УДК 544.032.72

## ИССЛЕДОВАНИЕ РЕЖИМОВ ТРАВЛЕНИЯ ДЕТЕКТОРОВ ТЯЖЁЛЫХ ИОНОВ ИЗ ФОСФАТНОГО СТЕКЛА

Н. Буртебаев<sup>1,2</sup>, К. Аргынова<sup>1,3</sup>, М. М. Чернявский<sup>4</sup>, А. А. Гиппиус<sup>4</sup>,

Г.В. Калинина<sup>4</sup>, Н.С. Коновалова<sup>4</sup>, М. Насурлла<sup>1,2</sup>, Н.М. Окатьева<sup>1,4</sup>,

А. Н. Пан<sup>1</sup>, Н. Г. Полухина<sup>1,4</sup>, Ж. Т. Садыков<sup>1,4,5</sup>, Т. В. Щедрина<sup>4</sup>,

Н.И. Старков<sup>4</sup>, Е.Н. Старкова<sup>1,4</sup>, И.И. Засавицкий<sup>4</sup>

Представлены результаты, полученные в тестовом эксперименте по выбору режима травления детекторов из фосфатного стекла, облучённых ускоренными тяжёлыми ионами.

Ключевые слова: детекторы из фосфатного стекла, треки тяжёлых ионов, концентрация травящего раствора, интервалы травления.

Введение. В настоящее время осуществляется разработка детекторов на основе фосфатного стекла для регистрации синтезированных сверхтяжёлых элементов. Изучение свойств стекла российского производства в условиях ускорительного эксперимента необходимо для установления возможности его применения для идентификации тяжёлых ионов на Фабрике сверхтяжёлых элементов ОИЯИ. Исследования свойств стекла проводятся с точки зрения возможности определения заряда ускоренных тяжёлых ионов. Тестируются режимы облучения, травления и обработки стёкол, а также методы анализа изображений треков ядер [1–4].

Известно, что некоторые диэлектрические материалы, как природного, так и искусственного происхождения, способны регистрировать прохождение высокоэнергичных заряженных частиц, создающих в этих материалах радиационные повреждения. Величина повреждений зависит от свойств материала и ионизирующей способности частиц

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Институт ядерной физики, 050032 Казахстан, Алматы, ул. Ибрагимова, 1.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Казахский национальный университет им. аль-Фараби, 050040 Казахстан, Алматы, Проспект аль-Фараби, 71.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Университет им. К.И. Сатбаева, Физико-технический институт, 050032 Казахстан, Алматы, ул. Ибрагимова, 11.

 $<sup>^4</sup>$ ФИАН, 119991 Россия, Москва, Ленинский пр-т, 53; e-mail: ninakonovalova@yandex.ru.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС", 119049 Россия, Москва, Ленинский пр-т, 4.

(см., напр., [5, 6]). Связь параметров произведённых повреждений с физическими свойствами формирующих их частиц позволяет широко использовать детекторы на основе диэлектрических материалов в экспериментальной ядерной физике.

Для визуализации радиационных повреждений, производимых заряженными частицами в диэлектрике, применяется травление химическими реагентами. Одним из важнейших вопросов обработки диэлектрических детекторов является выбор состава и концентрации травящего вещества, а также интервалов травления, позволяющий получить наиболее полную и точную информацию о свойствах ионизирующей частицы.

Избирательное травление позволяет увеличить и, тем самым, визуализировать дефекты структуры вблизи поверхности детектора, вызванные воздействием ионизирующих частиц. В результате с поверхности детектора вглубь образуются характерные фигуры травления, наблюдаемые в микроскоп. В данной работе представлен анализ условий травления образцов фосфатного стекла марки КНФС-3 производства Лыткаринского завода оптического стекла, облучённых ускоренными тяжёлыми ионами, полученными на резонансном циклическом ускорителе ИЦ-100 ЛЯР ОИЯИ, и их влияние на качество полученных треков. Обоснование выбора марки стекла для детекторов дано в [1]: это 100% эффективность регистрации ионов с зарядами Z > 20 и с энергиями выше 20 МэВ и наличие в России промышленной линии, обеспечивающей стабильность свойств стекла данной марки (однородность, высокая термостойкость, низкий коэффициент линейного теплового расширения и др.), имеющих принципиальное значение для работы в условиях ускорительного эксперимента. Проведённые тестовые эксперименты подтвердили возможность регистрации и идентификации ускоренных тяжелых ионов в фосфатном стекле марки КНФС-3.

В статье обсуждается вопрос об оптимальной концентрации травящего раствора и интервалах травления образцов фосфатного стекла для получения необходимой информации о развитии треков в процессе травления.

Процедура травления. При избирательном травлении химический реагент проникает в латентный трек со скоростью, превышающей скорость проникновения в неповрежденный материал. В результате на месте латентных треков образуются видимые треки, размер и форма которых могут существенно варьироваться. Наблюдаемые в данном эксперименте треки имеют форму конусов, геометрические параметры которых зависят от зарядов ионизирующих частиц.

В зависимости от материала детектора, для получения максимальной контрастности треков используются различные режимы химического травления с подбором реагентов, их концентрации, температуры и продолжительности травления. Необходимо отметить, что при длительном травлении контрастность треков уменьшается, что снижает точность измерений. В данном эксперименте фосфатные стекла, облученные ускоренными тяжёлыми ионами, обрабатывались при комнатной температуре в химической лаборатории Физического института им. П. Н. Лебедева растворами плавиковой (фторводородной) кислоты HF и гидроксида натрия NaOH. Наилучшие результаты были получены при травлении образцов в плавиковой кислоте [3]. Затем была проведена серия тестовых испытаний с целью выбора оптимальных условий травления облучённых стёкол в HF.

На начальном этапе эксперимента травление образцов осуществлялось в 40% растворе плавиковой кислоты 40HF (по спектрометрическому анализу 45.52%; концентрация по массе 520 г/л) производства ООО "Сигма Тек" ГОСТ 10484-78. Исследовались образцы фосфатного стекла размером  $10 \times 5 \times 3$  мм<sup>3</sup>, облученные на пучке ионов ксенона  $^{132}$ Xe<sup>26+</sup> с энергией 160 МэВ под разными углами к поверхности.



Рис. 1: Схема травления трека в стекле.

Выбор оптимальных условий травления для определения характеристик трека связан с соотношением скорости травления основного материала детектора  $V_{\rm M}$  и скорости травления в области трека  $V_{\rm T}$ . Зная угол  $\alpha$  падения пучка, длину проекции l протравленного канала на плоскость детектора и толщину стравленного слоя стекла  $\Delta h$ , можно оценить полную длину протравленного канала L, а с учётом времени травления – скорость травления вдоль трека иона [1]. Алгоритм определения величины стравленного слоя  $\Delta h$  методом взвешивания описан в [4]. На рис. 1 представлена схема травления трека ионизирующей частицы, использованная при оценке величины её пробега и скорости травления трека в стекле. Величину L пробега иона в стекле можно оценить по формуле

$$L = \frac{l}{\sin \alpha} + \frac{\Delta h}{\cos \alpha}.$$

Для выбора оптимальных условий травления облучённых образцов были протестированы три концентрации раствора плавиковой кислоты (3.5%, 20% и 40%) с варьированием интервалов травления. На рис. 2 показано несколько фотоизображений поверхности образцов под микроскопом (увеличение 40<sup>×</sup>) при различных условиях облучения и травления. Некоторые дополнительные количественные параметры травления треков ионов ксенона представлены в табл. 1.

Таблица 1

Образец	(a)	(б)	(B)	(г)	(д)	(e)
α	$45^{\circ}$	60°	60°	$45^{\circ}$	60°	80°
Концентрация, %	3.5	20	20	40	40	40
$\Delta h$ , мкм	0.7	3.3	2.6	4.0	4.5	4.9
<i>l</i> , мкм	3.5	7.8	10	12.7	14	не определено
Время травления t, мин	80	80	60	15	15	15
<i>L</i> , мкм	6	15.6	16.7	23	25.1	не определено
V <sub>м</sub> , мкм/час	0.53	2.5	2.6	16	18	19.6
V <sub>т</sub> , мкм/час	6	11.7	12.5	94	100.4	не определено

Количественные параметры травления треков <sup>132</sup>Xe<sup>26+</sup> с энергией 160 МэВ в стекле, в соответствии с рис. 2

Как видно из представленных данных, пробег зарегистрированных ионов составляет не более нескольких десятков микрон, т.е. точки их остановки находятся в пределах образца, как показано на рис. 1.

Отдельно следует обратить внимание на случай травления треков ионов, входящих в стекло под углом 80° к нормали. Максимальная глубина такого трека в стекле составляет 4 мкм. Поскольку толщина слоя, стравленного за 15 минут в 40HF, составляет немногим более 4 мкм (см. табл. 1), это означает, что трек уже полностью стравился, и под микроскопом можно наблюдать только неглубокую лунку от дальнейшего растравливания стекла.



Рис. 2: Фотографии поверхности образцов (увеличение  $40^{\times}$ ), облучённых пучком ионов  $^{132}Xe^{26+}$  с энергией 160 МэВ при разных углах падения и протравленных в растворе HF различной концентрации. Размер поля зрения  $280 \times 220$  мкм<sup>2</sup>: (a) концентрация 3.5%, время травления 80 мин, угол падения пучка  $45^{\circ}$ ; (b) концентрация 20%, время травления 80 мин, угол падения пучка  $60^{\circ}$  к нормали; (c) концентрация 40%, время травления 15 мин, угол падения пучка  $45^{\circ}$ ; (d) концентрация 40%, время травления 15 мин, угол падения пучка  $45^{\circ}$ ; (d) концентрация 40%, время травления 15 мин, угол падения пучка  $45^{\circ}$ ; (d) концентрация 40%, время травления 15 мин, угол падения пучка  $60^{\circ}$  к нормали; (e) концентрация 40%, время травления 15 мин, угол падения пучка  $80^{\circ}$  к нормали; (c) концентрация 40%, время травления 15 мин, угол падения пучка  $80^{\circ}$  к нормали; (c) концентрация 40%, время травления 15 мин, угол падения пучка  $80^{\circ}$  к нормали; (c) концентрация 40%, время травления 15 мин, угол падения  $10^{\circ}$  к нормали; (c) концентрация 40%, время травления 15 мин, угол падения пучка  $80^{\circ}$  к нормали; (c) концентрация 40%, время травления 15 мин, угол падения  $10^{\circ}$  к нормали.

С проблемой оптимального травления напрямую связан вопрос о временных интервалах, через которые измеряются геометрические параметры треков. В нашем случае, травление в 40HF происходило слишком быстро, и момент травления, при котором могла быть достигнута максимальная контрастность трека, был пропущен. Концентрация по массе раствора 40 г/л (примерно 3.5% раствор HF), напротив, оказалась недостаточной для появления видимых треков за приемлемое время обработки. Последовательный подбор концентрации травящего раствора и интервалов травления показал, что травление в растворе с концентрацией по массе 200 г/л (примерно 20% раствор HF) позволяет наблюдать развитие треков в фазе максимальной контрастности, что позволило разработать алгоритм "разделения" треков от различных ионов. Методика определения заряда основана на фиксации точки остановки иона в материале детектора и оценке величины его пробега [4].

Необходимо отметить, что травление образцов, облучённых ионами с разными зарядами и углами падения к поверхности детектора, требует индивидуального режима обработки. Так, при облучении ионами с меньшими зарядами или падающими под малым углом к поверхности и уходящими в стекло на небольшую глубину, травление образцов и поэтапное измерение характеристик протравленных треков должно осуществляться с меньшими интервалами (порядка нескольких минут). Для каждого измеренного трека строится зависимость, показывающая изменение размеров лунок (диаметров или осей эллипса) от времени травления, и определяется скорость этих изменений. На основе этих данных может быть получена оценка заряда иона (см. [4]).

Заключение. На основе проведенных тестовых исследований была определена оптимальная концентрация травителя (плавиковой кислоты) и интервалы травления для получения наилучшей контрастности треков ионов <sup>132</sup>Xe<sup>26+</sup> с энергией 160 МэВ, при которых возможна их идентификация.

Работа выполнена при поддержке программы #BR10965191 (Комплексные исследования в области ядерной и радиационной физики, физики высоких энергий и космологии для разработки конкурентоспособных технологий) Министерства образования и науки Республики Казахстан.

## ЛИТЕРАТУРА

 H. Буртебаев, К. Аргынова, М. М. Чернявский и др., Краткие сообщения по физике ФИАН 49(10), 69 (2022). DOI: 10.3103/S1068335622100062.

- [2] Л. А. Гончарова, Н. С. Коновалова, Н. М. Окатьева, Е. Н.Старкова, Ядерная физика и инжиниринг **11**(1), 12 (2020). DOI: https://doi.org/10.1134/S1063778820090112.
- [3] K. Argynova, N. Burtebayev, M. M. Chernyavsky, et al., Phys. At. Nucl. 84(6), 866 (2021). DOI: 10.1134/S1063778821060065.
- [4] K. Argynova, N. Burtebayev, M. M. Chernyavsky, et al., Universe 8(9), 474 (2022).
  DOI: https://doi.org/10.3390/universe8090474.
- [5] А. Б. Александров, В. А. Алексеев, А. В. Багуля и др., Краткие сообщения по физике ФИАН 46(12), 23 (2019). DOI: 10.3103/S1068335619120042.
- [6] Тан Найнг Со, Н. Г. Полухина, Н. И. Старков, Краткие сообщения по физике ФИАН **48**(12), 42 (2021). DOI: 10.3103/S1068335621120083.

Поступила в редакцию 6 февраля 2023 г.

После доработки 5 марта 2023 г.

Принята к публикации 6 марта 2023 г.