

БАРАШЕНКОВ В.С. и др.
Б1-14-9235.

+

С350

Б-245



ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

4840/75

Б1-14-9235

ДЕПОНИРОВАННАЯ ПУБЛИКАЦИЯ

Дубна 19

75

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Лаборатория ядерных реакций

В.С.Берашенков, А.М.Задорожний, С.П.Третьякова,

В.А.Щеголев

58-14-9285

ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА

ЯДЕРНЫХ ФИЛЬТРОВ

Копия поступила

в библиотеку

20.11.75

Общественная библиотека
Дубна

Дубна,

1975

А Н Н О Т А Ц И Я

Рассмотрены возможности определения диаметра и числа пор ядерных фильтров путем измерения степени их прозрачности и дифракции проходящего сквозь них света. Первый метод характеризуется экспрессностью и удобен для контроля возможных нарушений технологического процесса при поточном изготовлении ядерных фильтров. Дифракционный метод удобен для измерения диаметров пор в интервале 0,7 - 1,5 мк, т.е. на стыке газодинамического и микроскопического методов измерений, и совместно с фотометрическим методом может использоваться для контроля технологического процесса.

2. Фотометрический контроль ядерных фильтров

Фотометрический метод пригоден для фильтров, изготовленных из пропускающих свет материалов, например, из лавсановой или поликарбонатовой пленки. Метод основан на измерении относительных изменений рассеяния света стенками пор фильтра.

Аналогичный метод уже используется фирмой "Нулипоры" для контроля ядерных фильтров, изготавливаемых этой фирмой с помощью атомного реактора. (2)

В качестве светочувствительного элемента мы использовали стандартный микрофотометр МФ-2^м). Исследовались образцы ядерных фильтров, изготовленных из лавсановой пленки толщиной 12 мк, с числом пор от $6 \cdot 10^6$ до $2 \cdot 10^7 / \text{см}^2$. Как контрольный фоновый образец использовалась необлученная лавсановая пленка, обработанная в том же режиме, что и исследовавшиеся ядерные фильтры.

Из рис. I, где приведен спектр света, проходящего сквозь лавсановую пленку, видно, что для фотометрирования можно использовать свет с длиной волны $\lambda > 3100 \text{ \AA}$, т.е. можно применять источник обычного видимого света.

Принцип действия установки весьма прост: изменение интенсивности света, проходящего через исследуемый участок фильтра, регистрируется фотоэлементом, сигнал от которого подается на гальванометр. Показания гальванометра пропорциональны интенсивности проходящего сквозь фильтр света и позволяет судить о нарушениях однородности различных участков этого фильтра.

²⁾ Для некоторых применений ядерных фильтров допустима неоднородность распределения их пор (например, "полосатость" фильтров) при условии, что детали этой неоднородности значительно меньше размеров, используемых фильтруемых поверхностей. Для контроля таких фильтров следует фотометрировать площади, значительно большие размеров допустимых неоднородностей, влияние которых при этом будет устраняться.

На рис. 2 приведены зависимости прозрачности ядерного фильтра от числа пор N при фиксированной величине их диаметра d ²⁾.

Зависимость интенсивности проходящего света оказывается близкой к линейной и позволяет уверенно фиксировать изменения $\Delta N/N = 20\%$ при $d = 0,2$ мк и $\Delta N/N = 5-10\%$ при $d \sim 1-2$ мк.

На рис. 3 показана зависимость интенсивности от диаметра пор ³⁾. Как и в предыдущем случае чувствительность метода возрастает при переходе к большим пористостям.

Следует заметить, что результаты измерений оказываются слабо чувствительными к изменению толщины пленки, однако весьма сильно зависят от прозрачности фильтра.

Проведенные измерения показывают, что рассматриваемый метод может использоваться для контроля диаметров, больших нескольких десятых микрона. В отличие от других методов фотометрический метод позволяет производить экспрессный контроль качества фильтров. Недостатком этого метода является то, что таким путем фиксируется лишь суммарное изменение прозрачности фильтра, которое может быть вызвано как изменением диаметра пор (например, в результате нарушения режима травления), так и изменением их числа (т.е. режима облучения в пучке ионов). Раздельный контроль возможен лишь при условии, если точно известно значение N или d .

Применение фотометрического метода представляется наиболее перспективным для непрерывного контроля нарушенной технологического процесса при точном изготовлении ядерных фильтров.

²⁾ Диаметры пор $d > 1$ мк и соответствующие значения N измерялись с помощью оптического микроскопа, меньшие диаметры измерялись разностатистическим методом ¹.

³⁾ Кривые на рис. 2 и 3 относятся к случаю перпендикулярного облучения пленки пучком ионов. При другой геометрии облучения кривые несколько изменятся.

3. Дифракционный метод измерения под ядерного фильтра

Пройдя сквозь круглую диафрагму, плоская световая волна дифрагирует, в результате чего на экране возникает центральное светлое пятно, окруженное чередующимися темными и светлыми кольцами с освещенностью

$$E(\theta) = 4 \left\{ \frac{J_1(\frac{\pi}{\lambda} \cdot d \cdot \sin \theta)}{\frac{\pi}{\lambda} \cdot d \cdot \sin \theta} \right\}^2 \quad (I)$$

где $J_1(\rho)$ - известная функция Бесселя, d - диаметр поры, λ - длина световой волны, θ - угол рассеяния^{*)}.

Интенсивность света, рассеянного под определенным углом к направлению падающей волны системой случайно распределенных по плоской поверхности круглых диафрагм - ядерным фильтром -, складывается из интенсивностей света, рассеянного под данным углом отдельными диафрагмами (см., например, монографию³). Для каждого фиксированного угла θ эти парциальные интенсивности равны между собой (см. рис. 4), поэтому, собирая с помощью фокусирующей линзы вклад всех диафрагм, мы получим на экране дифракционную картину, идентичную дифракционной картине, создаваемой одной диафрагмой, но многократно усиленную по интенсивности.

Измерив на экране радиусы темных и светлых дифракционных колец R_i , определим диаметр поры фильтра

$$d = \frac{\lambda \xi_i}{\pi R_i} \sqrt{R_i^2 + h^2} \quad (2)$$

где ξ_i - значения аргумента, при которых функция $J_1(\rho)$ принимает минимальные и максимальные значения. Для первого темного кольца $\xi_1 / \pi = 1,22$, для следующего за ним светлого кольца

$$\xi_2 / \pi = 1,64.$$

*) $\sin \theta = \frac{R}{\sqrt{R^2 + h^2}}$, где R - радиус кольца, а h - расстояние между экраном и ядерным фильтром, на котором происходит дифракция.

Следует, однако, иметь в виду, что лавсановый фильтр прозрачен для видимого света, но его показатель преломления примерно в полтора раза отличается от показателя преломления воздуха, поэтому этот фильтр по отношению к падающей световой волне ведет себя как фазовый экран. Свет, проходящий сквозь пленку между порами, накладывается на описанную выше дифракционную картину, снижая ее контрастность. Этим определяются пределы применимости метода (см. ниже).

Установка для измерения диаметра пор ядерных фильтров изображена на рис.5.

Свет от источника I (например, ртутной лампы), проходя через конденсор 2 и светофильтр 3, попадает на изучаемый ядерный фильтр 4. Рассеянный этим фильтром свет собирается линзой 5. Фотоумножитель 6 может перемещаться в фокальной плоскости линзы и измерять освещенность в различных ее точках. Пропорциональный освещенности фототок подается на усилитель постоянного тока 8, с выхода которого снимается регистрируемый сигнал 9.

Практически с помощью такой установки удается измерить диаметры $d/\lambda \gtrsim 3$; дифракционная картина, создаваемая фильтрами с меньшими значениями d , оказывается слишком нечеткой.

На рис.6 приведены примеры дифракционных кривых, полученных с использованием света ртутной лампы при различных длинах волн λ (фотоумножитель перемещался от диффузного края дифракционной картины к ее центру). Если не считать центрального пятна, то экспериментальные кривые вследствие наложения фона недифрагировавшегося света не имеют четких минимумов и максимумов, как это можно было бы ожидать на основе формулы (1). Начало плато дифракционной кривой можно приближенно принять за

центр первого светлого кольца, а конец этого плата - за центр первого темного дифракционного кольца. Соответствующие значения d приведены в таблице I (на рис. 6 указаны средние значения $d = (d_c + d_1)/2$. Ошибка измерений $\Delta d/d$, происходящая в основном из-за неточности определения положения центров дифракционных колец, составляет около 10%.

Для сравнения в таблице I приведены также результаты непосредственного измерения диаметра пор с помощью микроскопа МБИ-3. Как видно, в области 1,5 - 2 мк результаты обоих методов хорошо согласуются.

Если использовать линию ртутной лампы $\lambda = 2540\text{Å}$, для которой лавсановая пленка непрозрачна (при этом снижается фон недифрагировавшего света), то рассматриваемым методом можно измерять диаметры пор вплоть до $d = 0,7$ мк.

Возможность измерения пор в области $d \sim 1$ мк представляется особенно важной, поскольку эта область находится на стыке двух основных используемых сейчас методов измерений, газодинамического и микроскопического, - там, где эти методы приводят к значительным ошибкам.

Дифракционный метод позволяет получить результат в течение приблизительно 10 мин., измерение диаметра производится независимо от величины пористости фильтра, метод не требует специального закрепления фильтра и может использоваться непосредственно на технологической линии для периодического контроля режима изготовления фильтров, а также для периодической калибровки значений d при совместном использовании с описанным в предыдущем разделе фотометрическим методом.

ПОЯСНЕНИЯ К РИСУНКАМ

Рис. 1. Кривая пропускания света с длиной волны λ лавсановой пленкой толщиной 12 мк. ✓

Рис. 2. Зависимость прозрачности фильтра от числа пор N .
Кривые аппроксимируют измерения для фильтров с указанными на рисунке диаметрами пор d (в микронах).

Рис. 3. Зависимость прозрачности фильтра от диаметра пор.
Кривые аппроксимируют результаты измерений для фильтров с указанным на рисунке числом пор ($N \cdot 10^7/\text{см}^2$).

Рис. 4. Дифракция света на системе одинаковых диафрагм в направлении угла θ .

Рис. 5. Схема установки для измерения диаметра пор ядерного фильтра.

Рис. 6. Распределение освещенности в дифракционной картине, создаваемой ядерными фильтрами с различными диаметрами пор.

Указанные значения d рассчитаны по формуле (2),
 λ - длина волны света, V - показание регистрирующего прибора. Пунктиром отмечены положения первого светлого и первого темного дифракционных колец.

ТАБЛИЦА I.

Диаметры пор ядерных фильтров, определенные с помощью микроскопа (d_M) и с помощью формулы (2) по первому светлomu (d_c) и первому темному (d_T) дифракционным кольцам.

d_c , мк	d_T , мк	d_M , мк
2,2	2,1	2,2
2,0	1,9	1,9
1,9	1,8	1,9
1,7	1,5	1,5

ЛИТЕРАТУРА

1. Г.Н.Акапьев, В.С.Барашенков, Л.И.Самойлова, С.П.Третьякова, В.А.Щеголев; "К методике изготовления ядерных фильтров", депонированная публикация ОИЯИ В1-14-8214, Дубна, 1974.
2. Патент США № 3517203, 23.6.1970.
3. Р.Дитчберн; "Физическая оценка", изд-во "Наука", М., 1965.

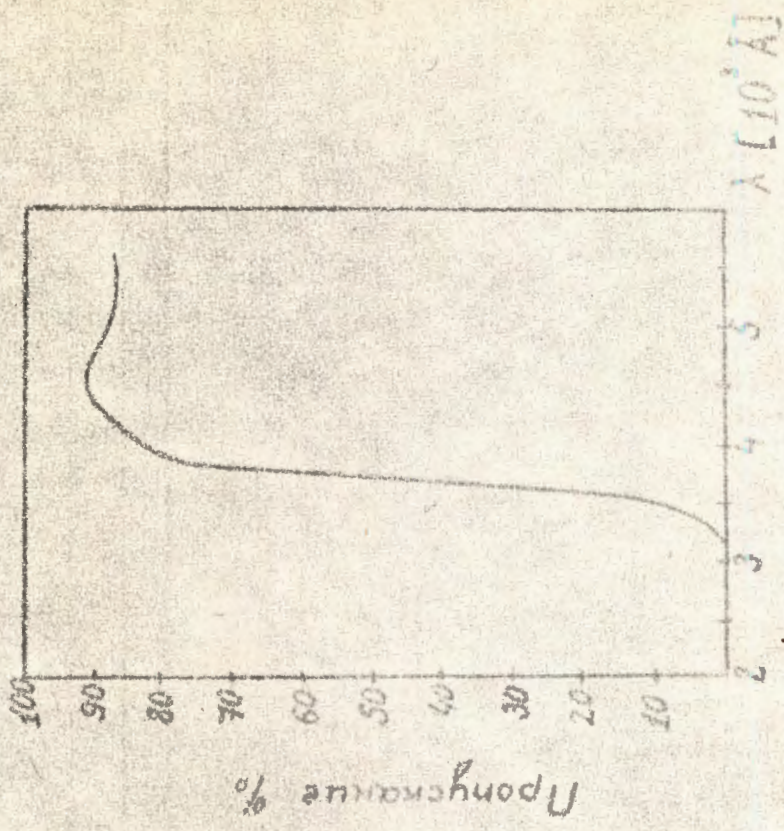


Рис. 1

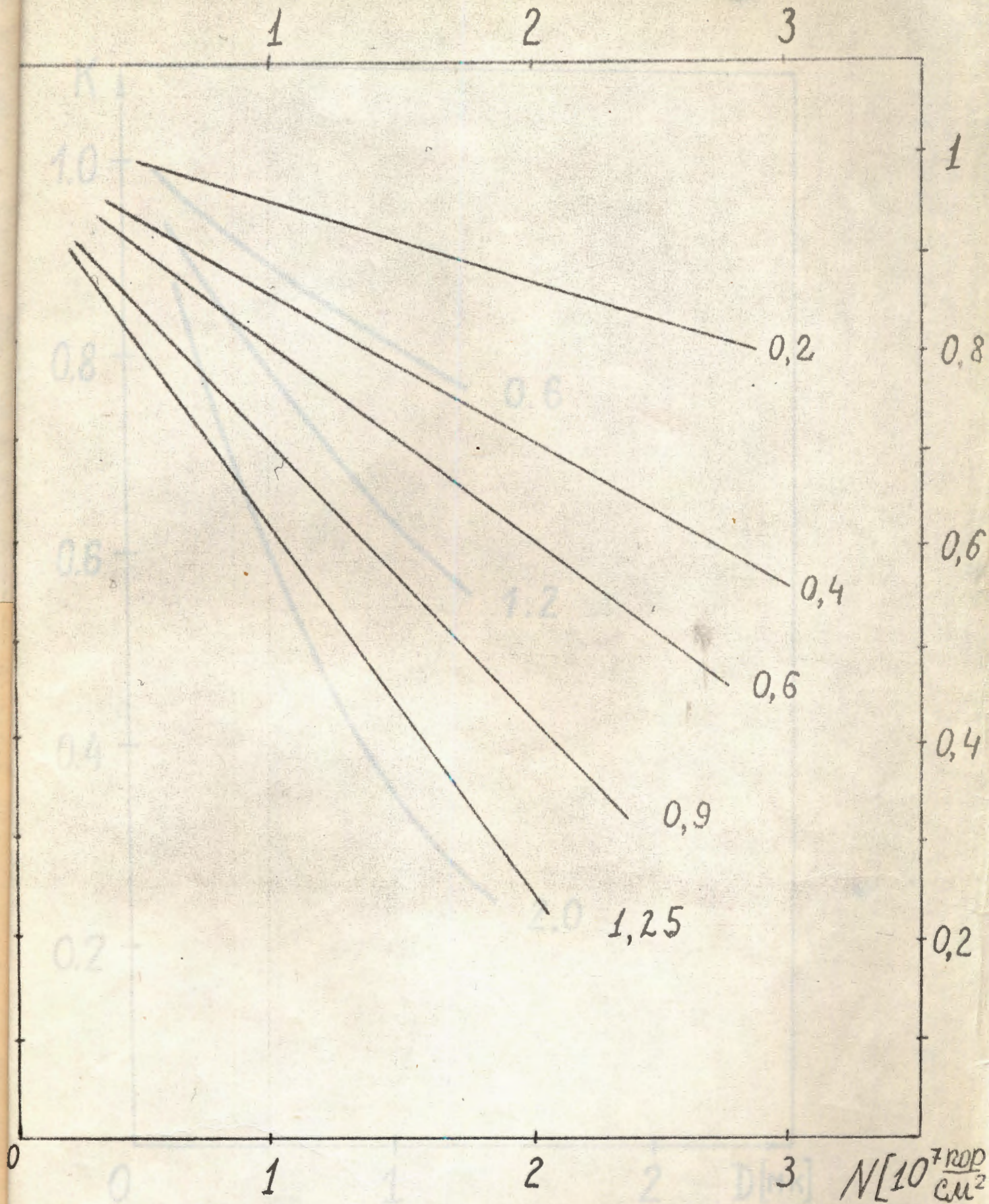


Рис. 2

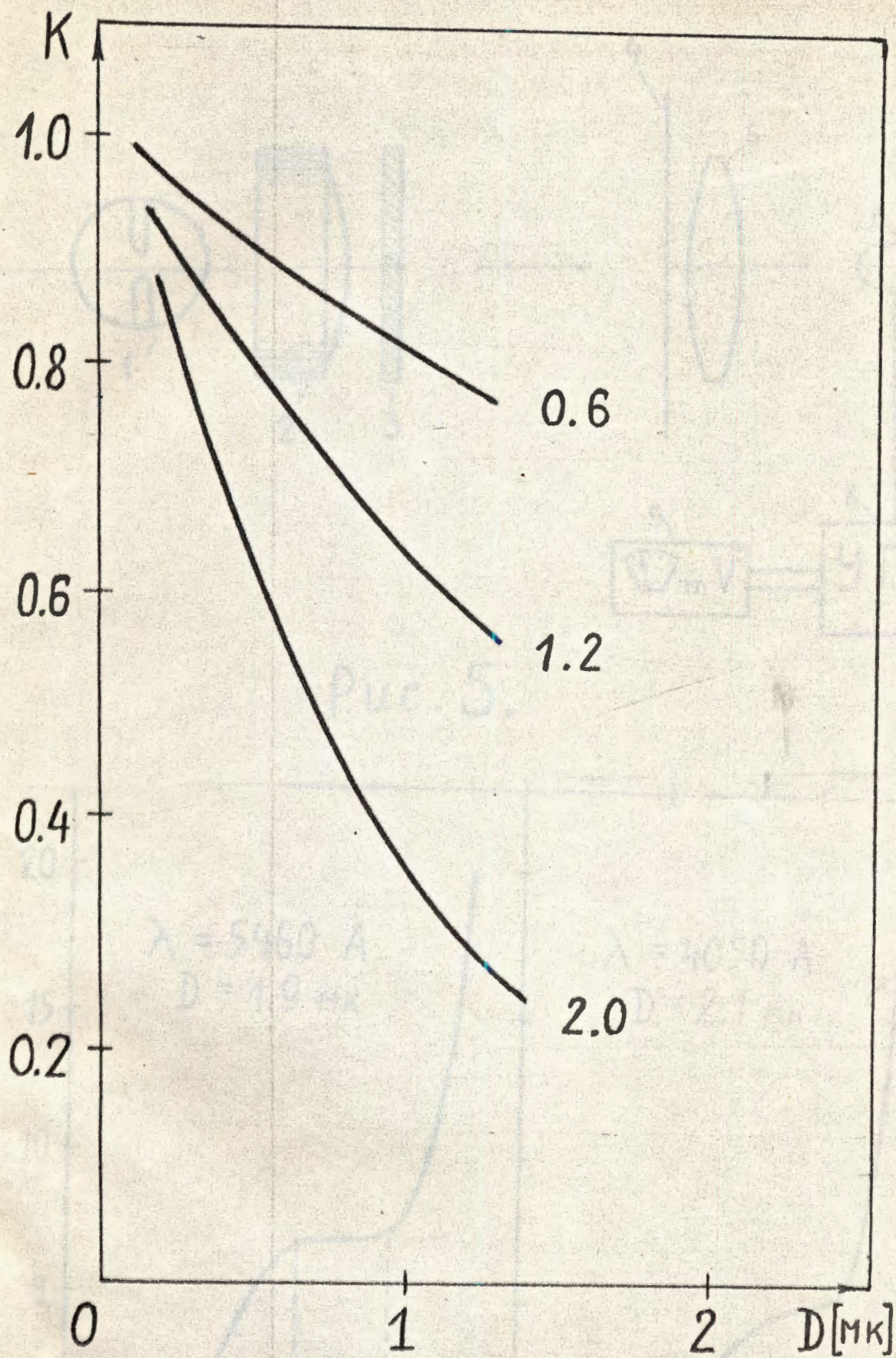


Рис. 3

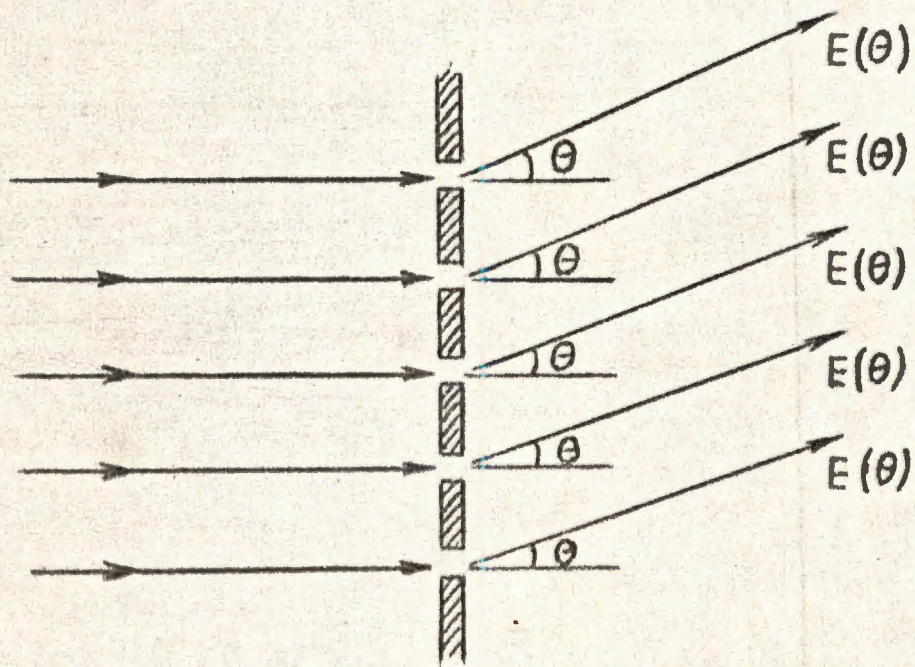


Рис. 4

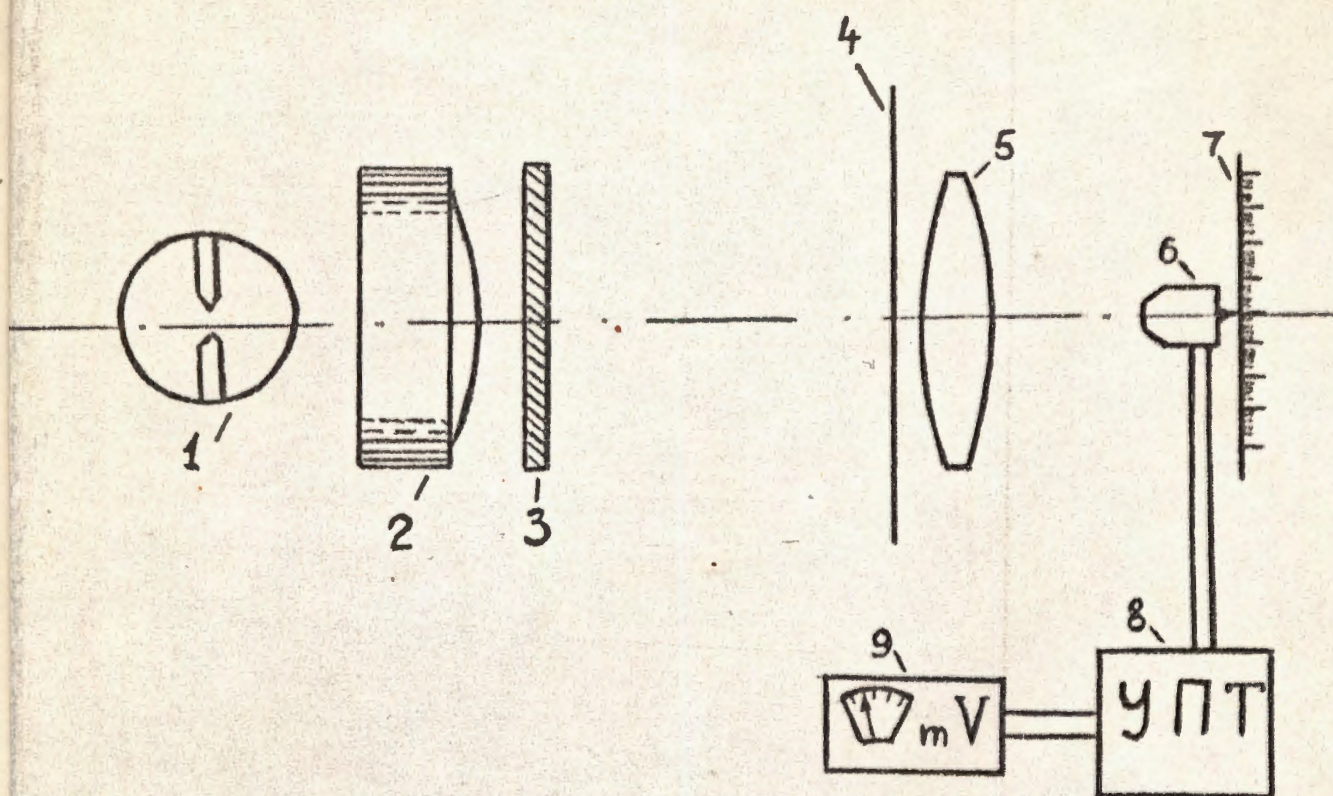


Рис. 5.

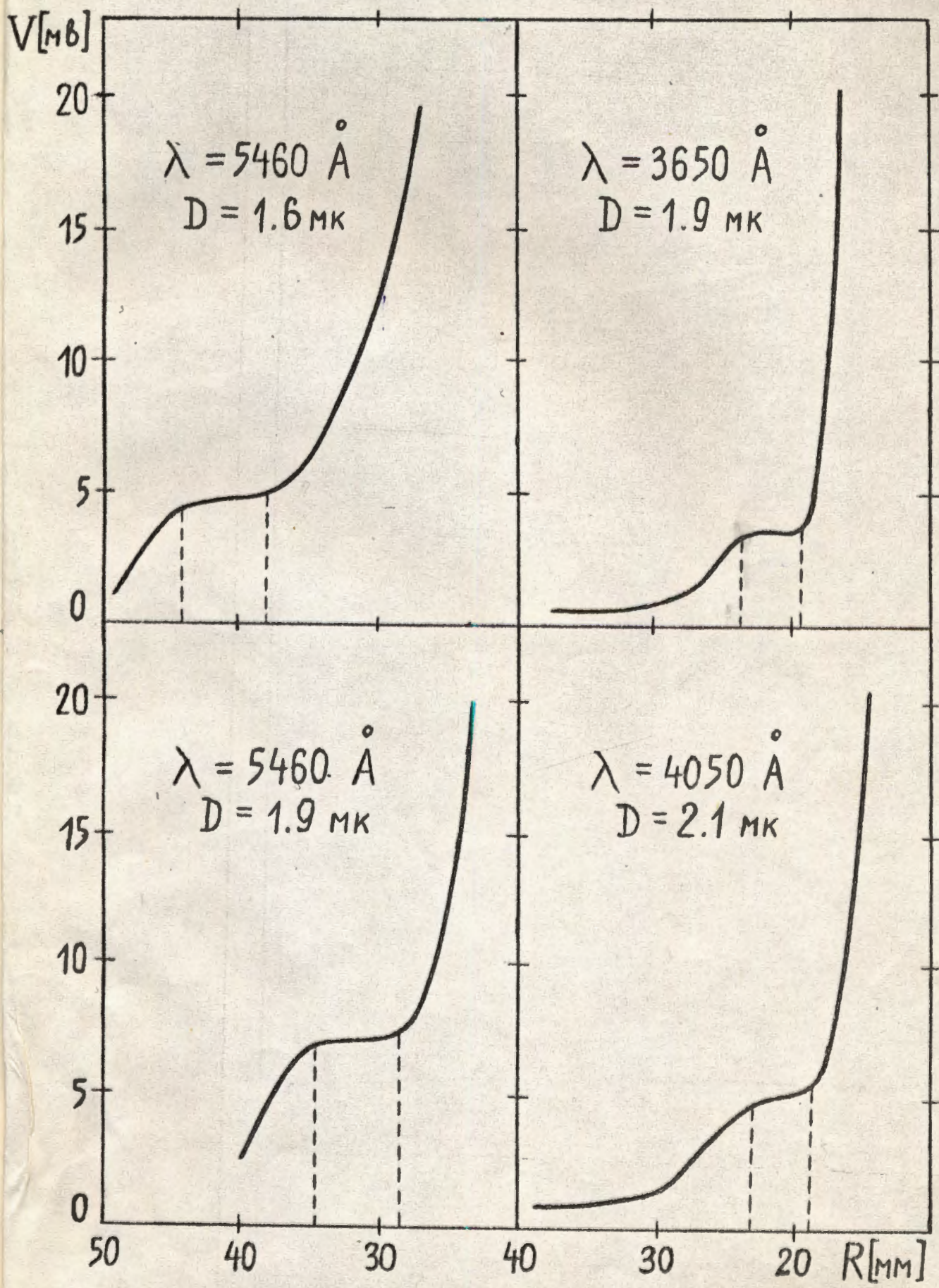


Рис. 6