

СТРУКТУРНО-ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ОБРАЗЦОВ КАТОДА ПРОПОРЦИОНАЛЬНЫХ МЮОННЫХ КАМЕР ПОСЛЕ РЕСУРСНЫХ ИСПЫТАНИЙ

В. И. Кирейчева, М. А. Игонина, И. А. Карпов, М. Э. Бузоверя

ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ», г. Саров Нижегородской обл.

Одной из проблем применения газоразрядных детекторов в современных физических экспериментах с высокой радиационной нагрузкой, например эксперимента на Большом Адронном Коллайдере (LHC), является деградация их рабочих характеристик – старение. Один из основных детекторов на Коллайдере – компактный мюонный соленоид (CMS), предназначенный для детектирования мюонов. Мюонная система CMS состоит из 540 катодных стриповых камер CSC (Cathode Strip Chamber). Производство такого большого количества камер требует тщательного исследования их свойств. В первую очередь, это касается гарантированного обеспечения необходимого времени их функционирования в условиях реального эксперимента [1, 2].

Эксперимент по изучению устойчивости многопроволочных пропорциональных камер (MWPC) к процессам старения проводится на прототипах мюонных камер CSC в Петербургском институте ядерной физики (ПИЯФ) на стенде ATS (Aging Test Station) [3]. Для имитации радиационного воздействия на детектор во время его эксплуатации проводится облучение образцов FR4-катода пропорциональных мюонных камер электронами или гамма-квантами. Оценка состояния поверхности катода после проведенных облучений показала, что в камерах возникает катодный тип старения, связанный с деградацией поверхности этого электрода. Старение катода обычно приводит к резкому возрастанию токов утечки камер и электрическим пробоям [4].

В связи с вышеизложенным, целью настоящей работы являлась отработка комплекса методик, позволяющих оценить состояние поверхности FR4-катода после ресурсных испытаний.

Для исследования характеристик образцов FR-4 катода после ресурсных испытаний был опробован алгоритм комплексного исследования материалов с применением атомно-силовой микроскопии (АСМ) и ядерно-сканирующего микронзонда (ЯСМЗ), ранее эффективно используемых для исследования характеристик бериллия [5].

1. Объект исследования

Образцы катода были взяты из прототипа мюонных камер CSC, который прошел ресурсные испытания на стенде старения ATS в ПИЯФ. Прототип камеры (рис. 1) облучался в течение месяца β -источником ^{90}Sr в центральной зоне детектора, площадью 6 см^2 . В результате облучения в прототипе образовалась окисленная зона, площадью в 10 раз большей зоны облучения.

На рис. 1 слева расположена фотография прототипа пропорциональной камеры CSC. Выемки в плоскости камеры (точки А, В, С и т.д.) используются для контроля амплитуды сигнала (использовался источник рентгеновских фотонов ^{55}Fe). В центре прототипа находится зона облучения β -источником ^{90}Sr для проведения ресурсных испытаний на старение. Справа изображена схема комму-

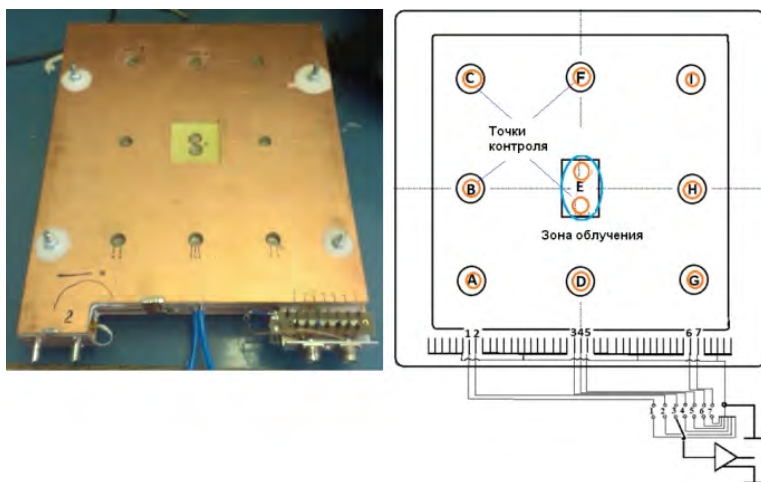


Рис. 1. Фотография тестового прототипа (слева) и схематичное изображение его поверхности (справа)

тации считывания сигналов с анодных проволочек на предусилитель и точки контроля амплитуды сигнала.

В качестве объектов исследования были взяты материалы FR4-катада в точках: D-E (расположен вне зоны облучения), E (расположен в центральной зоне облучения). Далее по тексту образец 1 и 2 соответственно. Катод изготовлен из фольги омедненно-го сотового стеклопластика FR4 толщиной 35 мкм. Образцы представляют собой диски, радиусом 23 мм, высотой 1 мм.

2. Методы исследования

Структурная характеристика образцов проводилась на сканирующем зондовом микроскопе СЗМ «Solver Next» производства ОАО «НТ-МДТ» г. Зеленоград [6]. Все измерения выполнялись на воздухе при нормальных условиях в полуконтактном режиме сканирования (tapping-mode). Резонансная частота сканирования 0,6 Гц, размер скана 90х90 мкм.

АСМ-сканы обрабатывались с помощью пакета программ для анализа изображений Nova для СЗМ «Solver Next» [6]. Выполнялись:

- анализ профилей поверхности сечения (Section Analysis);
- анализ шероховатости поверхности на разных областях сканирования (Roughness Analysis);
- определение геометрических и морфометрических параметров микроструктур разного масштабов уровня.

Элементный анализ проводился на установке «Микрозонд ЭГП-10» методом RBS (обратное резерфордовское рассеяние) [7].

Параметры зонда: протонный микропучок с энергией протонов 4 МэВ, размер зонда (диаметр пучка протонов) ~30 мкм, ток $\approx 0,15$ пА. Растр сканирования 300×300 пикселей (~ 300×300 мкм), шаг сканирования 5 пикселей (~5 мкм).

Метод RBS: Время набора интегрального спектра составляло 3600 секунд для образцов 1 и 2.

Выбор метода RBS обусловлен тем, что в составе рабочей смеси содержатся элементы Ag, C, O, F. Это позволяет предположить, что именно они вызывают деградацию медного покрытия.

3. Результаты и их обсуждение

Перед элементным анализом была проведена структурная характеристика образцов методом АСМ.

На рис. 2 и 3 приведены характерные АСМ-сканы образцов 1 и 2 размером 90×90 мкм. Анализ сканов показал, что образцы отличаются характером распределения включений и дефектов. Поверхность образца 2 имеет более развитый рельеф с порами и трещинами разного размера.

Предварительные выводы визуальной оценки были идентифицированы с помощью штатного программного пакета Nova в 24 точках. На рис. 2 и 3 приведены примеры АСМ-сканов образцов 1 и 2 с анализом профиля их поверхности. В табл. 1 приведе-

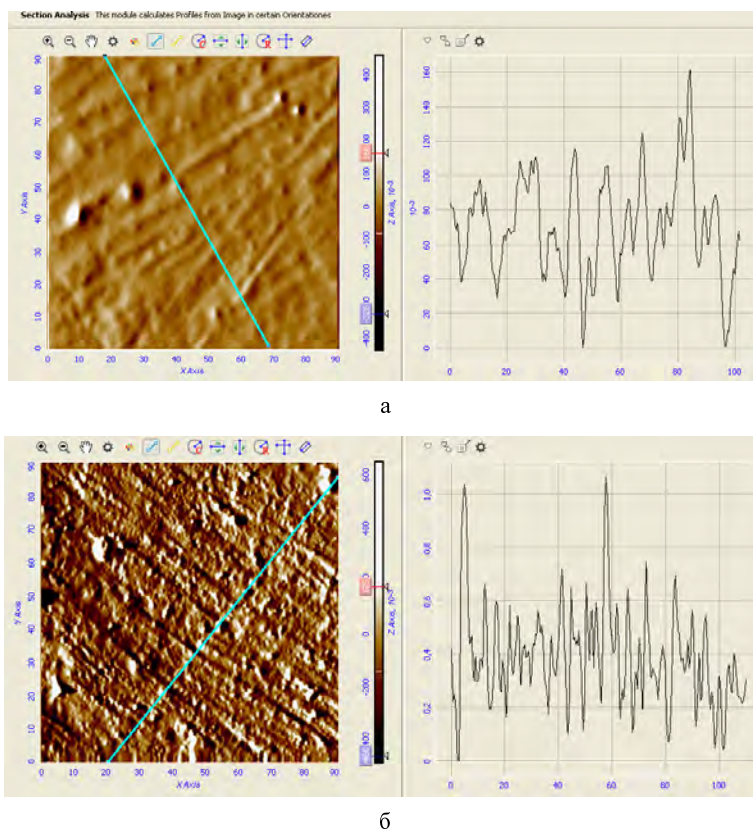


Рис. 2. АСМ-скан образца 1 с анализом профиля поверхности, 90×90 мкм: а – центральная точка, б – точка 1, край

ны результаты анализа поверхности образцов с помощью программного пакета Nova.

Видно, что материал образца 1 неоднороден: имеются области плотной, хорошо организованной (рис. 2а) и области рыхлой, дефектной структуры, характерной для края образца (рис. 2б). Многокаскадный профиль и наличие сложного выхода из пор (ступенчатый переход) свидетельствует о многослойной структуре покрытия (рис. 2а).

На рис. 3 приведен характерный вид поверхности образца 2. Поверхность образца 2 дефектна по всей площади, что хорошо согласуется со схемой эксперимента (см. рис. 1). Этот образец расположен в центральной зоне облужения.

Образцы характеризуются гетерогенным характером включений и пор. Образец 1 содержит крупные агломераты размером порядка 13 мкм и мелкие включения размером – от 5 до 7 мкм. В образце 2

содержатся включения малого размера ~2 мкм, а крупные включения имеют размер ~10 мкм.

Шероховатость образца 2 выше, что свидетельствует о высокой степени деградации материала. Размер пор и включений меньше, однако, их количество значительно больше. Можно предположить, что идет фрагментация крупных включений, которые находились в исходном состоянии материала покрытия. Более подробную картину с количественной оценкой распределения включений и пор можно получить с помощью программного пакета Nova Grains Analysis [4].

После анализа структуры был проведен элементный анализ образцов на установке «Микрозонд ЭГП 10». Получены спектры RBS (рис. 4, 5). Результаты расшифровки спектра по основным примесям представлены в табл. 2.

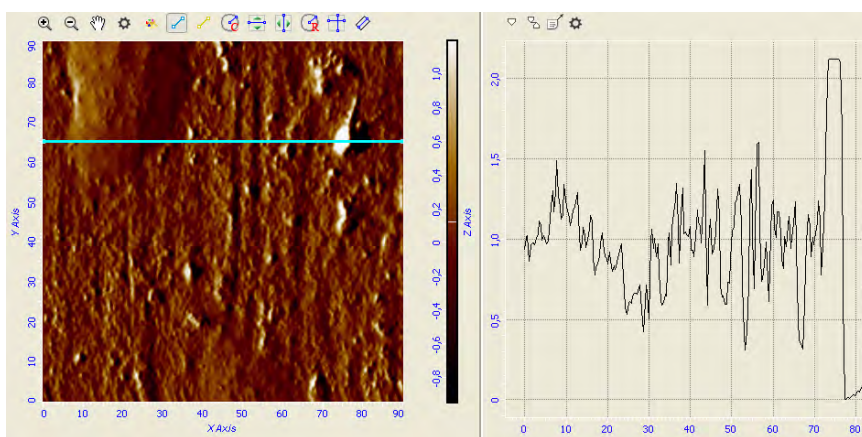


Рис. 3. АСМ-сканы образца 2 с анализом профиля поверхности, 90×90 мкм

Таблица 1

Результаты измерений по профилям сечения АСМ-сканов образцов

N, образца	Морфологические параметры			
	Средняя шероховатость S_a , нм	Перепад высот Δh , нм	Включения, мкм	Поры, мкм
1	155,4	747,6	7-13	5-10
2	251,5	1511,6	2-10	2-5

Таблица 2

Концентрация основного и примесных элементов в образцах FR4-катада

Элементы	Cu	O	C
Процентный состав, образец 1			
%	94,66	4,41	0,93
Толщина слоя, мкм	33,1	1,54	0,32
Процентный состав, образец 2			
%	89,79	6,17	4,04
Толщина слоя, мкм	31,4	2,15	1,4

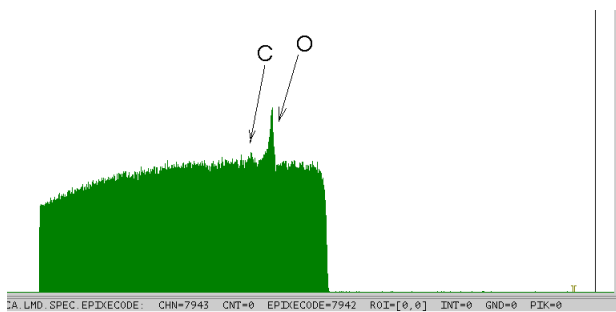


Рис. 4. RBS спектр от образца 1 в области примесей

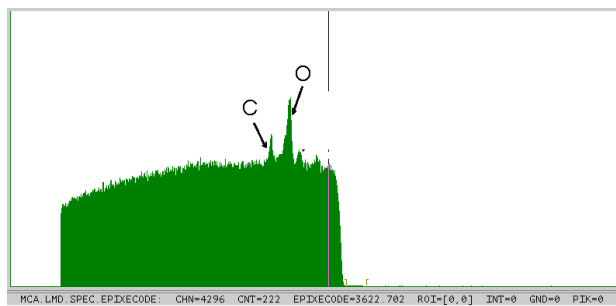


Рис. 5. RBS спектр от образца 2 в области примесей

Анализ элементного состава показывает, что основная примесь в образцах – кислород.

Заключение

1. Комплексное исследование с применением метода АСМ и ЯСМЗ позволяет оценить степень деградации образцов FR-4-катода прототипа мюонных камер CSC после имитационного старения.

Структурная характеристика образцов FR-4-катода методом АСМ показала, что:

– структура образца 2, находящегося в центральной зоне облучения, более дефектна, чем у образца вне зоны облучения; перепад высот профиля

поверхности отличается в 2 раза; средняя шероховатость поверхности – в 1,5 раз;

– методом RBS определен элементный состав: основными примесями в образцах FR-4-катода после ресурсных испытаний являются кислород и углерод. Глубина окисленного слоя составляет $\sim(1,5-2)$ мкм. Содержание меди в зоне облучения падает до $\sim 89,79\%$.

2. Апробированный алгоритм комплексного исследования будет, впоследствии, доработан и применен для анализа других образцов FR-4-катодов.

Литература

1 http://nuclphys.sinp.msu.ru/experiment/detectors/det_c/cms

2. Крившиц А. Г. Разработка, создание и использование газоразрядных детекторов частиц для экспериментов в физике высоких энергий. Автореферат доктор. диссертации, Дубна, 2010 г.

3. http://hepd.pmpi.spb.ru/hepd/events/abstract/2015/HEP_Seminar_ATS_01_12_15

4. Пирогов А. В., Малехонова Н. В., Бобров А. И., Кривулин Н. О., Павлов Д. А. Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия, Электронное учебно-методическое пособие, Н. Новгород, 2014.

5. Бузоверя М. Э., Карпов И. А., Шишпор И. В., Кирейчева В. И. Элементный анализ бериллиевых образцов на установке «Микрозонд-ЭГП-10». Сборник трудов 66-ой международной конференции «ЯДРО-2016» по проблемам ядерной спектроскопии и структуре атомного ядра. Саров, 2016. С. 173.

6. Image Analysis 3.5. Модуль обработки изображений. Руководство пользователя. Зеленоград: НТ-МДТ.-2009. С. 205.

7. Карпов И. А., Виноградов Ю. И. и др. Результаты физического пуска ядерного сканирующего микрозонда на базе ускорителя ЭГП-10. Сборник трудов 61-ой международной конференции «Ядро-2011» по проблемам ядерной спектроскопии и структуре атомного ядра. Саров, 2011. С. 222–223.