

一种性能优良的国产聚碳酸酯 固体径迹探测器

翟鹏济 康铁笙 张志尧

(中国科学院高能物理研究所)

摘 要

本文采用 NaOH、KOH 和 KHC (KOH、H₂O 和 C₂H₅OH 混合液) 三种溶液, 对 Lexan、朝阳 1 号和 Makrofol-E 三种聚碳酸酯固体径迹探测器记录 α 粒子和裂变径迹的蚀刻特性以及热退火的影响进行了研究和比较。结果表明, 在以上几方面朝阳 1 号兼有 Lexan 和 Makrofol-E 的优点, 是一种性能优良的国产聚碳酸酯固体径迹探测器。

一、引 言

作为固体径迹探测器的材料很多, 几乎所有绝缘固体均有记录带电粒子径迹的本领。使用较多的有云母、玻璃、石英、有机聚合物及矿物。近年来, 塑料固体径迹探测器的使用越来越广泛。其中用得较普遍的聚碳酸酯材料有 Lexan 和 Makrofol, 它们被用于探测 α 粒子、裂变碎片及识别宇宙线中重粒子, 还用于研究裂变反应和中子剂量等。

但由于各种塑料探测器的成分各异, 即使是同一种塑料, 不同批号, 其化学活性都会有差别。因此, 实验者必须对所用探测器材料的蚀刻行为和响应等进行研究。

Lexan 有相宜的灵敏度, 使用普遍, 对其蚀刻行为及性能(例如: 各种蚀刻条件、表面活性剂的作用、蚀刻产物的影响、热效应、老化及紫外增敏等等)也作过较深入的研究^[1-6]。

Makrofol 使用也较普遍并做了不少研究^[7,8]还与 Lexan 进行了比较^[3,5]。

朝阳 1 号是国内用得比较多的聚碳酸酯固体径迹探测器材料, 我们曾对其做了较系统的研究^[9]。并将其应用于环境科学和 α 粒子、重带电粒子探测等方面^[10-12]。

本文研究了在最常用的三种化学蚀刻剂: 6.25N NaOH、6.25N KOH 以及 20gKOH + 72gH₂O + 42gC₂H₅OH(95%) (以下简称 KHC 溶液) 中, 60℃ 时, 朝阳 1 号(中国辽宁朝阳塑料厂生产, 厚 160 μ m)、Lexan (General Electric Co., Pittsburgy U. S. A. 厚 250 μ m)、Makrofol-E (Bayer Chemical, Leverkusen, Germany 厚 180 μ m) 三种聚碳酸酯记录 α 粒子及裂变碎片的蚀刻行为(粒子径迹直径与剥离厚度的关系、总体蚀刻速度 V_B 、热效应等), 以确定国产朝阳 1 号聚碳酸酯的地位。

本文 1982 年 8 月 31 日收到。

二、 α 径迹蚀刻特性

使用 ^{241}Am 源经空气慢化得到 1、2、3、3.5MeV 四种能量的 α 粒子使之垂直照射 Lexan, 朝阳 1 号和 Makrofol-E 三种膜片。然后分别以 6.25N NaOH, 6.25N KOH 和 KHC 三种溶液于 60°C 进行间断蚀刻。用厚度千分表(精度为 $1\mu\text{m}$) 测量膜片厚度, 选定膜片上一小范围, 测量 20 次取平均值。测量 20 个径迹的直径取平均值。做出上述三种溶液蚀刻时 α 粒子径迹直径随表面剥离厚度变化曲线。结果表明三种聚碳酸酯膜片记录 α 粒子蚀刻特性无明显差别。但是朝阳 1 号的 α 径迹轮廓较为清晰, 本底花斑也较少, 见图 1。由图 1 可见用 KHC 溶液蚀刻时三种膜片的 α 径迹形态都比较规则, 轮廓较清晰, 边缘较平滑。表 1 给出了三种膜片的总体蚀刻速度。表 2 列出了当表面剥离厚度 ($V_B t$) 为 $20\mu\text{m}$ 时, 三种膜片所记录的 3MeV 和 3.5MeV α 粒子径迹直径。由表 2 可以看出用 KHC 溶液蚀刻灵敏度提高了, 朝阳 1 号提高最大。

表 1 三种聚碳酸酯的总体蚀刻速度 $V_B(\mu\text{m}/\text{hr})$

蚀刻条件	Lexan	朝阳 1 号	Makrofol-E
6.25N NaOH 60°C	0.76	0.84	0.60
6.25N KOH 60°C	1.17	1.21	0.95
KHC 溶液 60°C	3.40	3.87	3.58

表 2 $V_B t = 20\mu\text{m}$ 时, 3MeV 和 3.5MeV α 粒子径迹直径 $\phi(\mu\text{m})$

蚀刻条件	Lexan		朝阳 1 号		Makrofol-E	
	3	3.5	3	3.5	3	3.5
6.25N NaOH 60°C	9	7	7	5	8	6
6.25N KOH 60°C	8.5	7.5	7	6	9	7
KHC 溶液 60°C	13	11	13	11	12	9

三、裂变径迹蚀刻特性

在真空室内用 ^{252}Cf 裂变源垂直照射 Lexan, 朝阳 1 号和 Makrofol-E 三种膜片。然后使用 60°C 的 6.25N NaOH, 6.25N KOH 和 KHC 三种溶液进行蚀刻, 测量裂变径迹直径和表面剥离厚度。图 2-4 给出了径迹直径和表面剥离厚度关系曲线。实验表明, 用 NaOH 和 KOH 条件蚀刻的径迹形状、边缘和轮廓都比较差, 因此径迹直径测量误差也大, 而 KHC 条件蚀刻其径迹形状规则, 边缘平滑, 径迹直径呈线性增加¹⁾。由图 4 可以看出, 在 KHC 蚀刻条件下, 对于三种膜片, 裂变径迹直径分别达到 $35\mu\text{m}$ (Lexan)、 $40\mu\text{m}$

1) 对于 NaOH 和 KOH 条件下径迹直径增加超过 $2V_B$ (见图 2 和 3) 以及乙醇在径迹蚀刻中的作用将另文探讨。

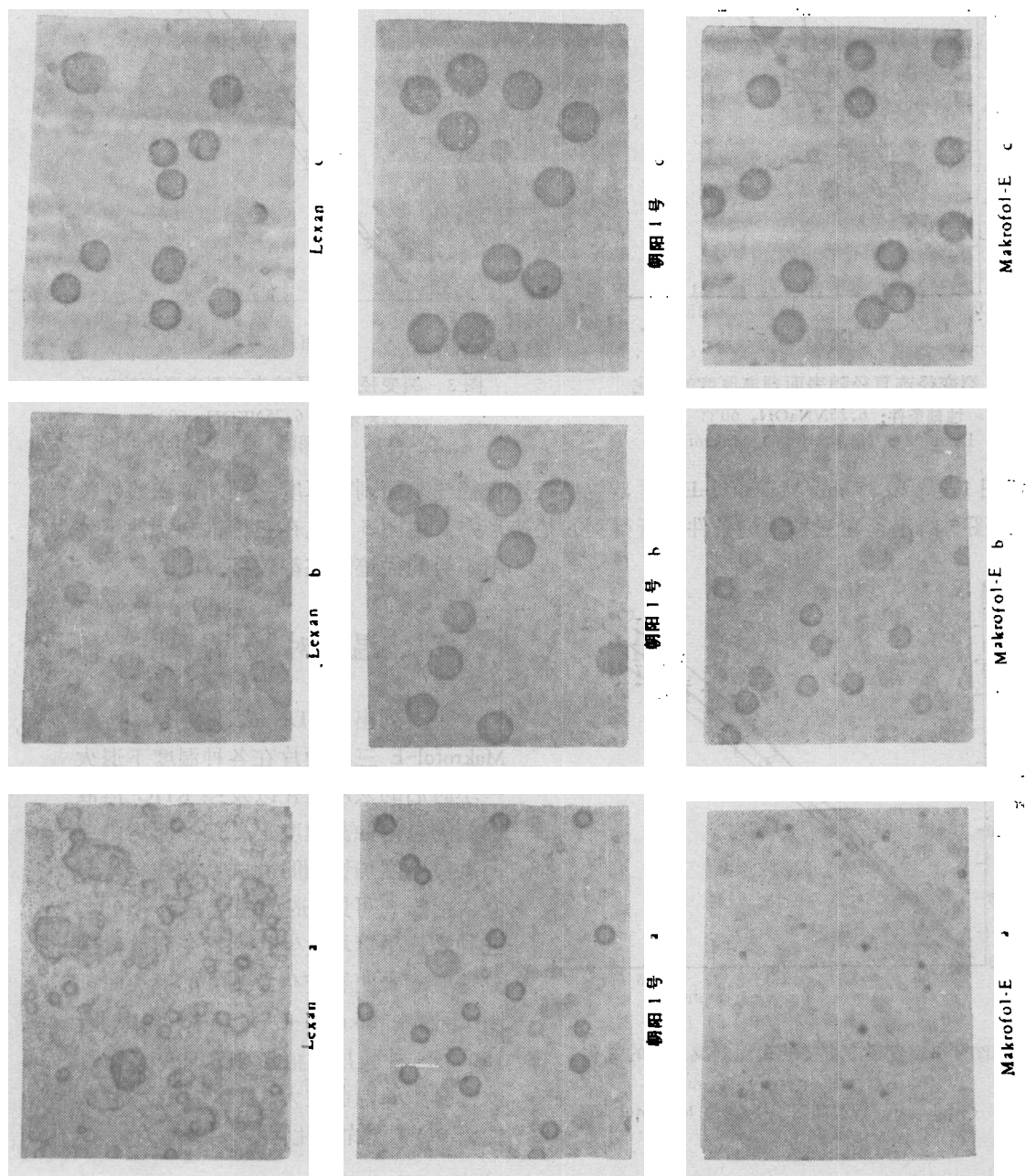


图 1 Lexan、朝阳 1 号和 Makrofol-E 中 α 粒子径迹显微照片 α 粒子能量为 3.5MeV
 蚀刻条件: a 6.25N NaOH, 60°C, 26hr b 6.25N KOH, 60°C, 22hr c KHC 溶液, 60°C, 6hr

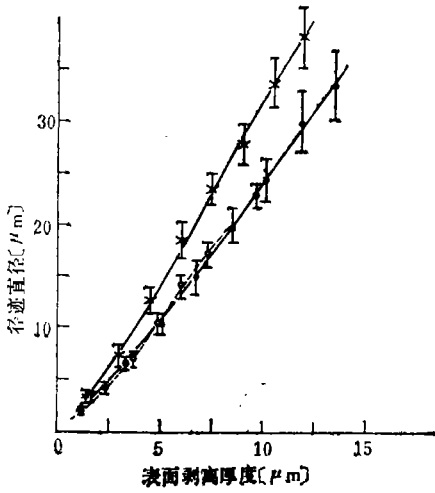


图2 裂变径迹直径随表面剥离厚度的变化

蚀刻条件: 6.25NNaOH, 60℃

× Lexan ● 朝阳1号 ○ Makrofol-E

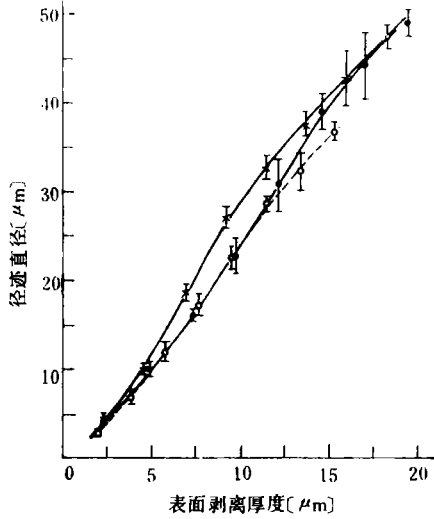


图3 裂变径迹直径随表面剥离厚度的变化

蚀刻条件: 6.25N KOH, 60℃

× Lexan ● 朝阳1号 ○ Makrofol-E

(朝阳1号)和35μm (Makrofol-E)时, 裂变径迹直径与表面剥离厚度之间才偏离线性关系. 图5给出了在三种蚀刻条件下所得到的径迹形态. 由图5可见在三种蚀刻条件下朝阳1号的径迹形态都较好.

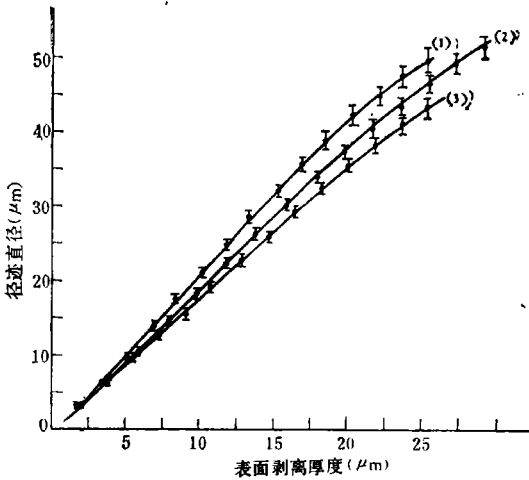


图4 裂变径迹直径随表面剥离厚度的变化

蚀刻条件: KHC 溶液, 60℃

(1) Lexan (2) 朝阳1号 (3) Makrofol-E

四、温度对 V_B 的影响

表3列出了 Lexan、朝阳1号和 Makrofol-E 三种膜片在各种温度下退火一小时后的宏观变化以及经 KHC 溶液蚀刻的总体蚀刻速度 V_B . V_B 值均由单面剥离厚度与蚀刻时间关系曲线斜率得到. 由表3可见, 退火温度直至 180℃, 三种膜片尽管均发生较大形变而总体蚀刻速度却未明显变化. 140℃退火时朝阳1号和 Makrofol-E 发生微小弯曲; 160℃三种膜片均稍膨胀; 190℃膜片软化膨胀、弯曲较大, 但仍有良好的塑性; 200℃膜片熔化.

五、退火对 α 粒子和裂变径迹的影响

退火时间选定为1小时^[7,9], α 粒子和裂变径迹各选七种不同的退火温度, 退火温度

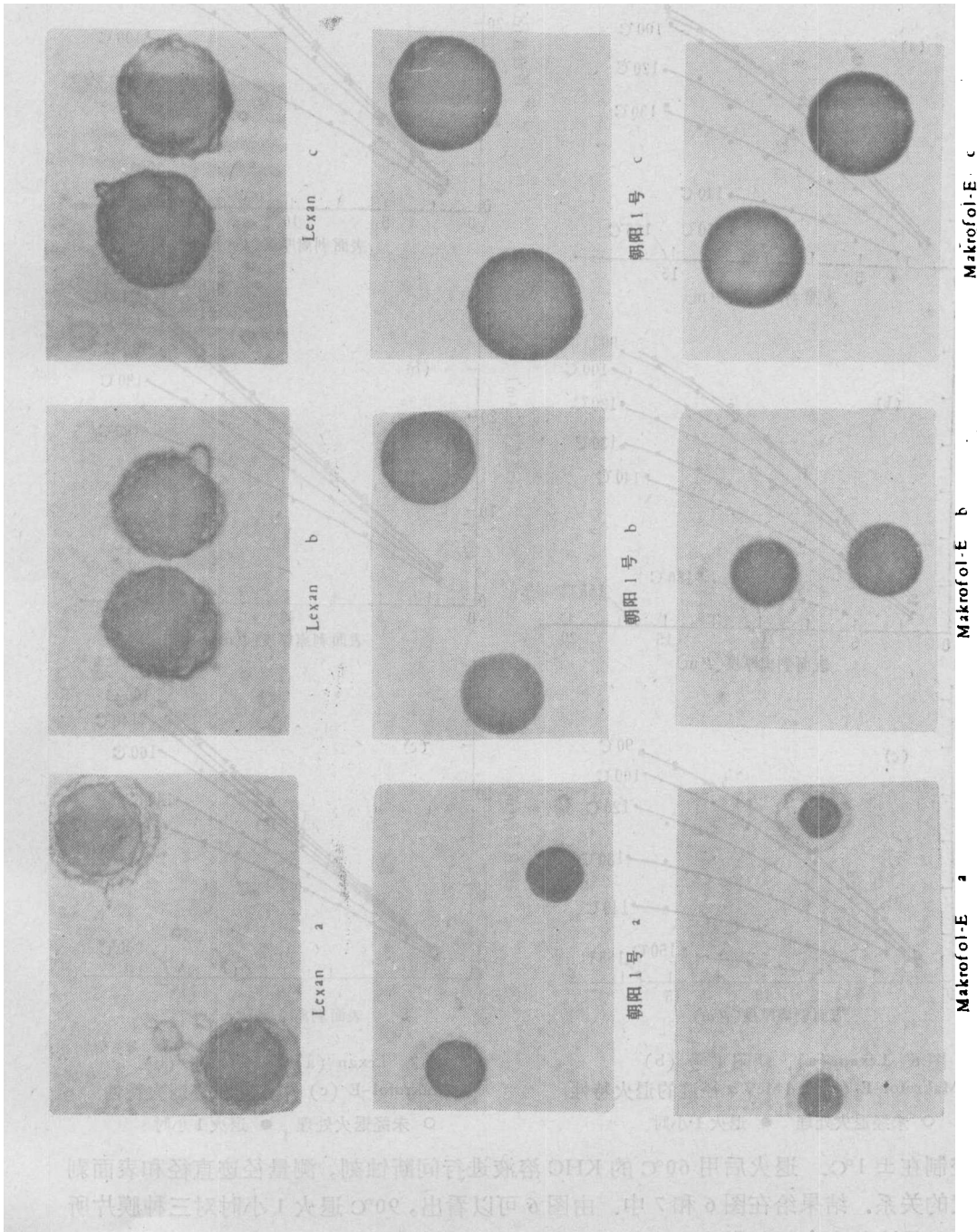


图 5 Lexan、朝阳 1 号和 Makrofol-E 中裂变径迹显微照片

蚀刻条件: a 6.25N NaOH, 60°C, 12hr b 6.25N KOH, 60°C, 12hr c KHC 溶液, 60°C, 6hr

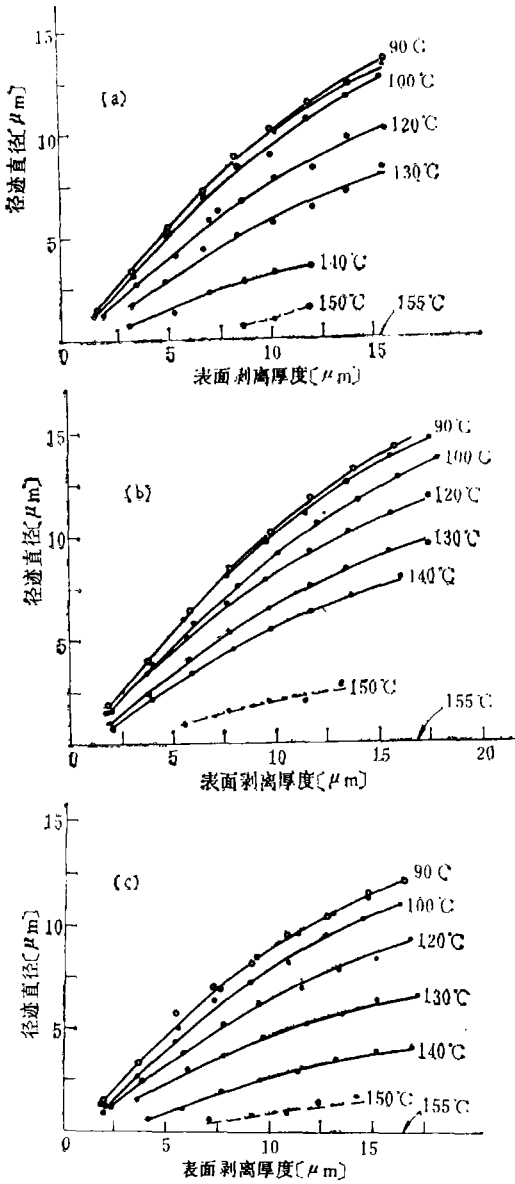


图6 Lexan (a)、朝阳1号 (b) 和 Makrofol-E (c) 中 1MeV α 径迹的退火特性
 ○ 未经退火处理 ● 退火 1 小时

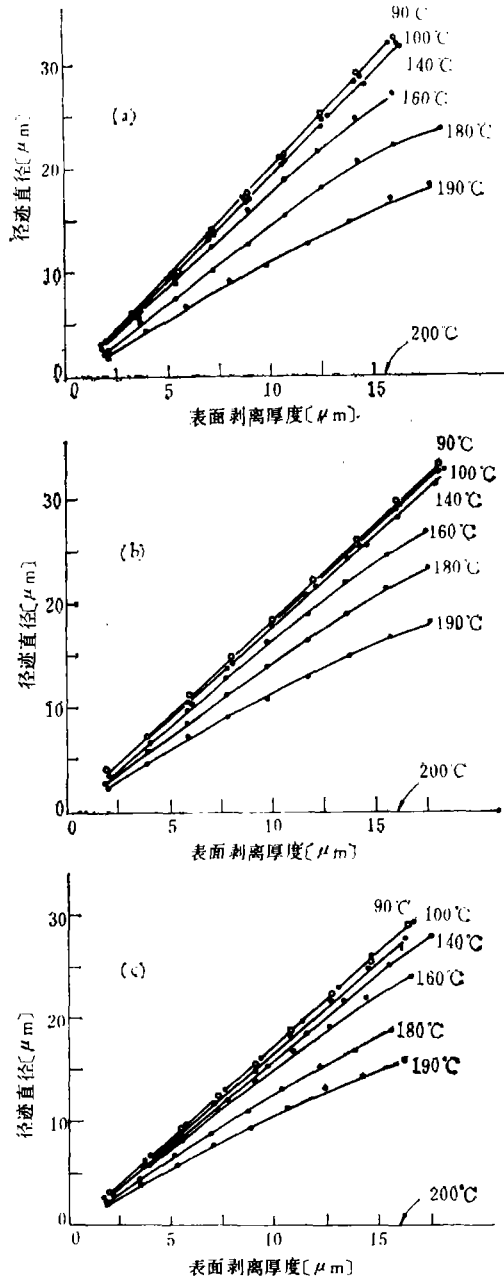


图7 Lexan (a)、朝阳1号 (b) 和 Makrofol-E (c) 中裂变径迹退火特性
 ○ 未经退火处理 ● 退火 1 小时

变化控制在 ± 1°C。退火后用 60°C 的 KHC 溶液进行间断蚀刻，测量径迹直径和表面剥离厚度的关系。结果给在图 6 和 7 中。由图 6 可以看出，90°C 退火 1 小时对三种膜片所记录的 α 径迹基本上都无影响。155°C 退火，α 径迹全部消失。在 90—155°C 之间，随退火温度的增高，其背景中形似径迹的斑点也增加了。150°C 退火 1 小时，蚀刻后所观察到

表 3 退火温度对 V_B 的影响

温 度 $^{\circ}\text{C}$		室温	90	100	120	130	140	160	180	190	200	平均值
V_B $\mu\text{m/hr}$	Lexan	3.40	3.51	3.42	3.48	3.54	3.56	3.56	3.56	(3.94)	—	3.50
	朝阳 1 号	3.87	3.86	3.83	3.90	3.88	3.90	3.88	3.88	(3.91)	—	3.88
	Makrofol-E	3.58	3.67	3.61	3.78	3.78	3.73	3.47	3.62	(3.55)	—	3.66
宏观变化	Lexan	透明	无	无	无	无	无	稍膨胀	弯曲	膨胀	熔化	
	朝阳 1 号	透明	无	无	无	无	微曲	稍膨胀	弯曲	膨胀	熔化	
	Makrofol-E	不透明	无	无	无	无	微曲	稍膨胀	弯曲透明	膨胀	熔化	

() 190 $^{\circ}\text{C}$ 退火, 因膜片弯曲, 膨胀较大, 因而测量误差很大, 平均值未计入此值。

的 α 径迹与周围背景中的斑点难于区分。因此测量亦为估测, 只是因为照射的 α 径迹密度很大 ($>2 \times 10^5$ 个/ cm^2) 才勉强看得出照射部位斑点密度大于未照部位。

由图 7 可以看出, 90 $^{\circ}\text{C}$ 和 100 $^{\circ}\text{C}$ 退火对三种膜片记录的裂变径迹基本无影响。退火温度越高影响越大, 其径迹直径越小, 灵敏度下降。Makrofol-E 经 180 $^{\circ}\text{C}$ 退火 1 小时由乳白色变为透明。190 $^{\circ}\text{C}$ 退火三种膜片仍有良好弹性, 径迹仍未消除。200 $^{\circ}\text{C}$ 退火三种膜片均熔化。

六、结 语

根据上述实验结果可以得出如下结论:

1. 三种聚碳酸酯膜片记录 α 和裂变径迹用 KHC 溶液蚀刻可以得到比用 NaOH 或 KOH 溶液更好的径迹形态;
2. 三种聚碳酸酯膜片使用 NaOH 或 KOH 溶液蚀刻时灵敏度基本相同, 而使用 KHC 溶液蚀刻时灵敏度提高了, 尤以朝阳 1 号提高最多;
3. 在本工作的三种蚀刻条件下, 朝阳 1 号和 Makrofol-E 的背景花斑都较少, 在径迹形状规则, 轮廓清晰和边缘平滑程度等均较 Lexan 好;
4. 退火处理不改变三种膜片的总体蚀刻速度。150 $^{\circ}\text{C}$ 退火可基本去除 α 径迹, 这一退火特性可用于在强 α 粒子本底下对较重粒子进行研究的场合;
5. 在记录 α 粒子和裂变径迹方面, 朝阳 1 号具有 Lexan 同样的灵敏度, 具有 Makrofol-E 同样的记录优点且比其具有透明性, 上述 Lexan 和 Makrofol-E 做固体径迹探测器的研究场合, 朝阳 1 号均能胜任。

冯锡璋先生对本工作给予热情指导和帮助, 美国 BNL 实验室朱永毅教授为本工作提供了 Lexan 聚碳酸酯膜片, 作者在此一并致谢。

参 考 文 献

- [1] P. B. Price and R. L. Fleischer. *Ann. Rev. Nucl. Sci.*, **21**(1971), 295.
- [2] D. D. Peterson, *Rev. Sci. Instr.*, **41**(1970), 1254.

- [3] H. G. Paretzke, *Nucl. Instr. and Meth.*, **107**(1973), 597.
[4] W. Desorbo, J. S. Humphrey, *Nature*, **220**(1968), 1313.
[5] W. Enge, K. Grabisch, L. Pallmeyer, K. P. Bartholomä and R. Beaujean, *Nucl. Instr. and Meth.*, **127**(1975), 125.
[6] Kunio G. Yoshida, Kyoko Miyajima and Masatake Honda, *Nucl. Instr. and Meth.*, **125**(1975), 149.
[7] G. Somogyi Proceedings of the 8th international Conference on nuclear photography and Solid State track detectors, Bucharest, P. 253.
[8] František Špurný and Karel Turek, *Nucl. Instr. and Meth.*, **147**(1977), 143.
[9] 康铁笙、翟鹏济,核技术, **1**(1982),72.
[10] 翟鹏济、康铁笙、张志尧,环境科学, **2**(1982),5.
[11] 翟鹏济、康铁笙,地震战线, **5**(1978),23.
[12] 翟鹏济、康铁笙、张志尧,核化学与放射化学, **1**(1983),63.

AN EXCELLENT CHINESE-MADE POLYCARBONATE SSTD

ZHAI PENG-JI KANG TIE-SHENG ZHANG ZHI-YAO

(*Institute of High Energy Physics, Academia Sinica*)

ABSTRACT

The etching behaviours of registering the α particles and the fission fragments tracks and the annealing effects on them were studied and compared in three types of polycarbonate Chao-yang No. 1, Lexan and Makrofol-E, using NaOH, KOH and KHC (a mixed solution of KOH, H₂O and C₂H₅OH).

Our results reveal that the Chao-yang No. 1 has both advantages of Lexan and Makrofol-E and is a Chinese-made SSTD in high quality.