

## МЕХАНИЗМ ВОССТАНОВЛЕНИЯ В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ СОСТАРЕННЫХ АНОДНЫХ ПРОВОЛОЧЕК ГАЗОРАЗРЯДНОГО ДЕТЕКТОРА

© 2010 Д. А. Аксёнов<sup>1</sup>, В. М. Вахтель<sup>2</sup>, Г. Е. Гаврилов<sup>1</sup>, Ю. И. Дикарев<sup>2</sup>, А. Г. Крившич<sup>1</sup>,  
Д. А. Майсузенко<sup>1</sup>, А. А. Фетисов<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова РАН, Орлова роща, Гатчина, Россия

<sup>2</sup> Воронежский государственный университет, Университетская пл. 1, 394006, Воронеж, Россия

Поступила в редакцию: 02.10.2010 г.

**Аннотация.** В работе представлен метод восстановления состаренных анодных проволочек в пропорциональном счетчике путем их тренировки в тлеющем разряде газовой смеси 80%  $\text{CF}_4 + 20\% \text{CO}_2$ . В качестве объекта для восстановления использованы пропорциональные счетчики типа straw с рабочей газовой смесью 60%  $\text{Ar} + 30\% \text{CO}_2 + 10\% \text{CF}_4$ . Особое внимание в работе уделено механизму старения детекторов. Как показали исследования, типичным результатом старения в заданной рабочей смеси является распухание анодных проволочек в зоне облучения и появление на их поверхности окислов вольфрама — материала, из которого изготовлены проволочки. Тренировкой деградировавших детекторов в тлеющем разряде удалось полностью восстановить газовое усиление в поврежденной зоне анодной проволочки. Исследование восстановленной проволочки на сканирующем электронном микроскопе и рентгенофлуоресцентный анализ подтвердили очистку поверхности от соединений  $\text{WO}_x$ , образовавшихся при распухании. Обсуждается возможное применение данного метода для газоразрядных детекторов.

**Ключевые слова:** газовый разряд, эффект старения, распухание анодной проволочки, восстановление газоразрядных детекторов, травление в газовом разряде,  $\text{CF}_4/\text{CO}_2$ .

### ВВЕДЕНИЕ

Согласно результатам исследований процессов старения в газоразрядных детекторах, проведенных в последние годы при подготовке экспериментов на Большом Адронном Коллайдере, процесс деградации этих приборов имеет общую закономерность. Старение газоразрядных детекторов, работающих с использованием типичных на сегодня газовых смесей  $\text{Xe}/\text{Ar}/\text{CO}_2/\text{CF}_4$  [1, 2], наиболее часто происходит из-за образования кремниевых осадков на электродах, что приводит к падению амплитуды сигнала и росту темнового тока. Источником кремния в рабочем объеме обычно являются пары насыщения конструкционных материалов и уплотнений в системе газового снабжения [3, 4]. Реже на электродах детекторов встречаются углеродные образования, которые связаны с примесями в рабочей газовой смеси или просто с пылью внутри детектора [5, 6]. Как правило, это приводит к достаточно быстрому старению, которое наступает при накопленных дозах менее 1.0 Кл/см [7, 8].

Для детекторов, где вопрос чистоты рабочей газовой смеси удалось решить, характерна иная

мода старения — распухание анодной проволочки из-за окисления вольфрама — материала, из которого изготовлена анодная проволочка [8—10]. Причиной этого процесса является проникновение радикалов кислорода, образующихся в газоразрядной плазме, под золотое покрытие проволочки. В результате из-за последующего процесса окисления вольфрама происходит растрескивание поверхности проволочки, и на ней появляются наплывы, состоящие из окислов вольфрама. Диаметр проволочки увеличивается, что в итоге приводит к падению амплитуды и росту темнового тока. Развитие этой моды старения в детекторе обычно начинается при дозах порядка 1 Кл/см и выше.

Очевидно, что для восстановления рабочих характеристик состаренного газоразрядного детектора необходимо удалить с поверхности анодных проволочек кремниевые, вольфрамовые или углеродные образования.

Впервые осадки, состоящие из кремниевых и углеродных соединений, удалось удалить с поверхности анодной проволочки путем тренировки детектора в разряде газовой смеси 80%  $\text{CF}_4 + 20\%$

$iC_4H_{10}$  [11, 12]. Тренировка и облучение радиоактивным источником поврежденной области обеспечили удаление кремниевых осадков с анода за счет образования летучих соединений  $SiF_4$ . В этих работах авторами использовались химические модели травления в газоразрядной плазме, применяемые в технологии производства микросхем. В микроэлектронике для травления широко используется тлеющий галогенный разряд при давлении менее 1 атм и напряженности электрического поля до нескольких десятков киловольт на сантиметр. Однако известно, что химические модели, описывающие процессы травления в газоразрядной плазме низкого давления, применимы и для процессов, происходящих в газовом разряде при атмосферном давлении [13, 14]. Обычно для травления кремния и вольфрама широко используется тлеющий разряд газовой смеси  $CF_4/O_2$  [15—17]. Химическая модель процесса травления в  $CF_4/O_2$  подробно разработана и хорошо описывает экспериментальные данные. Основные реакции образования химически активных частиц  $F^*$ ,  $O^*$ ,  $CF_3^*$  происходят в плазме тлеющего разряда при энергии электронов порядка  $5 \div 6$  эВ. Однако эта смесь не вполне пригодна для восстановления состаренных детекторов.

В газоразрядных детекторах для катодов обычно используются материалы, хорошо взаимодействующие с радикалами кислорода  $O^*$  — бронза, алюминий, углерод. В результате такого взаимодействия в тлеющем разряде катодный электрод может быть сильно поврежден, и поэтому в газовой смеси, предназначенной для восстановления детекторов, кислород лучше заменить углекислым газом [18].

Целью данной работы является исследование возможности применения газовой смеси  $80\%CF_4 + 20\%CO_2$  для восстановления анодных проволочек, состарившихся в результате распухания. Химия травления  $W$ ,  $WO_x$  в тлеющем разряде аналогична травлению  $Si$ ,  $SiO_x$  и также приводит к образованию летучих соединений  $WF_6$ , удаляемых потоком газа. Это обстоятельство и стало отправным для исследования возможности удаления соединений вольфрама с поверхности проволочки.

## МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ ХАРАКТЕРА СТАРЕНИЯ СТАРЕНИЕ STRAW

Для исследования методики восстановления в качестве детектора использовался пропорциональный счетчик из полиамидной пленки, аналогичный счетчикам, установленным в детекторе переходного излучения эксперимента ATLAS на Большом

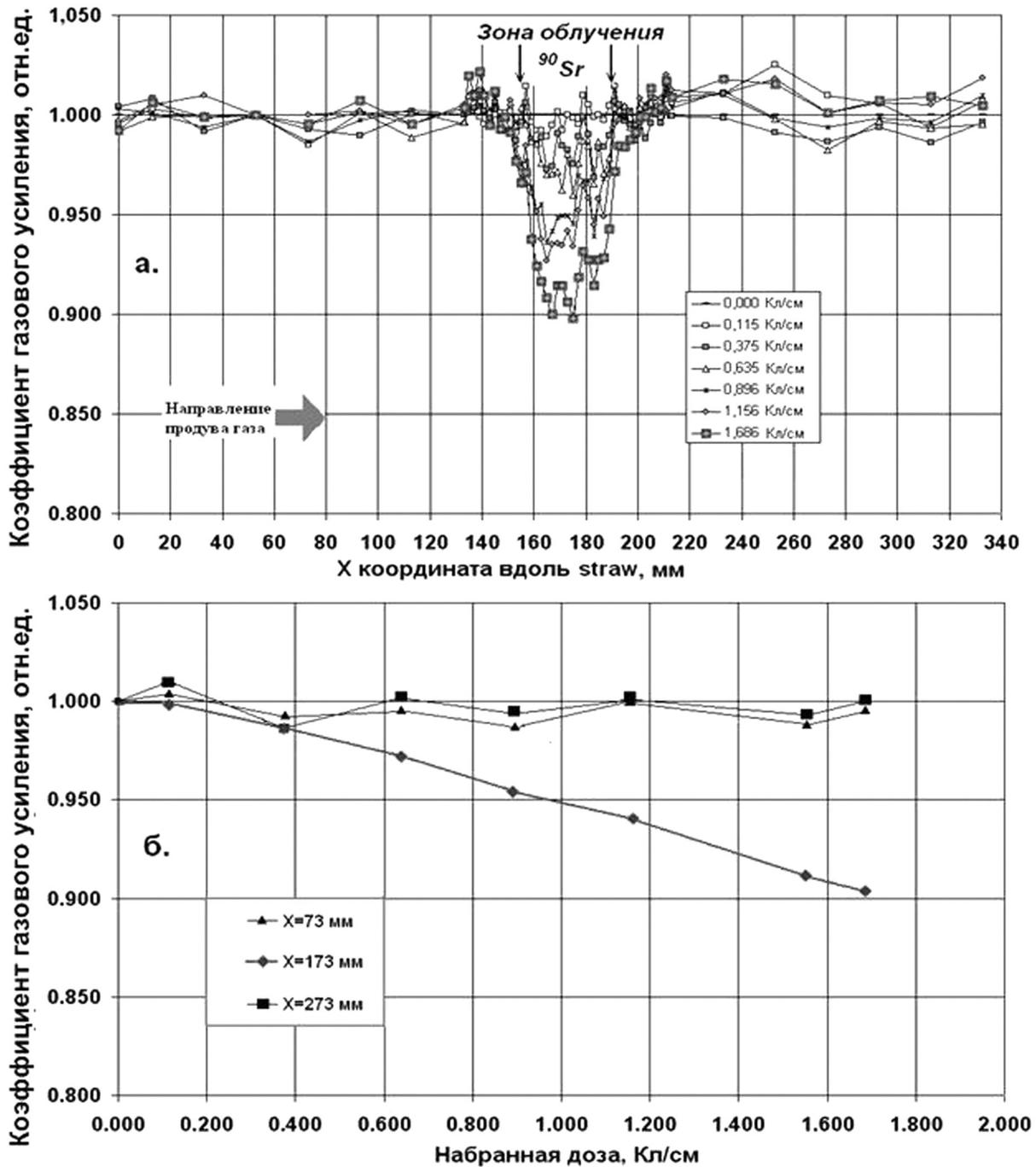
Адронном Коллайдере. Катод детектора выполнен из полиамидной (каптоновой) пленки с углеродным напылением толщиной 72 мкм. Анодная проволочка изготовлена из позолоченного вольфрама и имеет диаметр 50 мкм. Такой пропорциональный счетчик (далее по тексту будет использоваться его рабочее название — straw), согласно результатам многолетних ресурсных исследований, обладает минимальным выделением паров материалов конструкции в рабочую газовую смесь [8, 19]. Используемые в наших исследованиях straw имели диаметр 4 мм и длину 32 см.

В ходе старения через straw продувалась рабочая газовая смесь  $60\% Ar + 30\% CO_2 + 10\% CF_4$  со скоростью продува  $0.5 \text{ см}^3/\text{мин}$ . Для исключения попадания в рабочий объем straw паров воды из воздуха пара детекторов помещалась внутрь герметичного модуля, в котором они обдувались снаружи аргоном. Одновременное облучение straw осуществлялось при помощи трех  $\beta$ -источников  $^{90}Sr$ , помещенных в один контейнер. Эти источники создавали равномерную зону облучения протяженностью 34 мм. Интенсивность “засветки” электронами, приходящаяся на straw, составляла  $\bar{R} = 1.5 \times 10^7$  Гц. Максимальная энергия электронов источника  $^{90}Sr$  —  $E_{\beta} = 2.28$  МэВ.

Процедура старения straw выполнялась при коэффициенте газового усиления (КГУ), равном  $5 \cdot 10^4$ , и плотности тока  $0.97 \text{ }\mu\text{A}/\text{см}$ . Изменение рабочих характеристик детектора регулярно контролировалось после набора дозы  $0.13 \text{ Кл}/\text{см}$ . Для этого производилось измерение темнового тока и КГУ. Величина КГУ оценивалась по положению пика поглощения в аргоне амплитудного спектра  $\gamma$ -квантов ( $E_{\gamma} = 5.9 \text{ кэВ}$ ) от источника  $^{55}Fe$ , коллимированного до 2 мм. Прозрачность стенок детектора straw для  $\gamma$ -квантов позволяла наблюдать динамику процесса старения по всей длине по мере увеличения накопленной дозы.

Поскольку амплитуда сигнала при открытой системе продува зависит от давления и температуры, то мониторинг амплитуды велось также на идентичном необлучаемом контрольном модуле. Сравнение амплитуд сигналов со straw исследуемого и контрольного модулей позволило исключить влияние окружающей среды на данные о старении.

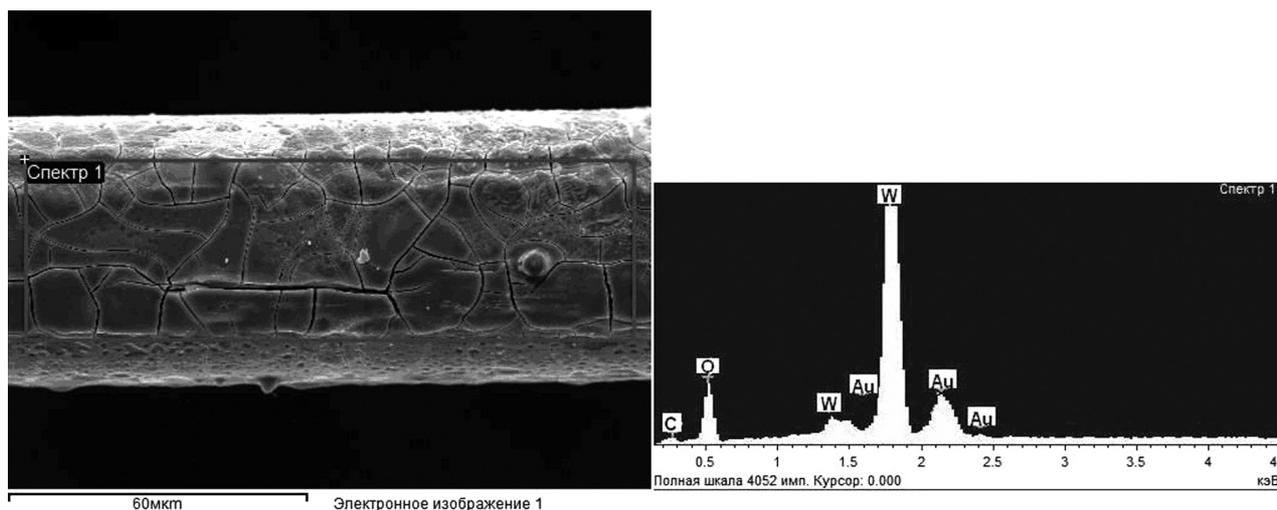
Результаты измерений, демонстрирующие динамику изменения, вдоль длины анодной проволочки приведены на рис. 1а. По оси ординат отложены координаты положения источника  $^{55}Fe$ , измеренные автоматической системой переме-



**Рис. 1.** Динамика падения КГУ в газовой смеси 60% Ar+30% CO<sub>2</sub>+10% CF<sub>4</sub> в зависимости от набранной дозы: *а* — распределение КГУ вдоль длины straw для различных накопленных доз; *б* — зависимость КГУ от накопленной дозы в точках, имеющих координаты по направлению продува газа: X=73 мм — до зоны облучения; X=173 мм — в центре зоны облучения; X=273 мм — после зоны облучения

ния. Центр зоны облучения на рис. 1*а* имеет координату 173 мм. Шаг сканирования на удалении 40 мм от центра равен 2 мм, а за пределами этой зоны 20 мм. На рисунке хорошо видно, что с набором дозы в области облучения происходит заметное падение КГУ. На рис. 1*б* показана зависи-

мость КГУ в straw от накопленной дозы. Величина КГУ в центре зоны облучения определялась как среднее по пяти соседним точкам измерения. Уменьшение КГУ, вызванное старением, начинается с дозы порядка  $Q \approx 0.4$  Кл/см и достигает 10% при  $Q = 1.686$  Кл/см. В необлучаемых частях straw



**Рис. 2.** Слева SEM снимок поверхности анодной проволоочки с зоной, выделенной для ХЕМ анализа. Справа ХЕМ спектр поверхности анодной проволоочки

с координатами  $X=73$  мм и  $X=273$  мм, удаленных от центра на 100 мм, падения КГУ не происходит. Это обусловлено тем, что старение в straw вызвано электрохимическими процессами, происходящими только в области развития газоразрядных лавин, то есть в зоне облучения.

#### **SEM/ХЕМ АНАЛИЗ ПОВЕРХНОСТИ СОСТАРЕННОЙ ПРОВОЛОЧКИ**

Анализ характера старения поверхности анодной проволоочки проводился при помощи сканирующего электронного микроскопа SEM (Scanning Electron Microscopy) и рентгенофлуоресцентной спектроскопии ХЕМ (X-ray Emission Measurement). На рис. 2 приведены SEM снимок поверхности проволоочки в зоне облучения и соответствующий ХЕМ спектр, сделанный в выделенной области (спектр 1). На поверхности проволоочки обнаружены Au, W, O, C. Присутствие этих химических элементов на поверхности проволоочки хорошо подтверждает начальное предположение, что причиной старения straw стало распухание анода, а деградация его поверхности связана с появлением наплывов из окислов вольфрама через микротрещины в золотом покрытии [10]. Измерение диаметра анода показало его увеличение на 2 мкм, что объясняет падение амплитуды сигналов при мониторинговании в ходе измерений.

Таким образом, для восстановления рабочих характеристик состаренной straw необходимо удалить образования на проволоочке, состоящие из окислов вольфрама, и тем самым восстановить ее диаметр до первоначального значения. Для вы-

полнения этой задачи было решено использовать тлеющий разряд галогеносодержащего газа. При этом приложенное напряжение в straw инвертировалось, и проволоочка становилась катодом — эмиттером электронов. Необходимо заметить, что именно вольфрам и углерод, находящиеся на поверхности проволоочки, являются широко распространенным материалом для автоэммиттеров электронов в сильных электрических полях с напряженностью  $10^7$  В/см. Поэтому остроконечные образования с размерами менее одного микрона, возникшие на поверхности 50-микронной проволоочки в результате старения, уже при напряженности поля на уровне  $1.5 \cdot 10^5$  В/см могут стать источниками автоэмиссии электронов, стимулирующими развитие тлеющего разряда [20, 21].

#### **ВОССТАНОВЛЕНИЕ STRAW В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ**

##### **ГАЗОВАЯ СМЕСЬ ДЛЯ ВОССТАНОВЛЕНИЯ АНОДНЫХ ПРОВОЛОЧЕК**

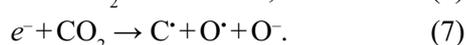
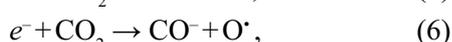
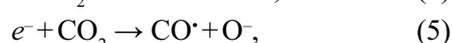
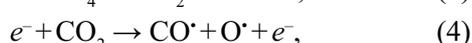
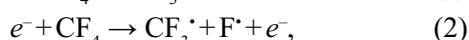
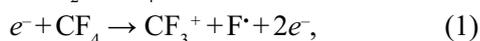
Процесс травления образца в тлеющем разряде состоит из следующих стадий:

- образование химически активных частиц — в первую очередь атомов галогенов, кислорода и галогеносодержащих радикалов в плазме;
- адсорбция радикалов на поверхности материала, химическая реакция с поверхностными атомами с образованием стабильных летучих галогенидов;
- десорбция образовавшихся летучих продуктов и радикалов с поверхности материала за счет радиационной стимуляции.

Любая из приведенных стадий является определяющей для скорости травления.

Рабочей газовой смесью для восстановления анодных проволочек была выбрана смесь 80%  $\text{CF}_4$  + 20%  $\text{CO}_2$ . Процентное соотношение компонент в смеси выбрано на основе результатов работы [11], в которой было показано, что наиболее эффективное для травления соотношение атомов фтора и углерода находится в диапазоне  $0.8 < F/C < 4.0$ . В выбранной газовой смеси это отношение составляет  $F/C = 3.2$ .

Основные реакции ударной электронной диссоциации для  $\text{CO}_2$  и  $\text{CF}_4$  приведены ниже:



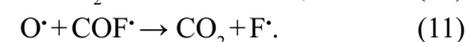
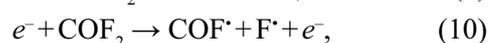
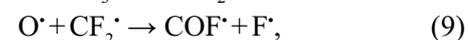
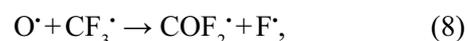
Основные каналы диссоциативной ионизации  $\text{CF}_4$  (1) дают малый вклад в процесс травления, поскольку реализуются при энергиях электронов выше порога  $E_{\text{пор}} = 16$  эВ, а максимумы сечений реакций ионизации достигаются при 70 эВ [20]. В свою очередь, диссоциация молекул с образованием нейтральных частиц — радикалов (2), (3) — происходит при энергии электронов в диапазоне 3÷6 эВ [21].

При столкновениях электронов с молекулами  $\text{CO}_2$  порог сечения диссоциативной ионизации начинается с энергии  $E_{\text{пор}} = 13.8$  эВ. Поэтому образование ионов  $\text{CO}_2^+$ ,  $\text{CO}^+$ ,  $\text{O}^+$ ,  $\text{C}^+$  происходит преимущественно также за счет высокоэнергетичных электронов, находящихся на краю энергетического распределения. Как и в случае с  $\text{CF}_4$ , образование радикалов  $\text{O}^\cdot$ ,  $\text{CO}^\cdot$  происходит за счет реакций диссоциации (4—7), большинство из которых протекают при энергии электронов порядка  $E_{el} \sim 5\div 6$  эВ [21].

Учитывая, что реакции диссоциации происходят при меньшей энергии, чем ионизация, количество радикалов в разряде значительно превышает число ионов. Радикалы, образовавшиеся вблизи проволочки, легко поляризуются и, пристав к поверхности, вступают во взаимодействие с соединениями вольфрама.

Присутствие радикалов кислорода, образующихся при диссоциации  $\text{CO}_2$  вблизи анодной проволочки, увеличивает скорость травления вольфра-

мовых образований за счет повышения концентрации радикалов фтора. Это происходит благодаря тому, что кислород способствует образованию радикалов  $\text{COF}_x^\cdot$  (8, 9), которые быстро диссоциируют в столкновениях с окружающими их электронами и атомами (10, 11):



В то же время у стенок straw концентрация радикалов кислорода незначительна. Поскольку, имея большую химическую активность и, образуясь, в основном, вблизи проволочки, эти радикалы не доходят до стенок straw.

### ТЛЕЮЩИЙ РАЗРЯД В STRAW

Восстановление straw происходит в тлеющем разряде, при котором, благодаря травлению активными химическими радикалами, с поверхности проволочки удаляются образования, вызванные старением.

Для поджигания разряда и его поддержания в зоне повреждения проволочки использовался источник  $\gamma$ -квантов  $^{55}\text{Fe}$ . Интегральная загрузка straw от  $\gamma$ -источника в зоне облучения составила 3.6 кГц. Ионизирующее облучение от  $^{55}\text{Fe}$  приводит к образованию ионов и радикалов во всем рабочем объеме straw и разрушает химические связи соединений вольфрама на проволочке. Другим важным фактором для травления является то, что  $\gamma$ -кванты с энергией  $E_\gamma = 5.9$  кэВ обеспечивают радиационную десорбцию молекул и радикалов, абсорбированных на поверхности проволочки. В тлеющем разряде газовой смеси на основе  $\text{CF}_4$  для эффективного удаления соединений вольфрама с поверхности необходимо обеспечить десорбцию радикалов  $\text{CF}_3^\cdot$  и фторидов  $\text{WF}_5$ ,  $\text{WF}_4$ , которые способны быстро покрывать всю рабочую зону и останавливать химические реакции [20].

Интенсивное образование радикалов  $\text{F}^\cdot$ ,  $\text{O}^\cdot$ ,  $\text{CO}^\cdot$ ,  $\text{CF}_3^\cdot$  и ионов  $\text{O}^+$ ,  $\text{CF}_3^+$ ,  $\text{CF}_2^+$ ,  $\text{CO}^+$  происходит в катодном слое вблизи проволочки. В сильно неоднородном поле straw катодный слой тлеющего разряда сосредоточен вблизи поверхности проволочки, на которую подано отрицательное напряжение. Как уже упоминалось выше, на остриях образований на проволочке напряженность электрического поля может достигать значений  $10^7$  В/см и выше, поэтому, прежде всего, здесь происходит поджигание тлеющего разряда за счет электронов автоэ-

миссии. При инвертированном напряжении электроны, вылетающие с поверхности с энергией  $E_{el} \approx 1$  эВ, способны уже на нескольких длинах свободного пробега от катода приобретать в электрическом поле  $E \approx 200 \div 300$  кВ/см энергию до 20 эВ. Поэтому реакции ионизации и диссоциации с образованием химически активных частиц в катодном слое происходят на расстоянии в несколько длин свободного пробега электронов [21—23].

Бомбардировка поверхности положительными ионами, облако которых окружает проволочку, играет существенную роль в ускорении процесса травления. Концентрируясь вблизи поверхности проволочки, в катодном слое, эти ионы находятся на уровне тепловой энергии. Однако на последней длине пробега в электрическом поле с напряженностью  $E \approx 200 \div 300$  кВ/см они могут разогнаться и бомбардировать соединения  $WO_x$  на поверхности проволочки. Энергию, которую приобретает  $CF_3^+$  вблизи проволочки, можно оценить при помощи формулы из работы [21]. Для упрощения при расчете рассматривалось движение ионов  $CF_3^+$  только в  $CF_4$ .

$$\bar{\varepsilon}_i \approx \frac{(M_{CF_4} + M_{CF_3})}{2M_{CF_4} \sqrt{M_{CF_3}}} e^- El \quad (12)$$

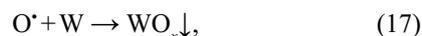
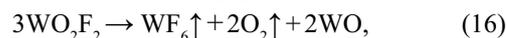
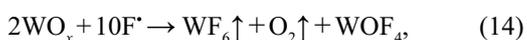
$l$  — длина свободного пробега иона, равная

$$l = \frac{1}{\sqrt{2N\pi} \cdot d_{CF_3}^2}; \quad (13)$$

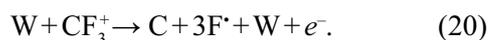
где  $M_{CF_4} = 1.46 \times 10^{-22}$  г;  $M_{CF_3} = 1.15 \times 10^{-22}$  г — массы молекул;  $e^- = 1.60 \times 10^{-19}$  Кл — заряд электрона;  $d_{CF_3} = 2.64 \times 10^{-12}$  см — размер иона  $CF_3^+$ ;  $N = 2.685 \times 10^{19}$  1/см<sup>3</sup> — число Лошмидта. Согласно (13), энергия ионов  $CF_3^+$ , набираемая на последней длине свободного пробега  $l = 1.24 \times 10^{-5}$  см, составляет  $\varepsilon_i \approx 5$  эВ. При такой энергии может осуществляться диссоциация оксидов вольфрама, что ускоряет процесс травления на поверхности проволочки. Однако необходимо отметить, что в условиях straw энергия  $CF_3^+$  ионов далека от 100 эВ, поэтому процесс распыления атомов на поверхности образца идти не может.

#### **ХИМИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ ТРАВЛЕНИЯ НА ПОВЕРХНОСТИ ПРОВОЛОЧКИ**

В результате образования радикалов в газовой смеси 80%  $CF_4$  + 20%  $CO_2$  травление вольфрама и его соединений, которые оказались на поверхности проволочки, сопровождается реакциями [17, 20]:



Как видно, в результате реакции окислов вольфрама с радикалами  $F^*$  и  $O^*$  образуются  $WF_6 \uparrow$ ,  $O_2 \uparrow$  летучие соединения, легко удаляемые из рабочего объема straw продувом газа. В процессе травления на поверхности проволочки возможно также образование некоторого количества углерода:



Однако вклад этой реакции незначителен, поскольку число  $CF_3^+$  ионов значительно меньше, чем радикалов, а на поверхности проволочки преимущественно находятся окислы вольфрама.

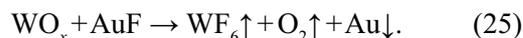
В работе [24] показано, что золотое покрытие проволочки может также являться достаточно эффективным катализатором процесса диссоциации галогенсодержащих молекул по механизму диссоциативной адсорбции. Возможны следующие реакции:



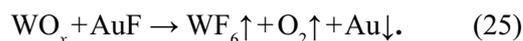
Газообразный фторид золота  $AuF$  является неустойчивым соединением и при не очень высокой температуре распадается по реакции:



Молекула  $AuF_3$  также неустойчива и при температуре 383 К распадается. Однако, в условиях газового разряда реакция распада возможна при комнатной температуре:



Из-за наличия Au в зоне травления происходит понижение энергии активации диссоциации молекул  $CF_4$  на радикалы  $CF_3^*$  и  $F^*$ . Таким образом, осуществляется каталитическая активация процессов травления соединений вольфрама радикалами  $F^*$ :



где Au расходуется в роли катализатора.

#### **МЕТОД ВОССТАНОВЛЕНИЯ СОСТАРЕННОЙ STRAW**

##### **МЕТОДИКА ОЧИСТКИ В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ**

С целью определения величины инвертированного напряжения для поджигания тлеющего раз-

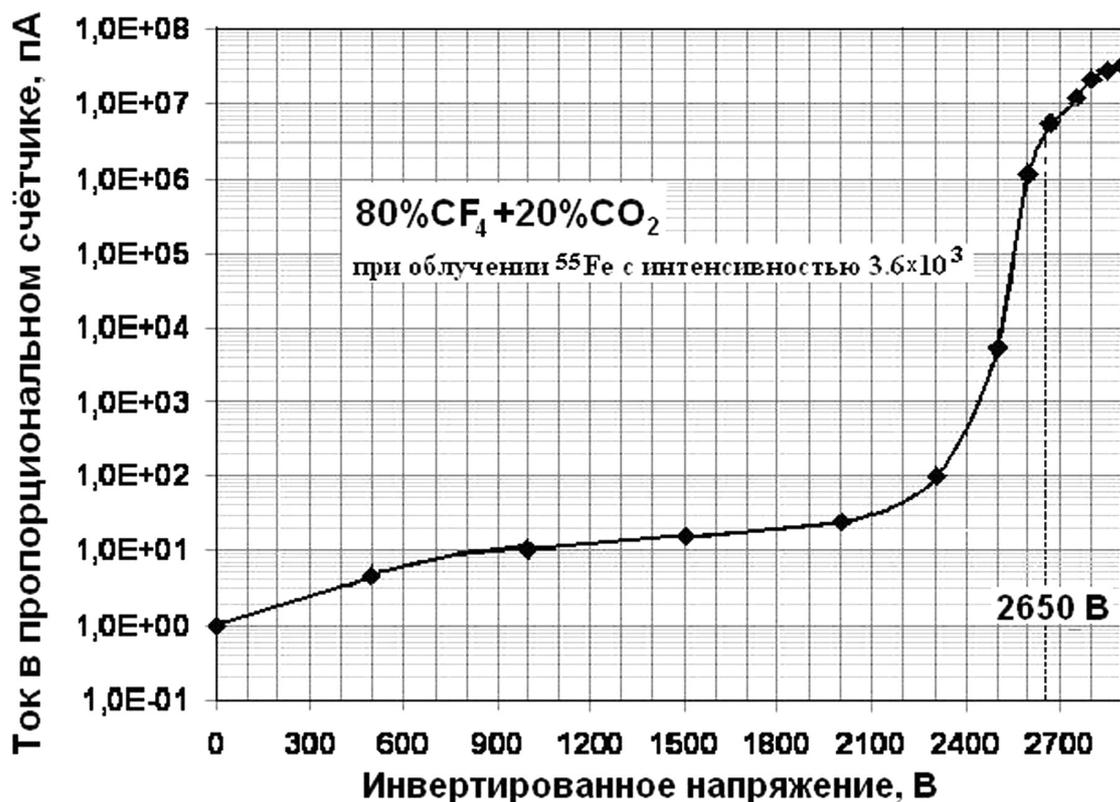


Рис. 3. Зависимость тока в пропорциональном счетчике straw от инвертированного напряжения при облучении зоны падения КГУ тремя источниками  $^{55}\text{Fe}$

ряда в газовой смеси 80%  $\text{CF}_4$  + 20%  $\text{CO}_2$  и начала процесса травления в состаренной straw была измерена вольт-амперная характеристика. При измерении тока облученная зона детектора, где произошла деградация КГУ, облучалась тремя  $\gamma$ -источниками  $^{55}\text{Fe}$ . Результаты приведены на рис. 3. На графике хорошо видно, что появление тлеющего газового разряда сопровождается возникновением большого объемного заряда, заметного при напряжении свыше 2600 В по замедлению роста тока.

В качестве начальной рабочей точки для тренировки straw была выбрана величина напряжения 2650 В, при которой ток в детекторе составлял порядка  $5 \div 6$  мкА.

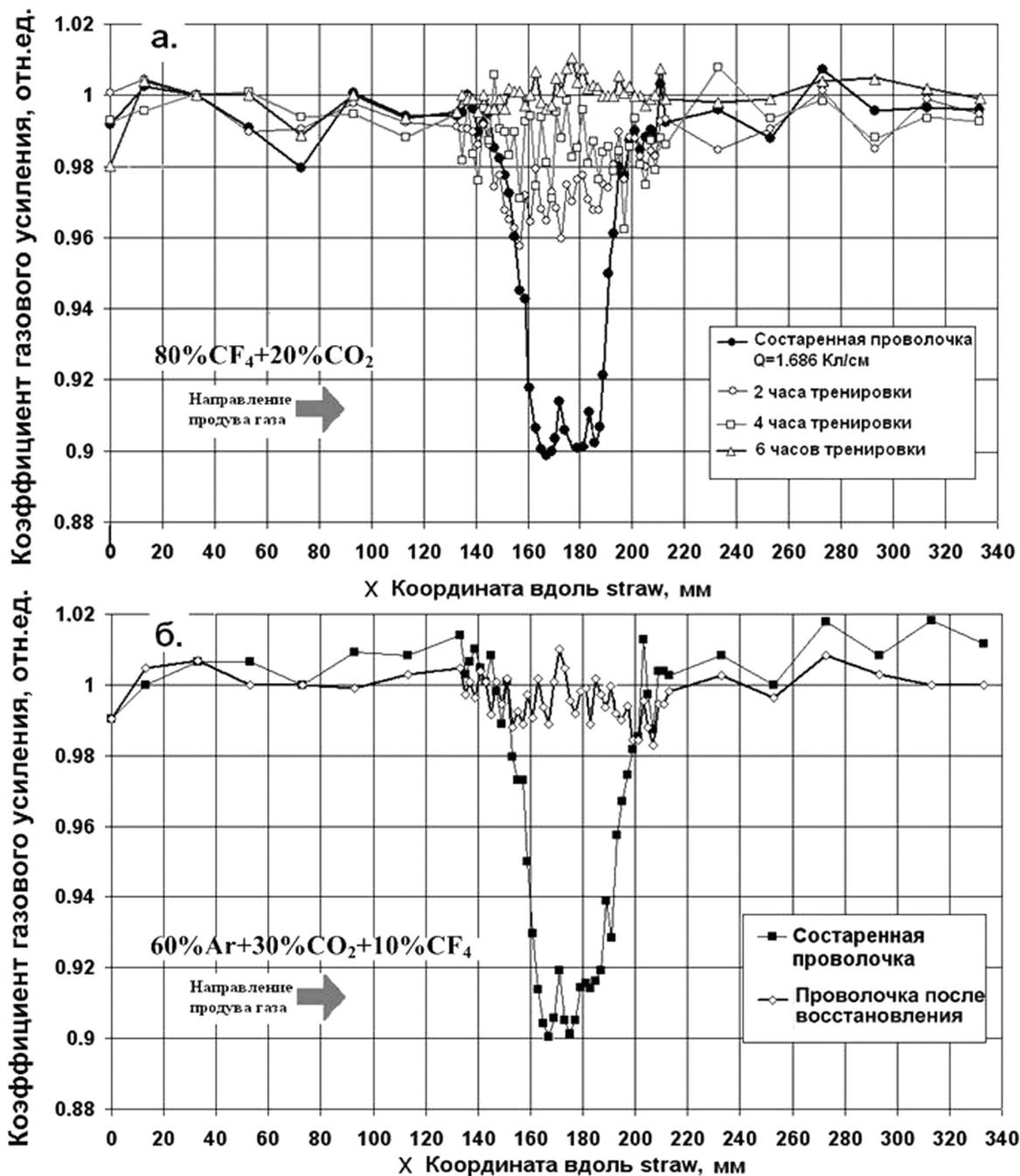
Поскольку травление происходит, прежде всего, на микроостриях, то по мере их удаления ток в разряде быстро падает. Поэтому для поддержания тлеющего разряда в рабочем объеме и полной очистки проволоочки необходимо периодически смещать рабочую точку по напряжению в сторону увеличения. В итоге, напряжение в рабочей точке в конце тренировки может достигать 3000 В.

В ходе восстановления straw с целью контроля через каждые два часа тренировки производилось

измерение распределения КГУ вдоль длины проволоочки с использованием газовой смеси 80%  $\text{CF}_4$  + 20%  $\text{CO}_2$ . Причем напряжение, подаваемое на детектор, 2750 В, обеспечивало такую же амплитуду сигнала, как и при подобных измерениях с использованием рабочей газовой смеси 60%  $\text{Ar}$  + 30%  $\text{CO}_2$  + 10%  $\text{CF}_4$ .

Результаты измерений КГУ приведены на рис. 4 а. Видно, что в процессе восстановления по мере удаления налета с проволоочки, возрастает амплитуда сигнала в зоне деградации КГУ. После 6 часов тренировки в тлеющем разряде газовой смеси 80%  $\text{CF}_4$  + 20%  $\text{CO}_2$  газовое усиление в области деградации практически восстановилось до исходного значения и стало таким же, как в необлученной области straw. Окончательное измерение распределения КГУ вдоль длины пропорционального счетчика было выполнено с рабочей газовой смесью. На рис. 4 б показано распределение КГУ вдоль проволоочки, измеренное после окончания старения (накопленный заряд  $Q = 1.686$  Кл/см), и конечное распределение КГУ после процедуры восстановления анодной проволоочки.

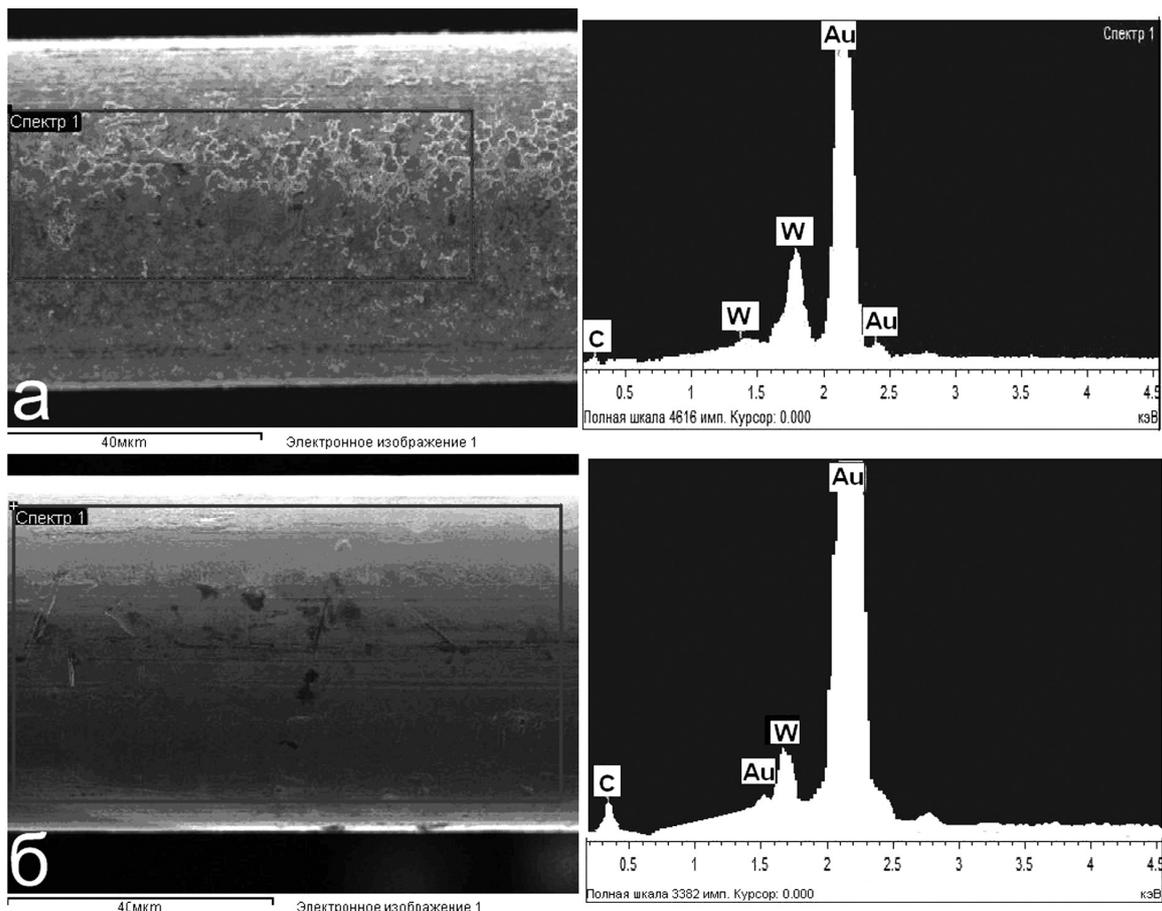
После окончания процесса восстановления проволоочка была извлечена из straw для исследо-



**Рис. 4.** Распределение КГУ вдоль длины состаренной straw: *а* — измеренное при восстановлении в тлеющем разряде 80% CF<sub>4</sub>+20% CO<sub>2</sub>, *б* — измеренное в рабочей газовой смеси 60% Ar+30% CO<sub>2</sub>+10% CF<sub>4</sub> до и после восстановления

вания поверхности при помощи сканирующего электронного микроскопа и методом рентгенофлуоресцентного анализа. Для сравнения снимки и анализ поверхности были выполнены также и на необлученной проволочке. На рис. 5 приведены результаты, полученные для восстановленной (*а*) и необлученной (*б*) проволочек. Сравнивая SEM снимок восстановленной проволочки на рис. 5 *а* со

снимком состаренной проволочки на рис. 2, видно, что в результате восстановления в тлеющем разряде осадки из соединений вольфрама в основном удалены с поверхности. Незначительные остатки вольфрама видны в виде «разводов», и их присутствие подтверждается ХЕМ анализом. Практически, эти дефекты на поверхности проволочки выглядят не значительнее тех следов, которые остав-



**Рис. 5.** Результаты SEM/XEM анализа поверхности проволочки: *а* — после восстановления в тлеющем разряде; *б* — исходное состояние поверхности до начала облучения. Вверху показаны снимки, сделанные на сканирующем микроскопе, внизу — результаты рентгенофлуоресцентного анализа. Рамкой выделена анализируемая зона поверхности

ляют фильтры при ее производстве, рис. 5б. Сопоставление спектров рентгенофлуоресцентного анализа на рис. 5а и 5б показывает сходный состав химических элементов с незначительным превышением содержания вольфрама на восстановленной проволочке.

Необходимо отметить, что при увеличении в 1200 раз на рис. 5а на восстановленной поверхности почти не видны трещины, через которые из-под золотого покрытия появлялись соединения вольфрама. Хотя на SEM снимке состаренной проволочки, рис. 2, трещины хорошо видны, и их размер составляет  $0.1 \pm 0.5$  микрона. По-видимому, еще одним результатом процесса восстановления является сжатие золотого покрытия, приводящее к «затягиванию» трещин.

Удаление окислов вольфрама с поверхности и в трещинах позволяет золотому покрытию вернуться в исходное положение. Из этого наблюдения можно сделать вывод, что применение тренировок

для восстановления может быть эффективно до тех пор, пока старение проволочки не перешло в необратимую фазу, связанную с отслаиванием золотого покрытия. Поэтому травление поверхности анодной проволочки желательно проводить в начальной стадии деградации детектора.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Разработан и испытан метод восстановления состаренных анодных проволочек на основе тренировки в тлеющем разряде газовой смеси  $80\% \text{CF}_4 + 20\% \text{CO}_2$ . Метод позволяет удалять с поверхности анодных проволочек налет из окислов вольфрама, образовавшихся в результате процесса старения.

2. Образование налета вызвано механизмом набухания вольфрама под золотым покрытием проволочки, который может реализоваться и при других составах газовой смеси, отличных от исследованной в работе  $60\% \text{Ar} + 30\% \text{CO}_2 + 10\% \text{CF}_4$ .

Поэтому рассмотренная методика восстановления работоспособности детектора без его разборки актуальна для всех случаев старения, где произошло распухание анодной проволоочки.

3. Условия реализации методики восстановления достаточно сложны: требуется внешний источник облучения зоны деградации; ток в тлеющем разряде составляет несколько микроампер на проволочку; в детектор необходимо задуть 80 %  $\text{CF}_4$  + 20%  $\text{CO}_2$  вместо рабочей газовой смеси. Поэтому данная методика не всегда может быть использована в больших экспериментальных установках со специализированными системами подачи газа.

4. По-видимому, предложенная методика наиболее эффективна в начале деградации КГУ детектора. При большей деградации детектора возрастает вероятность появления отслаивания золотого покрытия с поверхности анодных проволочек, и тогда восстановление детектора становится невозможным.

*Авторы выражают свою искреннюю признательность Б. Л. Агапову за большую помощь и полезные замечания при проведении исследований образцов на электронном микроскопе, а также сотрудникам Центра коллективного пользования Воронежского госуниверситета. Мы также приносим благодарность И. Н. Парченко за значительный вклад в техническую часть эксперимента.*

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Holman M., Padilla C., et. al. // NIMA. 2002. V. 494. P. 179—193.
2. Titov M. // ICFA Instrumentation Bulletin. 2004. V. 26. P. 02.
3. Capeans M. // NIMA. 2003. V. 515. P. 73—88.
4. Openshaw R., Henderson R. // NIMA. 2003. V. 515. P. 89—94.
5. Niebur C. // NIMA. 2003. V. 515. P.43—49.
6. Marshall T. // NIMA. 2003. V. 515. P. 50—52.
7. Titov M. // ICFA Instrumentation Bulletin. 2004. V. 26. P.02.
8. Akesson T., et. al. // NIMA. 2003. V. 515 P. 166—179.
9. Schreiner A., Bohm G., et. al. // NIMA. 2003. V. 515. P. 146—151.
10. Ferguson T., Gavrilov G., et. al. // NIMA. 2002. V. 483. P. 698—703.
11. Wise J., Kadyk J. A., Hess D. W. // J. Appl. Physics. 1993. V. 74(9). P. 5327—5340.
12. Openshaw R., Henderson R. S., et. al. // IEEE Trans. Nucl. Science. 1987. NS-34. P. 528.
13. Kanazawa S., Kogoma M., et. al. // J. Physycs 1988. D21. P. 838.
14. Fraser M. E., Fec D. A., Shchinson R. S. // Plasma Chem., Plasma Process. 1985. V. 5. P. 163.
15. Plumb I. C., Ryan K. R. // Plasma Chem., Plasma Process. 1986. V. 3. P. 6.
16. d'Agostino R., Fracassi F., Lamendola R. // Pure&Appl. Chem. 1994. V. 66. № 6. P. 1185—1194.
17. Bestwick T. D., Oehrlein G. S. // J. Appl. Phys. V. 66 (10). P. 1989.
18. Belostotski S., Frullani S., Gavrilov G., et. al. // NIMA. 2008. V. 591. P. 353—366.
19. Capeans M. // NIMA. 2003. V. 515. P. 73—88.
20. Данилин Б. С., Купеев В. Ю. Применение низкотемпературной плазмы для травления и очистки материалов. Энергоатомиздат. Москва, 1987.
21. Райзер Ю. П. Основы современной физики газоразрядных процессов. Наука: Москва, 1980.
22. Hash D. B., Bose D., Rao M. V. V. S., et. al. // J. Appl. Phys. 2001. V. 90(5). P. 2148—2157.
23. Vriens L. // J. Appl. Phys. 1973. V. 44(9). P. 3980—3989.
24. Отчет о НИР «Каталитическая активация процессов плазмохимического травления материалов электронной техники». № ГР 01.960.001459, науч. рук. Ю. И. Дикарев. Воронеж. ВГУ, 1997. 63 с.

---

*Аксёнов Дмитрий Андреевич* — аспирант, Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова; тел.: (813) 46896, e-mail: in\_extremo@mail.ru

*Вахтель Виктор Матвеевич* — доцент физического факультета Воронежского государственного университета; тел.: (4732) 208821, e-mail: vakhtel@phys.vsu.ru

*Гаврилов Геннадий Евгеньевич* — старший научный сотрудник, Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова; тел.: (813) 7130257, e-mail: gennady.gavrilov@pnpi.spb.ru

*Aksyonov Dmitry A.* — the post-graduate student, Konstantinov Petersburg Nuclear Physics Institute of the R A S, Gatchina; tel.: (813) 46896, e-mail: in\_extremo@mail.ru

*Vahtel Victor M.* — senior lecturer of physical faculty, Voronezh State University; tel.: (4732) 208821, e-mail: vakhtel@phys.vsu.ru

*Gavrilov Gennady E.* — senior scientific employee, Konstantinov Petersburg Nuclear Physics Institute of the R A S, Gatchina; tel.: (813) 7130257, e-mail: gennady.gavrilov@pnpi.spb.ru

---

*Дикарев Юрий Иванович* — доцент физического факультета Воронежского государственного университета; тел.: (4732) 208821

*Dikarev Jury I.* — senior lecturer of physical faculty, Voronezh State University; tel.: (4732) 208821

*Кривишч Анатолий Григорьевич* — заведующий отделом трековых детекторов Петербургского института ядерной физики им. Б. П. Константинова; тел.: (813) 714604, e-mail: kriv@pnpi.spb.ru

*Krivshich Anatoly G.* — head of department of track detectors, Konstantinov Petersburg Nuclear Physics Institute of the R A S, Gatchina; tel.: (813) 714604, e-mail: kriv@pnpi.spb.ru

*Майсузенко Дмитрий Андреевич* — старший лаборант, Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова; тел.: (813) 46896, e-mail: dmaysu@pnpi.spb.ru

*Majsuzenko Dmitry A.* — senior laboratorian, Konstantinov Petersburg Nuclear Physics Institute of the R A S, Gatchina; tel.: (813) 46896, e-mail: dmaysu@pnpi.spb.ru

*Фетисов Андрей Александрович* — научный сотрудник, Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова; тел.: (813) 46446, e-mail: andy@pnpi.spb.ru

*Fetisov Andrey A.* — scientific employee, Konstantinov Petersburg Nuclear Physics Institute of the R A S, Gatchina; tel.: (813) 46446, e-mail: andy@pnpi.spb.ru