

CR-39 径迹片的最佳蚀刻条件

郝启辰, 过惠平, 王洪超

(第二炮兵工程大学, 西安 710025)

摘要:通过实验对比的方法对日产 CR-39 径迹片蚀刻条件进行了分析研究。确定了影响 CR-39 径迹片蚀刻的主要因素: 温度、时刻溶液浓度、蚀刻时间, 并找到了 CR-39 径迹片的最佳蚀刻条件为: 温度为 70℃, NaOH 溶液浓度为 6 mol/L, 蚀刻时间为 12 h。

关键词: CR-39; 蚀刻; 径迹

中图分类号: TL816

文献标识码: A

文章编号: 1006-0707(2012)12-0118-02

1 蚀刻溶液的选择试验

对于固体径迹探测器最常用的蚀刻溶液是 KOH 和 NaOH^[1-2], 将性能参数基本一致的 100 片 CR-39 放入氩浓度恒定的氩室内照射一定时间, 然后将其分成 2 份, 每份 50 片, 分别放入同等浓度(以 6 mol/L 为例)的 KOH 和 NaOH 溶液烧杯中, 在同样的温度下进行蚀刻(以 60℃ 为例), 每隔 0.5 h 取出 CR-39 用薄膜测厚仪进行测量得到 CR-39 总体的蚀刻厚度, 计算得出 50 片 CR-39 的平均蚀刻厚度如图 1 所示, 可以看出在同等浓度下, CR-39 在 KOH 溶液中的蚀刻速率大于在 NaOH 溶液中, 其定性解释为 K⁺ 的水合离子小, 反应能力强。下文试验均采用 NaOH 溶液作为蚀刻溶液。

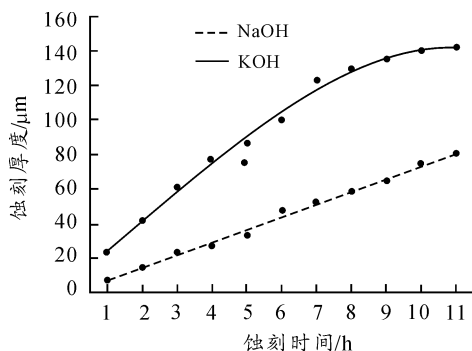


图 1 6 mol/L 的 NaOH 和 KOH 溶液蚀刻速度对比

2 蚀刻溶液浓度及温度选择

根据 R. L. Fleischer 等人提出的径迹形成模型^[3-4], 得知垂直入射的 α 粒子蚀刻后径迹半径 R 和蚀刻曲线的斜率 γ 为:

$$R = V_g \cdot t \cdot \left(\frac{V_t - V_g}{V_t + V_g} \right)$$

$$\gamma = \frac{R}{h} = \left[1 - 2 \left(\frac{V_g}{V_t} \right) + 2 \left(\frac{V_g}{V_t} \right)^2 - 2 \left(\frac{V_g}{V_t} \right)^3 + \dots \right]^{1/2}$$

式中: V_g 是总体蚀刻速度; V_t 是探测器的径迹蚀刻速度; t 是蚀刻时间; $h = V_g \cdot t$ 。假定 V_g 与 V_t 皆为常数时, 当固体径迹探测器和蚀刻时间不同时, 对于一定能量的 α 粒子来说, 灵敏度越高, 即 V_g/V_t 值越小, 即 γ 越大, 蚀刻效果越明显。这样可用 γ 来表示固体径迹探测器和蚀刻条件的相对灵敏度。

根据崔浣华等人所示的方法^[3], 将经氩室照射过的多组 CR-39 径迹片在不同的蚀刻温度和不同浓度的氢氧化钠溶液中蚀刻, 计算 γ 和 V_g 的值, 从而确定最佳蚀刻条件。测定结果如图 2(a)~2(d) 所示。

如图 2(a) 所示, CR-39 径迹片的 V_g 随 NaOH 溶液浓度的升高而升高, 当 NaOH 溶液浓度接近 5 mol/L 时候曲线开始出现坪, 这是由于随着溶液浓度的增大, 碱的离解度逐渐降低, 而溶液的粘度逐渐增大, 从而使而 CR-39 径迹片的总体蚀刻速率在溶液浓度达到一定数值后, 不再随溶液浓度的增大而增大。而从图 2(b) 可以看出, CR-39 的灵敏度随 NaOH 溶液浓度的变化而变化, 在 NaOH 溶液浓度为 6 mol/L 左右达到峰值。而从图 2(c) 及 2(d) 可以看出, CR-39 径迹片的 V_g 随蚀刻溶液温度的升高而增加; 温度在 70℃~80℃ 时 γ 值处于最大区间。综上所述, 选择温度为 70℃, NaOH 溶液浓度为 6 mol/L 作为 CR-39 的最佳蚀刻条件。

3 蚀刻时间选择

将性能参数基本一致的 CR-39 每组 50 片在氩浓度恒定的氩室下照射后, 结合上一节的结论利用正交法^[2], 即蚀刻液 (NaOH) 浓度为 6 mol/L 保持不变, 改变蚀刻温度和时间,

结合目前国内较认可的蚀刻条件进行试验如表 1 所示。

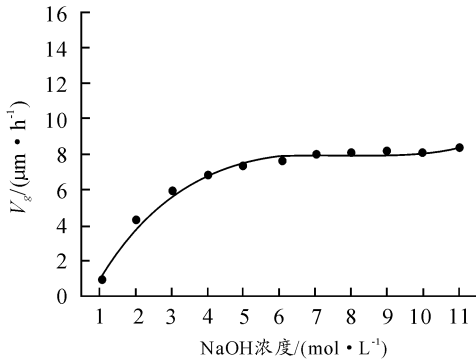
表 1 正交试验条件

浓度/(mol · L ⁻¹)	6								
温度/(℃)	60			70			80		
时间/h	6	12	18	6	12	18	3	6	12

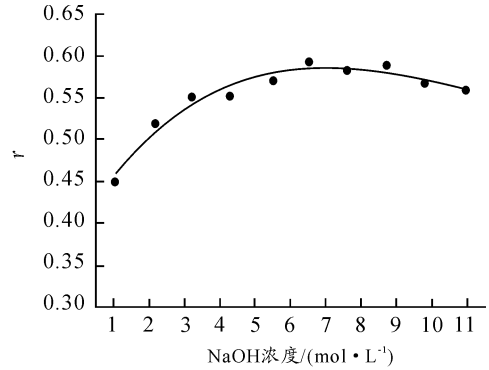
将蚀刻过的径迹片在光学显微镜下进行读数,求得平均数作为最终读数,并记录径迹孔情况,如表 2 所示。

比较表 2 的 9 组数据,按照径迹效率高、径迹孔特征明

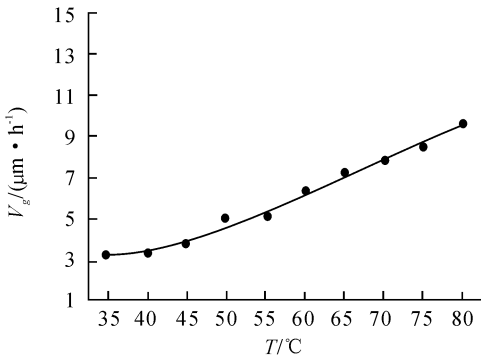
显的原则进行选择,得出第 5 组实验条件下 CR-39 的在显微镜下观测到的径迹个数略高于其他各组即径迹密度较高;同时可以得出第 5 组实验条件下 CR-39 的径迹孔的形状较多、可清晰辨认且大部分都为椭圆形。而第 6 组试验条件下,蚀刻时间较长的条件下,虽然显微镜下径迹的读数相近,但径迹孔形状不佳且 CR-39 易弯曲变形不易用于火花器读数。数据处理过程中,标准误差经计算均小于 1,标准差越小说明数据的波动越小,这个误差是可以接受的。因此可以得出,CR-39 径迹片在温度为 70℃、浓度为 6 mol/L 的 NaOH 溶液中蚀刻 12 h,蚀刻效果最佳。



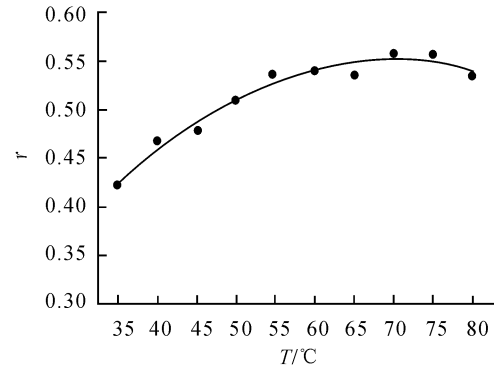
(a) 在 60℃ 蚀刻 CR-39 时 V_g 和 NaOH 浓度关系



(b) 在 60℃ 蚀刻 CR-39 灵敏度 r 和 NaOH 浓度关系



(c) 在 6 mol/L NaOH 溶液中蚀刻 CR-39 时 V_g 和 NaOH 浓度关系



(d) 在 6 mol/L NaOH 溶液中蚀刻 CR-39 灵敏度 r 和 KOH 浓度关系

图 2 溶液中蚀刻 CR-39 时参数与 NaOH 的关系

表 2 不同条件下显微镜观测径迹结果

组别	蚀刻条件	显微镜下读数(个/视域)	径迹孔情况
1	60℃ ,6 mol/L,6 h	6.2	形状较小,不易辨别,径迹呈圆形
2	60℃ ,6 mol/L,12 h	15.4	形状变大,以圆形居多,其他形状较少
3	60℃ ,6 mol/L,18 h	23.4	可观测到椭圆形径迹,比较清晰,易辨别
4	70℃ ,6 mol/L,6 h	14.1	圆形较多,容易辨别,形状大小不一
5	70℃ ,6 mol/L,12 h	28.1	形状较全,椭圆形居多,清晰辨认,个别区域密集
6	70℃ ,6 mol/L,18 h	25.4	形状较全,易于辨认,形状较大
7	80℃ ,6 mol/L,3 h	20.3	圆形居多,清晰辨认,个别区域密集
8	80℃ ,6 mol/L,6 h	23.2	椭圆形较多,径迹偏大,个别较模糊
9	80℃ ,6 mol/L,12 h	13.7	形状较大,椭圆形较多,视域无径迹现象较多