



**ПЕТЕРБУРГСКИЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ  
им. Б.П.Константинова**

**Метод восстановления  
состаренных газоразрядных  
детекторов в газовом разряде  
 $\text{SF}_4/\text{CO}_2$**

*Г.Гаврилов, Д.Аксёнов, В.Вахтель, А.Крившич,  
Д.Майсузенко, А.Фетисов, Н.Швецова.*

## **Содержание:**

- 1. Стенд для исследования процессов старения и восстановления**
- 2. «Классическое старение» -  $Q \leq 1$  С/см**
- 3. Распухание анодных проволочек в газовой смеси  $Ar/CO_2/CF_4$  -  $Q \geq 1$  С/см**
- 4. Метод восстановления проволоочки в газовом разряде  $80\%CF_4+20\%CO_2$**
- 5. Многократное восстановление детектора**
- 6. Заключение**

# Старение - деградация характеристик газовых детекторов

Степень деградации рабочих параметров детектора зависит от величины: **аккумуляированного заряда  $Q$  на ед. длины проволоочки**

Следствие -

- Сокращение плато эффективности из-за падения амплитуды;
- Ухудшение  $dE/E$  разрешения;
- Возрастание темновых токов;
- Самостоятельные токовые разряды;
- Искрение и пробой.

$$Q = G \cdot F \cdot T \cdot n \cdot e$$

$G$  – КГУ;  $F$  – интенсивность;  $T$  – время облучения;  $n$  – первичная ионизация

## Оценка скорости старения

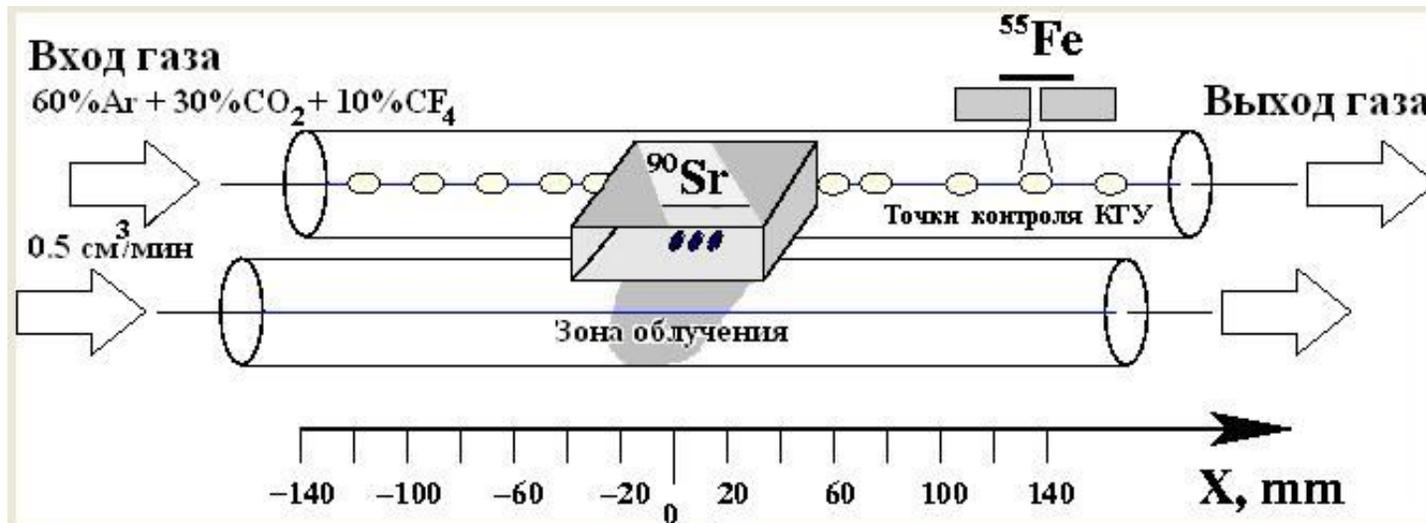
$$R = -\frac{1}{G} \cdot \frac{dG}{dQ} \quad - \quad [\%/(C/cm)]$$

**B.Schmidt: "Detectors are like us: aging is unavoidable, surviving in a good shape is the main issue."**

Единица измерения заряда  $Q$ :

$C/cm$  – проволоочки или стрипа в MWPC, MSGC  
 $C/cm^2$  или  $C/mm^2$  (RPC, GEM, MicroMegas)

# Экспериментальная установка по исследованию процессов старения



➤ Облучение β-источником <sup>90</sup>Sr  
плотность тока:

$$J=0.97 \mu\text{A}/\text{cm}$$

➤ Контроль КГУ <sup>55</sup>Fe γ-источник ( $E_\gamma=6 \text{ keV}$ )



Следов Si в газовой системе и смеси не обнаружено

➔  
Главная мода старения - swelling

# «Классическое» старение сегодня

- При подготовке экспериментов на LHC проанализированы все современные материалы для газоразрядных детекторов

## Conductive Epoxy

Source	Name
CERN/GDD	TRADUCT 2922
HERA-B/OTR	SILBER LEITKLEBER 3025 (A+B)
ATLAS/TRT	TRABOND 2902

## 'Rejectable' Epoxy Compounds Room-T Curing

Source	Product	Outgas	Effect in G.D.	Result
CERN/GDD	ARALDITE AW 106 (Hardener HV 935 U)	YES	-	BAD
CERN/GDD	DURALCO 4525	YES	YES	BAD
CERN/GDD	DURALCO 4461	YES	YES	BAD
CERN/GDD	...A40	YES	-	BAD
CERN/GDD	...L 8862 (263)	YES	-	BAD
CERN/GDD	...A 155	YES	-	BAD
CERN/GDD	...95	YES	-	BAD
CERN/GDD	...3 (UV)	YES	-	BAD

## Adhesive T

## Outgassing Tests of Leak Sealers

Source	Material	Type	Outgas	Effect in G.D.	Global Result
CERN/GDD	VARIAN Torr-Seal	Solvent-free epoxy resin	NO	NO	OK
CERN/GDD	RHODORSIL CAF4	Caoutchouc Silicone RTV	NO	in very small quantities	OK ?
CERN/GDD	DOW CORNING R4-3117 RTV	Silicone based	YES	in very small quantities	OK ?
HERA-B/OTR	LOCTITE 5220	Polyurethane-based	YES	-	BAD

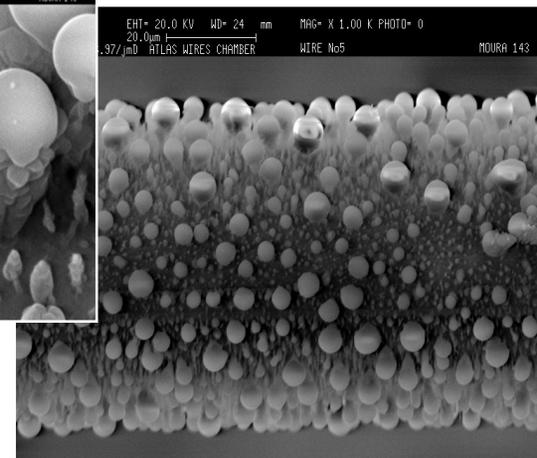
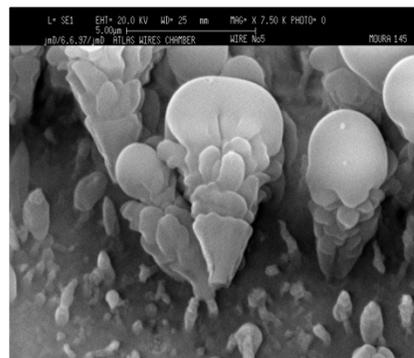
- Список компонент рабочих газовых смесей сократился: Ar / Xe / CO<sub>2</sub> / CF<sub>4</sub> / O<sub>2</sub>

- Главная причина старения - образование осадков Si

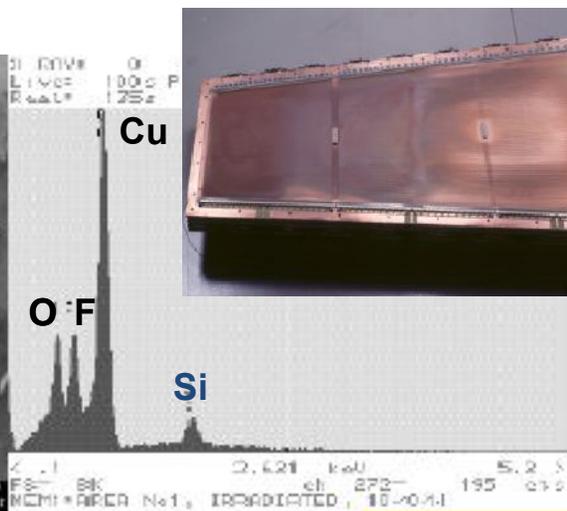
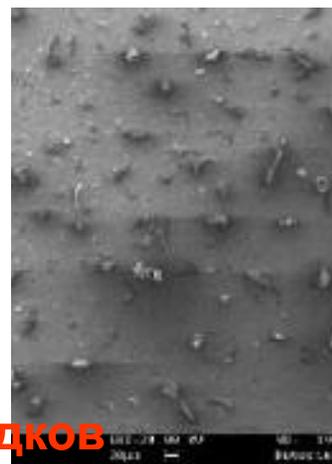
Источники: герметики, вакуумные уплотнения, смазка

Образование осадков при  $Q < 1 \text{ C/cm}$

## Si образования на аноде



## Si образования на катоде



# Удаление осадков Si, SiO<sub>2</sub> в газовом разряде 80%CF<sub>4</sub>+20%CO<sub>2</sub>

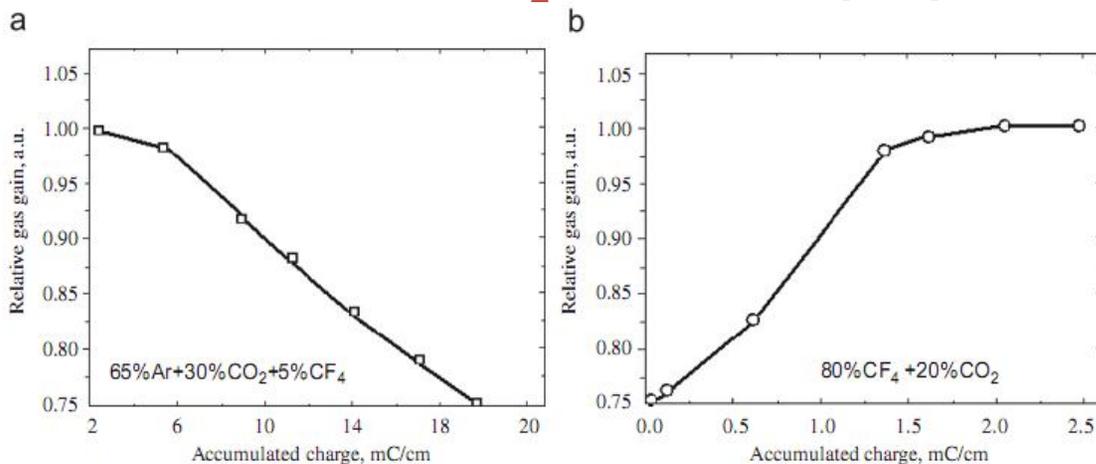


Fig. 15. (a) Dependence of the relative gas gain in the zone irradiated by <sup>90</sup>Sr versus charge accumulated by the anode wires. The aging performed using magnet chambers gas mixture. (b) Dependence of the relative gas gain during the recovery procedure with glow discharge versus the accumulated charge of

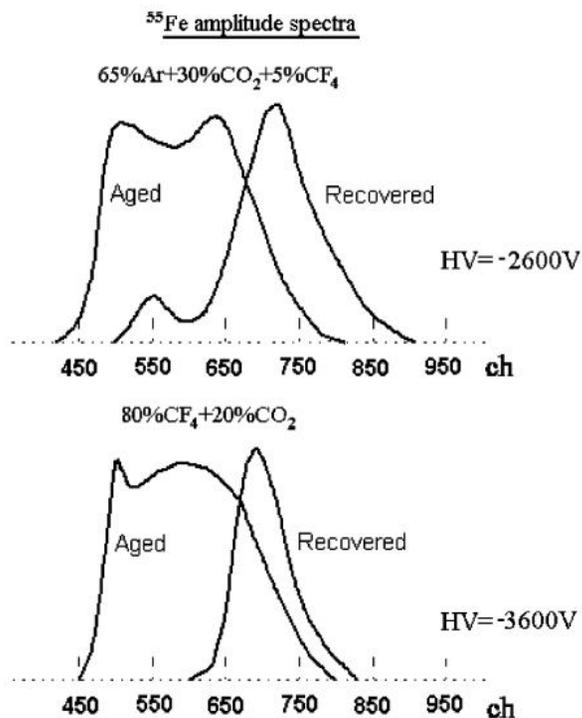


Fig. 16. A comparison of the charge spectrum shape after exposure to gas mixtures Ar/CO<sub>2</sub>/CF<sub>4</sub> and CF<sub>4</sub>/CO<sub>2</sub>.

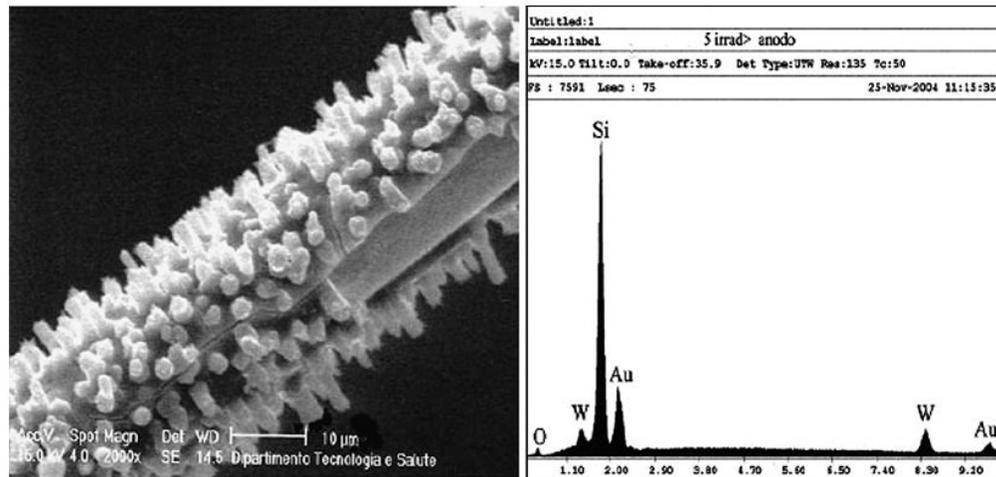
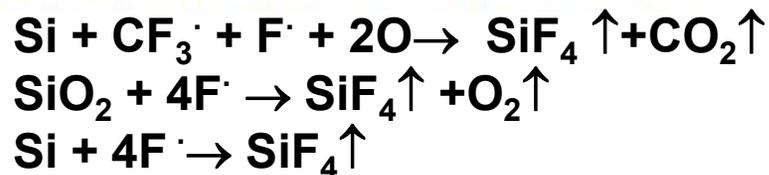


Fig. 11. SEM micrograph of the anode wire irradiated in the fifth test point (see Fig. 6) after accumulation of  $Q_{\text{anode}}^{\text{point 5}} = 32 \text{ mC/cm}$  and XEM spectra of the deposits on the surface.

# Распухание анодных проволочек в Ar/Xe/CO<sub>2</sub>/CF<sub>4</sub>

**Active radicals**

**Radiation**

**wire**

**Au**

**W**

**Before irradiation**

**Radiation**

**O•**

**wire**

**W + O•**

**After irradiation**

**Chemical reactions:**

$$e^- + CF_4 \rightarrow CF_3^+ + F^- + 2e^-$$

$$e^- + CF_4 \rightarrow CF_3^\cdot + F^\cdot + e^-$$

$$e^- + CF_4 \rightarrow CF_2^\cdot + 2F^\cdot + e^-$$

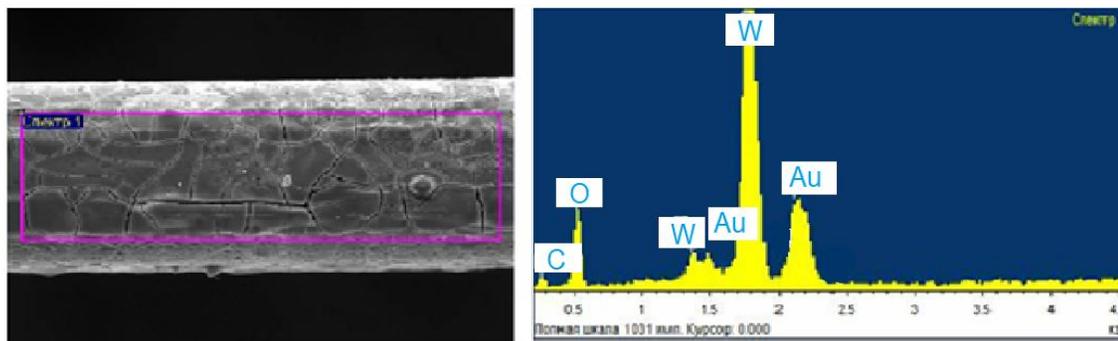
$$e^- + CO_2 \rightarrow CO^\cdot + O^\cdot + e^-$$

$$e^- + CO_2 \rightarrow CO^\cdot + O^-$$

$$e^- + CO_2 \rightarrow C^\cdot + O^\cdot + O^-$$

**O• + W → WO<sub>x</sub>**

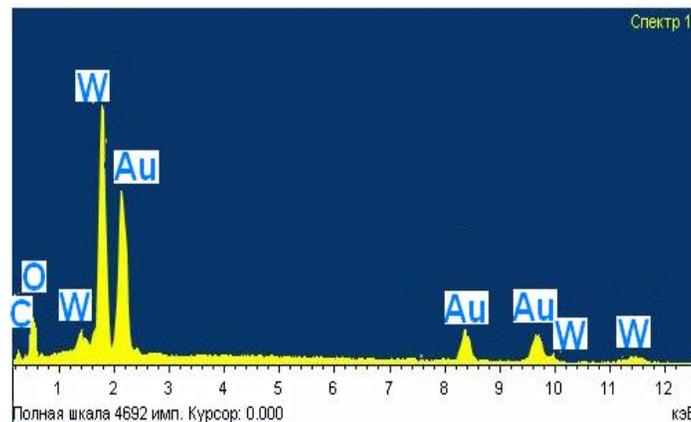
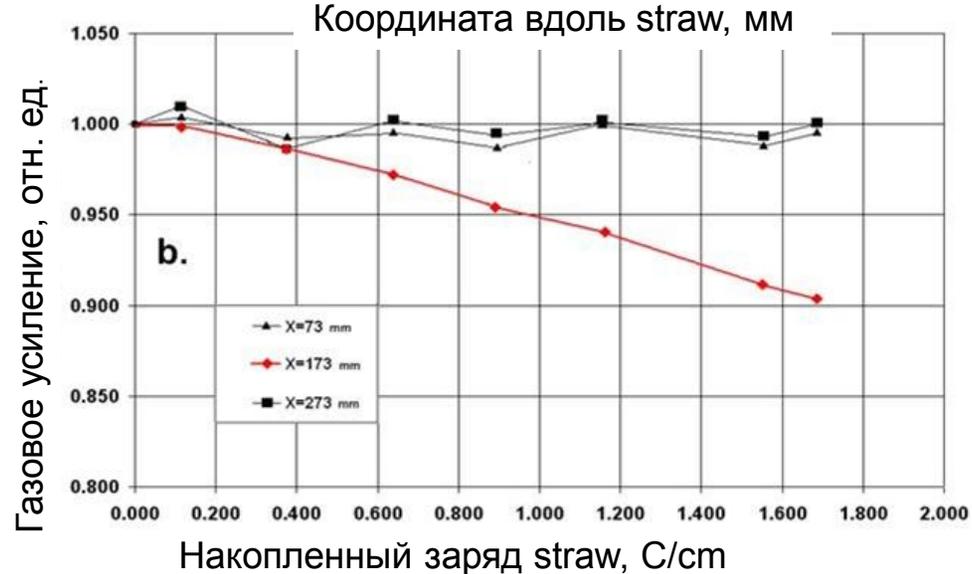
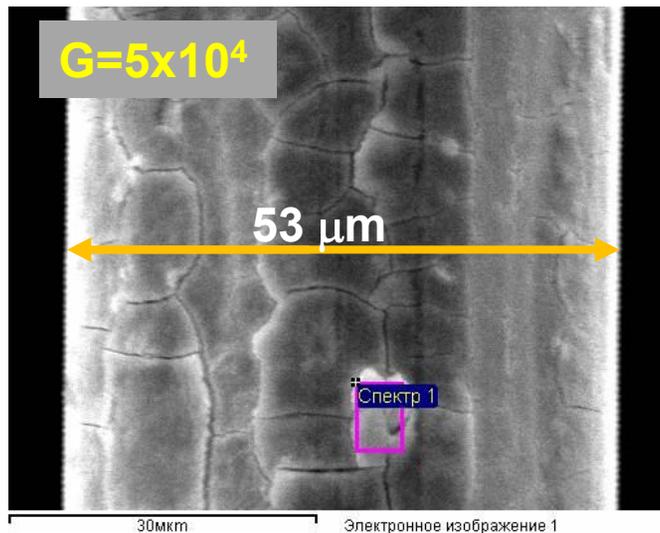
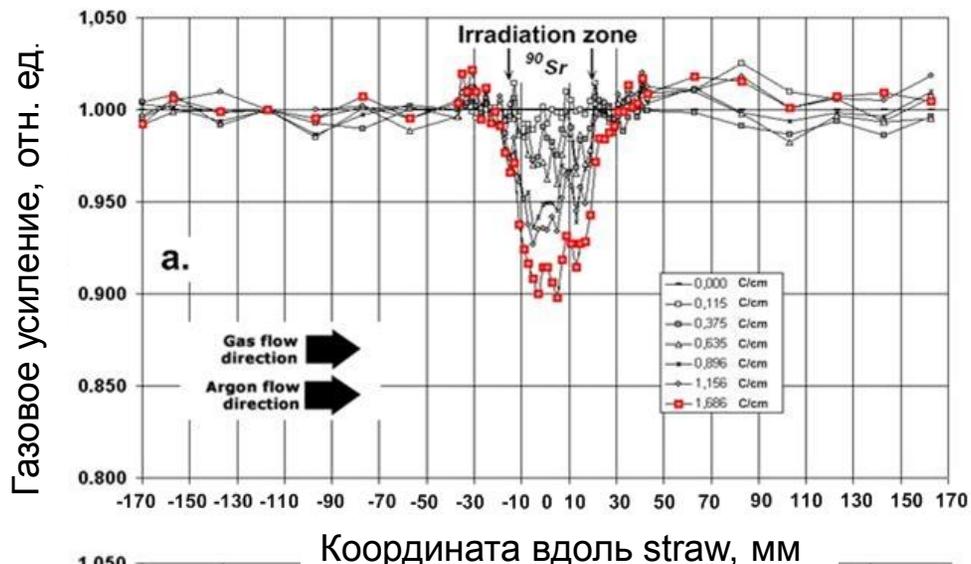
- Распухание анодной проволочки возникает при накопленном заряде  $Q > 1 \text{ C/cm}$
- Особенно интенсивно протекает при наличии  $H_2O > 100 \text{ ppm}$



# Динамика падения КГУ вдоль straw из-за распухания

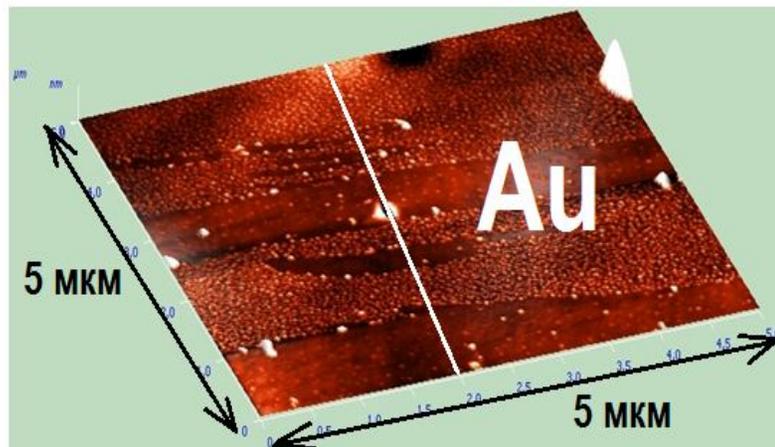
## Динамика процесса распухания (swelling)

## Распушшая анодная проволочка



# Поверхность проволоочки на силовом микроскопе СЗМ Solver P47 pro (тип кантилевера HA-NC)

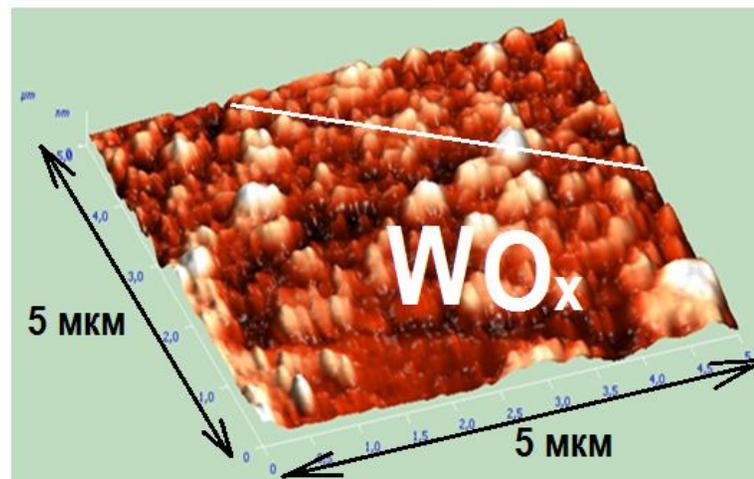
До облучения



Новая проволоочка



После облучения



Состаренная проволоочка

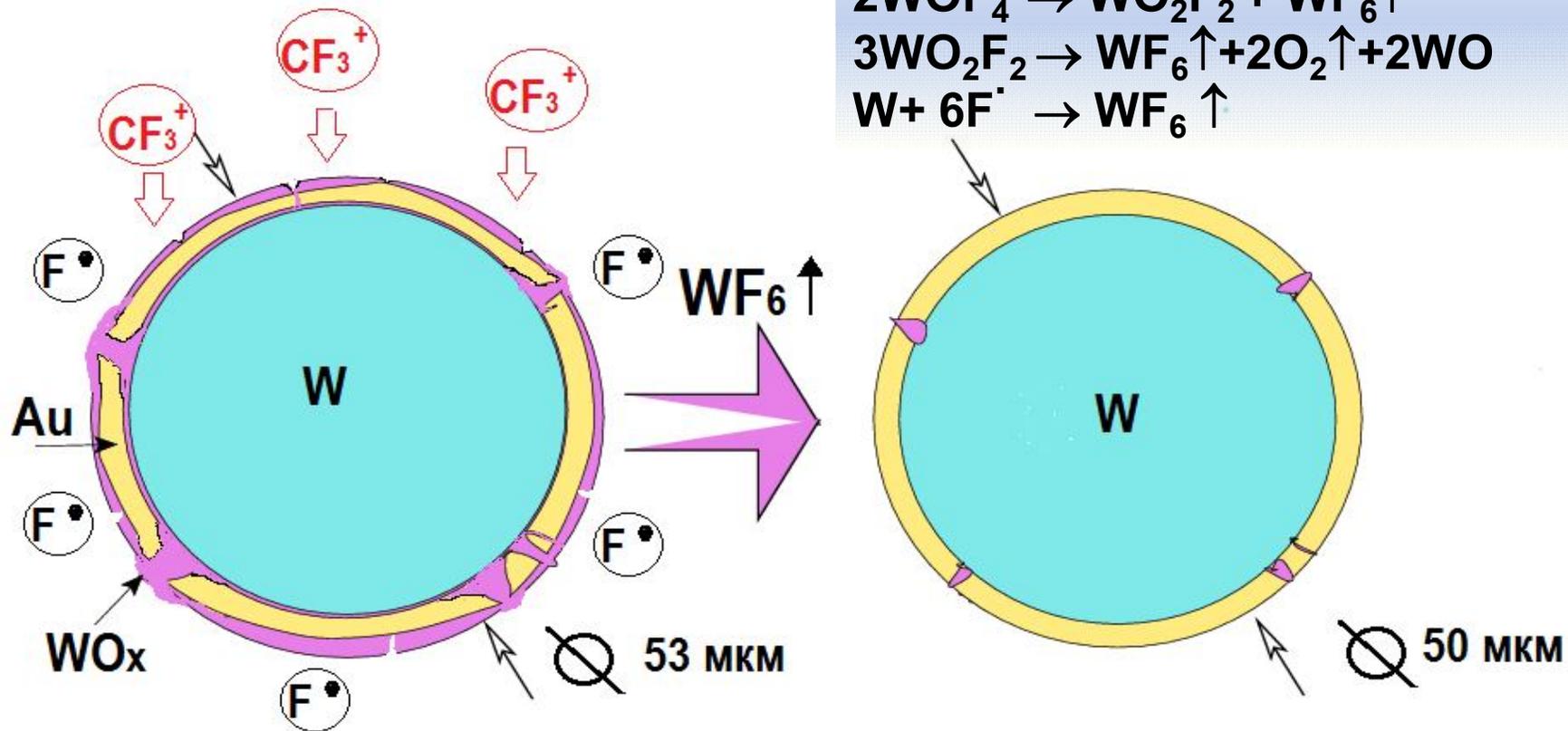
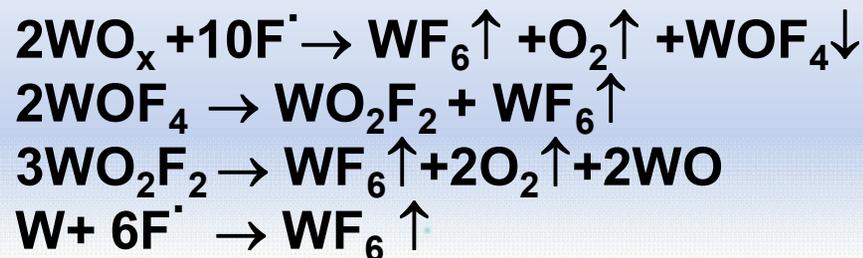


При  $E \sim 2 \times 10^5$  В/см на поверхности, на острие  $E \geq 10^7$  В/см  
При  $E = 10^7$  В/см плотность тока автоэмиссии  $j = 200$  мкА/см<sup>2</sup>.

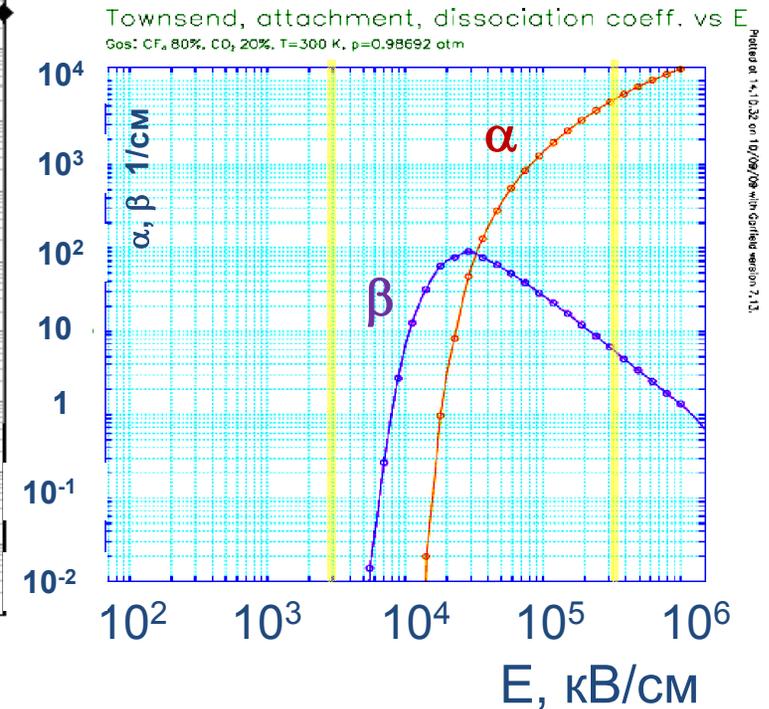
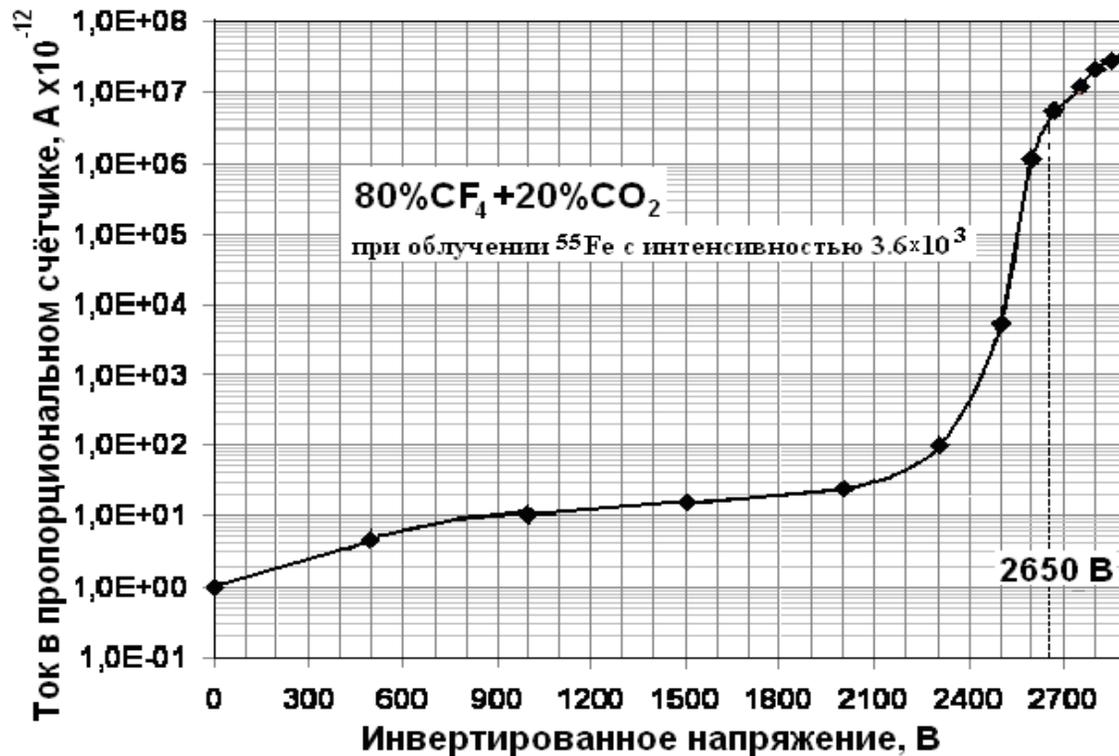
(Райзер Ю.П. «Физика газового разряда»)

## Восстановление проволоочки в газовом разряде 80%CF<sub>4</sub>+20%CO<sub>2</sub>

1. Инвертированное В/В , 80%CF<sub>4</sub>+20%CO<sub>2</sub> (F/C=3.2 € 0.1<F/C<4) => Коронный разряд=> Тлеющий разряд => Образование F<sup>•</sup>, CF<sub>3</sub><sup>+</sup>, CF<sub>3</sub><sup>•</sup>
2. => травление «анодной» проволоочки => WF<sub>6</sub> ↑
3. => десорбция CF<sub>3</sub><sup>•</sup> и фторидов WF<sub>5</sub>, WF<sub>4</sub> под воздействием γ-квантов <sup>55</sup>Fe и ионов CF<sub>3</sub><sup>+</sup>



# Вольт-амперная характеристика развития коронного разряда



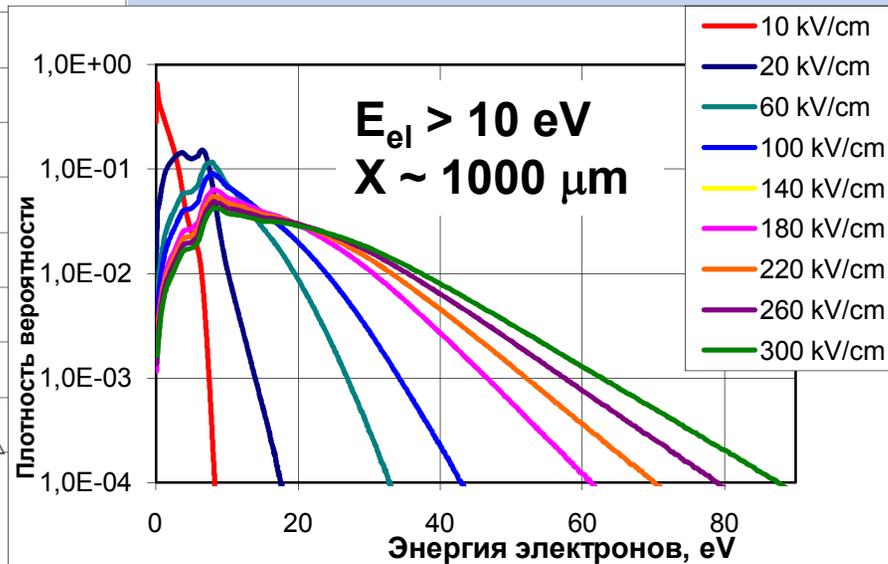
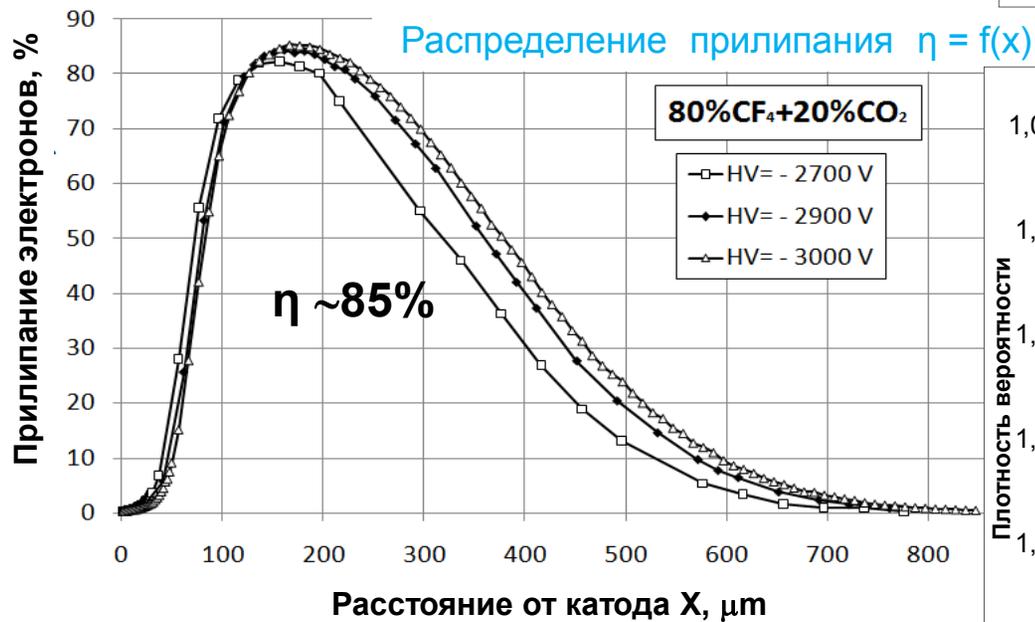
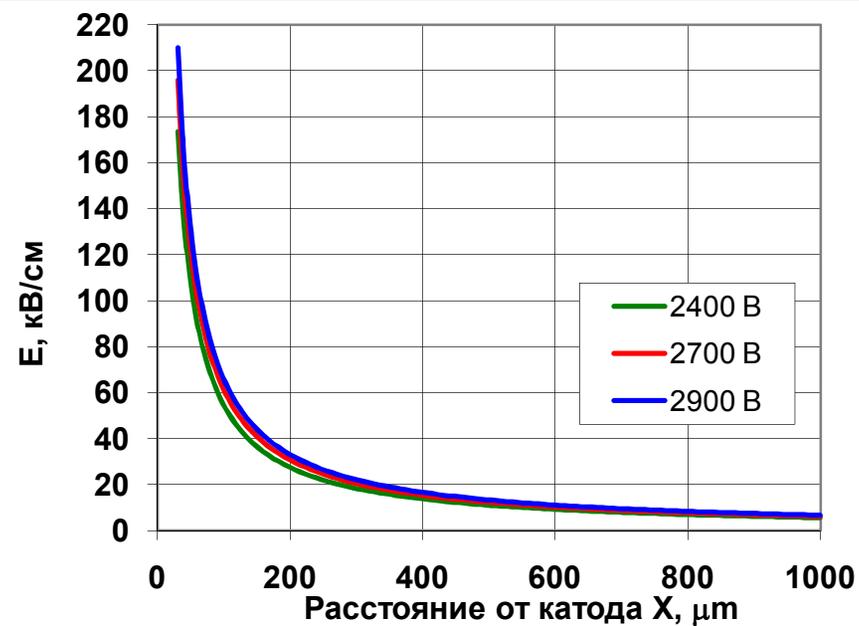
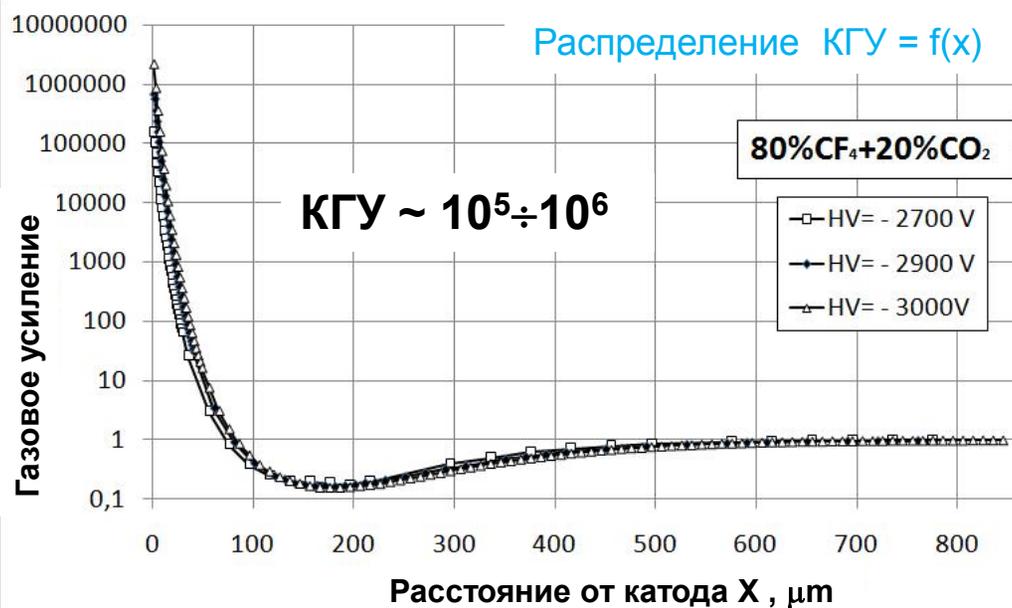
➤ плато -ток 10÷20 pA до 2100 V => ионизация от <sup>55</sup>Fe и электронов вторичной эмиссии, вырванных ионами CF<sub>3</sub><sup>+</sup> из W;

➤ > 2100 V => Таунсендовское усиление в газе (**коронный разряд**)  $\int_{r_1}^{r_2} \alpha(E) dr = \ln\left(1 + \frac{1}{\gamma}\right)$   
+автоэмиссия (E~10<sup>7</sup> В/см плотность тока j=200 мкА/см<sup>2</sup>)

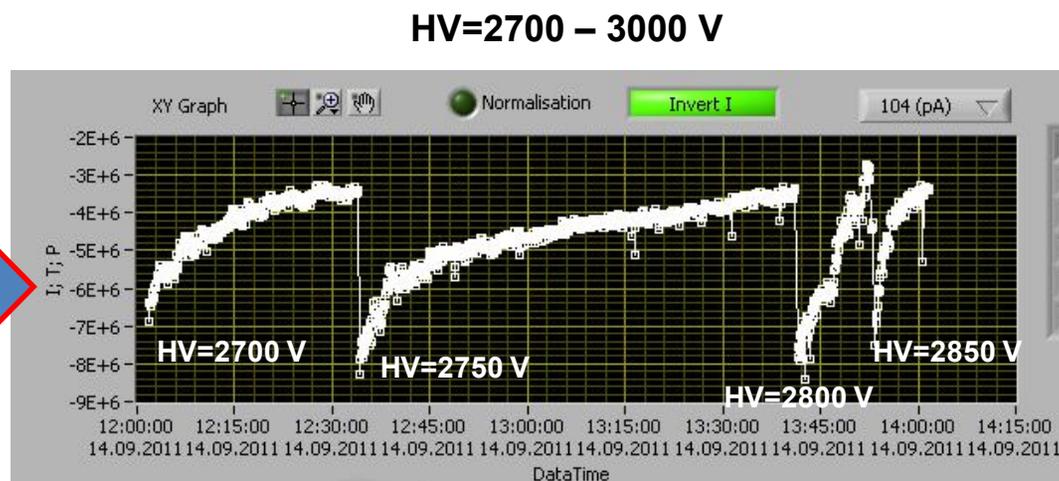
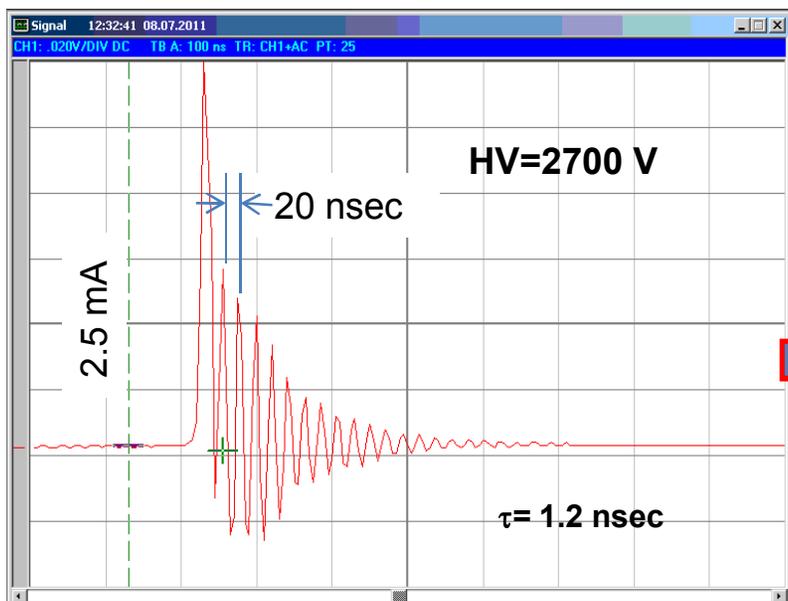
➤ > 2400-2700 V => I ≤ 1 μA - импульсы Тричела с амплитудой до 4 мА

➤ > 2650-2700 V => ток стабилизируется => **тлеющий разряд**

# Условия развития газового разряда в $\text{CF}_4/\text{CO}_2$



## Травление $WO_x$ в газовом разряде $CF_4/CO_2$



$I \leq 1 \mu\text{A}$  - импульсы Тричела  
 до 4 mA

$I \geq 5 \mu\text{A}$  – ток тлеющего разряда

Десорбция молекул  $CF_3$  и фторидов  $WF_5$ ,  $WF_4$  происходит при бомбардировке поверхности ионами  $CF_3^+$  с энергией  $\varepsilon = 4\text{-}5 \text{ eV}$  и  $\gamma$ -квантами  $E=6 \text{ keV}$

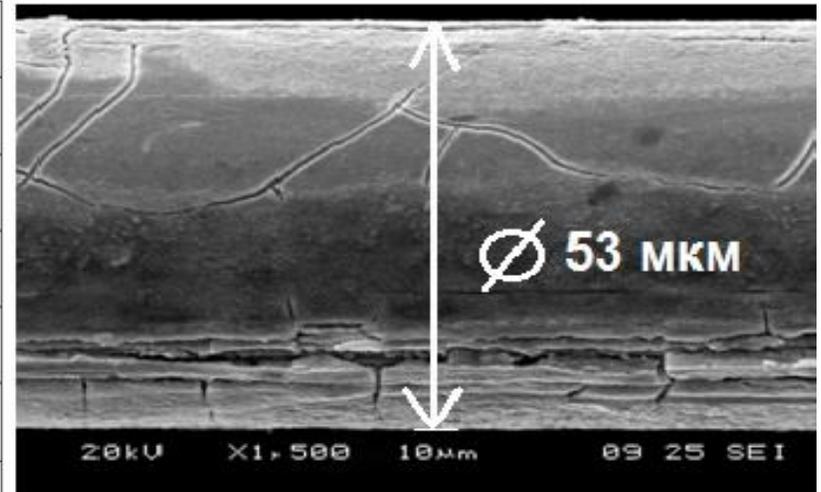
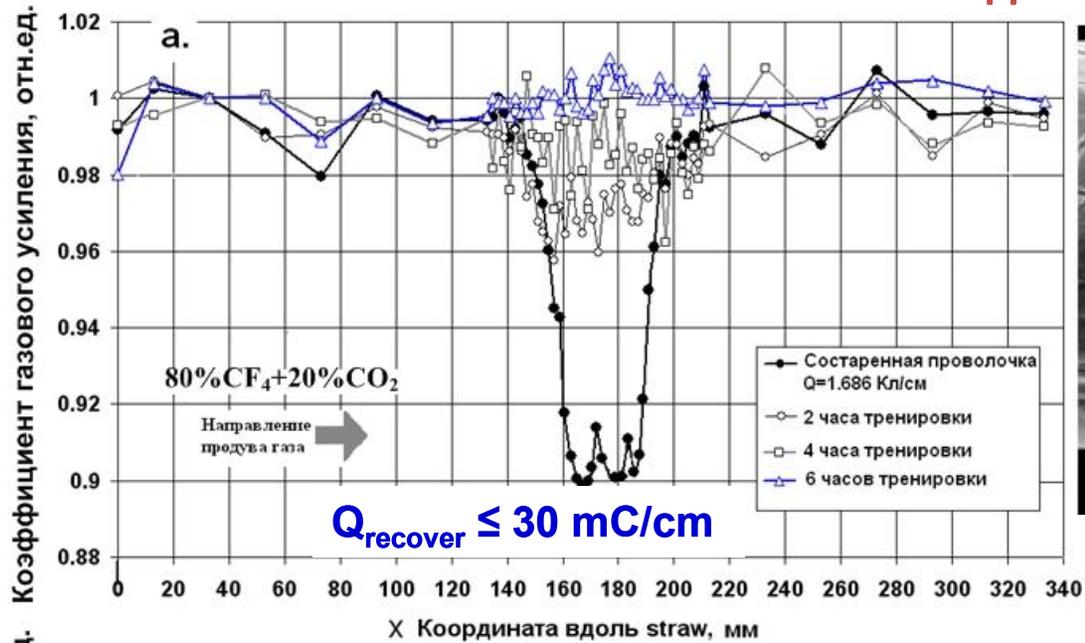
$$\bar{\varepsilon}_i \approx \frac{(M_{CF_4} + M_{CF_3})^{3/2}}{2M_{CF_4} \sqrt{M_{CF_3}}} e E \cdot l \approx 3 \text{ eV}$$

$$l = \frac{1}{\sqrt{2N\pi} \cdot d_{CF_3^+}^2} \approx 0.8 \mu\text{m}$$

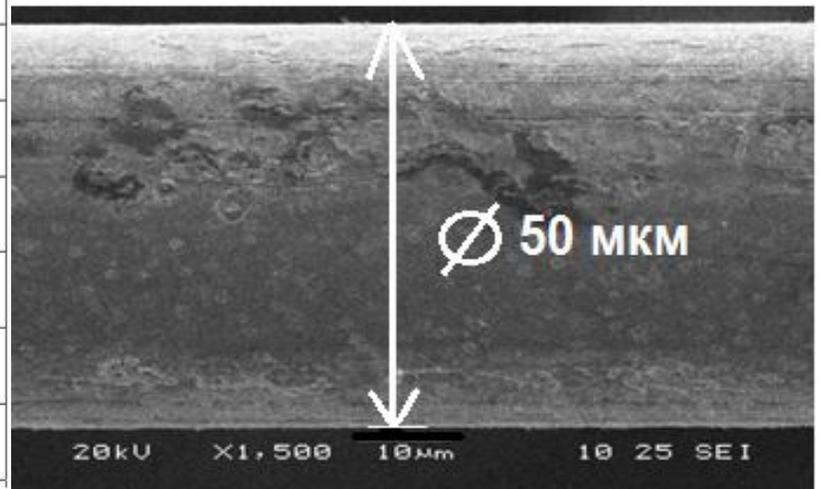
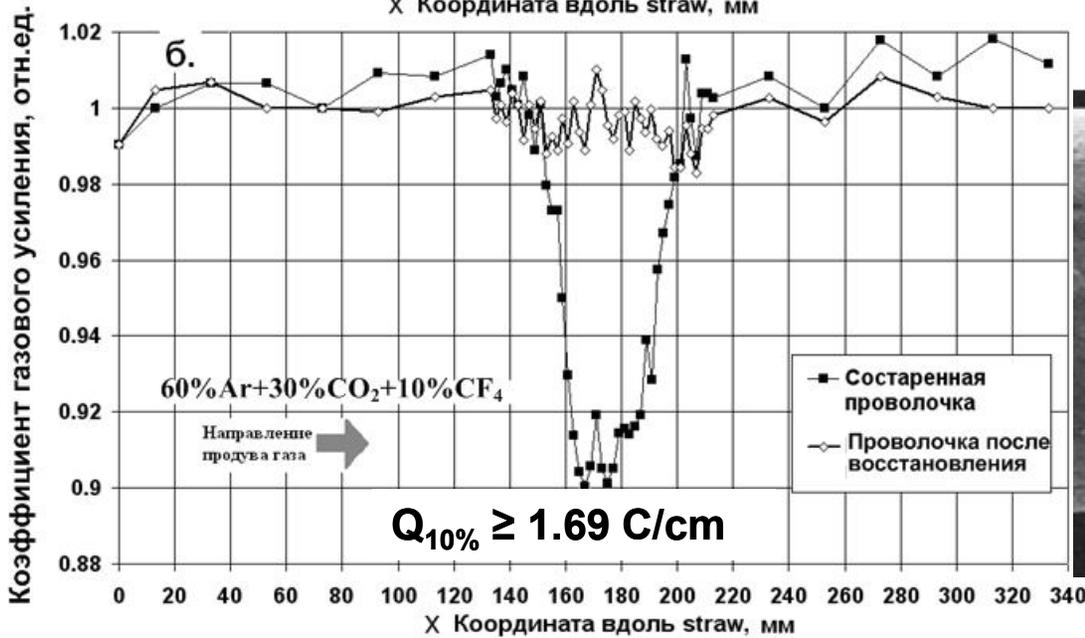
$M_{CF_4} = 1.46 \times 10^{-22} \text{ g}$ ;  $M_{CF_3} = 1.15 \times 10^{-22} \text{ g}$  – массы молекул  
 $E = 200\text{-}300 \text{ kV/cm}$

$l$  - длина свободного пробега  $CF_3^+$  в  $CF_4$   
 $N$  - число Лошмидта –  $2.685 \times 10^{19} \text{ 1/cm}^3$   
 $d_{CF_3^+}$  - диаметр молекулы  $CF_3 = 0.3 \text{ nm}$

## Восстановление КГУ вдоль длины straw



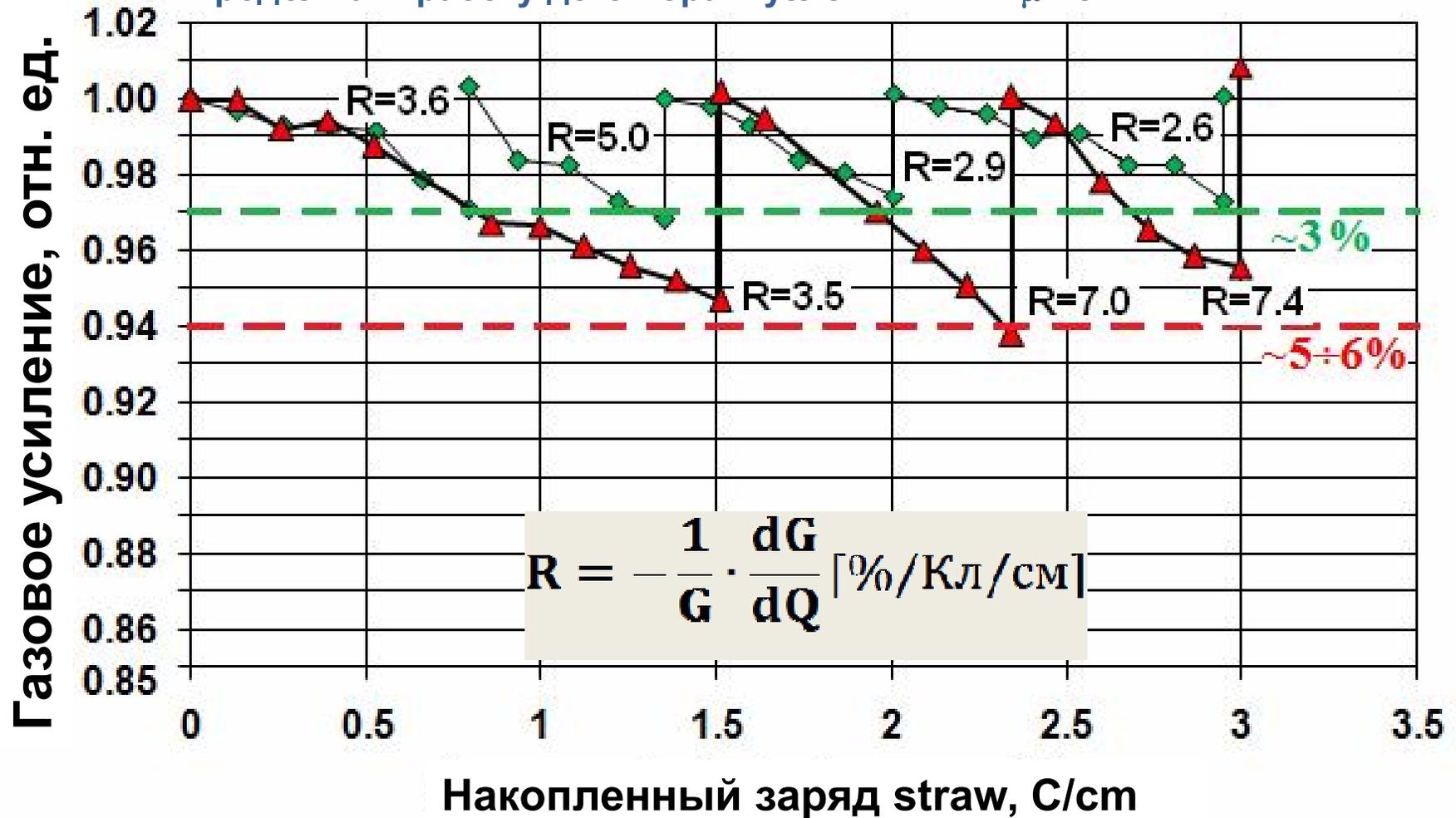
$$\downarrow \frac{dG}{G} = 10\% \Rightarrow \frac{dG}{G} \leq 1\%$$



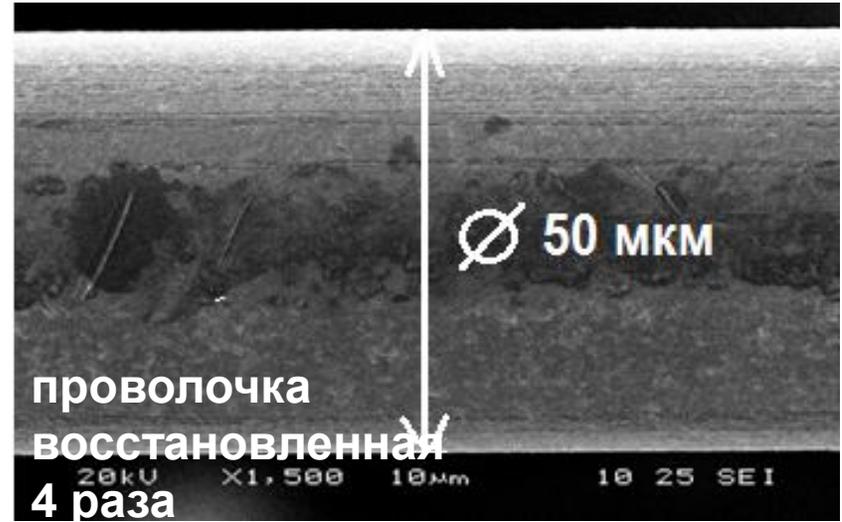
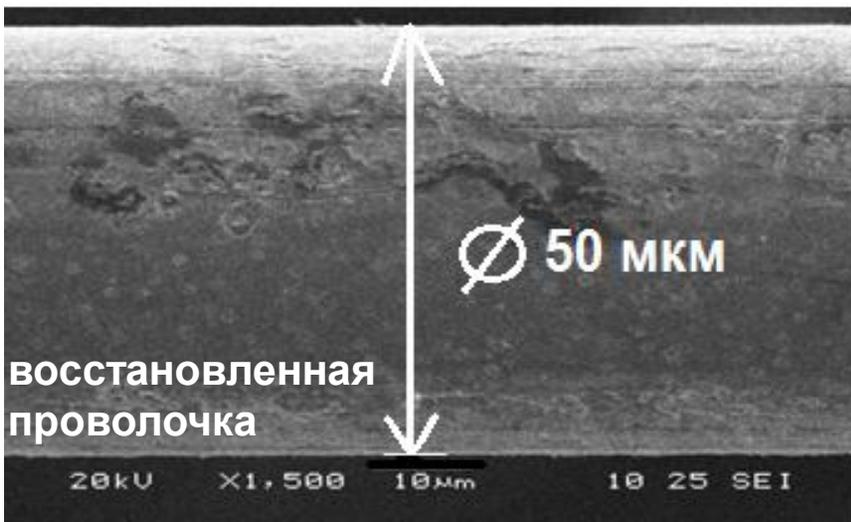
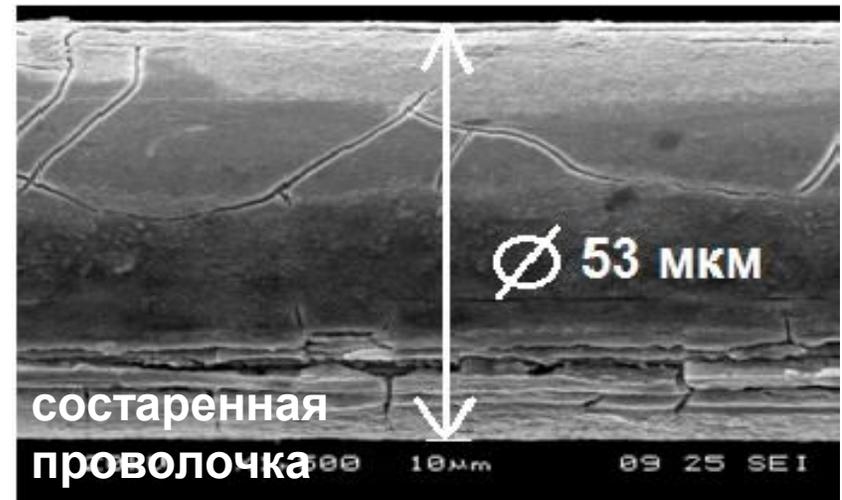
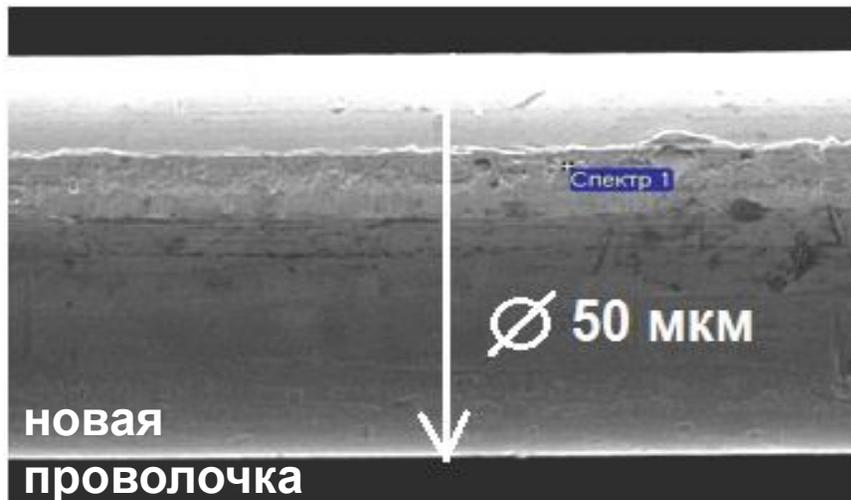
$$\frac{dG}{G} \geq 7\% \text{ возможно отслоение Au покрытия}$$

# Многократное восстановление анодной проволоочки

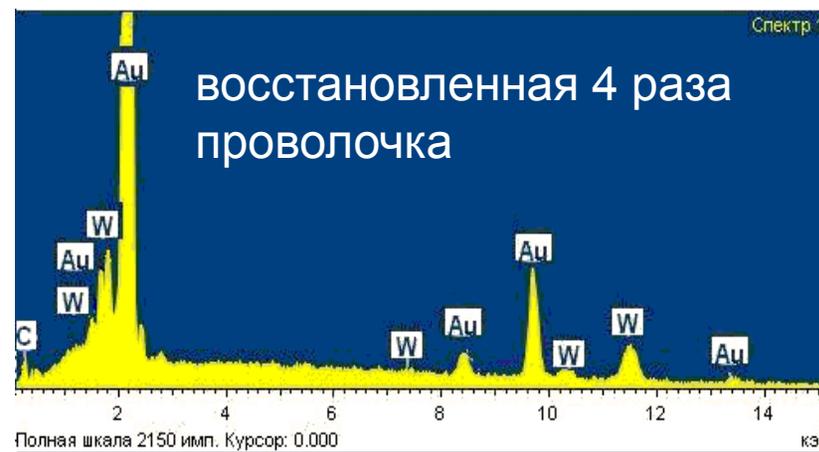
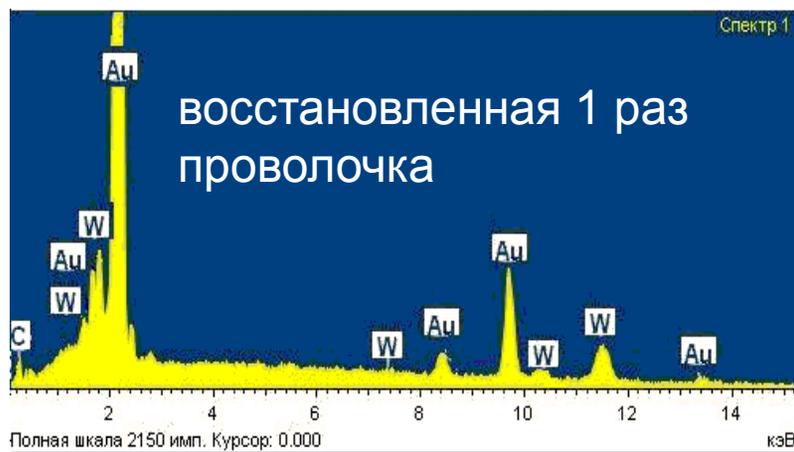
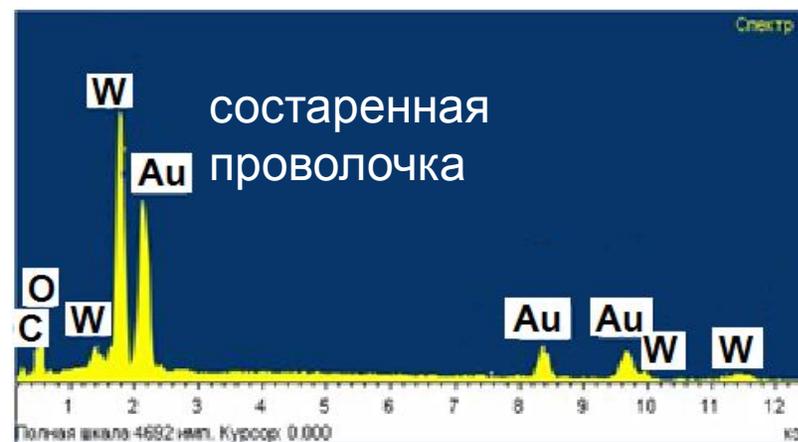
Качество поверхности восстановленной проволоочки позволяет продолжать работу детектора в условиях  $I \geq 1 \mu\text{A}/\text{cm}$



# Результаты SEM/XEM анализа поверхности проволочек



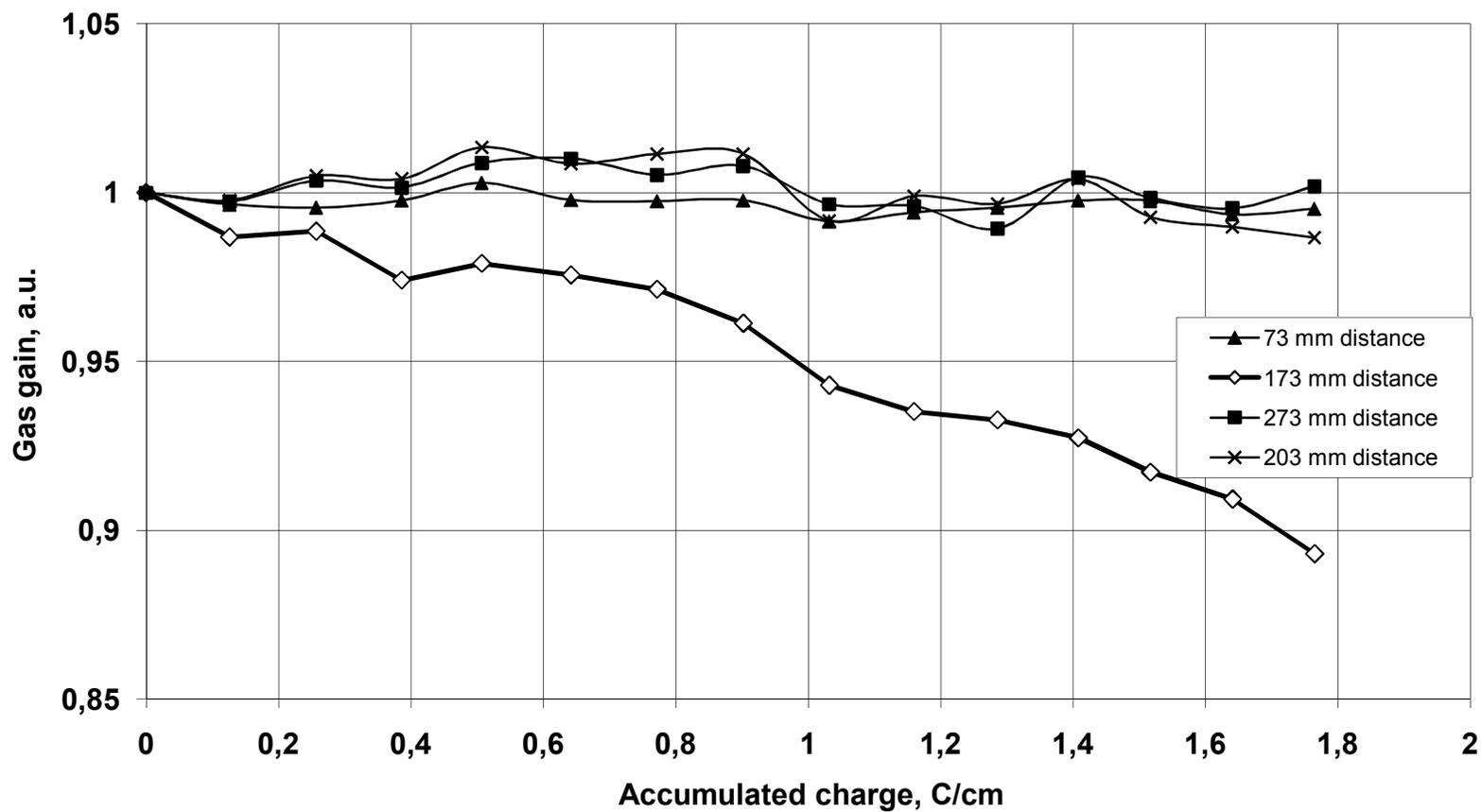
# Результаты SEM/ХЕМ анализа поверхности



# ***Заключение***

- ✓ **Разработана и успешно испытана на пропорциональных счетчиках методика многократного восстановления после распухания анода**
- ✓ **Применение методики многократного восстановления позволяет в 2÷3 раза увеличить время жизни детекторов при работе в радиационных полях с интенсивностью до 4 МГц на 1 см длины проволоочки, что соответствует набранной дозе 3 Кл/см**

**Task 41. Relative gas gain vs Accumulated charge.**  
70%Ar+30%CO<sub>2</sub>, Wire diameter - 50 mcm, Left straw  
Working point - 1760V (Gas gain=100000)  
20.08.07 - 04.09.07

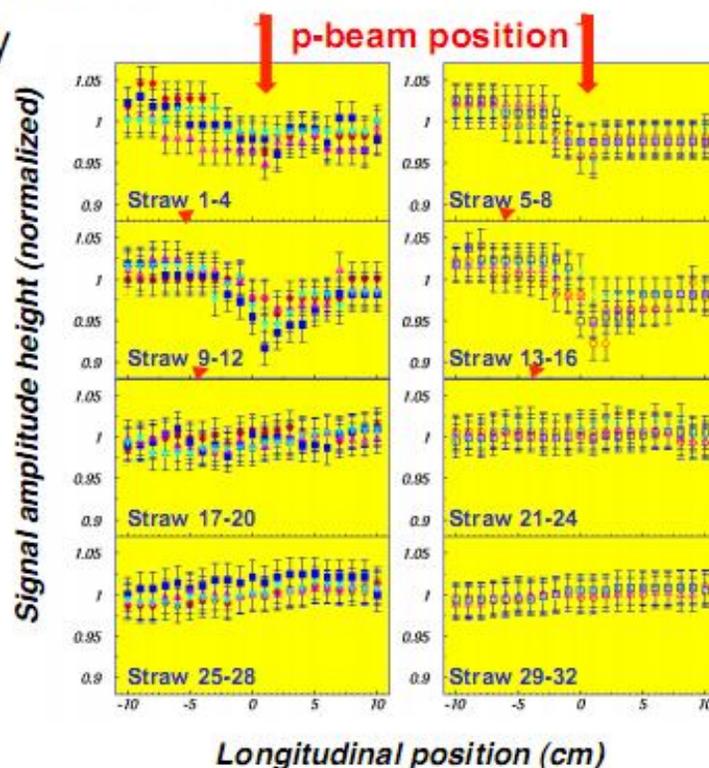


## PANDA straw aging at 3 GeV proton beam

# Ageing Test Results contn'd

- After beam time straws exposed to  $^{55}\text{Fe}$  source along tube
- Measure gas gain loss by change of signal amplitude height ( $dA/A_0$ )
- No loss seen for Ar/ $\text{CO}_2$  (30%) and Ar/Ethane (10%)
- Small gas gain drop (<7%) seen for Ar/ $\text{CO}_2$  (10%) in some straws
- Localized, correlated with beam intensity
- Charge load:  $\sim 0.6 - 1.2 \text{ C/cm}$
- **Equiv. to  $\sim 5$  years PANDA-STT**

Straw no	Gas mixture @ 1.65 bar	$I_{\text{max}}$ ( $\mu\text{A}$ )	$\Sigma Q$ (C/cm) in 199h	Ageing $\Delta G/G_0$
1 – 8	Ar/ $\text{CO}_2$ (10%)	1.4	0.72	0..3% ✓
9 – 16		1.1	0.58	0..7% ✓
17 – 20	Ar/ $\text{CO}_2$ (30%)	2.3	1.23	no
21 – 24		1.5	0.79	no
25 – 32		Ar/ $\text{C}_2\text{H}_6$ (10%)	1.7	0.87

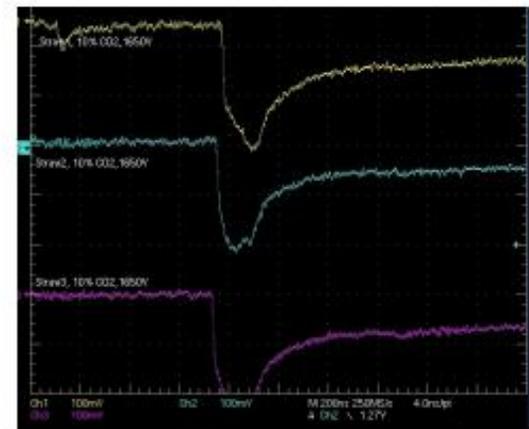


# Ageing Explanation

Possible explanation of small gas gain loss in some of the Ar/CO<sub>2</sub> filled straws

- Highest ionisation density by p-beam perpendicular and close to the wire
- CO<sub>2</sub>(10%-fraction) with limited avalanche quenching capability
- 2<sup>nd</sup> avalanche initiated, limited streamer mode (LSM), pulse with double-peak shape and very high amplitude ( $\sim A \times 100$ )
- Highest density of oxygen ions & radicals, penetrate thru the Au-layer to wire
- Wire oxidation with diameter swelling, gas gain loss by reduced E-field ( $\sim 1/r$ )
- Less LSM and no ageing observed for Ar/CO<sub>2</sub>(30%) and Ar/C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>(10%)
- Better quenching capability, even at higher gains
- Needs more and systematic investigation to clarify
  
- At moderate gas gains of  $\sim 5 \times 10^4$  no LSM (<1%)

Limited streamer mode pulses (LSM)  
with typical double-peak shape



# Тлеющий разряд в straw

**Тлеющий разряд** – это самоподдерживающийся разряд с холодным катодом, испускающим электроны в результате вторичной эмиссии, главным образом под действием положительных ионов. **(Ю. П. Райзер)**

• Условие зажигания самостоятельного Таунсендовского разряда в straw :

$$\int_{r_1}^{r_2} \alpha(E) dr = \ln\left(1 + \frac{1}{\gamma}\right)$$

где  $\alpha(E) = A \cdot p \cdot \exp\left(-\frac{Bp}{E}\right)$        $E = \frac{U}{r_1 \ln\left(\frac{d}{r_1}\right)}$

Для 80%CF<sub>4</sub>+20%CO<sub>2</sub> : **A=10 Па<sup>-1</sup> м<sup>-1</sup>**

**B=188 В Па<sup>-1</sup> м<sup>-1</sup>**

**U=2100 В** - напряжение зажигания самостоятельного Таунсендовского разряда в straw .

- Дебаевский радиус экранирования в плазме тлеющего разряда :

$$r_D = 743 \sqrt{\frac{T_e}{n_e}} \approx 6 \text{ мкм} \ll d = 2000 \text{ мкм}$$

⇒ плазма тлеющего разряда

- Толщина катодного слоя в тлеющем разряде оценивается по формуле:

$$l_c = \frac{\ln \left( 1 + \frac{1}{\gamma} \right) E_0}{ABp^2 \Phi(z)} \approx 20 \text{ мкм}$$

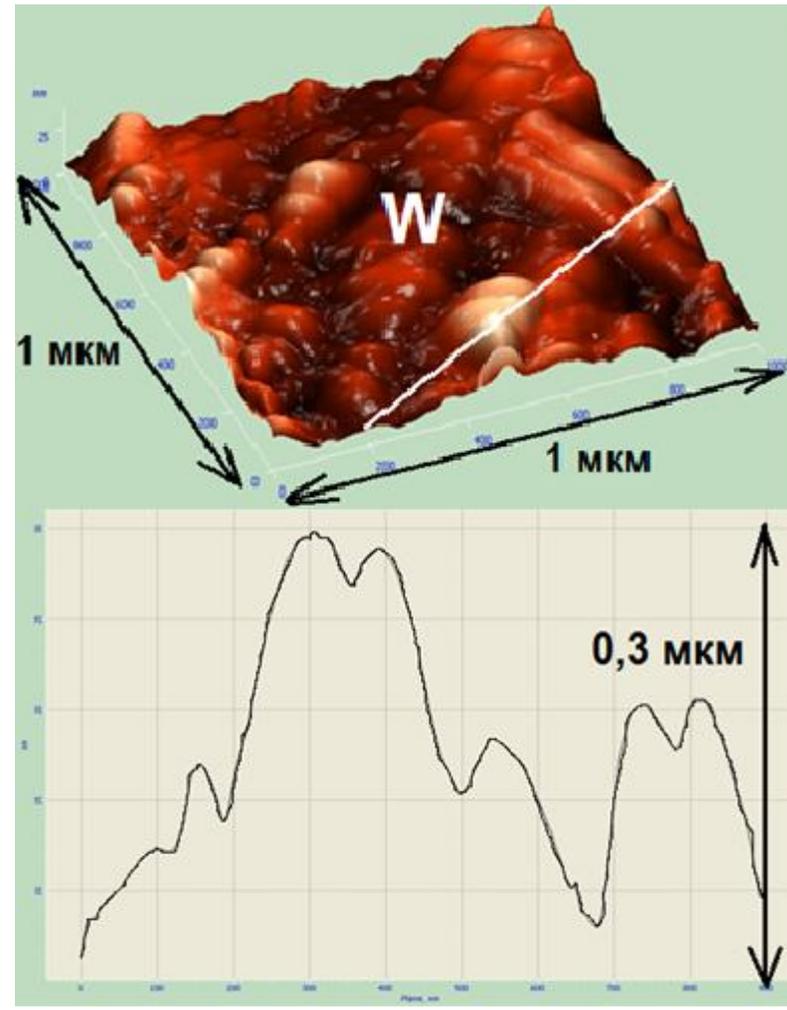
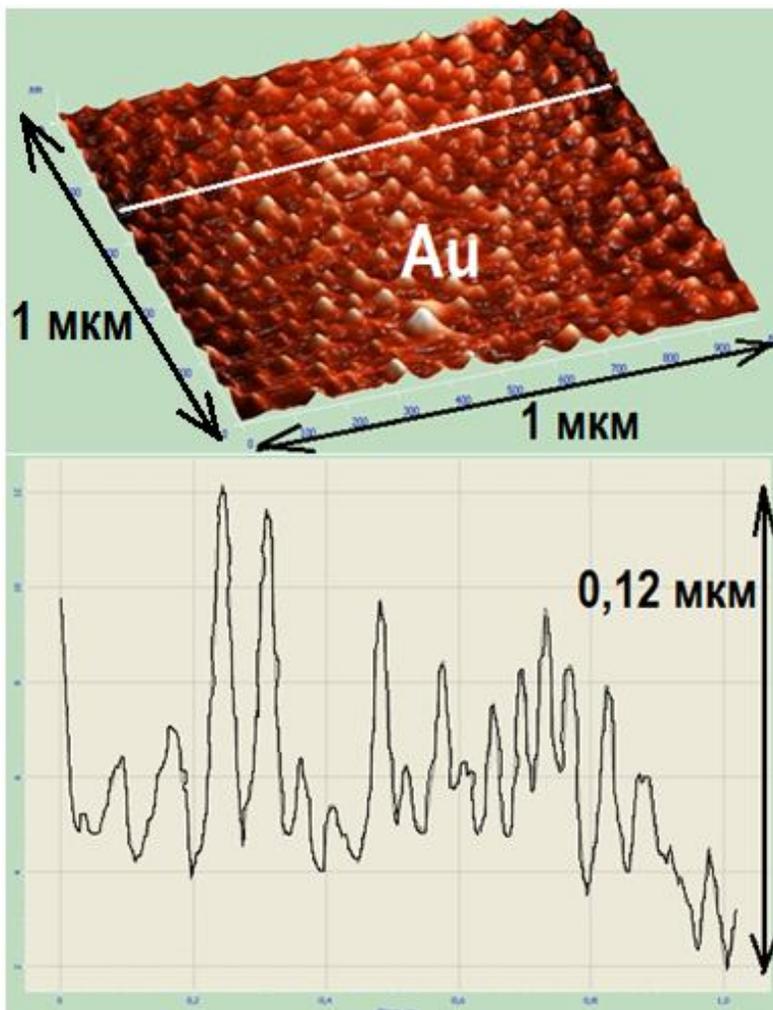
*Е. П. Велихов, А. С Ковалев, А. Т. Рахимов, Физические явления в газоразрядной плазме*

- Положение максимума концентрации ионизированной электронами плазмы можно вычислить по формуле:

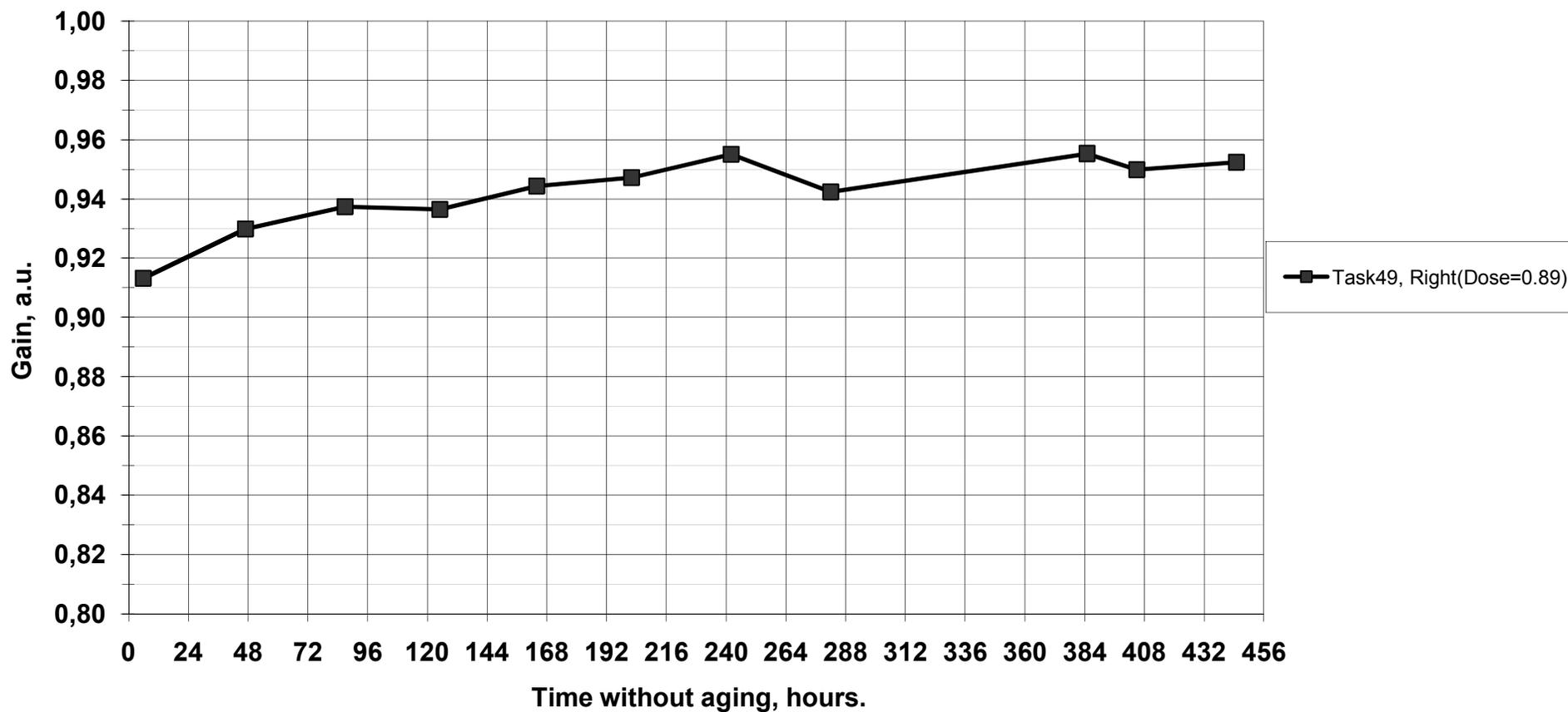
$$x_m = l_c - \lambda \ln \left( \frac{1}{d - l_c} \left( 1 - \exp \left( - \frac{d - l_c}{\lambda} \right) \right) \right) \approx 220 \text{ мкм}$$

*А. А. Кудрявцев, А. В. Морин, Л. Д. Цендин, Роль нелокальной ионизации в формировании коротких тлеющих разрядов, Ж. т. ф. 78(8), 2008*

# Поверхность проволоочки на силовом микроскопе СЗМ Solver P47 pro (тип кантилевера HA-NC)



**Task 49. Gas gain vs recovery time.**  
**Ar+30%CO<sub>2</sub>+10%CF<sub>4</sub>, Wire diameter - 50 mcm, averaged for 169-179mm points.**  
**Gas Gain = 50000**  
**Dose<sub>Left</sub> = 1.79C/cm (flashing with HV=1780V)**  
**Dose<sub>Right</sub> = 0.89C/cm**



## Two long term aging tests have been performed:

- ✦ 1st test at GIF in 2001, where charges of 0.25 C/cm have been accumulated in 6 months.
  - ✦ Open loop gas system has been used
  - ✦ **Gas mixture:** Ar / CO<sub>2</sub> / CF<sub>4</sub> (40%, 50%, 10%)
- ✦ 2<sup>nd</sup> test at ENEA Cassacia in June 2003, where charges of 0.5 C/cm have been accumulated in 1 month (using the 25kCi (!) Co source).
  - ✦ One chamber has been in open loop, one in closed loop
  - ✦ **Gas mixture:** Ar / CO<sub>2</sub> / CF<sub>4</sub> (40%, 40%, 20%)

## Parameters controlled :

**Relative gas gain:** In both tests one gap was used as reference gap to avoid complicated corrections for P and T variations. The reference gap was only for very short periods per day under HV and always flashed with the fresh gas.

**Dark currents,** including self-sustaining rest current following the beam off. The dark currents were measured with current monitors with a resolution of 1 nA.

# Summary of Results from Cassacia



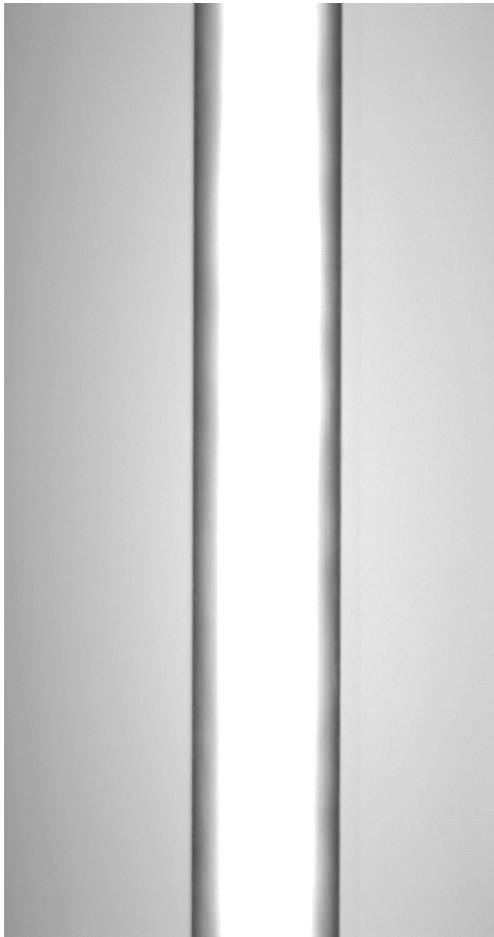
## Accumulated charges:

Chamber	Gap	IC (C/cm)
M3R1	A,C,D	0.43
S/A	S1	0.52
S/A	S2	0.42
S/A	A2	0.38

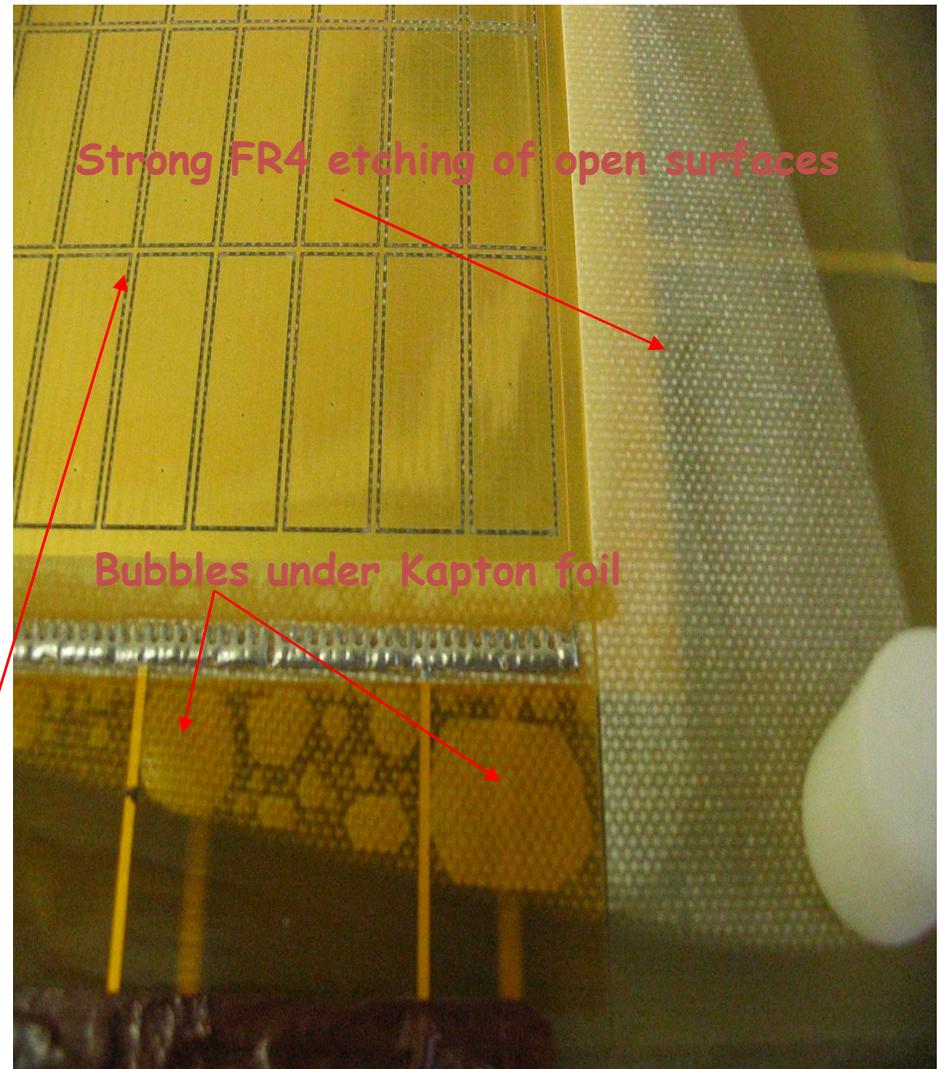
- ✚ No signs for aging from the measured parameters:
  - ✚ Relative currents did not change.
  - ✚ Malter currents were not observed.
  - ✚ No variations in current ratios after/before Casaccia from measurements with GIF and with an Am-source.

# Analysis of Surfaces

1st the wires . . .

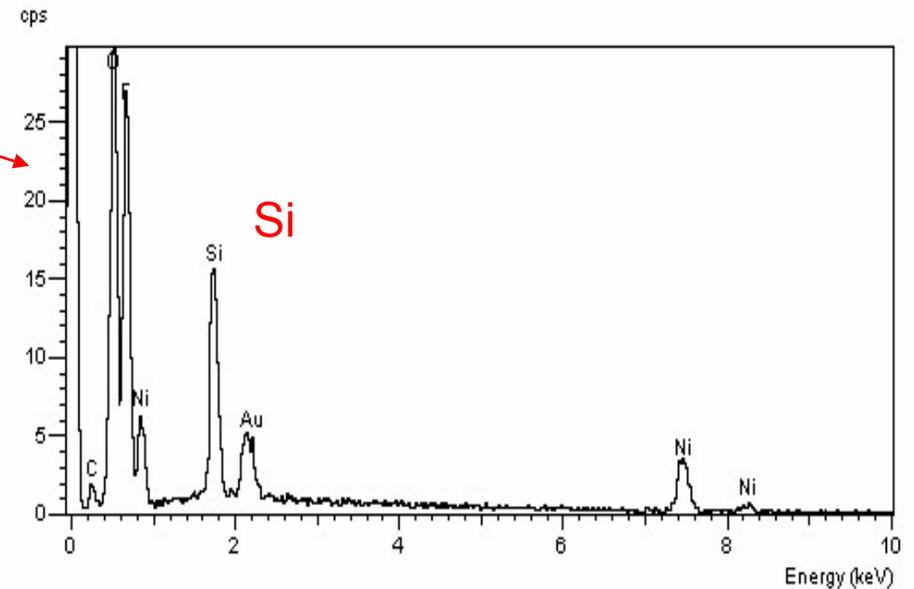


**CF<sub>4</sub> is a terrible gas !**



**Detaching of the ground grid between the pads (due to FR4 etching)**

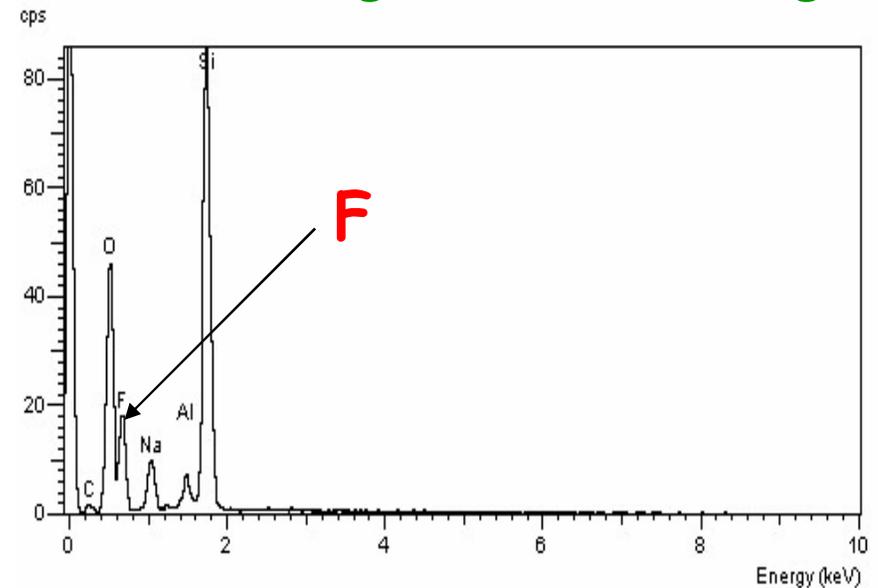
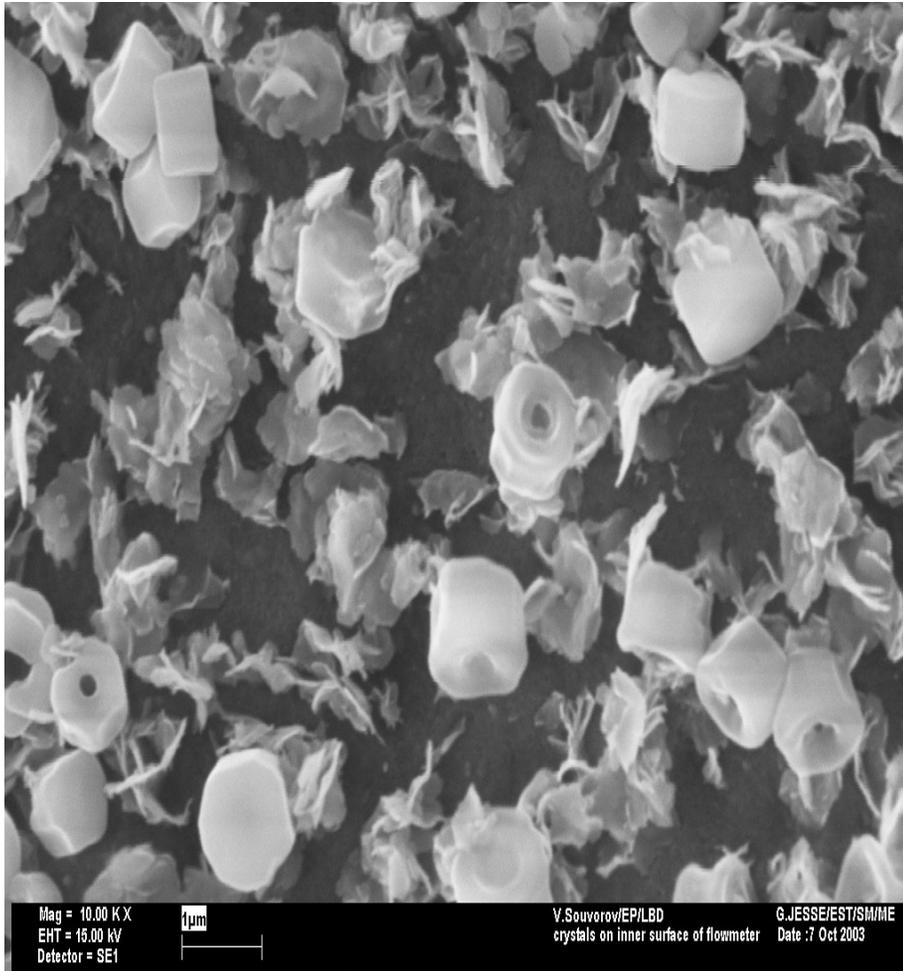
# Analysis of Deposits on Cathodes



Presence of the deposit can provoke Malter current on the beam due to spikes of intensity.

# Effects in the Gas System

## Rotameter glass tube etching



- ✚ Inner glass surface of a gas rotameter from closed loop is strongly eroded (Fluorine was found).
- ✚ O-rings (from NBR) used in valves of the gas system are damaged.

Substance	Process Gases	Mixtures
Photoresist	O <sub>2</sub>	100%
	O <sub>2</sub> + CF <sub>4</sub>	80% + 20%
Polyimide	O <sub>2</sub>	100%
	O <sub>2</sub> + CF <sub>4</sub>	80% + 20%
Polyuethane	O <sub>2</sub>	100%
	O <sub>2</sub> + CF <sub>4</sub>	80% + 20%
Single Crystal Silicon	CF <sub>4</sub>	100%
	CF <sub>4</sub> + O <sub>2</sub>	(80 - 92%) + (20 - 8%)
	SF <sub>6</sub>	100%
	SF <sub>6</sub> + O <sub>2</sub>	(80 - 90%) + (20 - 10%)
Silicon Oxide (SiO <sub>2</sub> )	CF <sub>4</sub>	100%
	CF <sub>4</sub> + O <sub>2</sub>	(80 - 92%) + (20 - 8%)
	C <sub>2</sub> F <sub>6</sub>	100%
	CF <sub>3</sub> H	100%
	C <sub>3</sub> F <sub>8</sub>	100%
Silicon Nitride (Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> )	CF <sub>4</sub>	100%
	CF <sub>4</sub> + O <sub>2</sub>	(80 - 92%) + (20 - 8%)
	SF <sub>6</sub>	100%
	CF <sub>3</sub> H	100%
	NF <sub>3</sub>	100%
Epoxy Bleedout	Ar	100%
	Ar + O <sub>2</sub>	(90% - 70%) + (10% - 30%)
	Ar + H <sub>2</sub>	(90% - 70%) + (10% - 30%)
Tungsten	CF <sub>4</sub> + O <sub>2</sub>	(70 - 92%) + (30 - 8%)
GaAs	CH <sub>4</sub>	100%