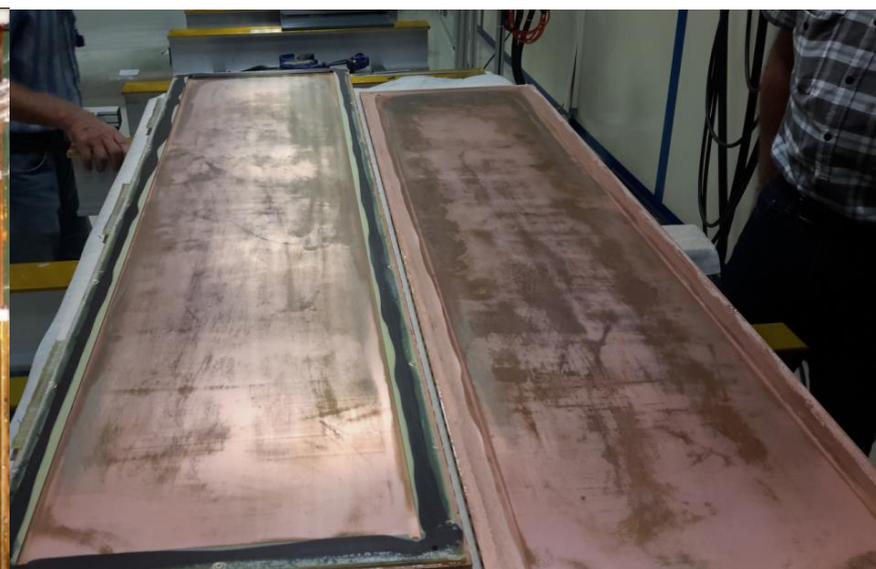




Природа возникновения спонтанного самоподдерживающегося тока в пропорциональных камерах экспериментов на БАК (по результатам исследований МПК LHCb & CMS)

Гаврилов Г.Е.



500x



500x



Достаточно часто на поверхности катода встречаются некрупные структуры (50-100µм) напоминающие кратеры*.



План:

- Мотивация работы
- Цель и методы исследования
- МПК мюонных систем LHCb и CMS и возникновение спонтанных токови
- Ресурсные испытания прототипов МПК мюонной системы CMS
- Комплексные исследования поверхности катода МПК из LHCb
- Источники эмиссии и вольт-амперные измерения поверхности катода
- ЗАКЛЮЧЕНИЕ



Мотивация и задачи исследования

□ В результате реконструкции LHC его светимость возрастет

в эксперименте LHCb:

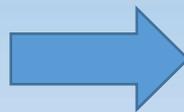
с $L=4 \cdot 10^{32} \text{ c}^{-1} \text{ cm}^{-2}$ (2012 г) до $L=2 \cdot 10^{33} \text{ c}^{-1} \text{ cm}^{-2}$ (2022)

в эксперименте CMS:

с $L = 7 \times 10^{33} \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}$ (2012) to $L = 5 \times 10^{34} \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}$ (2022)



ток в МПК возрастет в ~ 10 раз



ускорятся процессы деградации в МПК

□ Пропорциональные камеры мюонных детекторов LHCb и CMS периодически демонстрируют возникновение спонтанных самоподдерживающихся токов – Мальтер эффект (МЭ)

Появление новых точек МЭ стимулируется изменениями загрузки от LHC

Необходимо обеспечить работоспособность

МПК на последующие 5-7 лет работы на пучке HL-LHC !

→ ***Исследование формирования источников эмиссионных токов в МПК на LHC***

→ ***Выработка методики подавления***

Методики исследования

- ❑ Атомно-силовая микроскопия на СЗМ «Solver Next» производства ОАО «НТ-МДТ» г. Зеленоград
- ❑ Элементный анализ поверхности проводился на установке «Микрозонд» комплекса Микрозонд - ЭГП-10 методом обратного резерфордовского рассеяния (Rutherford backscattering spectroscopy - RBS).

(Абрамович С.Н., Зимин Е.В., Иванин И.А. // Труды ВНИИЭФ. 2010. № 15. С. 486)

Энергия пучка – 4 MeV;

Ток протонов на образцах – 0.01 nA;

Размер пучка на образце – 30 × 30 μm.

Площадь сканирования – 300 × 300 μm.

- ❑ Анализ элементного состава на поверхности катода с помощью рентгеновского дифрактометра "Shimadzu XRD-7000"
- ❑ Метод Рамановской спектроскопии - анализ структурного состава микро-объектов и субстанций на поверхности образцов.

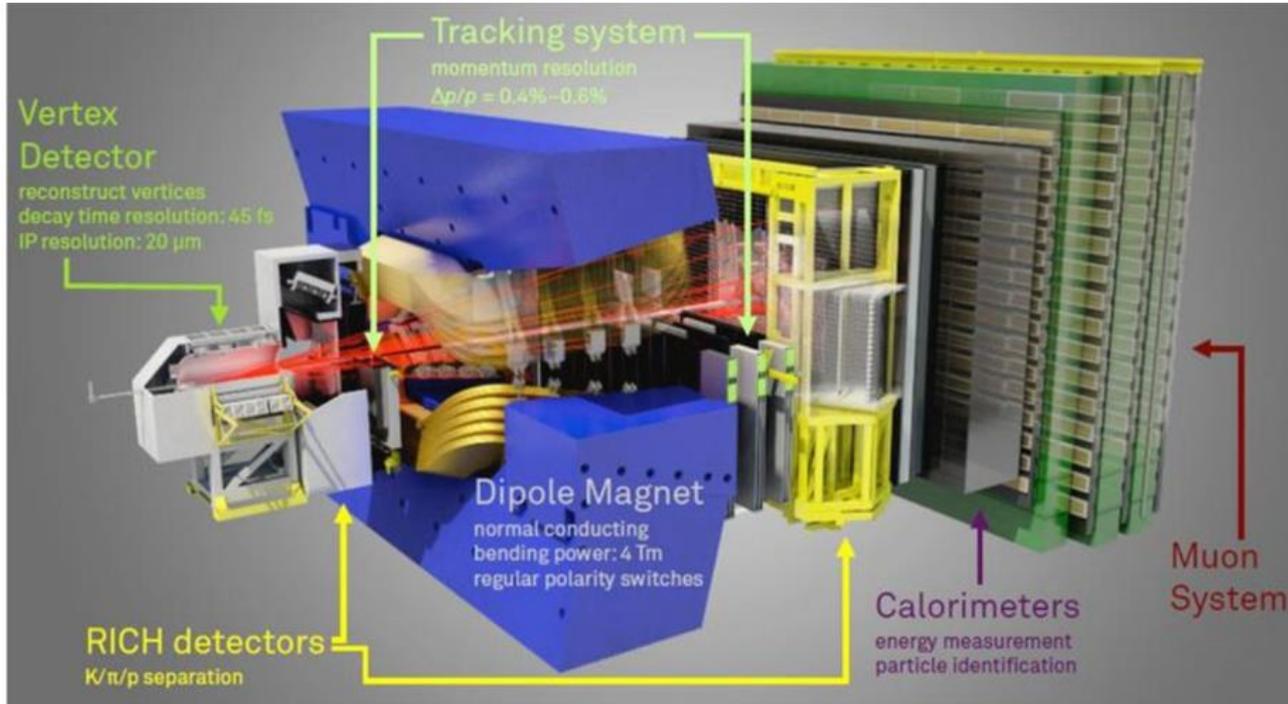
Раман-микроскоп РамМикс M532® совмещающий Раман-анализатор EnSpectr R532® Scientific Edition и микроскоп Olympus CX-41

Лазер с излучением $\lambda = 532 \text{ nm}$, мощностью пучка на поверхности составляла 30 mW, диаметр пучка 4 μm экспозиция 1000 ms



МПК мюонной системы LHCb

(The Large Hadron Collider beauty experiment)



$L = 2.5 \text{ mm}$, $s = 2 \text{ mm}$,
 Cu фольга # 35 μm
 $HV \sim 2.7 - 2.8 \text{ kV}$
 $E_{\text{cath}} \approx 5 \text{ kV/cm}$



вершинный детектор, магнитный спектрометр с трековой системой (Tracking system), Черенковский детектор разделения K/π/p (RICH) и Мюонная система МПК (Muon System)

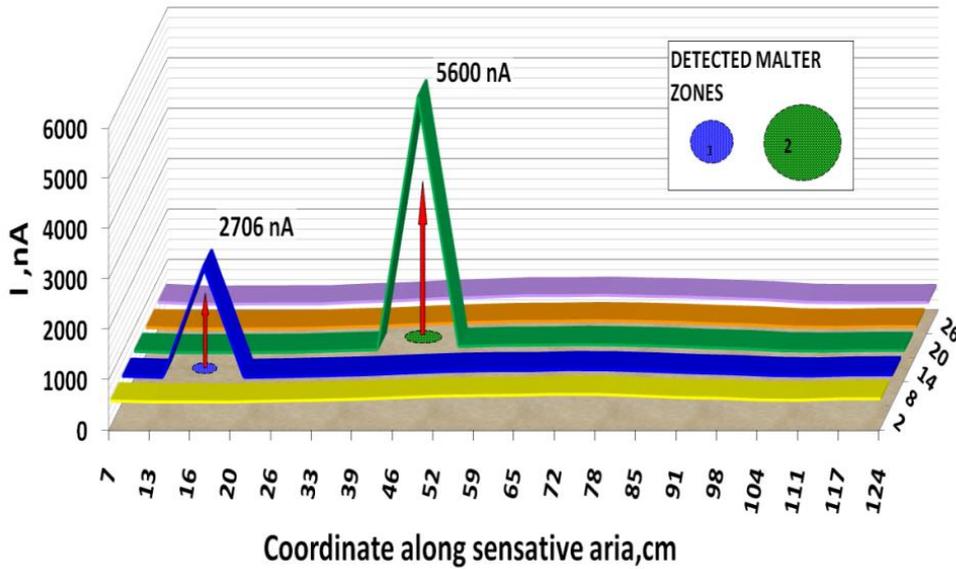
- ❑ Muon System включает пять станций-слоев из 1368 модулей по четыре МПК с общей площадью 435 м².
- ❑ Максимальный накопленный заряд проволочками МПК в наиболее облучаемых регионах $Q \approx 0.6 \text{ C/cm}$.
- ❑ Доза, накопленная медной фольгой на катодах МПК самой дальней станции M5, составляет $D \approx 1.3 \text{ Gr}$
- ❑ Рабочая газовая смесь: Ar(40%)/CO₂(55%)/CF₄(5%)



Malter current: trips observed at LHCb



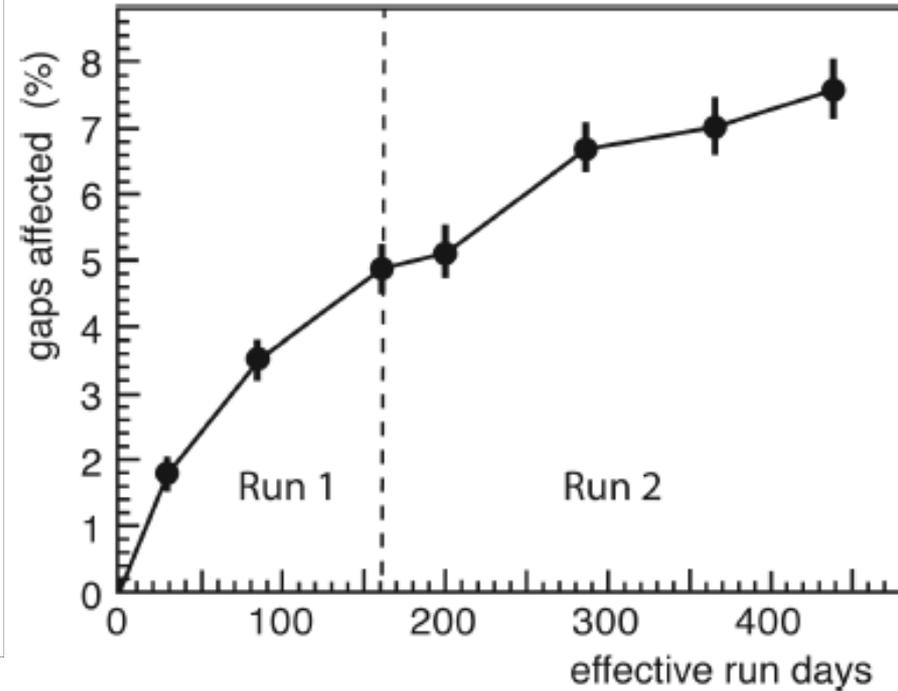
Currents from Sr⁹⁰ along the chamber, GAP A



Trip – HV turn off in the detector due to current exceed of the alarm threshold

HV trips probability (MCE) per 1 m² (normalized per region instrumentation area) is about of 0.4 per 10 yrs of operation

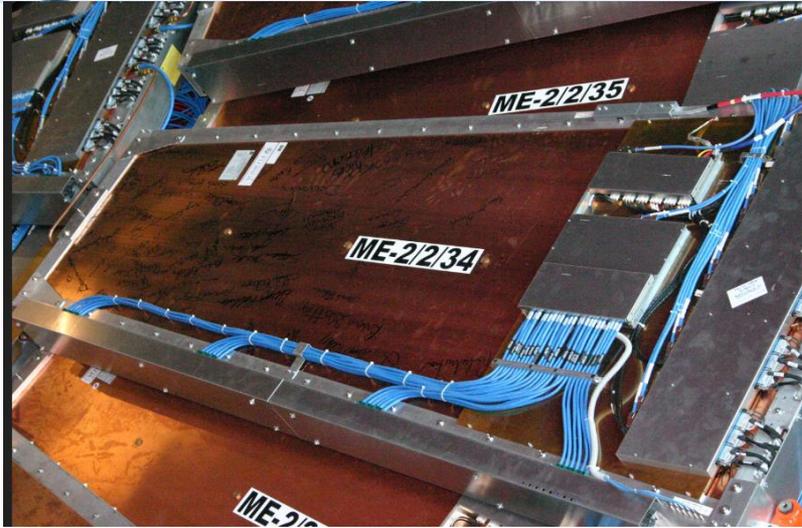
F.P. Albicocco, G. Gavrillov, E. Kuznetsova, O. Maev, D. Maysuzenko et al., Long-term operation of the multiwire proportional chambers of the LHCb muon system, Journal of Instrumentation. (2019) V.14 P11031



Accumulated fractional number of new trips observed in the detector, normalized to the total number of gaps (4944), as a function of the total number of effective run days integrated between 2010 and 2018. The values are evaluated at the end of each year of data taking. Errors are statistical



Muon Tracker Proportional Chambers at the CMS



Up to 3.4 m long, 1.5 m wide
6 planes per chamber
9.5 mm gas gap (per plane)

50 μm wires spaced by 3.2 mm
60 ns maximum drift-time per plane
5 to 16 wires ganged in groups
Wires measure r

6.7 to 16.0 mm strip width
Strips run radially to measure ϕ
150 μm resolution for chambers
(75 μm in station 1)

Gas: Ar(40%)+CO₂(50%)+CF₄(10%)
HV ~3.6 kV
B-field up to 3 T in station 1

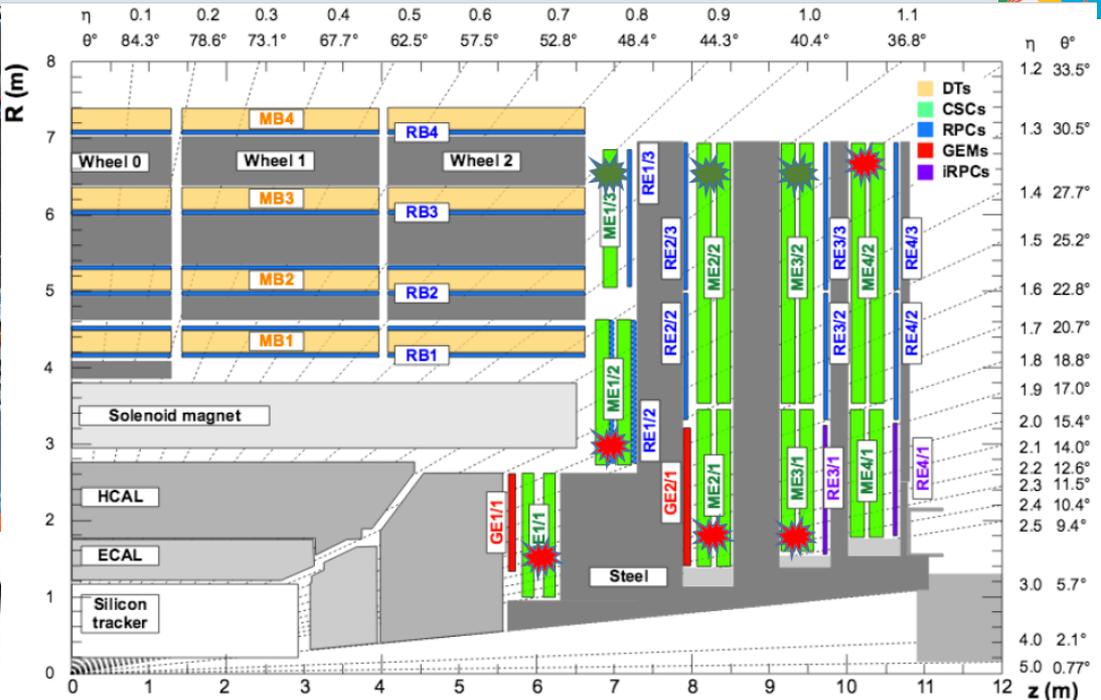
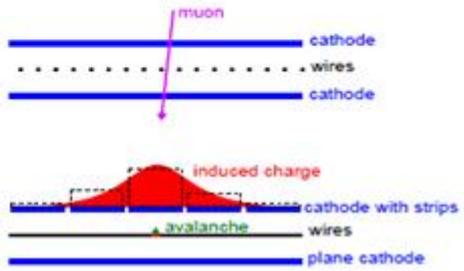
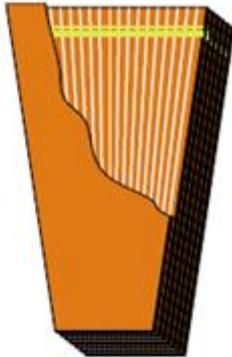


Figure 1: An R - z cross section of a quadrant of the CMS detector with the axis parallel to the beam (z) running horizontally and radius (R) increasing upward. The interaction point is at the lower left corner. Shown are the locations of the various muon stations and the steel disks (dark grey areas). The 4 drift tube (DT, in light orange) stations are labeled MB ("muon barrel") and the cathode strip chambers (CSC, in green) are labeled ME ("muon endcap"). Resistive plate chambers (RPC, in blue) are in both the barrel and the endcaps of CMS, where they are labeled RB and RE, respectively.

2 endcaps
4 stations (disks) in z
2 or 3 rings in radius
540 chambers
6000 m² active area
2.5 million wires
0.5 million channels



Malter current effect is ...

Malter current effect (MCE) is secondary electron emission which appears when:

1. an insulating layer exists on the cathode,
2. the rate of ion build-up is higher than its removal from the insulating layer,
3. some ignition mechanism take place

Manifestation of MCE:

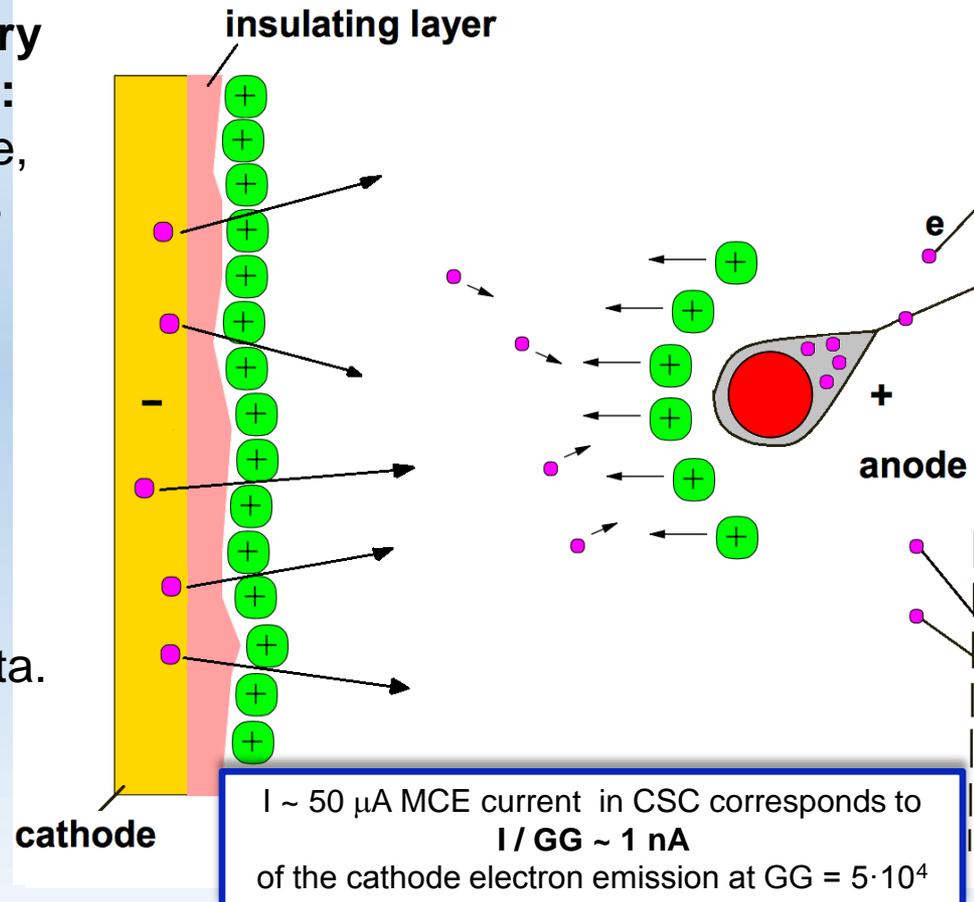
1. self-sustained discharge ignited by high intensity irradiation and micro sparks;
2. sustained $O(1) \mu\text{A}$ current independent from external irradiation;
3. spurious signals which hard to see in data.

Curing is possible:

- Make cathode again conductive by
 - Adding water/alcohol vapours (not good for FR4 cathode strips);
 - Clean (etch) insulating layer with training at presence of $\text{O}\bullet$, $\text{F}\bullet$ and $\text{CF}_3\bullet$
- Wait until insulating layer rises up to $1 \mu\text{m}$ (??)

Malter current effect may be assumed as a local current of $1 \mu\text{A}$ per 1 cm of wire length.

→ per year $1 \mu\text{A}/\text{cm} \times 10^7 \text{ s}/\text{year} \times 1 \text{ year} = 10 \text{ C}/\text{cm} !!!$



For 10 \AA insulating layer
 $\Delta V = 1\text{V}$ provides $E = 10^7 \text{ V}/\text{cm}$



CMS Muon Tracker Proportional Chambers Aging Tests

Серия 1:
 $40\%Ar+50\%CO_2+10\%CF_4$
 $\Sigma Q = 1.36 \text{ C}\cdot\text{cm}^{-1}$; $I \approx 17 \mu A$

Серия 2:
 $38\%Ar+50\%CO_2+2\%CF_4$
 $\Sigma Q = 0.39 \text{ C}\cdot\text{cm}^{-1}$; $I \approx 4 \mu A$

Серия 3:
 $40\%Ar+50\%CO_2+10\%CF_4$
 $\Sigma Q = 0.147 \text{ C}\cdot\text{cm}^{-1}$; $I \approx 1.2 \mu A$

Плоскость катода		Верхняя					Нижняя
Серия 1	Название образца	E_f	E-H	E-B	E-D	H	C
Облучение $2.1 \cdot 10^6 \text{ с}$	Расстояние до центра зоны облучения, см	1.0	3.5	3.5	5.2	8.5	13.5
	Поглощенная доза, мГр	11500	63	63	14	8	0.2
Серия 2	Название образца	E_h	—	E-B	H	G	C
Облучение $2.3 \cdot 10^6 \text{ с}$	Расстояние до центра зоны облучения, см	1.0	—	3.5	8.5	13.5	13.5
	Поглощенная доза, мГр	4500	—	100	8.6	0.2	0.2

Г.Е. Гаврилов, А.А. Дзюба и др. Ядерная физика и инжиниринг, 2018, т.9, №4 с. 328-339

ИССЛЕДОВАНИЕ РАДИАЦИОННЫХ ПОВРЕЖДЕНИЙ КАТОДА В ПРОТОТИПЕ

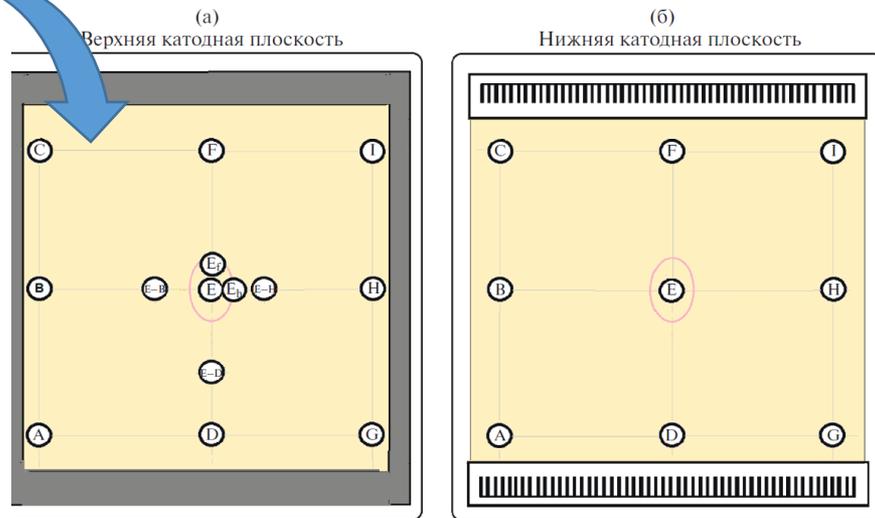
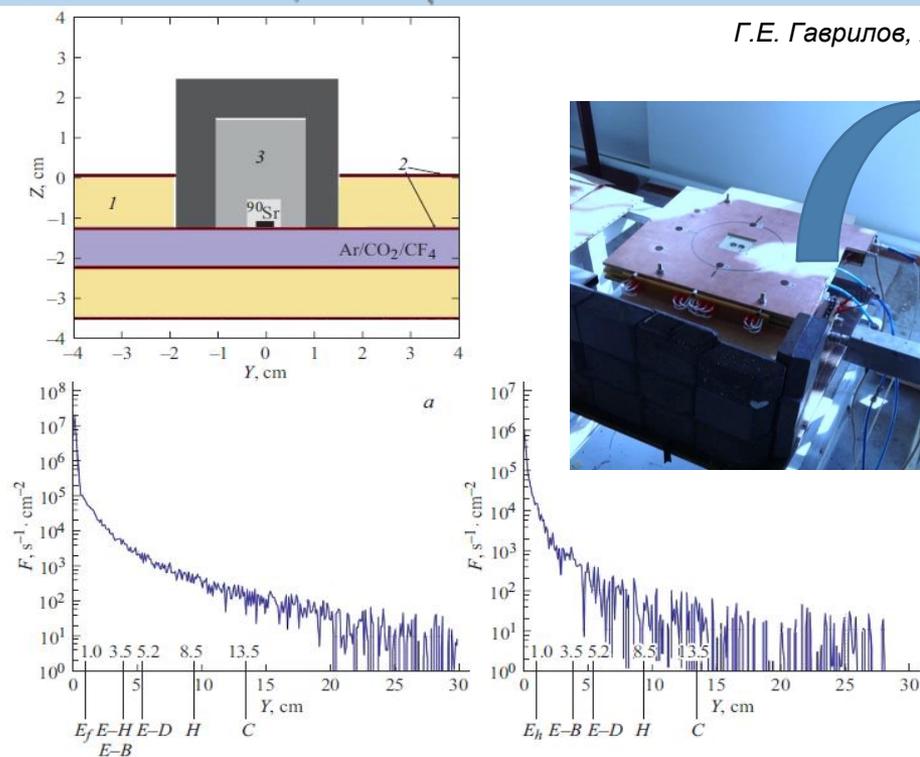


Схема расположения образцов на катодах прототипа КСК: (а) панель верхней катодной плоскости; (б) панель нижней катодной плоскости. Зоны, где были вырезаны образцы катодной поверхности, показаны белыми кружками.

Рис. 1. Вверху — схема облучения ^{90}Sr при Монте-Карло симуляции: 1 — сотовый поликарбонат (honeycomb) толщиной 1.6 см; 2 — фольгированный стеклопластик FR4 толщиной 0.15 см; 3 — ^{90}Sr в пластиковом контейнере; 4 — свинцовая защита источника. Внизу: а — распределение $F, \text{s}^{-1}\cdot\text{cm}^{-2}$ — плотности потока электронов в зависимости от расстояния до центра зоны облучения ($Y=0 \text{ см}$) для первого цикла старения. б — распределение $F, \text{s}^{-1}\cdot\text{cm}^{-2}$ во втором цикле старения. Выносными линиями на оси координат указаны расстояния от центра зоны облучения до исследуемых образцов катода.

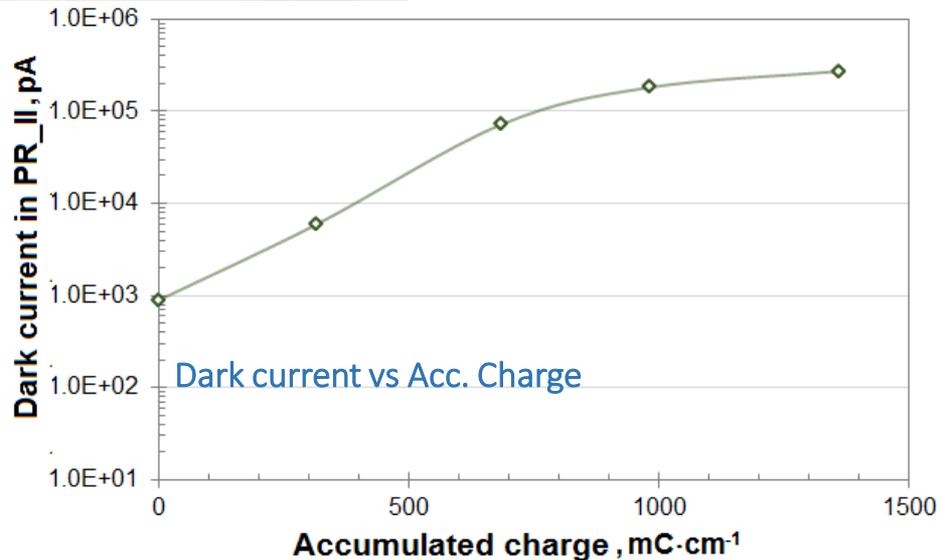
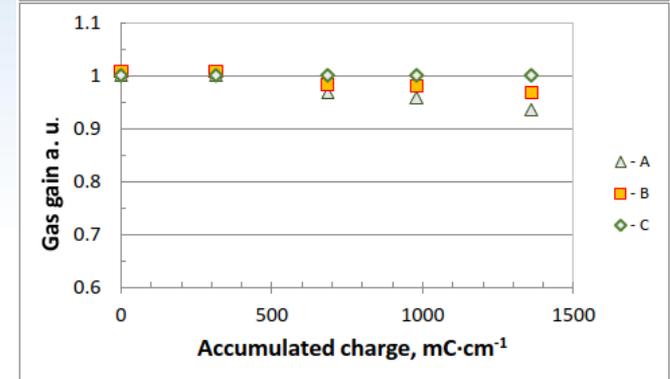
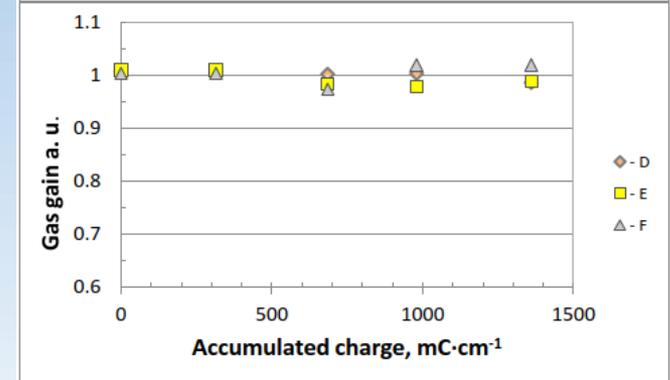
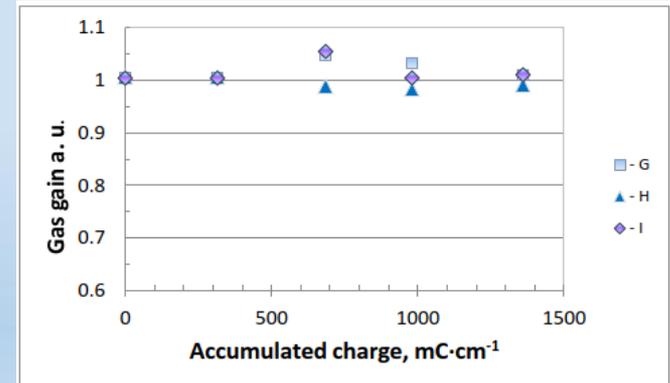
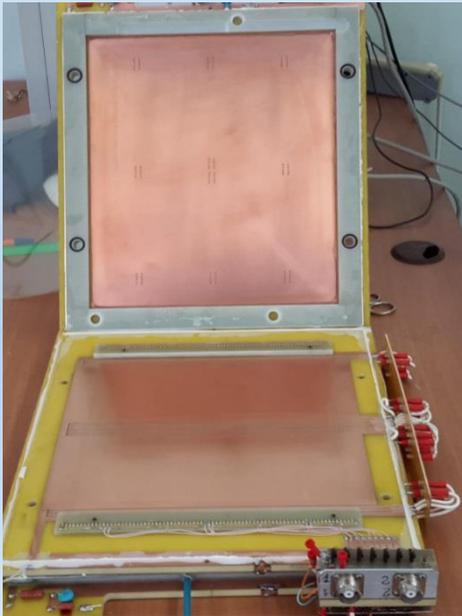


CMS Muon Tracker Proportional Chambers Aging Tests

$Q = 0.0 \text{ C}\cdot\text{cm}^{-1}$

$Q = 1.36 \text{ C}\cdot\text{cm}^{-1}$

Gas mixture 40%Ar+50%CO₂+10%CF₄

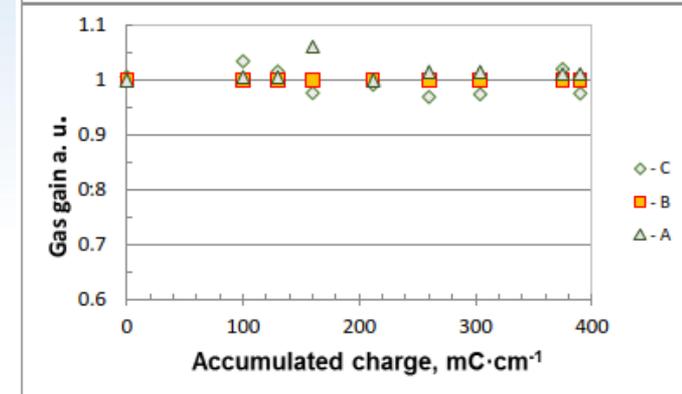
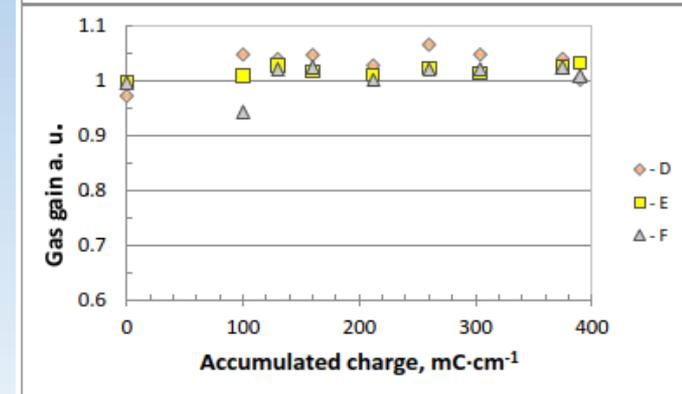
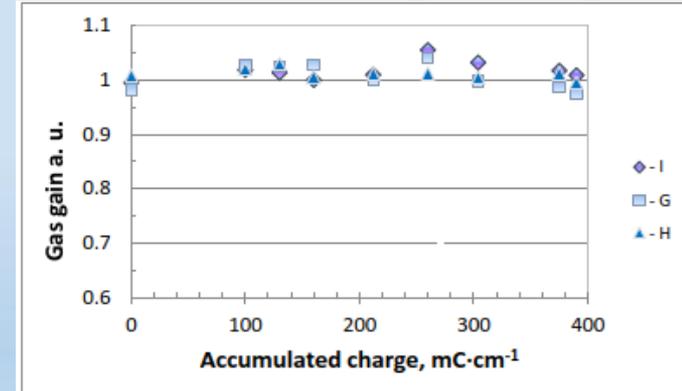
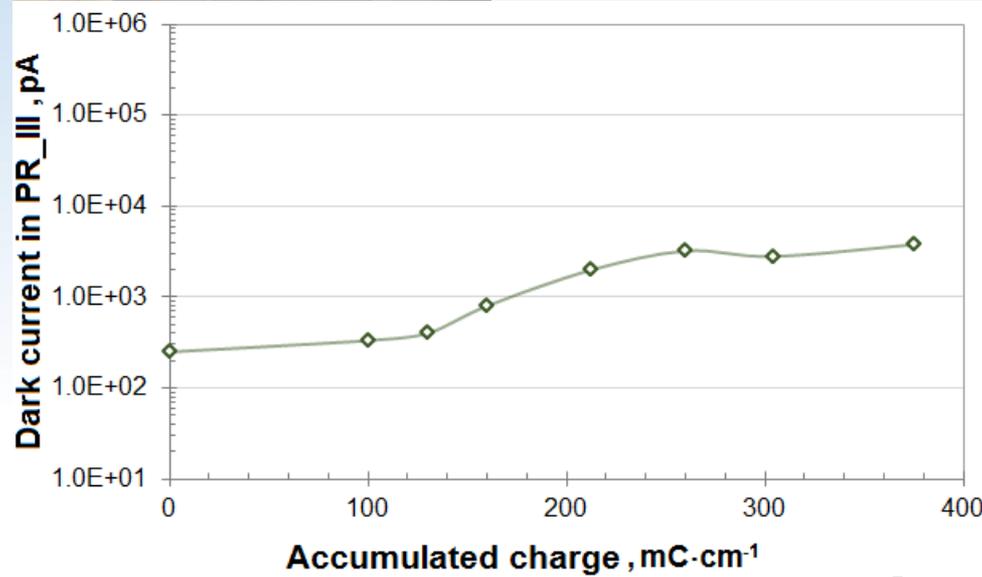
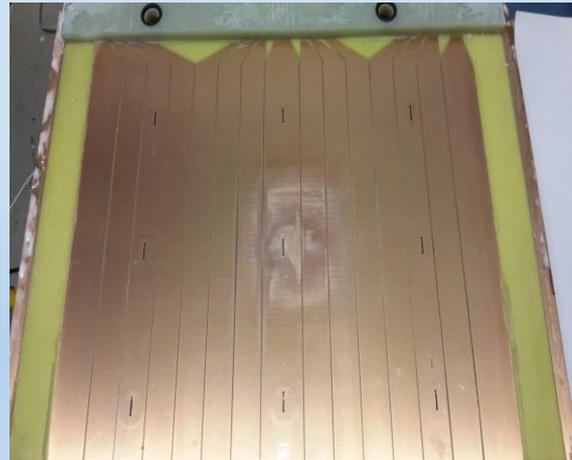
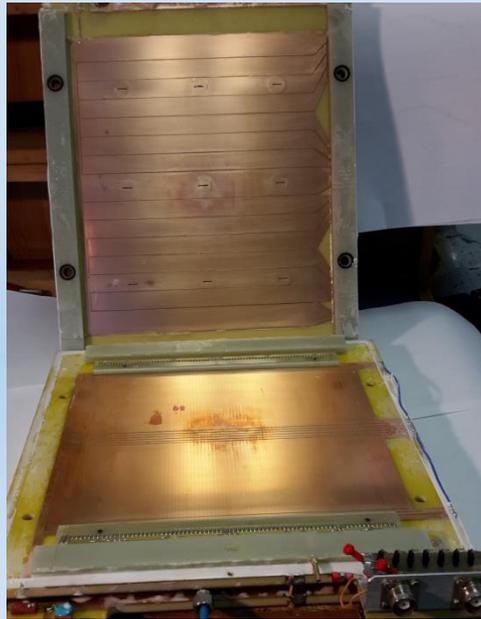




CMS Muon Tracker Proportional Chambers Aging Tests

$Q = 0.39 \text{ C}\cdot\text{cm}^{-1}$

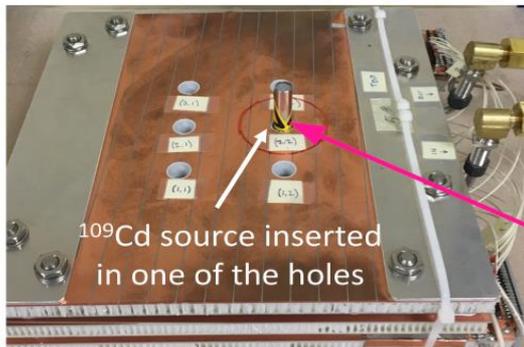
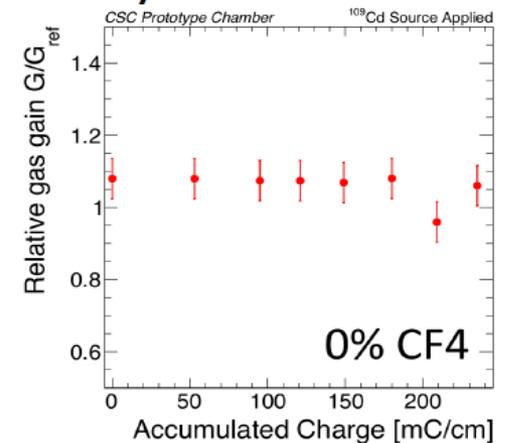
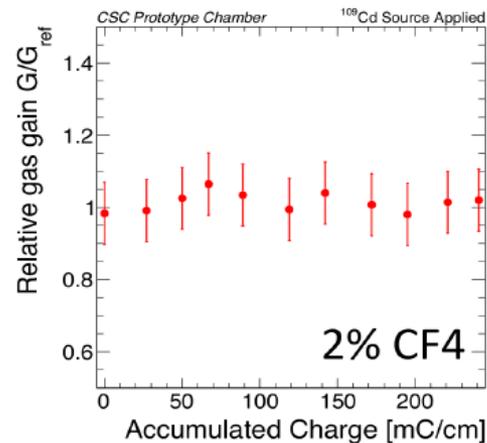
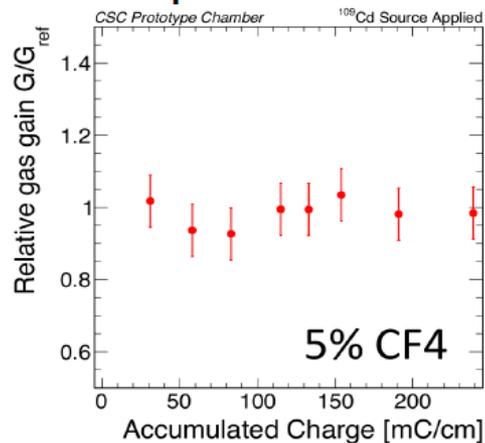
Gas mixture 38%Ar + 60%CO₂ + 2%CF₄



Reduction of CF4

Accelerated local irradiation of miniCSCs (ME2/1 type) with ^{90}Sr :

- 5, 2 and 0% CF4 - performed at 904 and GIF++ up to 0.24 C/cm ($1.8 \times Q_{\text{HL-LHC}}$ for ME2/1)
- 10%CF4 was performed in PNPI up to 1.3 C/cm with high acceleration factor
- **no significant performance degradation was seen up in any of these longevity tests (gas gain, dark rate and current, interstrip resistance)**
- cathode and anode surfaces were investigated after the tests (CERN, University of Belgrade, Sarov)
- cathode surface modification is seen in all cases
- **anode depositions are clearly seen for 2 and 0 %CF4 even with a naked eye**



E. V. Kuznetsova

Irradiation (^{90}Sr)





- ❑ Видны радиационно-стимулированные изменения топографии поверхности. Степень деградации зависит от поглощенной дозы
- ❑ Высота микропиков на поверхности достигает 2-2.5 μm , электрическое поле на вершинах достигает $\sim 10 \text{ kV}\cdot\text{cm}^{-1}$

❑ **Мальтер эффект не наблюдался !**

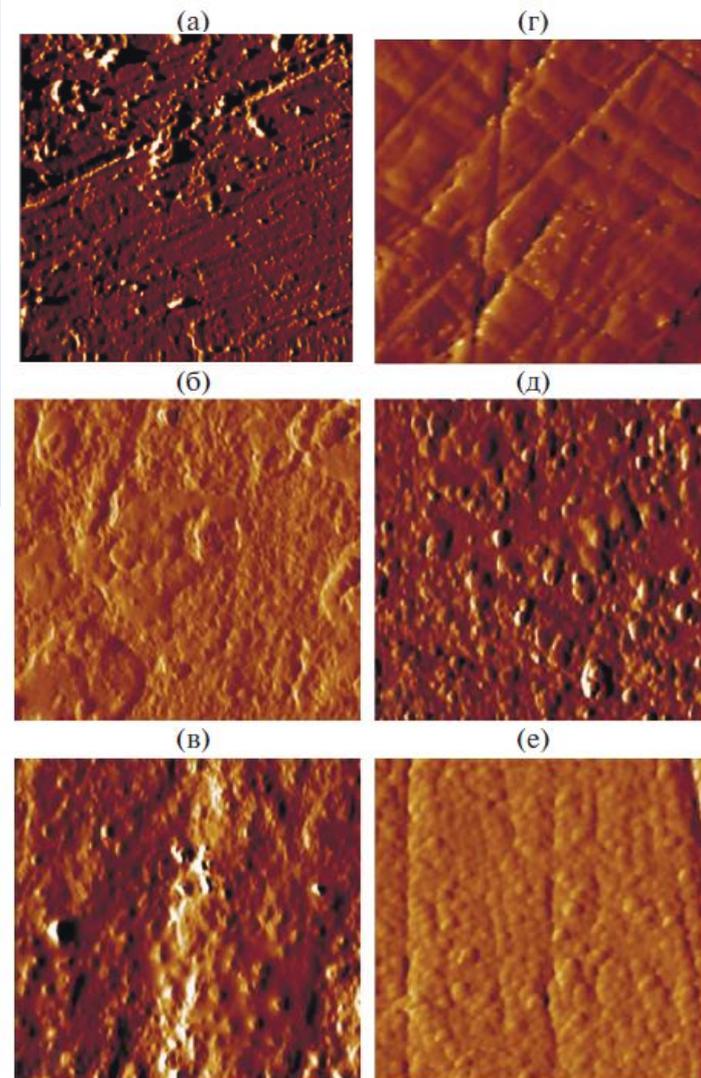
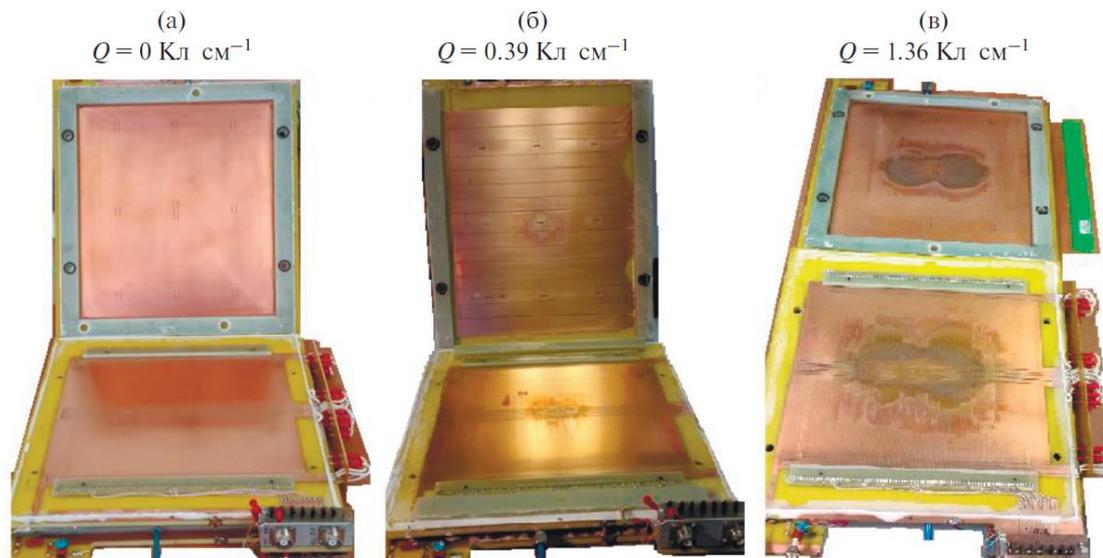
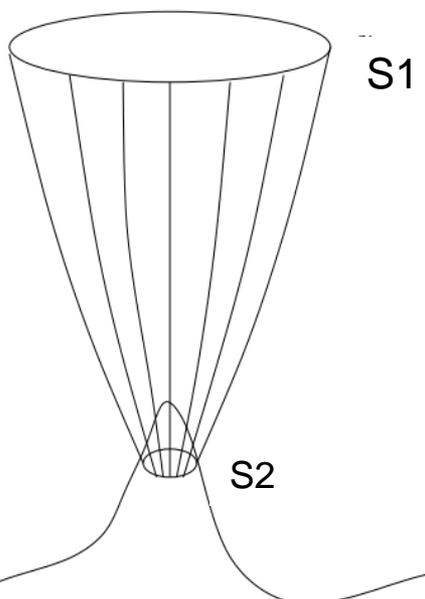


Рис. 3. Катодные плоскости прототипов КСК: (а) до начала ресурсных испытаний; (б) после аккумулярования заряда 0.39 Кл см^{-1} , (в) после аккумулярования заряда 1.36 Кл см^{-1} .

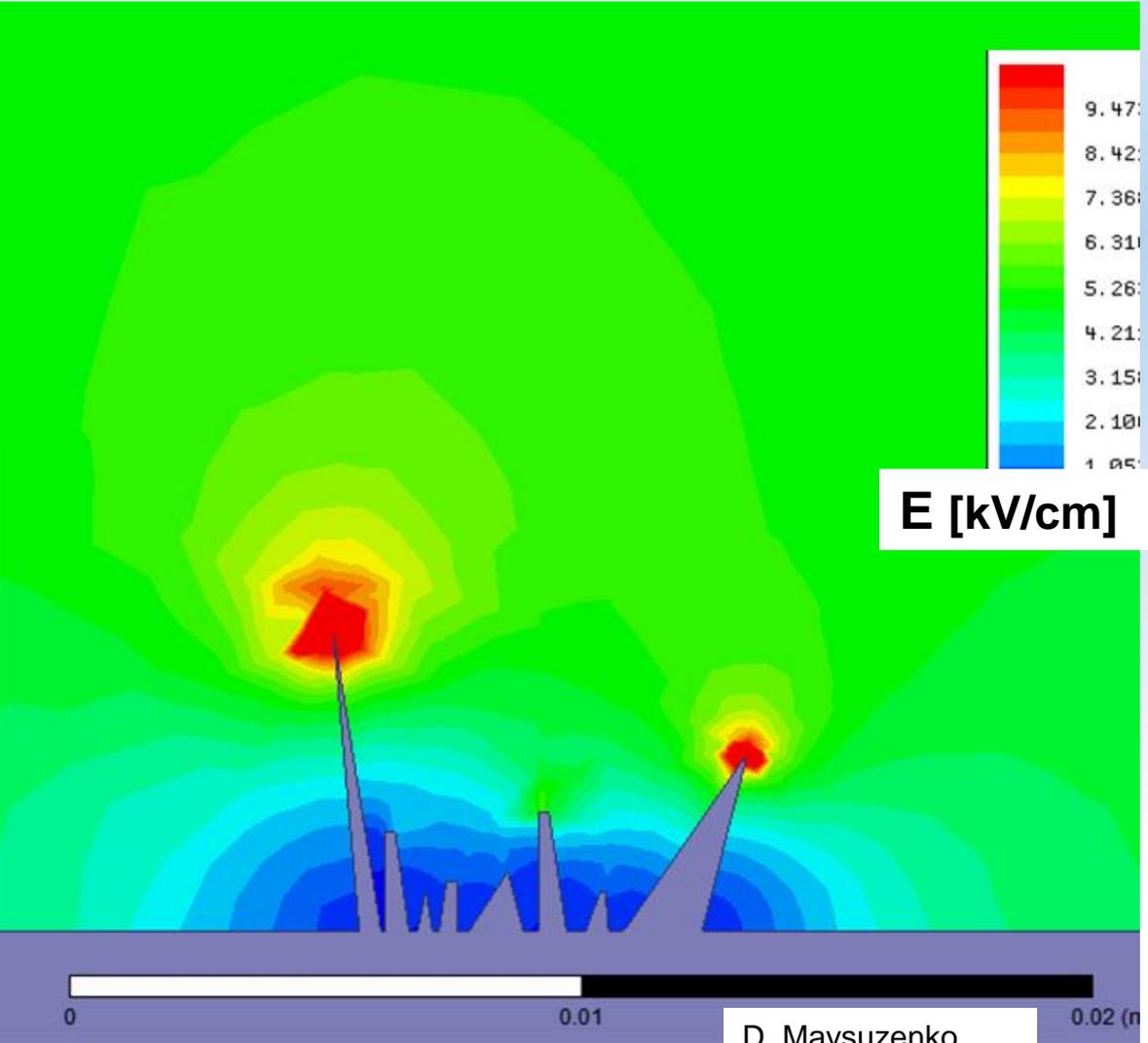
Рис. 6. АСМ – изображения образцов, размер $30 \times 30 \text{ мкм}$, серия 1: (а) Н, (б) E–H, (в) E_r ; серия 2: (г) Н, (д) E–B, (е) E_h .

Electric field simulation at the cathode micropeaks with Ansys Maxwell program



Positive ions current and polarised polymers flow is $S2/S1$ times bigger on the peaks

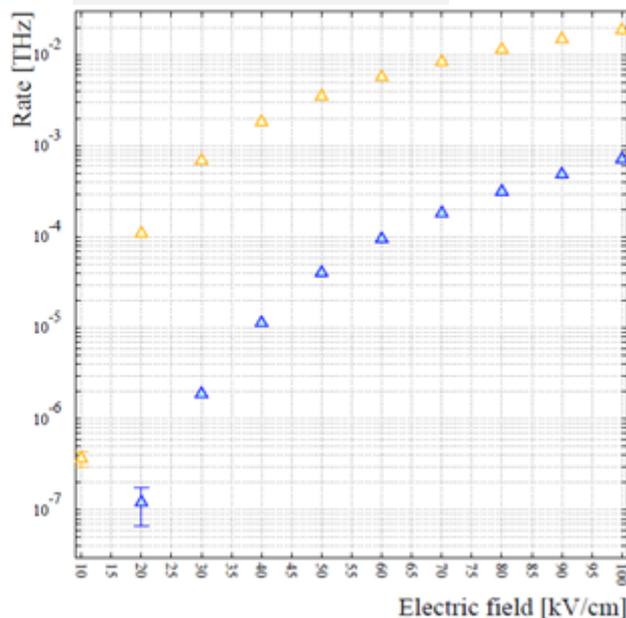
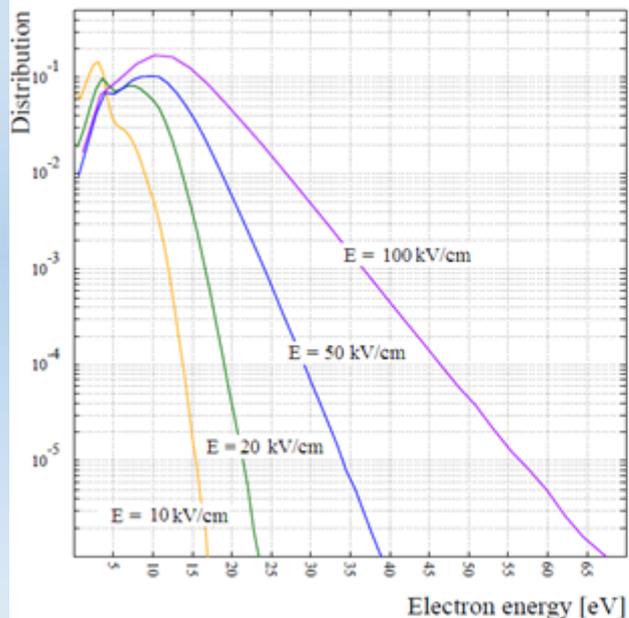
Ions current density through the peak is $j = j_i \times S/\pi r^2$,
 S- peak surface area, r – peak radii, j_i - ions flux density.
 For cylinder peak $j = j_i \times 2h/r$ (h – height)
 For conical $j = j_i \times \ell/r$ (ℓ - length of slope)





CSC – oxygen & CO₂⁺ generation

Magboltz & GARFIELD simulation for 40%Ar+60%CO₂+10%CF₄ :



Источник кислорода, окисляющего поверхность катода, – диссоциация CO₂ в лавине у анодной проволоочки

Process	Reaction
CO ₂ Ionization	$e + \text{CO}_2 \rightarrow e + e + \text{CO}_2^+$
CO ₂ Ionization from CO ₂ [*]	$e + \text{CO}_2^* \rightarrow e + e + \text{CO}_2^+$
CO Ionization	$e + \text{CO} \rightarrow e + e + \text{CO}^+$
O Ionization	$e + \text{O} \rightarrow e + e + \text{O}^+$
O ₂ Ionization	$e + \text{O}_2 \rightarrow e + e + \text{O}_2^+$

$e + \text{CO}_2 \rightarrow \text{CO}_2^+$	13.8 eV,
CO^+	19.5 eV,
O^+	19.1 eV,
C^+	27.8 eV,
CO_2^{++}	37.4 eV,
C^{++}	51.2 eV,
O^{++}	54.2 eV.

K. Anzai, H. Kato et al.,
Cross section data sets for electron collisions with H₂, O₂,
CO, CO₂, N₂O and H₂O // [The European Physical Journal D](#)
volume 66, Article number: 36 (2012)

Yukikazu Itikawa, Cross Section for Electron
Collisions With Carbon Dioxide // *J. Phys.*
Chem. Ref. Data. Vol.31, N. 3, 2002



XRD of crystal phases on cathode 10% CF₄ irr.

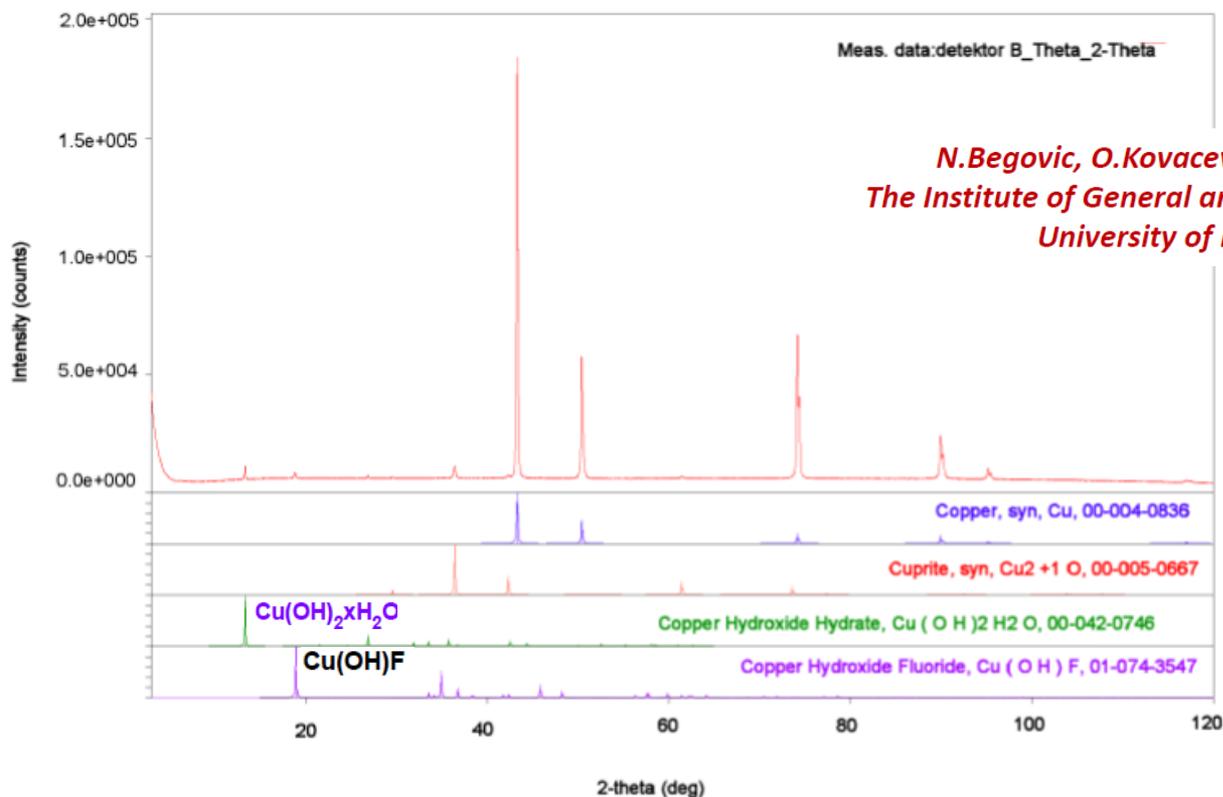


Crystal structure analysis/identification

X-Ray Diffractometer (Rigaku Smartlab), detection limit: 1%

Analyzed area: ~15x15 mm (depending of θ - θ geometry during data sampling)

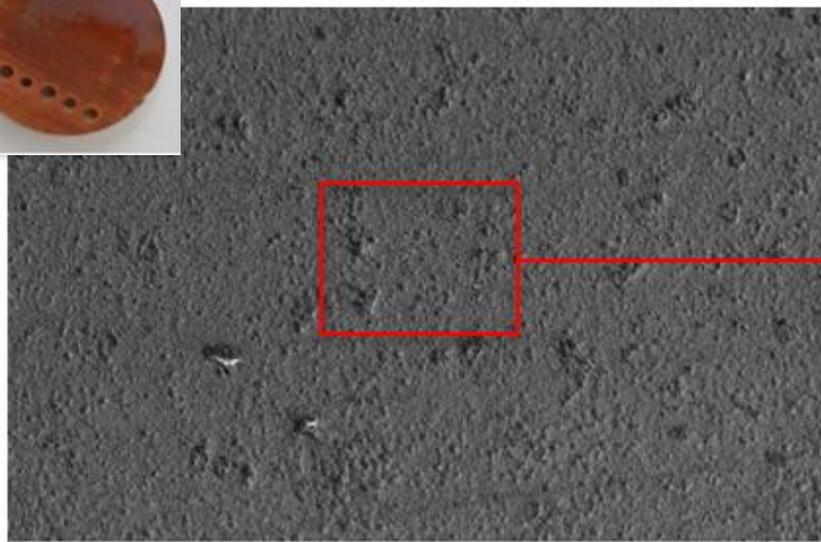
Penetration depth < 15 μ m integral (depending of the investigated material)



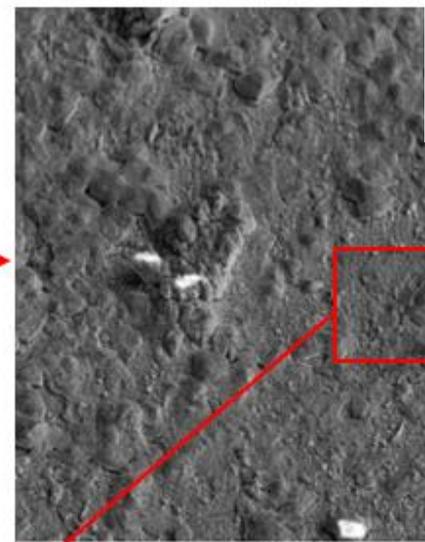
N. Begovic, O. Kovacevic, A. Radulovic
The Institute of General and Physical Chemistry
University of Belgrade

Identified crystalline phases: Cu, Cu₂O, Cu(OH)₂·H₂O, Cu(OH)F

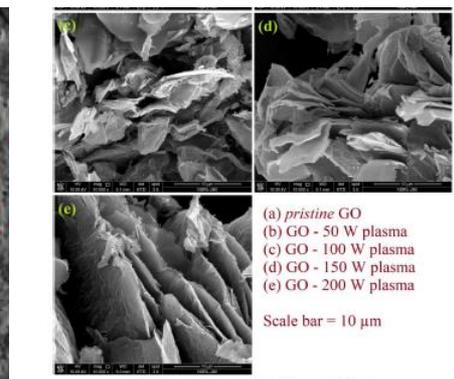
Mohammad Moeen Hasan Raza et al.
/Study the electron field emission properties of plasma-based reduction of graphene oxide (GO): An ex-situ plasma approach//
Carbon Trends 5 (2021) 100127



100 μ m EHT = 10.00 kV Sample ID = EH. Anite Perez Fontena Date :9 Oct 2018 Mag = 200 X EN

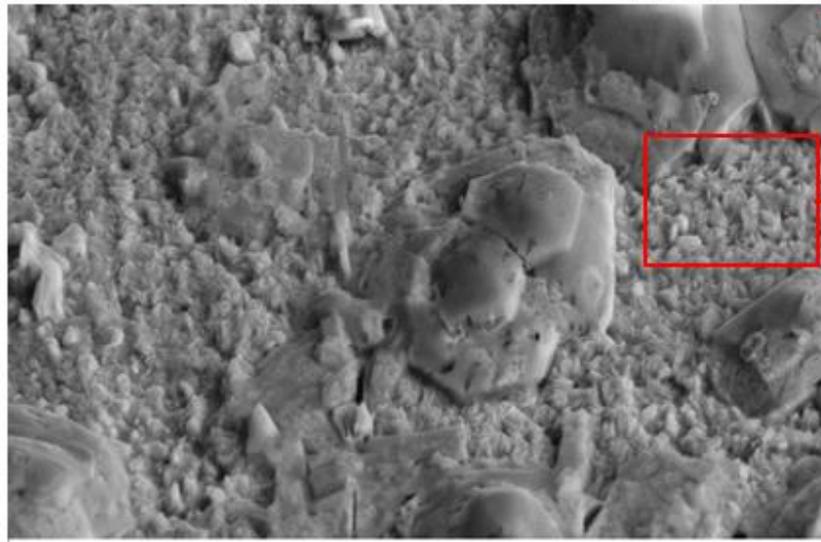


10 μ m EHT = 10.00 kV Sample ID = EH. Anite Perez Fontena Date :9 Oct 2018 Mag = 1.00 K X EN

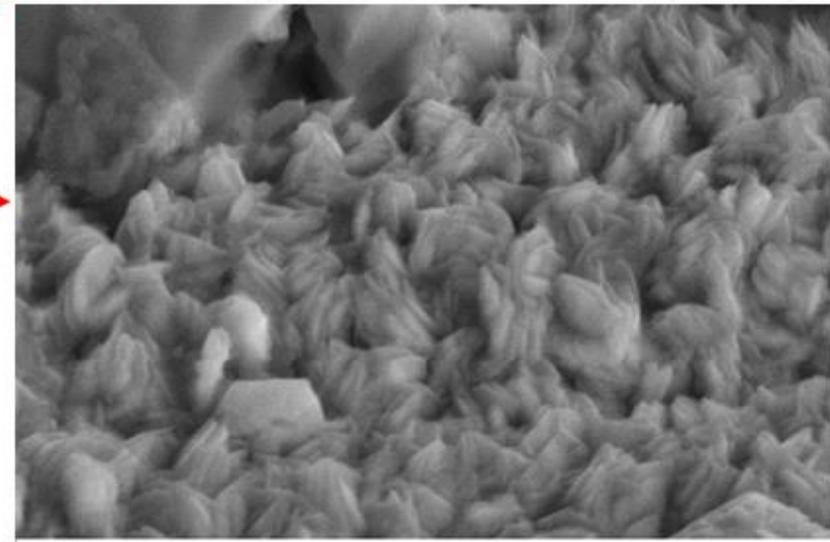


(a) pristine GO
(b) GO - 50 W plasma
(c) GO - 100 W plasma
(d) GO - 150 W plasma
(e) GO - 200 W plasma
Scale bar = 10 μ m

Fig. 2. SEM micrographs of the as-prepared graphene and plasma treated GO based resonator.



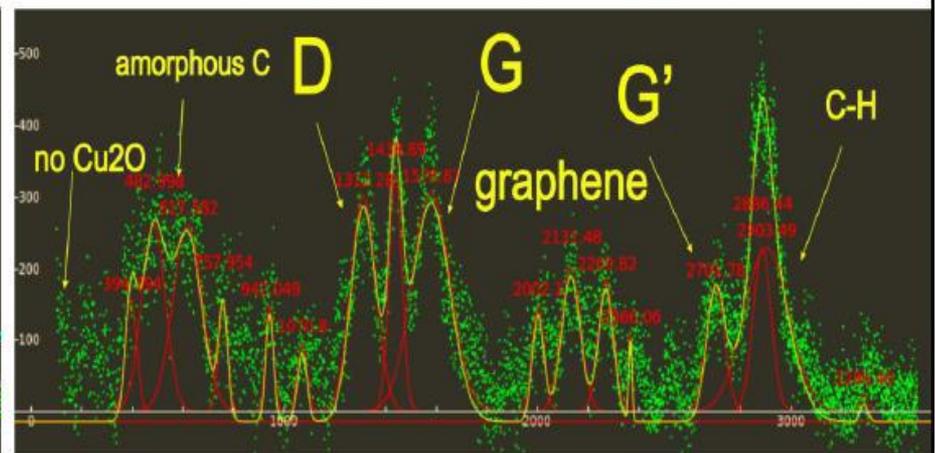
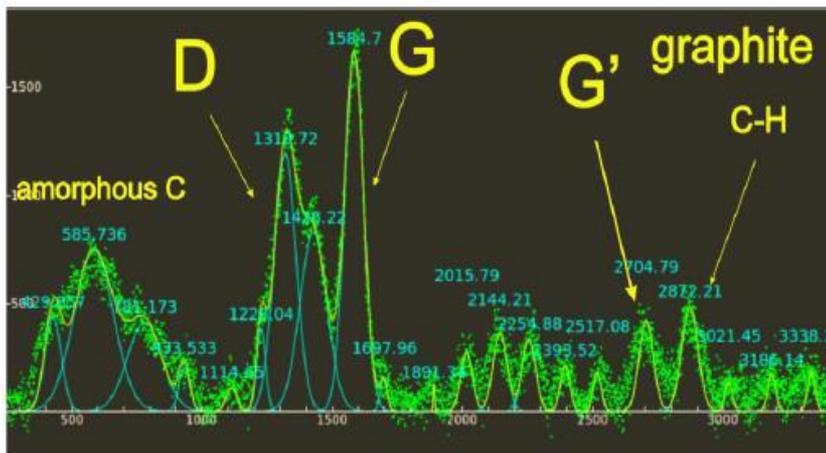
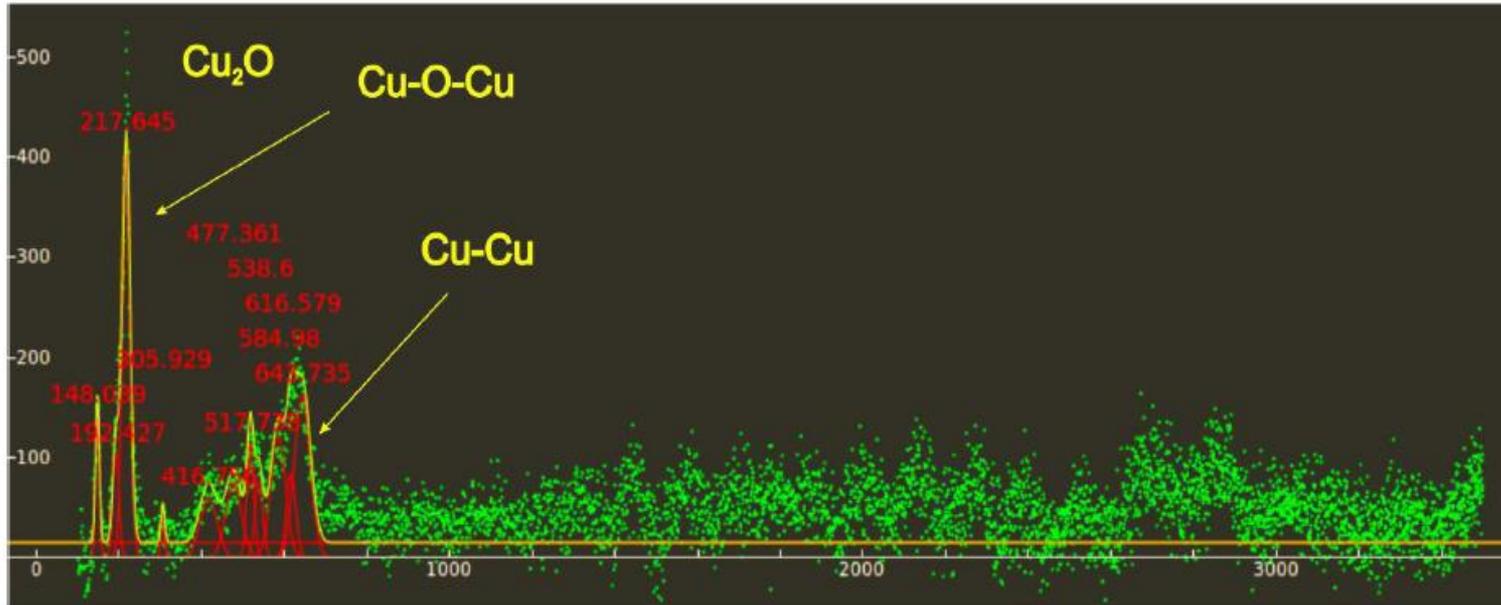
1 μ m EHT = 10.00 kV Sample ID = EH. Anite Perez Fontena Date :9 Oct 2018 Mag = 5.00 K X EN



1 μ m EHT = 10.00 kV Sample ID = EH. Anite Perez Fontena Date :9 Oct 2018 Mag = 20.00 K X EN



Micro-Raman Spectroscopy of different regions on cathode surface



Deconvolution and assignation of vibrational modes in Raman spectra



Лабораторные исследования старения прототипов МПК (CSC CMS muon system) в ПИЯФ и CERN (bld.904 stand) для газовых смесей с 5%CF₄ и 10%CF₄ показали:

- Значительное окисление поверхности катодной фольги
- Появление радиационных дефектов на меди : блистеры, кратеры, флейки
- Идентифицированы кристаллические фазы меди с высокой резистивностью:



- Основными элементами образованными на медном катоде являются С, О и F (не кремний !)
- Наблюдается рост наноуглеродных пленочных образований на катоде.

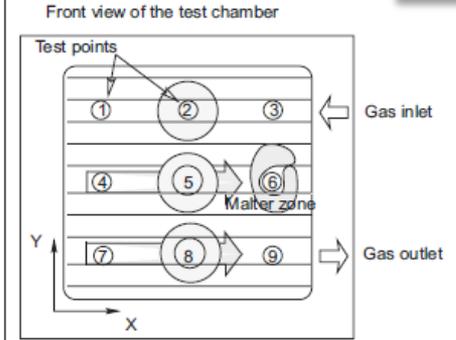
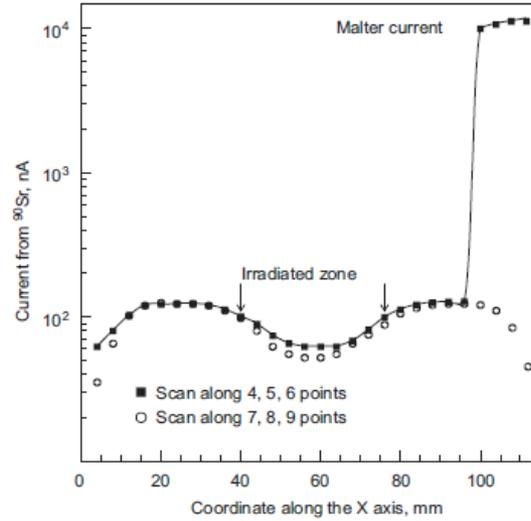
Но ! Ни в одном тестовом облучении в ПИЯФ и CERN , с рабочими газовыми смесями Ar/CO₂/CF₄, содержащими CF₄ в диапазоне 0% , 2%, 5% и 10%, не обнаружено возникновения спонтанных токов Мальтер эффекта.



ИСКЛЮЧЕНИЕ

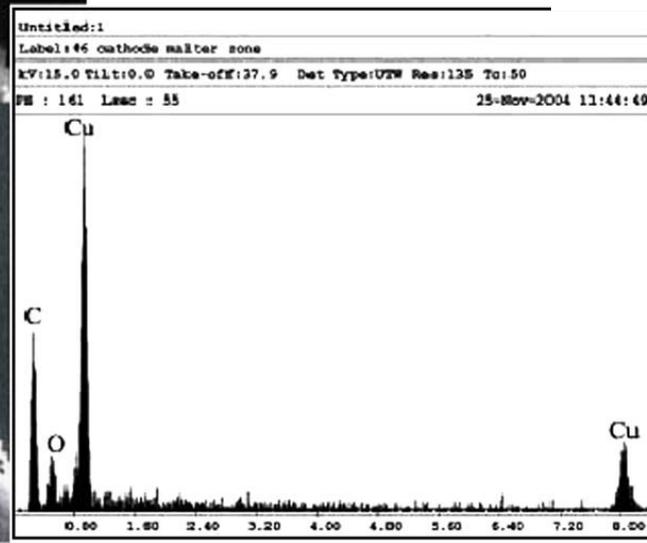
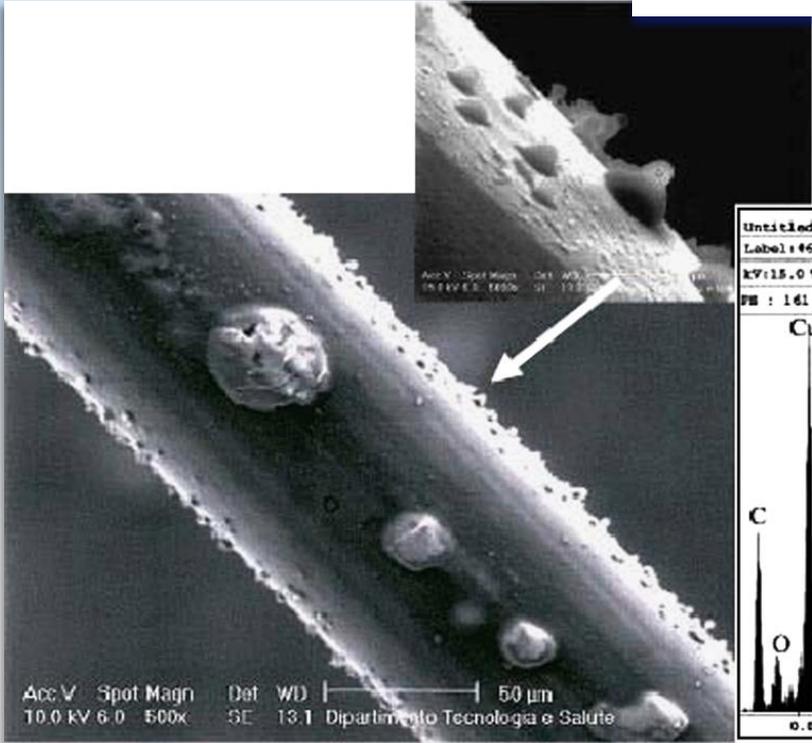
Спонтанный ток в МПК (HERMES, DESY), полученный при лабораторных испытаниях прототипа детектора

Диаметр катодной проволоочки 90μm
Доза облучения ⁹⁰Sr:
90 mC/cm



2007

Fig. 7. Scans by the collimated ⁹⁰Sr β-source along the anode wires. The total accumulated charge in the irradiated zones 2, 5 and 8 is $Q_{anode}^{tot} = 95 \text{ mC/cm}$ that corresponds to $Q_{cathode} = 4.75 \text{ mC/cm}$ for the cathode wires. An area where the ⁹⁰Sr ignited the self-sustained current is marked as 'Malter zone'.



Available online at www.sciencedirect.com
 ScienceDirect
 Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 591 (2008) 353–366
 ELSEVIER
 www.elsevier.com/locate/nima

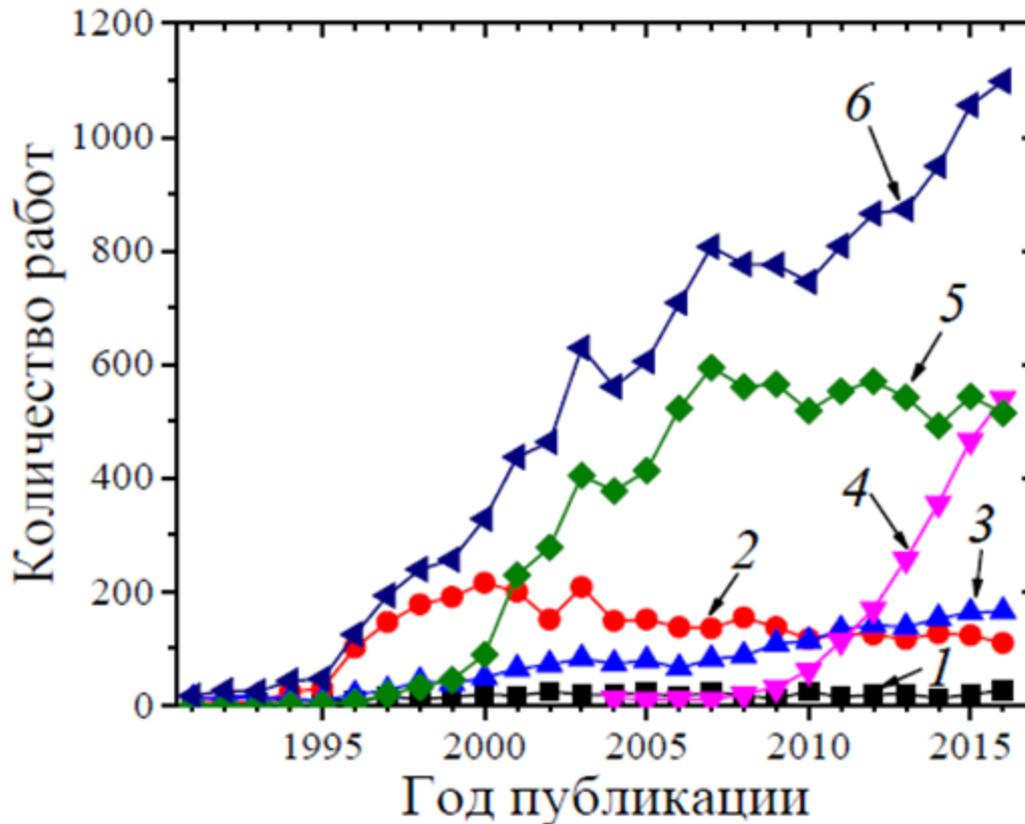
Extension of the operational lifetime of the proportional chambers in the HERMES spectrometer

S. Belostotski^a, S. Frullani^b, G. Gavrilov^{a,*}, O. Miklukho^a, L. Shchipunov^a, D. Veretennikov^a, V. Vikhrov^a

- Спонтанный ток МПК: ~20 μA
- Ток эмиссии с катодных проволоочек: ~ 0.5 nA



Итоги лабораторных исследований: возможный источник эмиссии – наноуглерод



- ❑ Наиболее значимый эффект за последние 15-20 лет – низкороговая полевая электронная эмиссия из углеродных структур
- ❑ Эмиссия из металлов и полупроводников ($\phi \sim 2.5-5 \text{ eV}$) при $E \approx (1-3) \times 10^3 \text{ V}/\mu\text{m}$;
- ❑ Эмиссия углеродных наноструктур ($\phi \sim 4.5-5 \text{ eV}$) при $E \approx 1-4 \text{ V}/\mu\text{m} \text{ !!!}$

Напряженность поля на катоде МПК
 $E \approx 0.5 \text{ V}/\mu\text{m} = 5 \text{ 000 V/cm}$

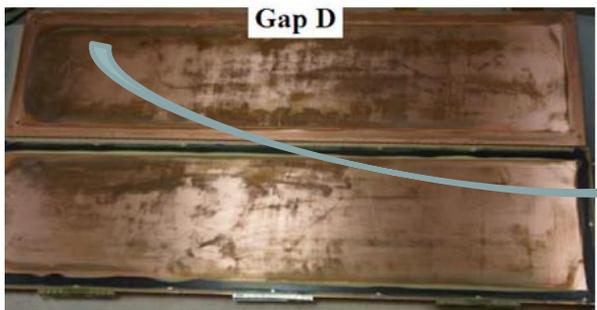
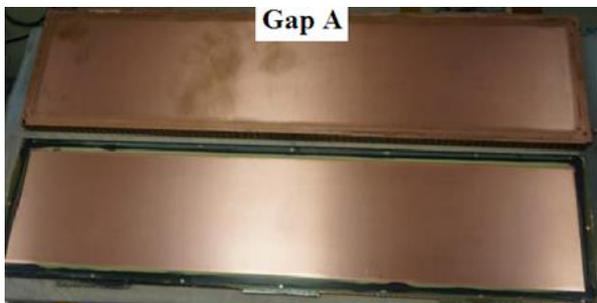
Рисунок 1.2. Количество работ по исследованию различных аллотропных форм углерода методами полевой эмиссии (1 – фуллерены, 2 – алмаз и алмазоподобные пленки, 3 – графит, 4 – графен, 5 – углеродные нанотрубки, 6 – общее количество работ). Данные взяты из базы Web of science (Clarivate Analytics).



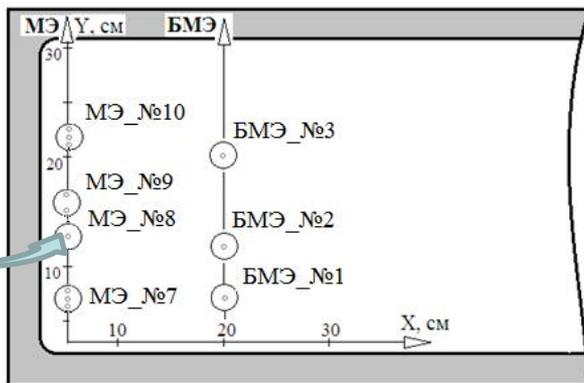
MWPC LHCb – образцы катодной плоскости

Исследована многопроволочная пропорциональная камера (МПК), отработавшая в эксперименте LHCb LHC в режиме облучения $T \approx 366$ дней $\approx 3.2 \times 10^7$ s при загрузке ~ 350 Hz cm^{-2} .
Аккумулированный заряд на проволочках анода $Q \approx 1$ mC/cm

Доза на Cu-фольге катода $D \approx 1.3$ Gy



Из 4-х плоскостей: Gap A, Gap B, Gap C, Gap D.
Только плоскость **Gap D** регулярно демонстрировала спонтанные самоподдерживающиеся токи на уровне 30-40 μm при загрузке ~ 350 Hz cm^{-2}



Плоскость **Gap A** аккумулировала такую же радиационную дозу $D \approx 1.3$ Gy, как и остальные.
Но без HV ($Q \approx 0$ mC/cm) плазмохимическое воздействие на фольгу отсутствовало

МЭ-образцы брались последовательно вдоль оси Y длиной 30 см, параллельной анодным проволочкам.

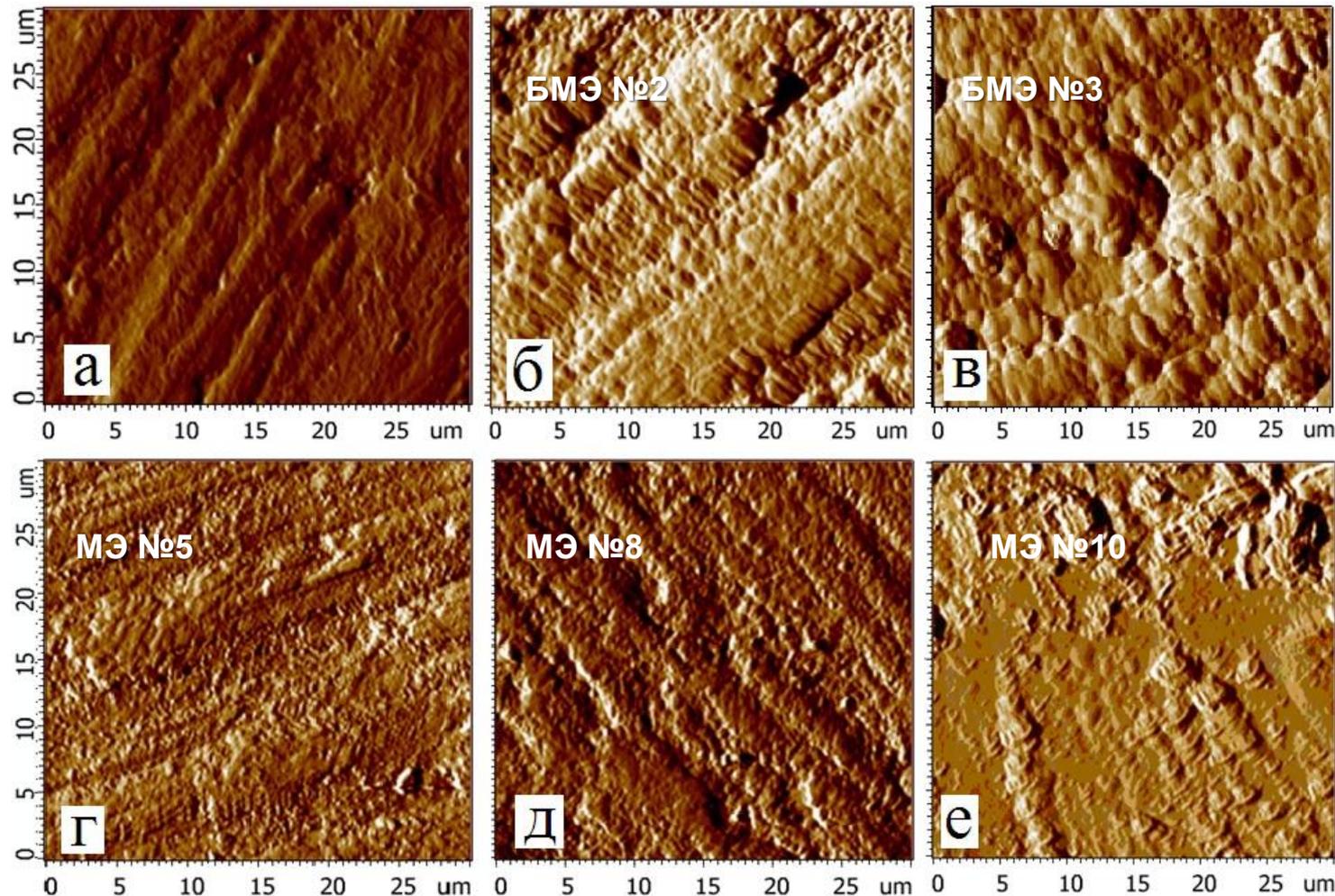
БМЭ-образцы взяты вдоль оси Y со смещением от зоны спонтанных токов на ~ 20 см



Факторы, влияющие на формирование центров эмиссии: радиационное воздействие



Контрольный образец



- Контрольный образец (а) - слабо волокнистый рельеф с технологическими дефектами и единичными пиками
- БМЭ образцы (б, в) – террасные и слоистые структуры с выделенными ячейками
- МЭ образцы (г, д) - террасные структуры с выделенными ячейками + радиационные дефекты: блистеры, кратеры, волнообразные и мелкодисперсные структуры. (е) - структурно-фазовые переходы – окисления и оплавления. Наблюдаемый эффект сглаживания из-за оплавления распределен по площади изображения $30 \times 30 \mu\text{m}$

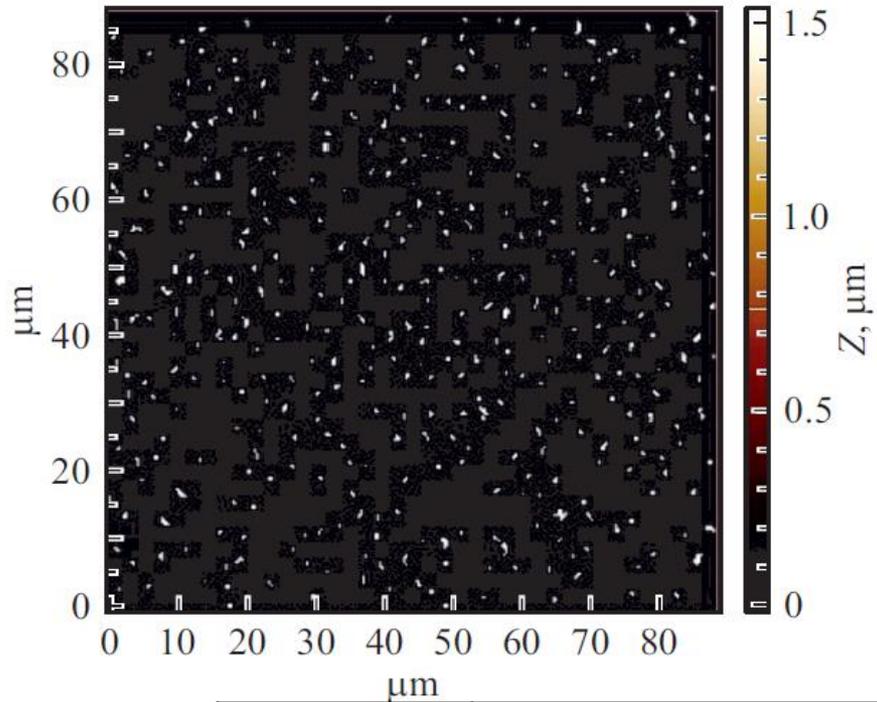
Г. Е. Гаврилов, М. Э. Бузоверя, И. А. Карпов, М. В. Таценко, М. В. Ткаченко,
Известия Российской академии наук. Серия физическая» № 8, том 86,
2022



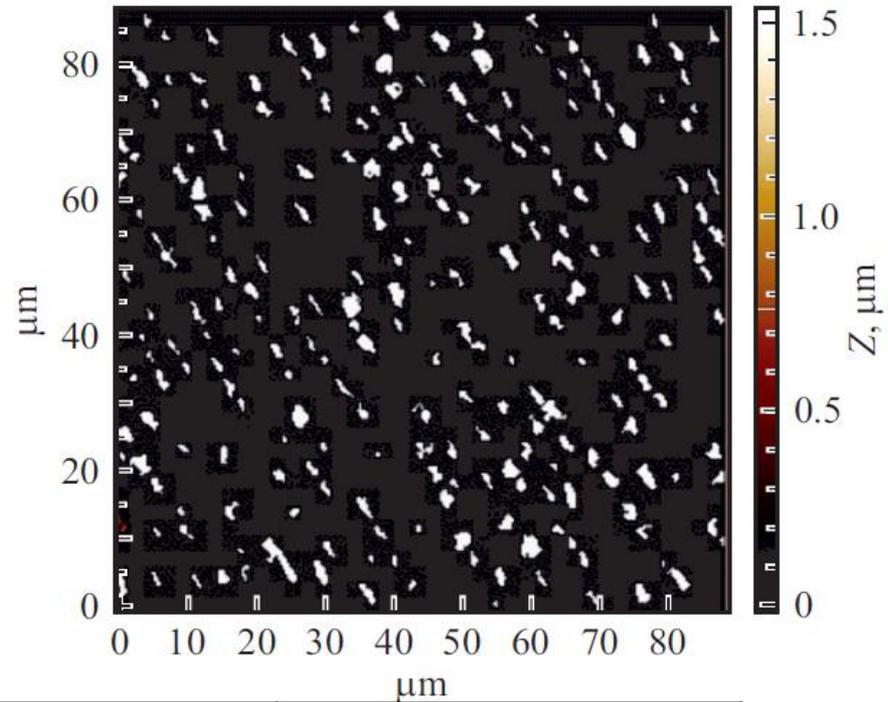
LHCb proportional chamber after disassembling



Sample №5
ME manifestation zone



Sample №2
Zone without ME

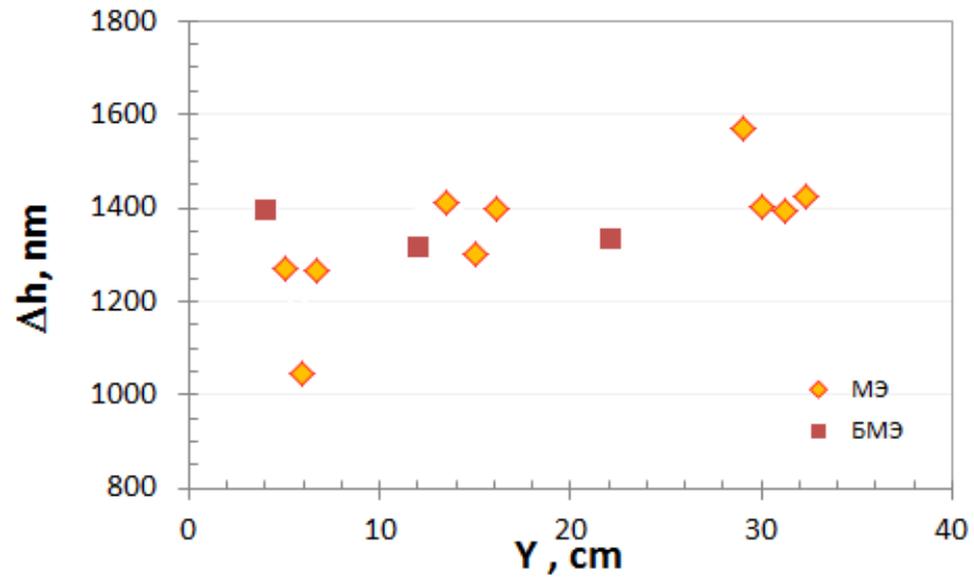
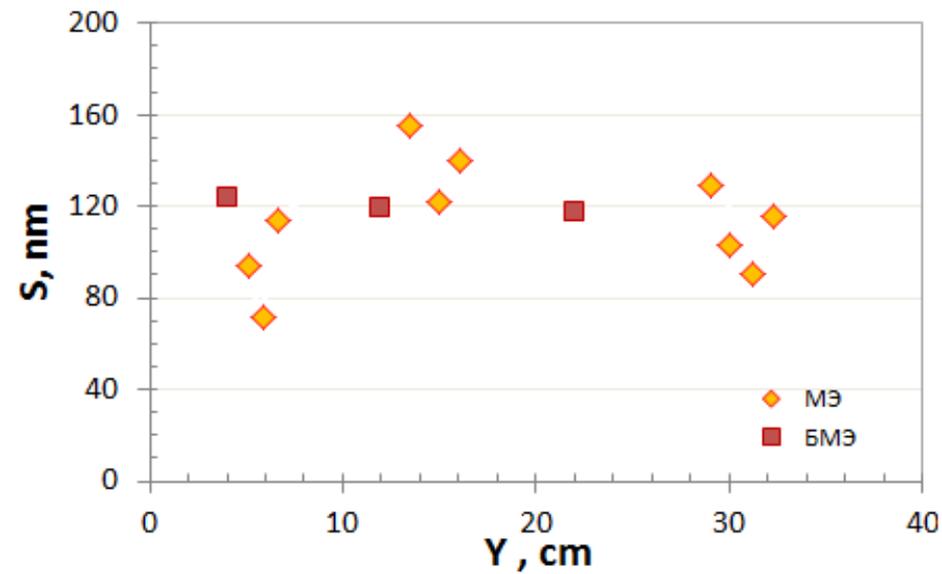


Samples	Topography			Phase contrast	
	Number of micropeaks	Average height, μm	Transverse dimation, μm	Number of micropeaks	Transverse dimation, μm
№2 (БМЭ)	230	1.1	1,2	286	0.4
№5 (МЭ)	415	0.6	0.5	455	0.5
Laboratory test sample E-D	122	2.3	0.6	295	0.35



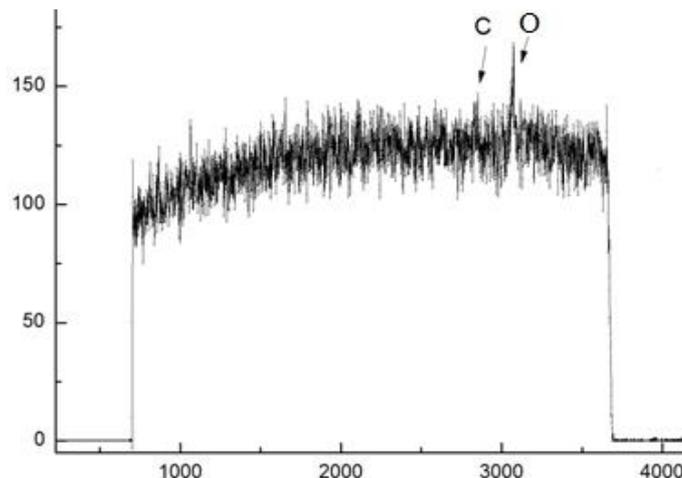
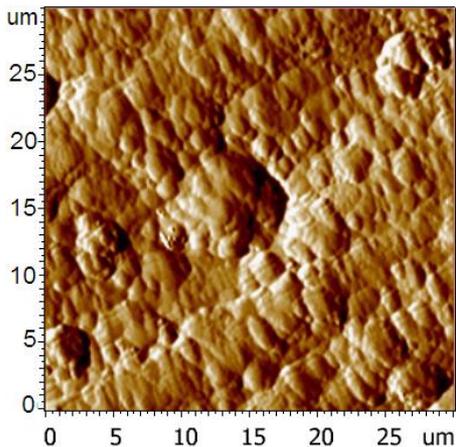
Оценка микрорельефа образцов MWPC LHC

РФЯЦ
ВНИИЭФ



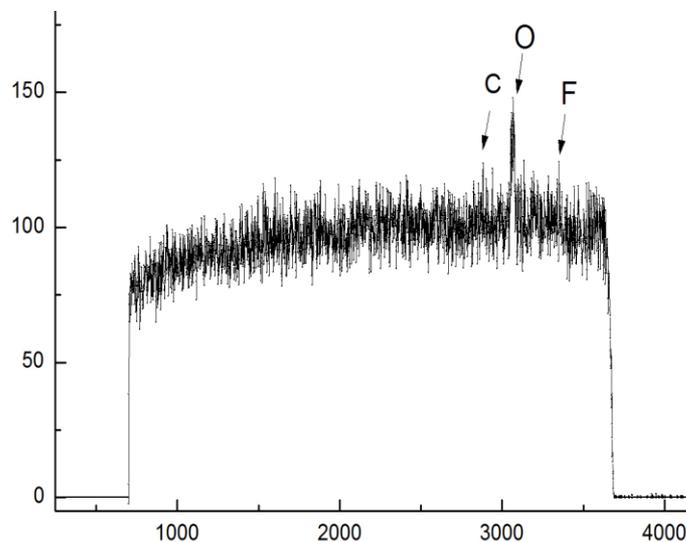
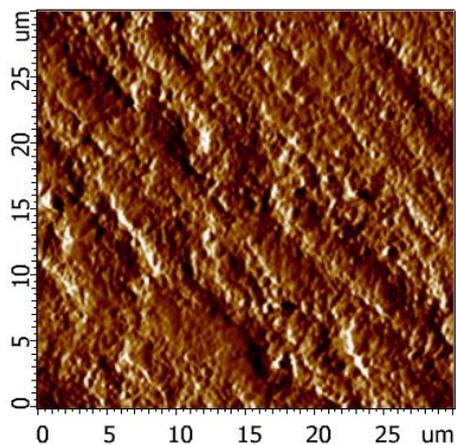
RBS элементный анализ поверхности

БМЭ - образец



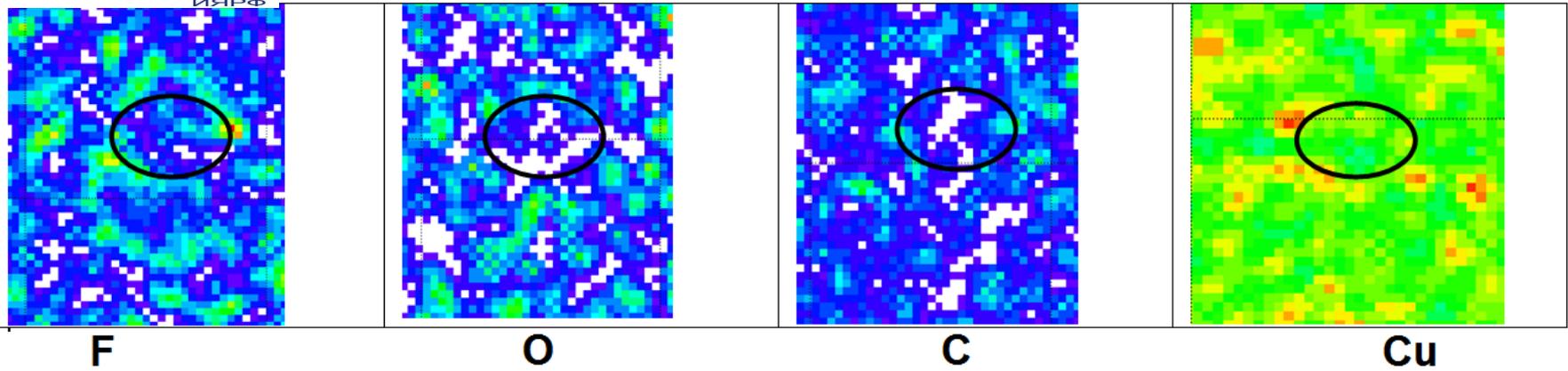
Элемент	1 слой ат. %	2 слой ат.%,	3 слой ат. %
Cu	15	25	100
O	80	65	-
C	5	10	-
Толщина, μm	0.2	1.8	23

МЭ - образец



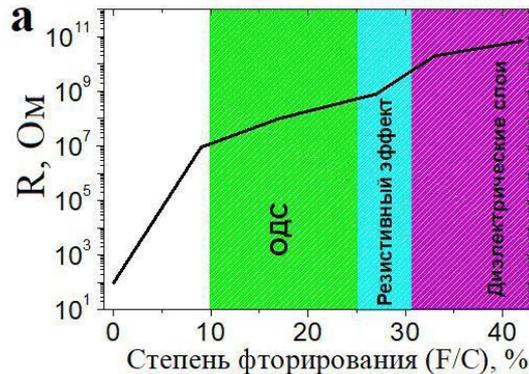
Элемент	1 слой ат. %	2 слой ат.%,	3 слой ат. %
Cu	10	30	100
O	70	60	-
C	15	10	-
F	5	-	-
Толщина, μm	0.4	1.6	23

RBS элементный анализ поверхности



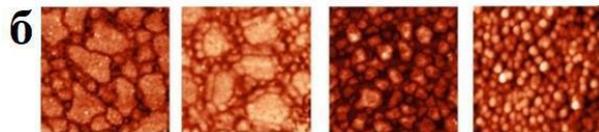
Фрагмент карты поверхности образца МЭ_8 с кратером : а - фтор; б - кислород; в – углерод; г- медь. Черный овал - дно кратера. Включения – стенки кратера.

– Распределения указывают на сложный состав поверхности образцов (изменение стехиометрии, появление металлической меди, молекулярного кислорода в межструктурном пространстве, возможно образование углеродных /полимерных пленок на стенках кратеров, в порах и прочее.)



(а) Сопротивление в зависимости от степени фторирования ФГ пленок с указанием областей с различными электрическими свойствами;

(б) Морфология поверхности с увеличением степени фторирования 8%, 17%, 30% и 36%, соответственно слева направо на рисунке



1/17/2023

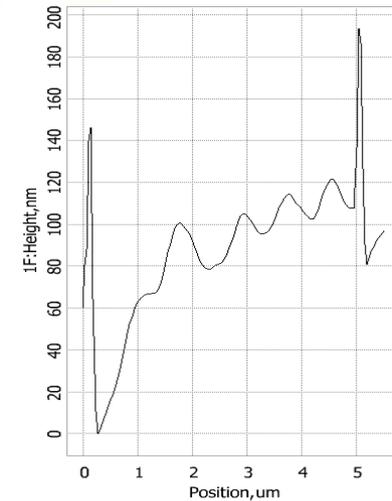
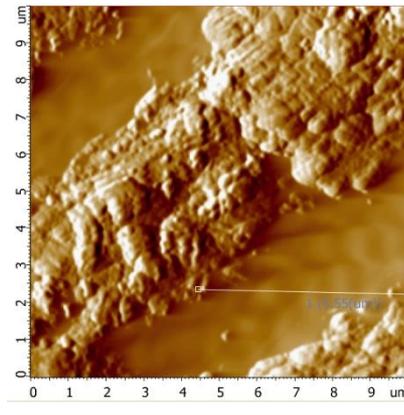
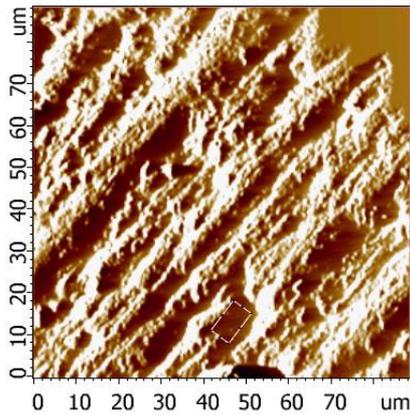
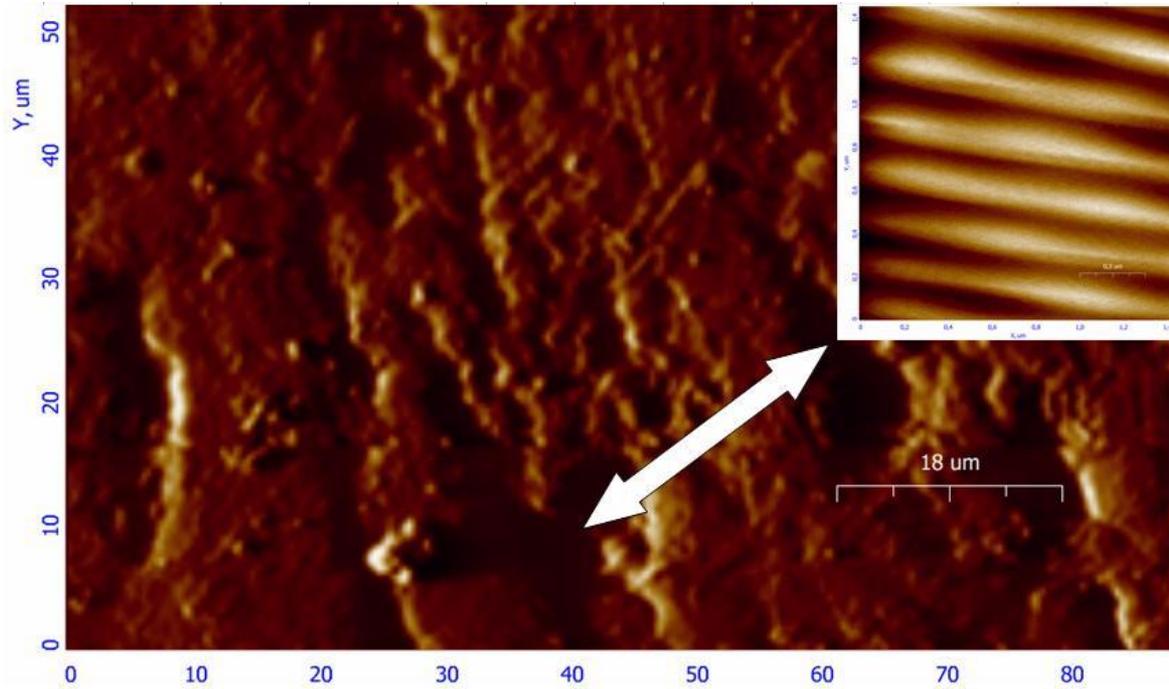
- Иванов А. И., Небогатикова Н. А., Куркина И. И., Антонова И. В. Механизм резистивных переключений в пленках на основе частично фторированного графена // **Физика и техника полупроводников. 2017. Т. 51. № 10. С.1357-1363.**

- Antonova I. V., Kotin I. A., Kurkina I. I., Ivanov A. I., Yakimchuk E. A., Nebogatikova N. A., Vdovin V. I., Gutakovskii A. K. and Soots R. A. Graphene/Fluorinated Graphene Systems for a Wide Spectrum of Electronics Application // **Journal of Material Sciences & Engineering. 2017. Vol. 6. No. 5. P. 1000379.**

- Kurkina I. I., Antonova I. V., Smagulova S. A. Fluorinated graphene suspension: creation, properties and perspective of application // **AIP Conference Proceedings. 2018. Vol. 2041. P. 020012.**

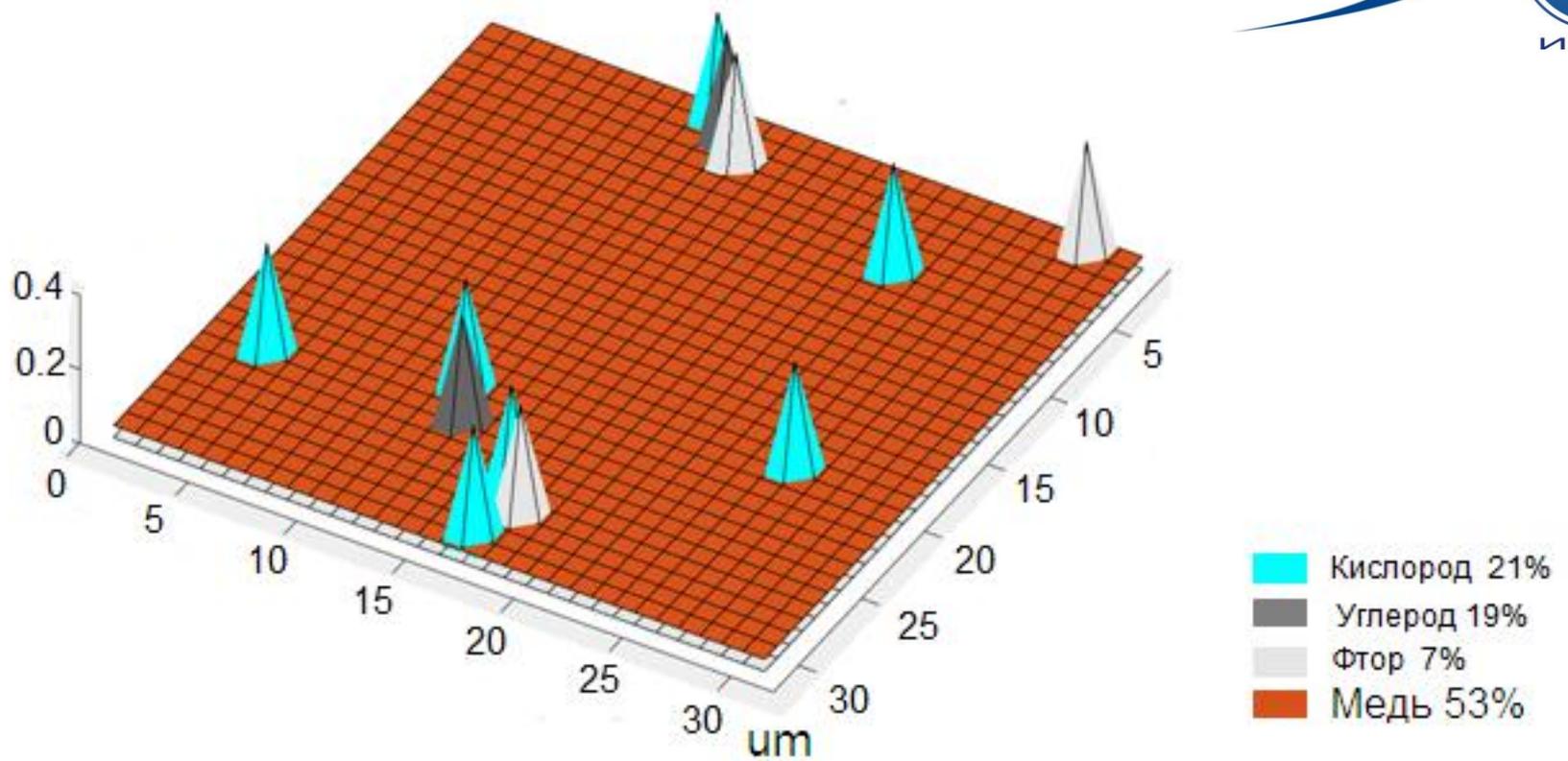


Возникновение нанографитных структур





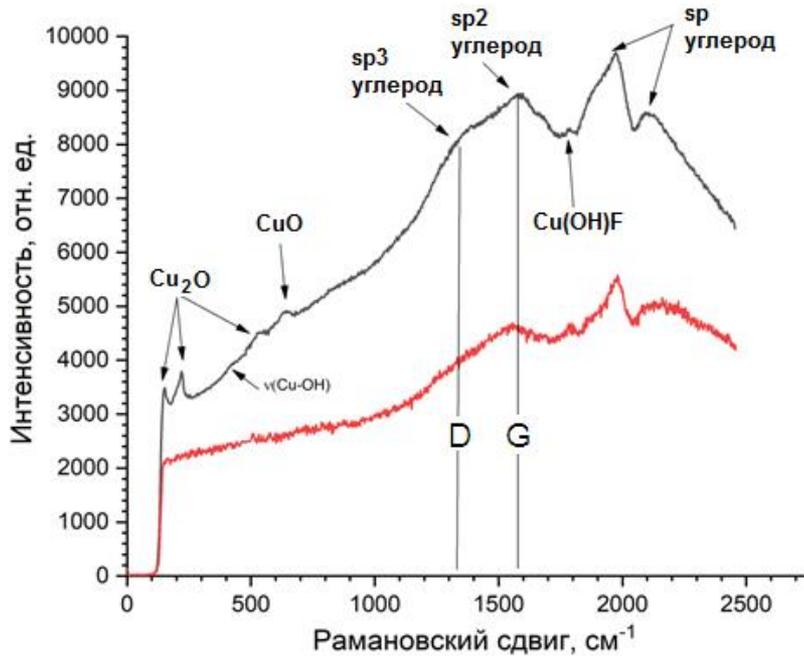
RBS элементный анализ поверхности



Элементный анализ поверхности катода (установка «Микрозонд» – ЭГП-10) методом RBS (Rutherford backscattering spectroscopy)

Пучок протонов

- энергия 3 МэВ (ток на образце 0.01 нА; размер – 30 × 30 мкм),
- шаг сканирования 5 мкм по поверхности площадью 300 × 300 мкм.



□ 100-700 см^{-1} моды колебаний оксидов меди CuO , Cu_2O и $\text{Cu}(\text{OH})_2$.

□ 1300-1600 см^{-1} полосы D и G

D(Diamond) – полоса малоразмерных областей упорядочения - алмазоподобный углерод.

G (Graphite) – полоса графита с sp^2 гибридизацией

□ 1700-2000 см^{-1} структуры с содержанием фтора: $-\text{CF}=\text{CF}_2$ и $\text{Cu}(\text{OH})\text{F}$ результат процессов фторирования

□ 2000-2200 см^{-1} асимметрия спектральной области - карбин в sp^2 графите, катализ углеродных соединений на меди

Casari, C. S et al. (2004). *Chemical and thermal stability of carbyne-like structures in cluster-assembled carbon films.* *Physical Review B*, 69(7). doi:10.1103/physrevb.69.075422

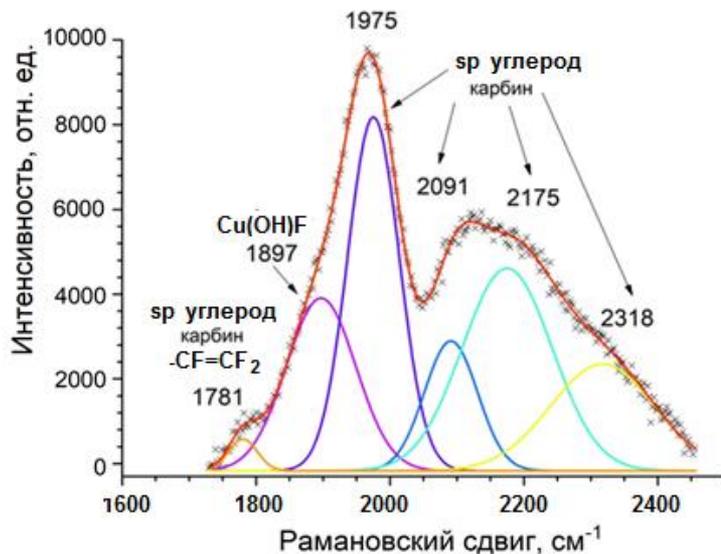


Таблица 1.1. Методы синтеза и условия создания фторированного графена

Метод	Материал на основе графена	Фторирующий агент / растворитель при эксфолиации	F/C отношение	Температура реакции	Время реакции	Источник
Снизу вверх						
Прямое газофазное фторирование	Графеновые мембраны	XeF ₂	≈ 0–1,00	70 °С 200°С	≈1h–2 недели ≈ несколько часов	[2]
	Графеновые пленки		≈ 0,25 – 1,00	30°С	≈ 30-1200 с	[65]
	Графеновые слои		-	350°С	≈ 1-5 дней	[68]
	Эпитаксиальный графен		≈ 0,06–0,07		120 с	[69]
	ОГ	F ₂	≈ 0–1,02	От КТ до 180°С	20 мин	[70]
	ВОПГ		≈ 0,70	600°С	36-48 ч.	[71]
Фторирование в плазме	CVD-графен	SF ₆ плазма	-	КТ	6 с, 5 – 300 с	[72] [73]
	Эпитаксиальный графен		-	КТ		[74]
			≈ 0,10	КТ 60°С	30 с	[75] [76]
	ВОГ	CF ₄ плазма	≈ 0,17-0,27	КТ	-	[77]
	Графен (мех. расслоен.)		-	КТ	10с	[78]
	Графеновые слои		-	КТ	10-30с	[75]
			-	КТ	45мин 10с	[79]
	CVD-графен		≈ 0,274-0,056 менее 0,1 при 15 мин	От КТ до 200 °С КТ	1-30 мин 3-20 мин	[80] [81]
	Графен		≈ 0,17 для 3 мин	КТ	0,5-30 мин	[82]
	ВОГ		≈ 0,20 для 45 мин	300-450°С	1-45 мин	[83]
		HF (40wt%)	0,09-0,32	150-180 °С	10-30ч	[84]
		трифторид этиламиносеры	0,03-0,04 220,04-0,05	0 °С или КТ	17ч	[85]

Куркина Ирина Ивановна
ТОНКИЕ ПЛЕНКИ ИЗ СУСПЕНЗИИ ФТОРИРОВАННОГО ГРАФЕНА: СОЗДАНИЕ, СВОЙСТВА И ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ
 01.04.07 – физика конденсированного состояния
 Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования **Якутск - 2019**
 «Северо-Восточный федеральный университет им. М.К. Аммосова»

ОГ – оксид графена
 ВОПГ - высокоориентированный пиролитический графит
 ВОГ – восстановленный оксид графена (C₂OH), гидрофилен, высокопроводящий порошок

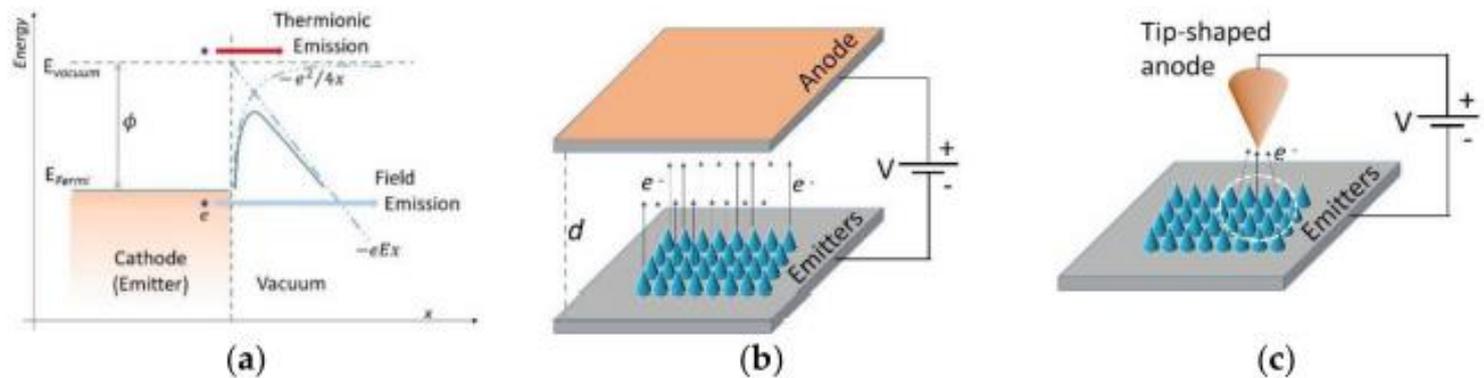
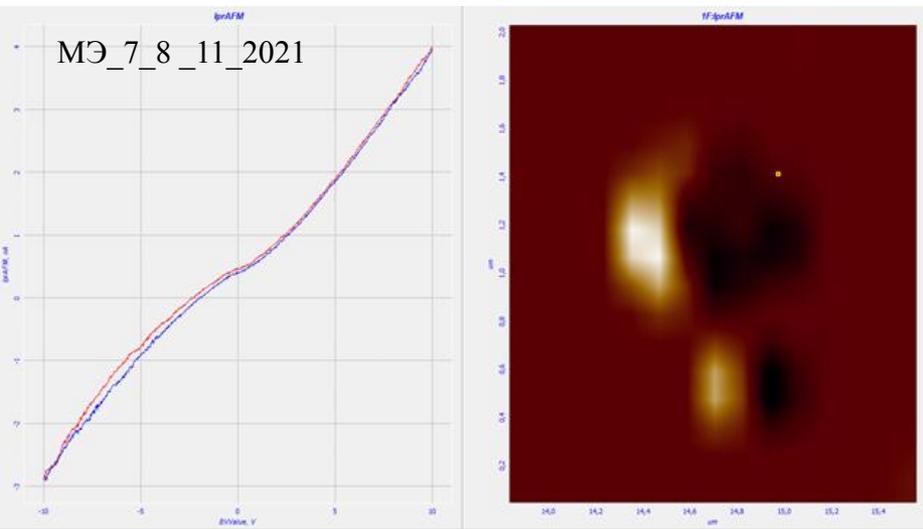
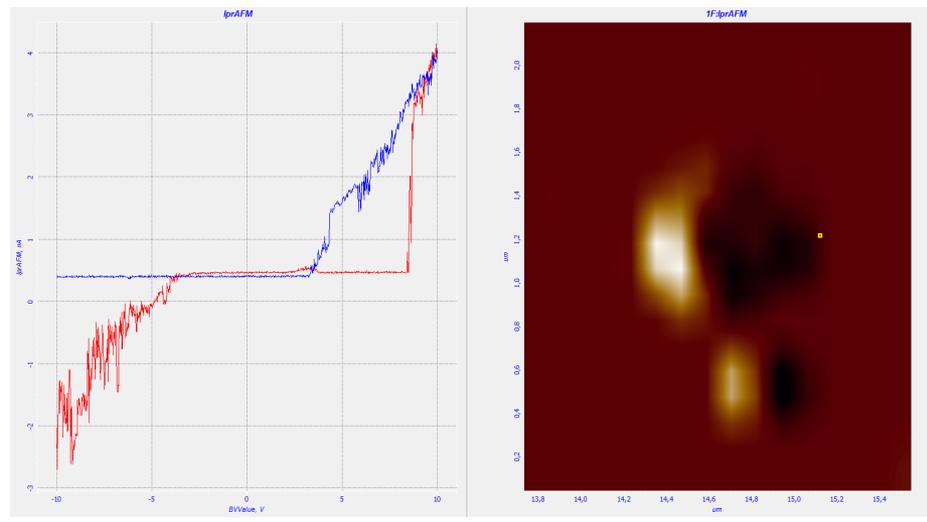


Figure 1. (a) Potential energy of the electron as function of the distance x from the metal-vacuum interface. The barrier for electron field emission is thinned and lowered by the electric field and the image force, which add to ϕ the position-dependent terms $-eEx$ and $-e^2/4x$, respectively. Experimental setup for field emission measurements in the (b) parallel plate and (c) tip configuration for average and local characterization, respectively.

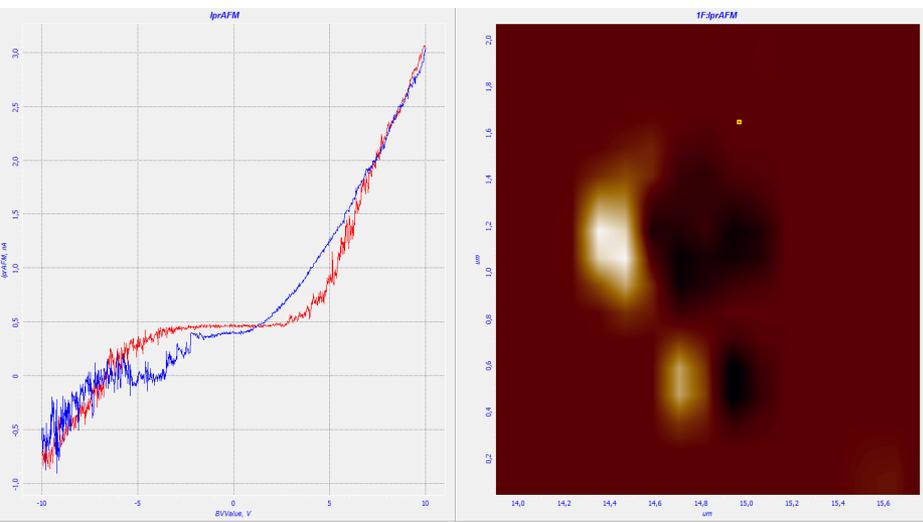
Поиск центра эмиссии на поверхности образцов катода МПК



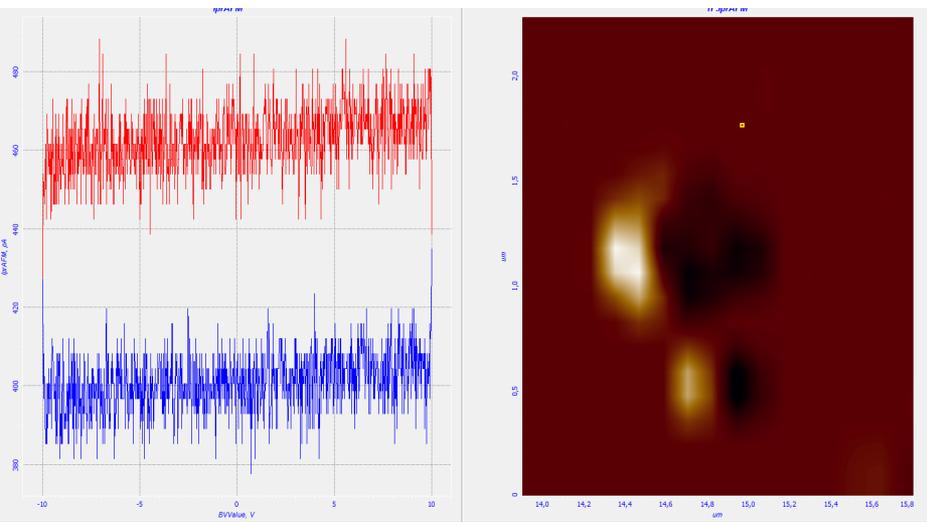
Приблизительно линейная зависимость, почти омический контакт. Область с нелинейными ВАХ- 0.4мкм. Нет переключения



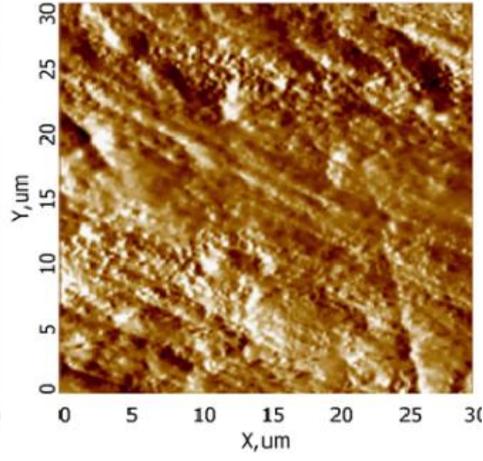
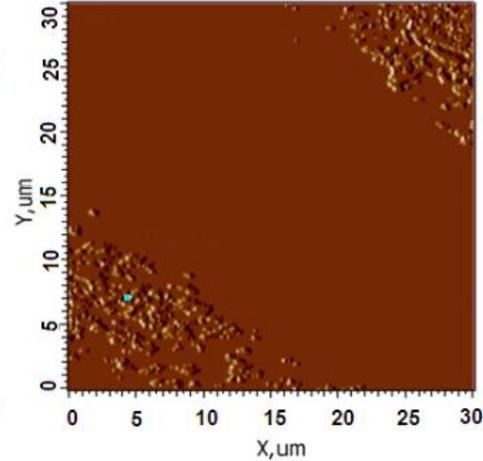
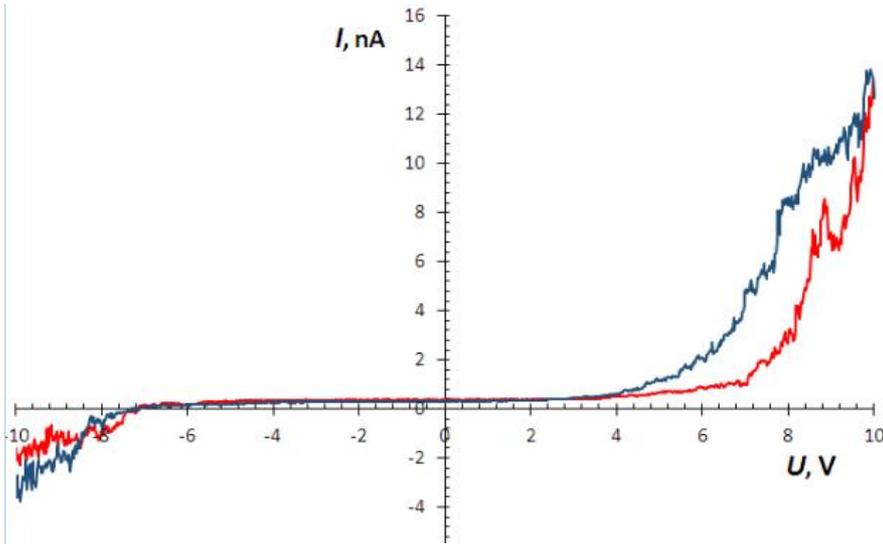
Всплеск тока с 0.4 до 3.5 нА при U= 8 В. Разность потенциалов недостижимая в МПК



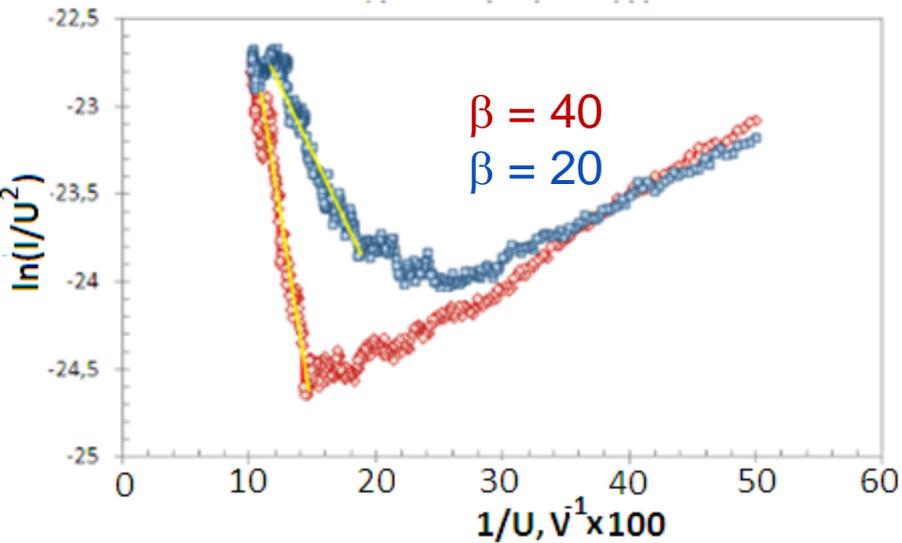
Начало роста тока при 4В Сильный рост при 5В. Обратный ток при 4В выше 1нА по сравнению с прямым -0.4нА



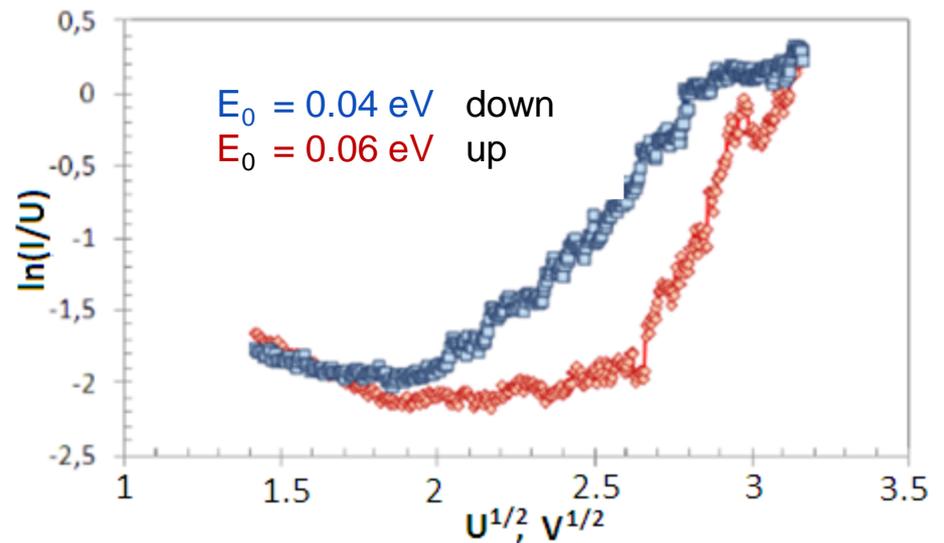
Длительность измерения в точке касания зонда ~ 5 мс

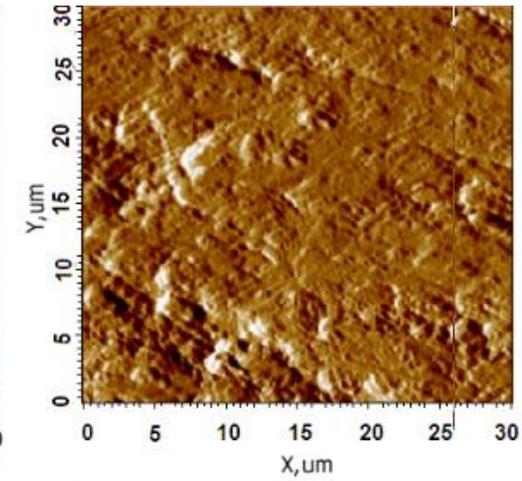
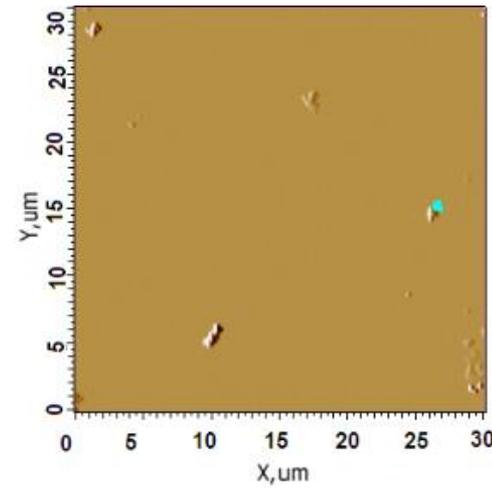
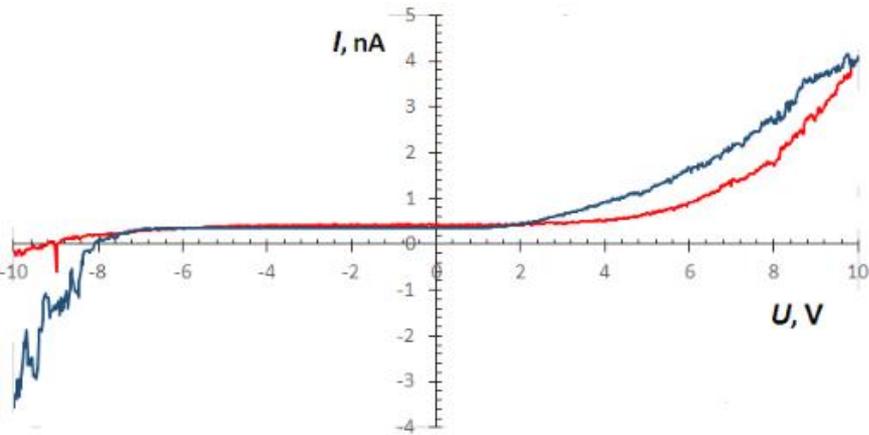


Модель Фаулера – Нордгейма:

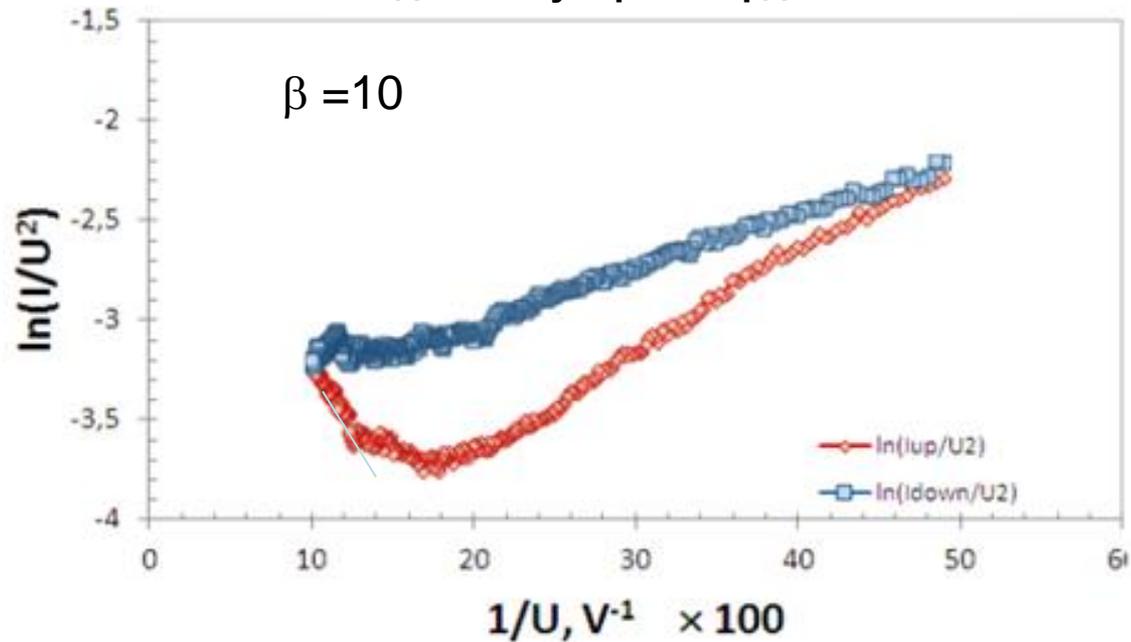


Модель Френкеля – Пула:

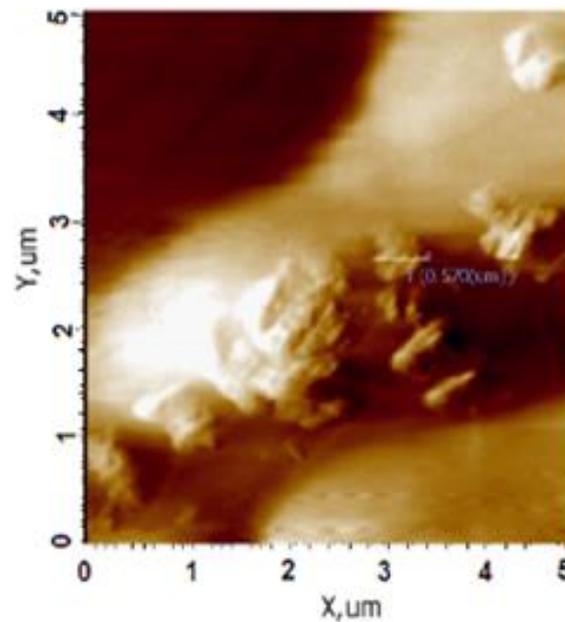
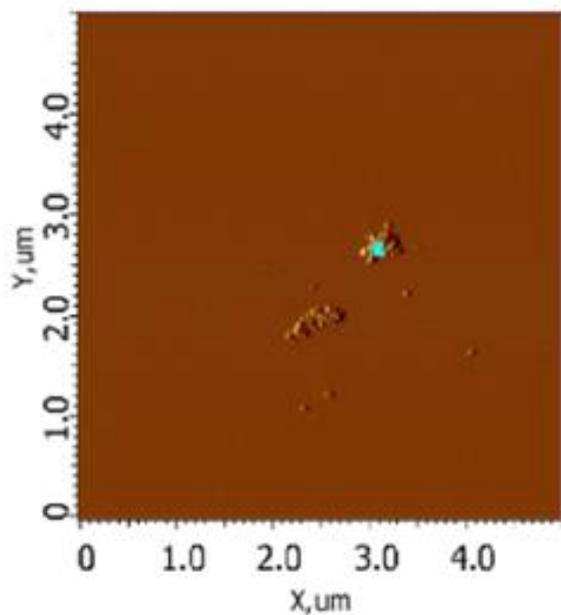
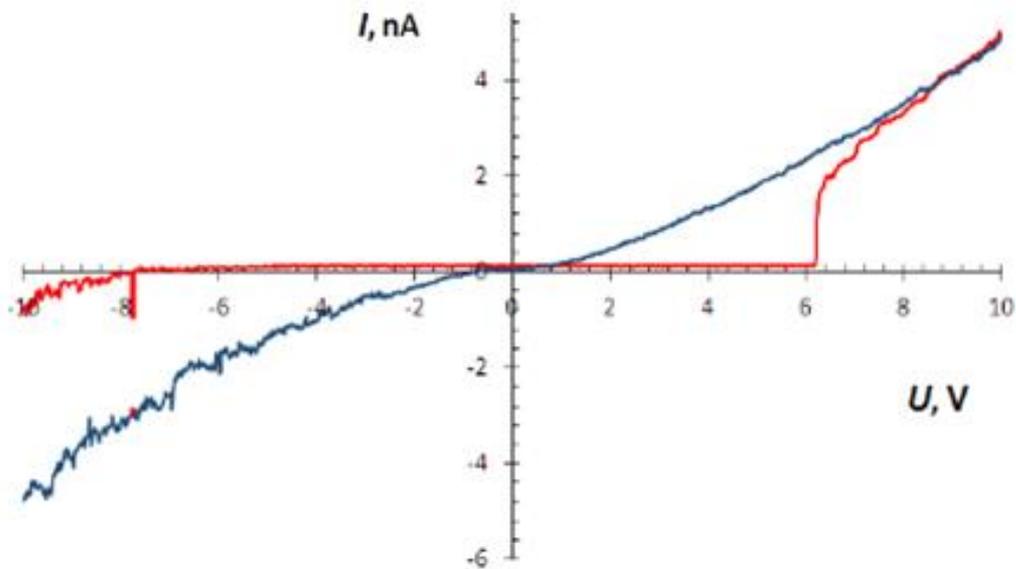




Модель Фаулера - Нордгейма



Поиск центра эмиссии на поверхности образцов катода

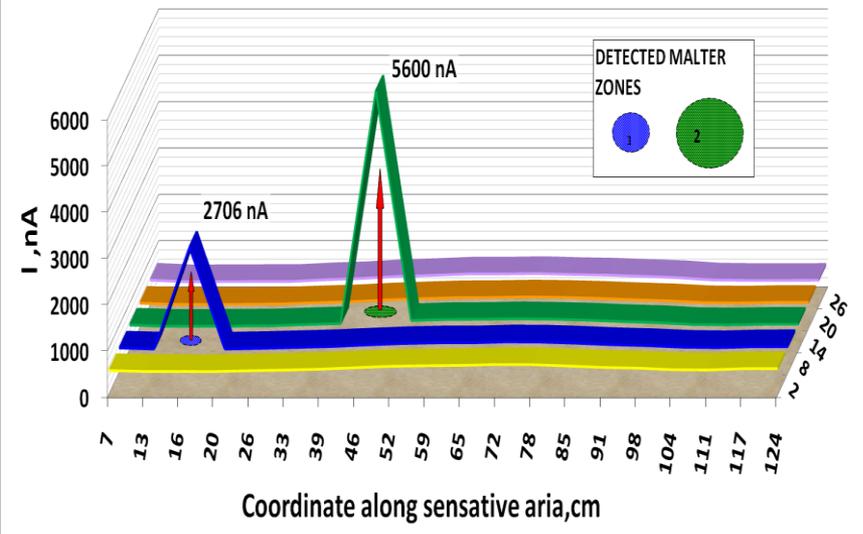




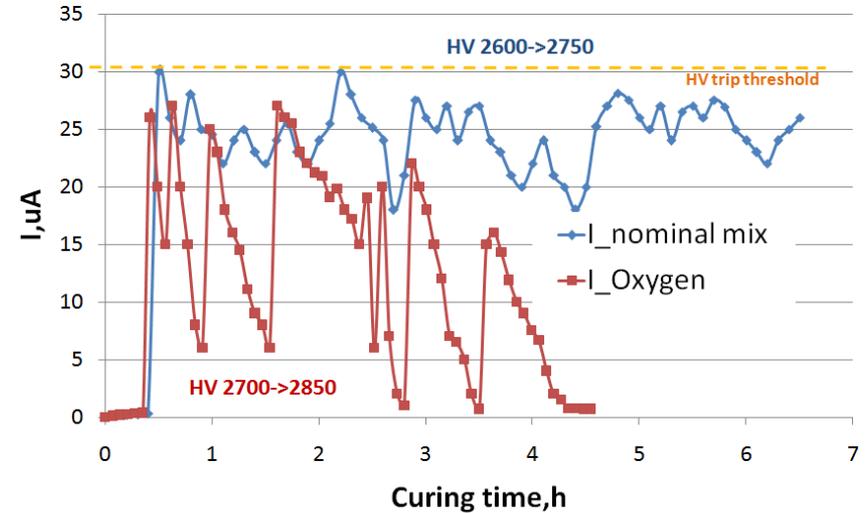
Malter currents MUON LHCb: recovery with 2% O₂ adding

MCE curing without beam with 2% of Oxygen adding to Ar/CO₂/CF₄ (40 : 55 : 5).

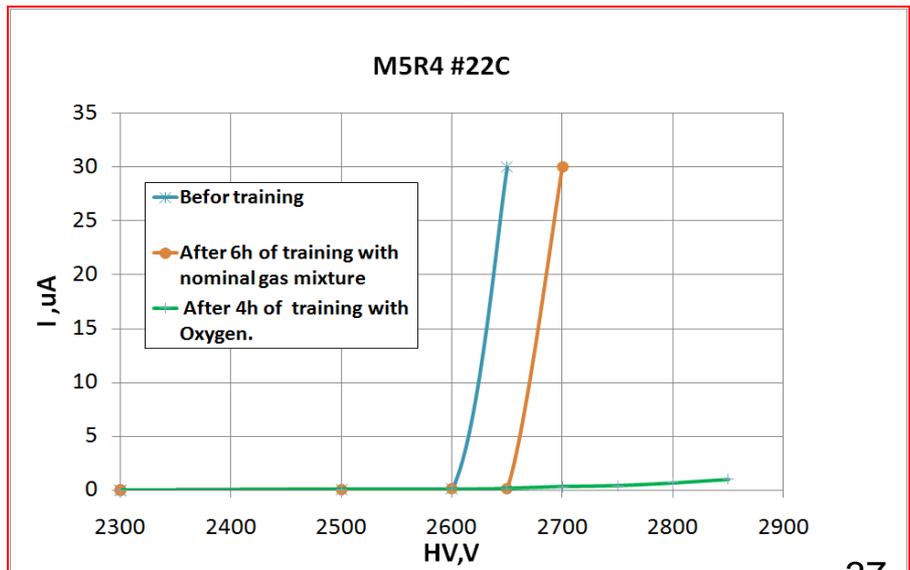
Currents from Sr⁹⁰ along the chamber, GAP A



Curing process of CMB M5R4#22C



M5R4 #22C



- ✓ Removal of organic polymeric material with oxygen containing plasma (H. Boeing, Plasma Sci.&Tech., page 281, (1987).
- ✓ Cleaning of mirrors contaminating films by a glow discharge in oxygen plasma. (R. Gillette et al., Vac. Sci. Tech., 7(1070)534)
- ✓ Recovery from the Malter effect deposits by Oxygen (A. M. Boyarski, Additives That Prevent Or Reverse Cathode Aging in Drift Chambers With Helium-Isobutane Gas, Nucl. Inst. And Meth. A515, 190-195(2003).
- ✓ M. Blom, I. Mous, and N. Tuning, Effects of adding oxygen to the outer tracker gas mixture, " LHCb, vol. 064, 2008
- ✓ F.P. Albicocco, ... G. Gavrilov, ... O. Maev, D. Maysuzenko, ... A. Vorobyev "Long-term Operation of the Multi-Wire-Proportional-Chambers of the LHCb Muon System", JINST (2019) V.14 P11031, <https://doi.org/10.1088/1748-0221/14/11/P11031>

Публикации по теме :

1. Бузоверя М.Э., Завьялов Н.В., Карпов И.А., Ткаченко М.И., **Г.Е. Гаврилов***, Дзюба А.А., Майсузенко Д.А., Насыбулин С.А., Гречкина М.В. «Исследование радиационных повреждений катода в прототипе многопроволочной пропорциональной камеры эксперимента CMS» **Ядерная физика и инжиниринг**, 2018, том 9, №4, С.328-339 DOI:10.1134/S2079562918040036
M.E. Buzoverya, N.V. Zavyalov, I.A. Karpov, M.I. Tkachenko, A.A. Dziuba, **D.A. Maisuzenko, G.E. Gavrilo, S.A. Nasybulin** and M.V. Grechkina. “Investigatiion of the Cathode Plane Radiation Damage in the Prototypes of Multiwire Proportional Chamber from the CMS Experiment”. **Physics of Atomic Nuclei**, 2019, V. 82, №9, P. 329-340. ISSN 1063-7788.
2. **Г.Е. Гаврилов***, **Маев О.Е.**, **Майсузенко Д.А.**, **Насыбулин С.А.**, «Восстановление функциональности мюонных камер детектора LHCb при возникновении в них Мальтер - эффекта» **Ядерная физика и инжиниринг**, том 9, №4, с. 358-366, 2018. DOI: 10.1134/S2079562916040072. **G. E. Gavrilo, O.E. Maev, D. A. Maysuzenko and S.A. Nasybulin**, “Recovery of LHCb Detector Muon Chambers for Malter Effect Elimination”. **Physics of Atomic Nuclei** 2019, Vol. 82 №.9, 1273-1280
3. F.P. Albicocco, ...**G. Gavrilo**,... **O. Maev, D. Maysuzenko**,... **S. Nasybulin, P. Neustroev**, “Long-term operation of the multiwire proportional chambers of the LHCb muon system”, **Journal of Instrumentation** (2019), **JINST 14 P11031**
<https://doi.org/10.1088/1748-0221/14/11/P11031>
4. **Г.Е. Гаврилов***, М.Э. Бузоверя, **А.А. Дзюба**, И.А. Карпов, «Микроструктурный анализ образцов катодных стриповых камер после ресурсных испытаний». **Известия РАН. Серия физическая**, 2020, том 84, №10, с. 1495–1501. **G. E. Gavrilo, M. E. Buzoveria, A. A. Dziuba, I. A. Karpov** “Microstructural Analysis of Cathode Strip Chamber Samples after Lifetime Tests”, **Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics**, 2020, Vol. 84, No. 10, pp. 1280–1285. © Allerton Press, Inc., 2020.
5. **Г. Е. Гаврилов**, М. Э. Бузоверя, И. А. Карпов, М. В. Таценко, М. В. Ткаченко, **А. А. Дзюба, О. Е. Маев**, П. В. Середин, Д. Л. Голощачов «Комплексная оценка состояния поверхности катода пропорциональной камеры после работы в эксперименте на Большом адронном коллайдере», **Известия Российской академии наук. Серия физическая № 8, том 86, с. 1155-1161, 2022. G. E. Gavrilo ***, М. Е. Buzoverya, I. A. Karpov, M. V. Tatsenko, M. V. Tkachenko, **A. A. Dzyuba, O. E. Maev**, P. V. Seredin, and D. L. Goloshchapov “Comprehensive Study of a Proportional Chamber Cathode’s Surface after Its Operation in an Experiment at the Large Hadron Collider”, **Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics**, 2022, Vol. 86, No. 8, pp. 956–961. © Allerton Press, Inc., 2022.
6. М.Э. Бузоверя, **Г.Е. Гаврилов, О.Е. Маев** «Исследование радиационной эрозии в газоразрядном детекторе с помощью атомно-силовой микроскопии» **Журнал технической физики**, 2021, том 91, вып. 2
M.E. Buzoveya, **G.E. Gavrilo, and O.E. Maev** “Investigation of Radiation Erosion in a Gas Discharge Detector by Atomic-Force Microscopy” **Technical Physics**, 2021, Vol. 66, No. 2, pp. 356–366. © Pleiades Publishing, Ltd., 2021.

Заключение

Комплексное исследование образцов катода из МПК показало, что источником МЭ являются наноуглеродные структуры sp^2 -гибридизации с примесями sp^3 -гибридизации, сформировавшие в детекторе центры низкопороговой эмиссии электронов. Обнаруженные центры обладают уникальными характеристиками:

- ❑ формируются при комнатной температуре и атмосферном давлении в условиях постоянного радиационного облучения заряженными частицами; величина токов эмиссии в точке на катоде варьируется от 1-5 нА;
- ❑ появление центров стабильной эмиссии обусловлено длительной работой системы МПК в условиях облучения, поэтому их изучение в лабораторных условиях затруднено;
- ❑ время работы центра эмиссии в детекторе составляет до 10^8 секунд, что в десятки раз больше, чем у известных на сегодня низкопороговых эмиттеров;
- ❑ центры эмиссии электронов стабильны в режиме максимальных токов при тренировках МПК, которые длятся от недели до двух месяцев.

Подавление токов можно осуществить путем высоковольтной тренировки детекторов в газовой смеси $Ar(38\%)/CO_2(55\%)/CF_4(5\%)/O_2(2\%)$. Проверено на практике.

Формула Фаулера-Нодгейма – зависимость плотности тока автоэмиссии от электрического поля и работы выхода:

$$j \approx \frac{e^3 E^2}{8\pi h \varphi} \exp \left[-\frac{\sqrt{2m\varphi}}{h} \frac{\varphi^{3/2}}{eE} \theta \left(\frac{\sqrt{e^3 E}}{\varphi} \right) \right],$$

E – электрическое поле на поверхности катода;

h – постоянная Планка;

m – масса электрона;

φ – работа выхода электронов из металла (~ 4.5 eV);

θ – функция Нордгейма.

После подстановки констант, работы выхода, электрического поля (V/cm) и плотности тока в (A/cm²):

$$j = 1.5510^6 \cdot \frac{E^2}{\varphi} \exp \left[-6.85 \cdot 10^7 \frac{\varphi^{3/2}}{E} \theta \left(\frac{3.6210^{-4} \cdot \sqrt{E}}{\varphi} \right) \right]$$

В эксперименте измеряется ток $I = j \cdot S$, где S – площадь эмиссии на катоде