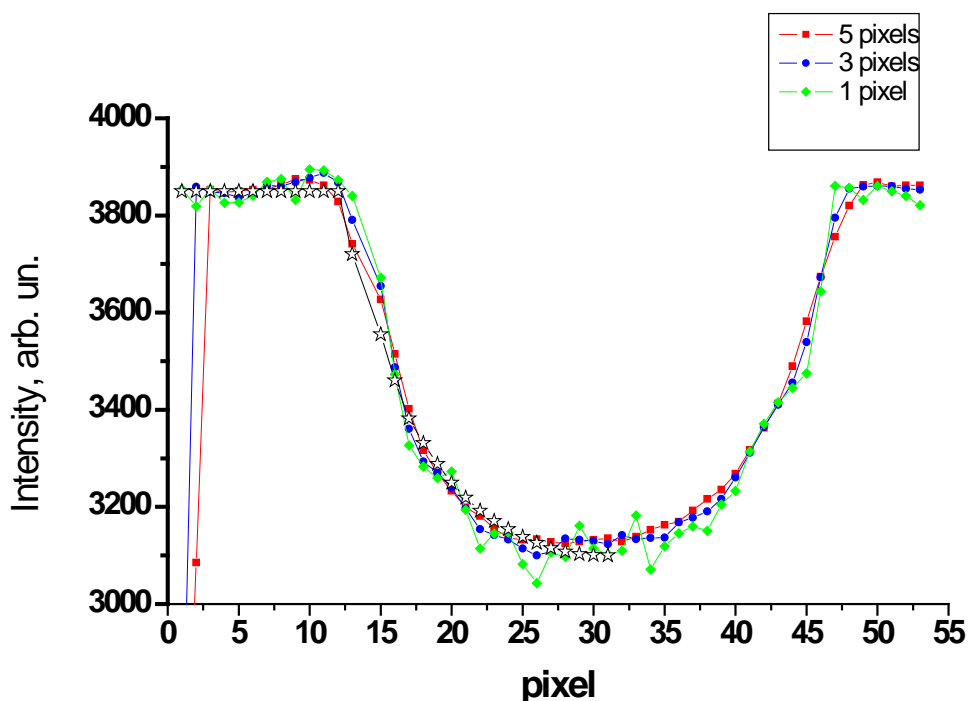


Рис. 22. Зависимость интенсивности рентгеновского излучения, прошедшего через «голый» графитовый стержень, по горизонтальному сечению в пикселях. Звездочками указаны расчетные значения при коэффициенте ослабления в графите  $3.24 \text{ см}^{-1}$ . Цветными точками указаны средние значения для ширины сечения 5, 3 и 1 пиксель.

Горизонтальные линии зависимости интенсивности рентгеновского излучения, прошедшего сквозь верхнюю часть толстого слоя на «свидетеле» показаны на рис. 23. Видно, значительное изменение ослабления рентгеновского излучения при снижении высоты и проходе излучения через графит (нижняя кривая).

Из экспоненциальной зависимости ослабления излучения можно вывести формулу для расчета эффективной плотности малоплотного висмута для данного  $i$ -го слоя  $\rho_i$

$$\rho_i = (\rho/\mu \cdot D_i) \cdot \ln[(I_w - I_d)/(I_f - I_d)] \quad (1)$$

где  $\rho$  и  $\mu$  плотность висмута и коэффициент ослабления излучения в металле,  $D_i$  – 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»  $I_f = (\sum_n I_n)/m_i \quad (2)$

где  $I_n$  – интенсивность в  $n$ -пикселе  $i$ -го слоя, а  $m_i$  – число пикселей в диаметре  $i$ -го слоя.

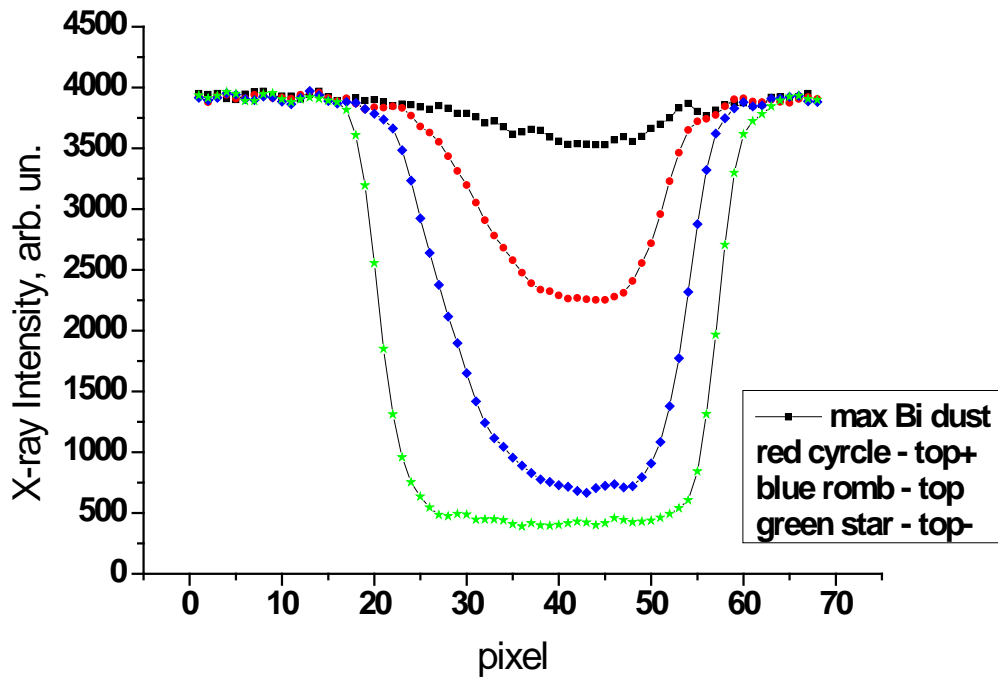


Рис.23. Зависимости интенсивности рентгеновского излучения, прошедшего через толстый верхний слой малоплотного висмута при горизонтальных сечениях на верхнем крае слоя («шапочке» на графитовом стержне) и ниже, захватывая графит.

Аналогичная зависимость интенсивности, но для вертикального сечения картинки толстого слоя показана на рис. 24. Значение интенсивности после прохождения графитового стержня по диаметру – 3160.

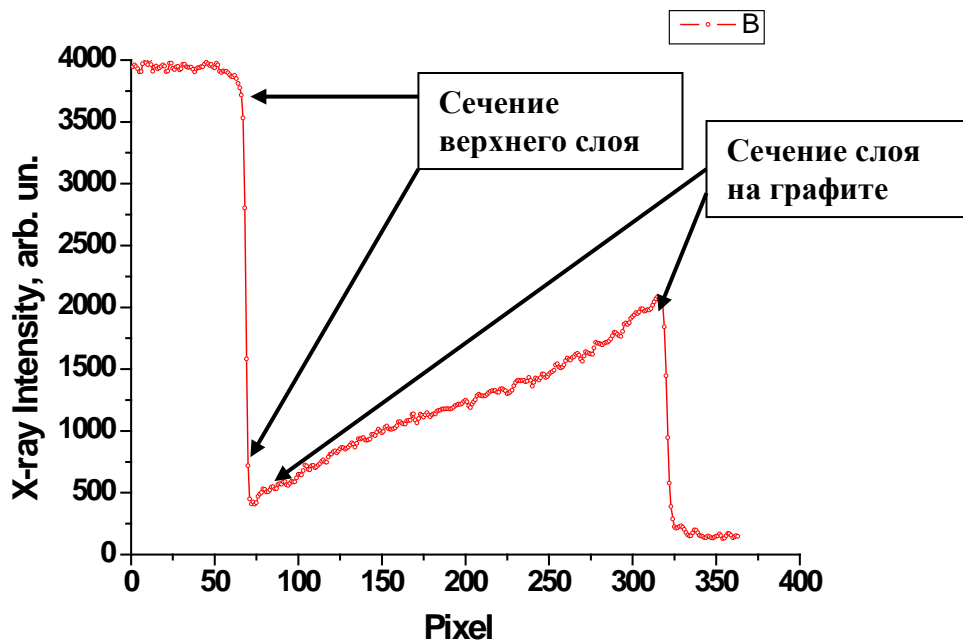


Рис.24. Зависимость интенсивности рентгеновского излучения, прошедшего через толстый верхний слой малоплотного висмута при вертикальном сечении слоя («шапочке» на графитовом стержне) и ниже, захватывая графит до его крепления.

Применение данных из зависимостей интенсивности от координаты (рис. 23) в расчете по формулам (1) и (2) дало значения плотности малоплотного висмута, меняющейся от нижнего слоя к верхней границе от  $130 \text{ мг/см}^3$  до  $80 \text{ мг/см}^3$  со средним значением  $115 \text{ мг/см}^3$ .

На рис. 25 показана рентгеновская картина графитового стержня с тонким ( $\approx 45 \text{ мкм}$ ) слоем малоплотного висмута. Соответствующие послойные зависимости интенсивности даны на рис. 26 и 27.

Аналогичные расчеты плотности слоев малоплотного висмута на горизонтальных составляющих были сделаны графитовых стержней после исключения поглощения в графите (см. рис. 28 и 29 для толстого и тонкого слоя, соответственно). Оказалось, что плотность их выше на 10-15%, но также уменьшается к внешней поверхности. Обнаружена разнотолщинность покрытия достигающая 30%, свидетельствующая о наличии движения газа в технологической камере из-за различия температур отдельных элементов конструкции нагревателя висмута.

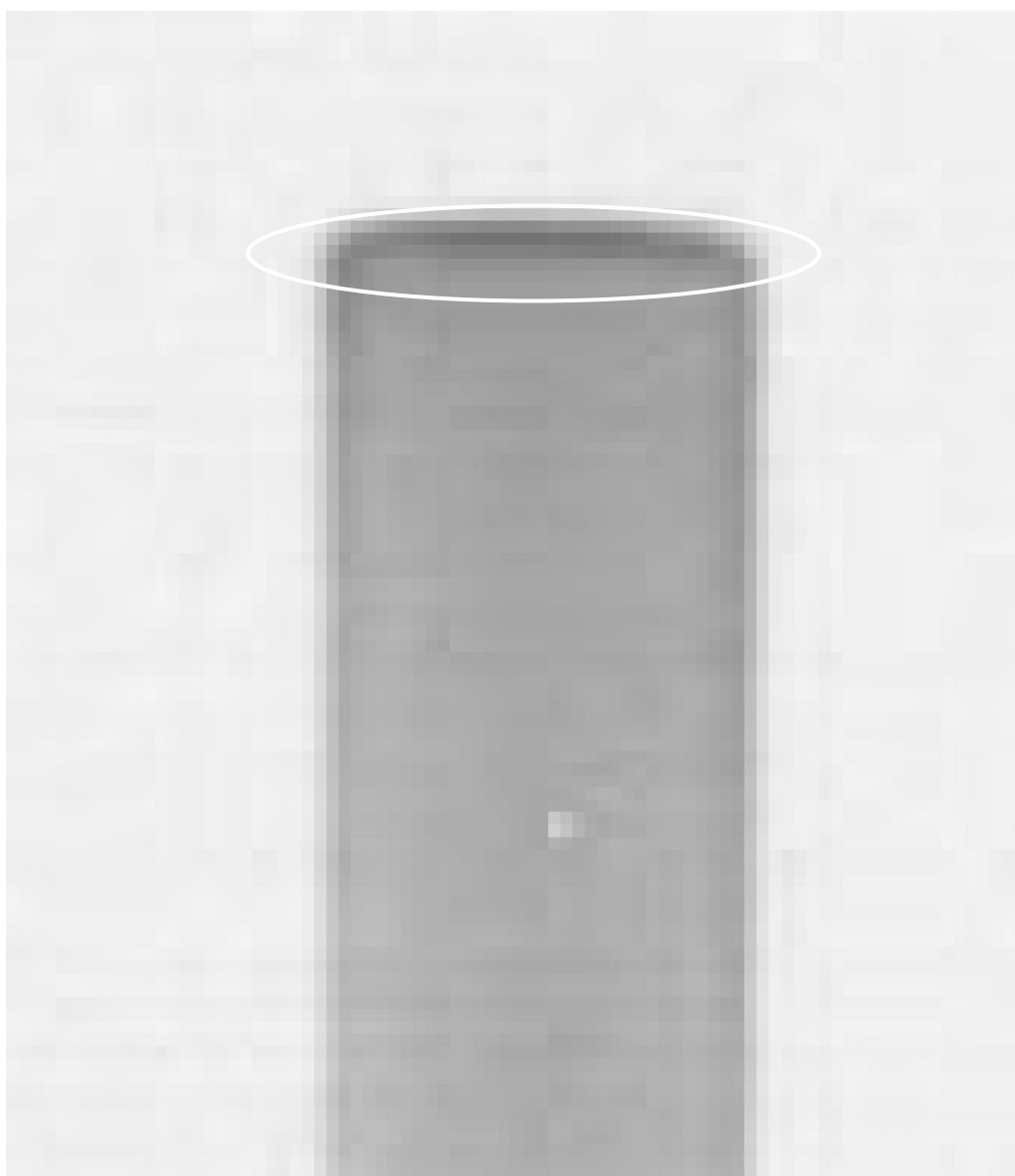


Рис. 25. Рентгеновский снимок графитового стержня («свидетеля») с нанесенным на него тонким ( $\approx 50 \text{ мкм}$ ) слоем из наночастиц висмута. Белая линия – эллипс, верхняя часть которого описывает верхнюю границу Вi-слоя

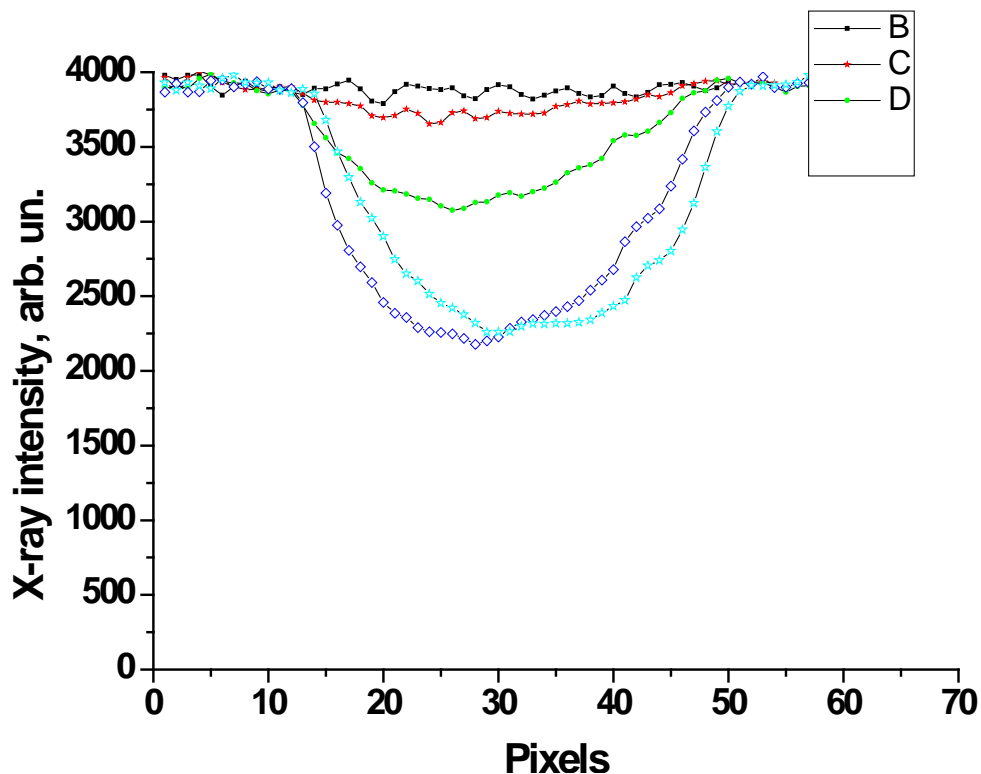


Рис. 26. Зависимости интенсивности рентгеновского излучения, прошедшего через тонкий верхний слой малоплотного висмута при горизонтальных сечениях на верхнем крае слоя («шапочке» на графитовом стержне).

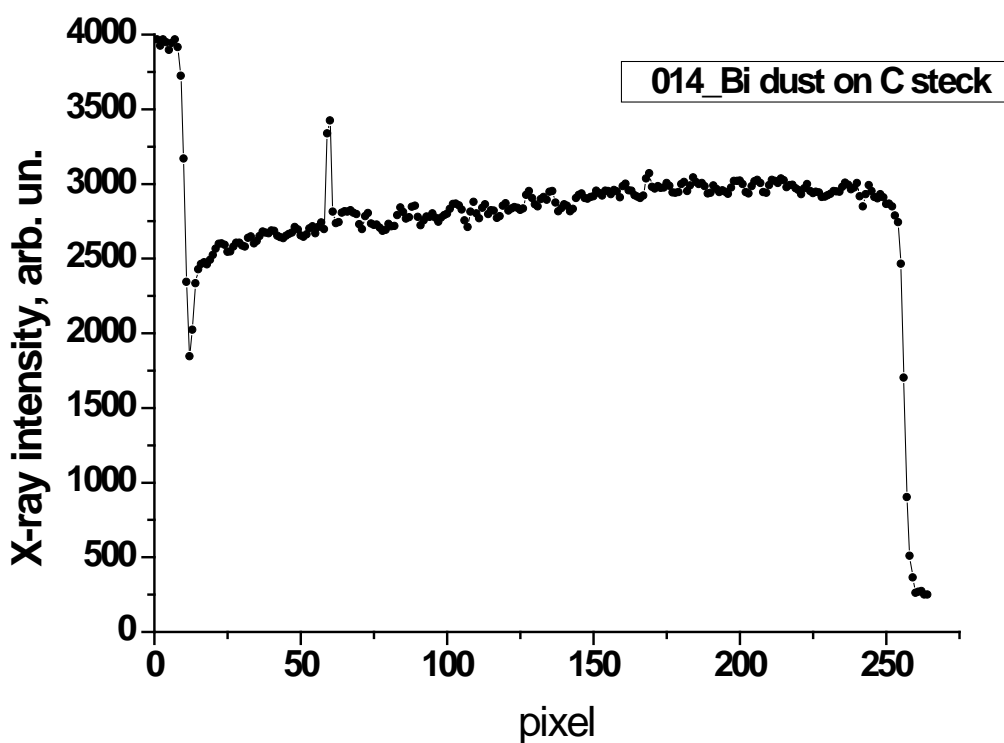


Рис.27. Зависимость интенсивности рентгеновского излучения, прошедшего через тонкий верхний слой малоплотного висмута при вертикальном сечении слоя («шапочке» на графитовом стержне) и ниже, захватывая графит до его крепления.



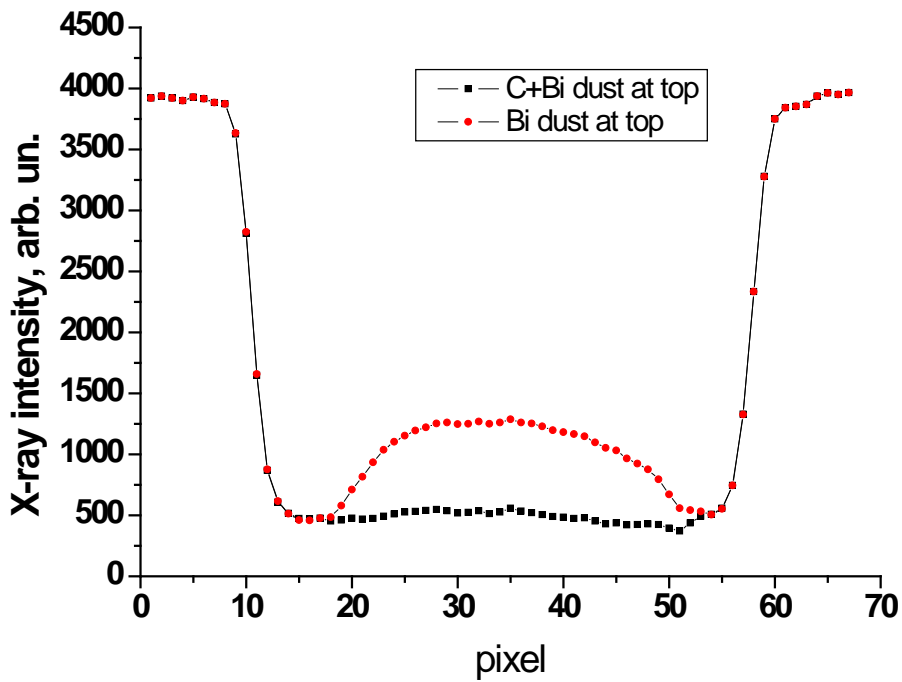


Рис. 28. Зависимость интенсивности рентгеновского излучения, прошедшего через толстый цилиндрический слой малоплотного висмута при горизонтальном сечении в пикселях у верхнего края графитового стержня, который усреднен по ширине 5 пикселей. Черные квадраты с учетом ослабления излучения в графитовом стержне, красные ромбы – с исключением ослабления в графите, т.е. ослабление дано только в висмуте..

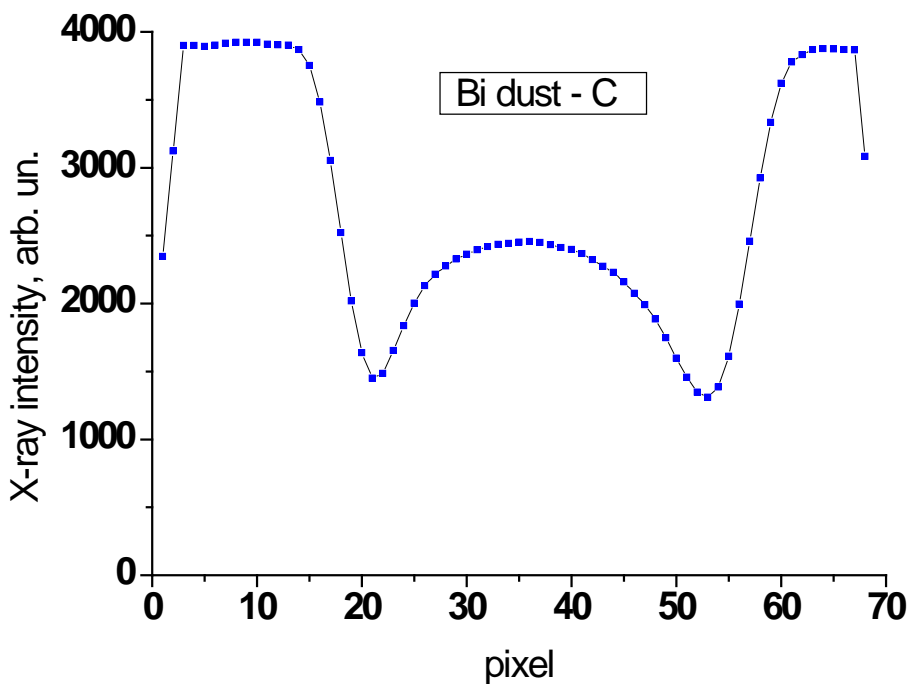


Рис. 29. Зависимость интенсивности рентгеновского излучения, прошедшего через тонкий цилиндрический слой малоплотного висмута при горизонтальном сечении в пикселях у основания свидетеля, который усреднен по ширине 5 пикселей. Ослабление излучения в графитовом стержне – основе исключено, т.е. ослабление дано только в малоплотном висмуте.

## **7. Обсуждение результатов измерения плотности и толщины слоя из наночастиц металлов.**

Представленные для исследований образцы слоев из наночастиц висмута на поверхности графитовых стержней имели слои, существенно разные по толщине, 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 осыпавшемся слоем порошка и стержни до нанесения слоев, 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 размеров рентгеновского источника).

Примененные тестовые объекты исследования позволили показать, что на границе образца прибор дает 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. Неинформативные точки – данные детектора, которые соответствуют интенсивности на детекторе без образца в пределах статистической ошибки в данном конкретном пикселе.

Некоторые толстые слои формировались при 2 или 3 загрузках висмута, что надо было учитывать при измерении плотности, т.к. условия нанесения могли слегка отличаться, что могло приводить к вариации плотности по глубине слоя.

## **8. Заключение.**

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

Разработан алгоритм расчета 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 в внешнем осажденном слое, что позволило исключить при расчете верхнюю 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 ассиметричен, 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 растет по направлению вниз (по высоте, соизмеримой с толщиной 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 связано с наличием конвективного движения газа в камере технологической установки.

Флуктуации значений в отдельных пикселях детектора в небольших областях (например, 5x5 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.

## 8. Использованная литература.

1. Морохов И. Д., Трусов Л. И., Чижик С. П. Ультрадисперсные металлические среды. М., Атомиздат., 1977, 264 стр.
2. N G Borisenko, Yu A Merkul'ev and A I Gromov. Microheterogeneous targets a new challenge in technology, plasma physics, and laser interaction with matter. // Journal of the Moscow Physical Society, 1994, Vol. 4, No 3, pp. 247-273.
3. Н.Г. Борисенко, В.М. Дороготовцев, А.И. Исаков, Ю.А Меркульев, Ю.А. Михайлов, А.И. Никитенко, С.И. Федотов. Сверхрешетка микронеоднородностей в веществе лазерной мишени и устойчивость плазмы при сферическом сжатии. // Краткие сообщения по физике. ФИАН, Москва, 1987, (10), С. 9-11.
4. А.А. Акунец, Н.Г. Борисенко, В.С. Бушуев, А.И. Громов, В.М. Дороготовцев, А.И. Исаков, В.Н. Ковыльников, Е.Р. Корешева, Ю.А. Меркульев, А.И. Никитенко, И.Е. Осипов, В.В. Сутормин, С.М. Толоконников. Технология лазерных мишеней в Физическом институте им. П.Н. Лебедева. // Лазерные термоядерные мишени и сверхпрочные микробаллоны. Труды ФИАН, Т. 220, М., Наука, 1992, С. 3-26.
5. N.G. Borisenko, I.V. Akimova, A.I. Gromov, A.M. Khalenkov, Yu.A. Merkuliev, V.N. Kondrashov, J. Limpouch, V.G.Pimenov, The influence of underdense polymer target with/without high-Z nanoparticles on laser radiation absorption and energy transport. // Journal de Physique IV (France), June 2006, Vol. 133, pp. 305-308.
6. S.Yu.Gus'kov, Yu.A.Merkul'ev. Effective laser absorber – converter to x-ray. // Quantum Electronics. (Russian) 2001, т. 31, №4, pp. 311-317.
7. Atzeni and Meyer-Ter-Vehn. The Physics of Inertial Fusion. London, Oxford University Press, 2005, 660 p.
8. M.D. Rosen and J.H. Hammer. Analytic expressions for optimal inertial-confinement-fusion wall density and wall loss. // Phys. Rev. (2005), **E 72**, 056403, 5 p.
9. P.E. Young, M.D. Rosen, J.H. Hammer, W.S. Hsing, S.G. Glendinning, R.E. Turner, R. Kirkwood, J. Schein, C. Sorce, J.H. Satcher Jr., A. Hamsa, R.A. Reibold, R. Hibbard, O. Landen, A. Reighard, S. McAlpin, M. Stevenson, B. Thomas. Demonstration of the Density Dependence of X-Ray Flux in a Laser-Driven Hohlraum. Phys. Rev. Let. (2008), **101**, 035001, 4 p.
10. L. Ge, K. Nagai, T. Norimatsu et al. A New Method to prepare Minimum-Mass tin EUV targets. // Journal of Physics: Conference Series (2008) V. 112, 032065
11. A.I. Gromov, Yu.A. Merkuliev. Diagnostic Laser Targets. // Laser Thermonuclear Targets and Superdurable Microballoons. Edited by A.I. Isakov, Nova Science Publishers, Inc., 1996, p. 57-72.
12. А.И. Громов, Ю.А. Меркульев, И.В. Платэ, Н.И. Стоенко Применение метода рентгеновской микрорадиографии для измерения толщины и средней плотности покрытия из ультрадисперсного порошка металла. // Краткие сообщения по физике. ФИАН, Москва, 1988, (3), С. 11-13.
13. И.А. Артюков, Н.Г. Борисенко, А.В. Виноградов, Ю.С. Касьянов, В.Г. Пименов, Р.М. Фещенко, А.М. Халенков. Контроль параметров лазерных мишеней с помощью мягкого рентгеновского излучения. // Краткие сообщения по физике, ФИАН, 2006, №4, с. 45-51.
14. N.G. Borisenko, S. Chaurasia, L.J. Dharishwar, A.I. Gromov, N.K. Gupta, P. Leshma, Yu.A. Merkuliev, D.S. Munda, A.S. Orekhov, S. Tripathi. Laser study into and explanation of the direct-indirect target concept. Book of abstract IFSA 2011, p. 218.
15. N.G. Borisenko, A.A. Akunets, I.A. Artyukov, K.E. Gorodnichev, Yu.A. Merkuliev. X-ray tomography of the growing silicagel with density gradient. // Fusion Science and Technologies. 2009, V. 52, May, pp. 477-483.

16. Петров С. И. Физика малых частиц. М., Наука, 1982, 360 стр.
17. Лушников А. А., Негин А. Е., Похомов А. В., Смирнов Б. М. Аэрогельные структуры в газе. // УФН 1991, т. 161, № 2, сс 113-123.
18. Смирнов Б. М. Фрактальный клубок - новое состояние вещества. // УФН, 1991, т. 161, № 8, сс. 141-153.
19. Е.И. Гиваргизов. Рост нитевидных и пластинчатых кристаллов из пара. М., Наука, 1977, 304 с.
20. A.M. Khalenkov, N.G. Borisenko, V.N.Kondrashov, Yu.A. Merkuliev, J. Limpouch, V.G. Pimenov. Experience of microheterogeneous target fabrication to study energy transport in plasma near critical density. // Laser & Particle Beams, 2006, Vol. 24, pp. 283-290.

## X-ray density diagnostics for high-Z metal nanoparticle layers in laser targets

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

### Abstract

A method of measuring high-Z metal nanoparticles layer density using x-ray micro-CT scanner is proposed. This method is founded 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  $t_L$  and is multiplied by density of metal  $D_0$ . These steps make available the density of the layer:

$$D_{eff} = D_0 \cdot t_{eff}/t_L$$

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 micrometers, the density is 130 mg/cc on the bottom and 80 mg/cc on the top. In the report [1] a computer program was presented for “witness” image processing and layer density calculation.

The targets made of low density bismuth were used during the experiments with Nd-laser in the Bhabha Atomic Research Center in Mumbai, India [2].

1. L.A. Borisenko, A.S. Malikova, A.S. Orekhov. Image-processing of low-density metal nanoparticle layers (Bi) from the X-ray tomography Sky-Scan-1074. 4th EMMI Workshop on Plasma Physics with Heavy Ions and Laser Beams.
2. N.G. Borisenko, S. Chaurasia, L.J. Dharishwar, A.I. Gromov, N.K. Gupta, P. Leshma, Yu.A. Merkuliev, D.S. Munda, A.S. Orekhov, S. Tripathi. Laser study into and explanation of the direct-indirect target concept. Book of abstract IFSA 2011, p. 218.