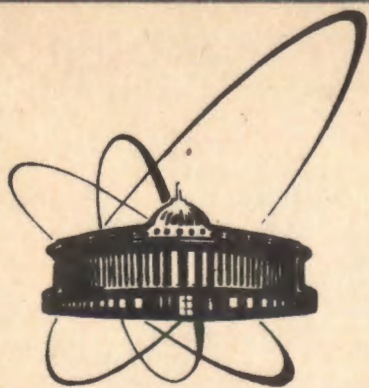


91-423



**Объединенный  
институт  
ядерных  
исследований  
Дубна**

13-91-423

**П. Ю. Апель**

**РЕГРЕССИЯ ТРЕКОВ В ПОЛИЭТИЛЕНТЕРЕФТАЛАТЕ  
ПОСЛЕ СЕНСИБИЛИЗАЦИИ  
РАЗЛИЧНЫМИ МЕТОДАМИ**

Направлено в журнал "Приборы и техника  
эксперимента"

**1991**

Вопрос о сохранности треков в полимерных трековых детекторах исследуют в связи с их использованием в длительных экспериментах (например, при изучении зарядового и энергетического спектра космических лучей), а также в связи с необходимостью более детально понять суть физико-химических процессов, определяющих травимость треков тяжелых частиц в пластиках [1-4]. При длительном хранении детекторов может происходить как увеличение, так и снижение скорости травления латентных треков. Рост травимости треков связан с окислением продуктов распада полимера. Снижение скорости травления (регрессия треков) обусловлено частичным восстановлением исходной структуры за счет как физических, так и химических процессов.

В настоящей работе исследовали травление треков в полиэтилен-терефталатной (ПЭТФ) пленке. Как известно, треки в ПЭТФ отличаются хорошей сохранностью. Обычно в ПЭТФ наблюдается прогрессия треков в первые несколько недель хранения после облучения, а при дальнейшей выдержке детекторов скорость травления треков сохраняется практически постоянной [1,5]. В литературе, однако, отсутствуют данные о поведении треков в ПЭТФ после сенсibilизирующей обработки, которую проводят с целью улучшения зарядового разрешения или снижения порога регистрации. Цель настоящей работы - исследовать сохранность треков после сенсibilизации, проводимой различными методами.

ПЭТФ - пленку толщиной 10 мкм облучили в 1978 году ионами ксенона с энергией около 1 МэВ/а.е.м. Часть облученных образцов была дополнительно обработана ультрафиолетовым излучением, как описано в [5].

температуре в обычных условиях, травление периодически проводили на протяжении десяти лет. При помощи кондуктометрического метода измеряли температурную зависимость скорости травления треков, а также диаметр избирательно травимого канала [6]. Еще один набор образцов после десяти лет хранения был подвергнут сенсibilизации растворителем по методу, описанному в [7]: пленки обрабатывались диметилформамидом (ДМФА) при  $70^{\circ}$  в течение 5 минут, после чего промывались водой и хранились на воздухе. Поведение треков при травлении прослеживалось на протяжении нескольких месяцев после обработки детекторов в ДМФА.

На рис. 1 изображены измеренные кондуктометрическим методом зависимости эффективного диаметра пор от времени травления образцов с различной предисторией. Экспериментальные данные свидетельствуют о высокой стабильности латентного трека в ПЭФ. Облученные УФ-светом и хранившиеся в течение длительного срока детекторы не обнаруживают регрессии; напротив, имеется тенденция некоторого увеличения скорости травления треков, определяемой из времени появления сквозных пор в пленке. Начальный быстрый участок на кривых  $d_{эф}(t)$  дает информацию о размере разрушенной области в сердцевине трека. Этот размер сохраняется постоянным в пределах точности измерений, т.е. трек (избирательно травимая зона) не "расплывается" в результате диффузии. Аналогичные эксперименты с поликарбонатной пленкой "макрофоль", облученной УФ-излучением, дали совершенно другие результаты: после года хранения образцов кондуктометрические кривые существенно изменились. Время сквозного травления, регистрируемое по появлению электрической проводимости, увеличилось в несколько раз. Повторное УФ-облучение частично восстанавливает травимость треков в поликарбонате. Это означает, что регрессия треков в поликарбонате может быть связана с обратимыми

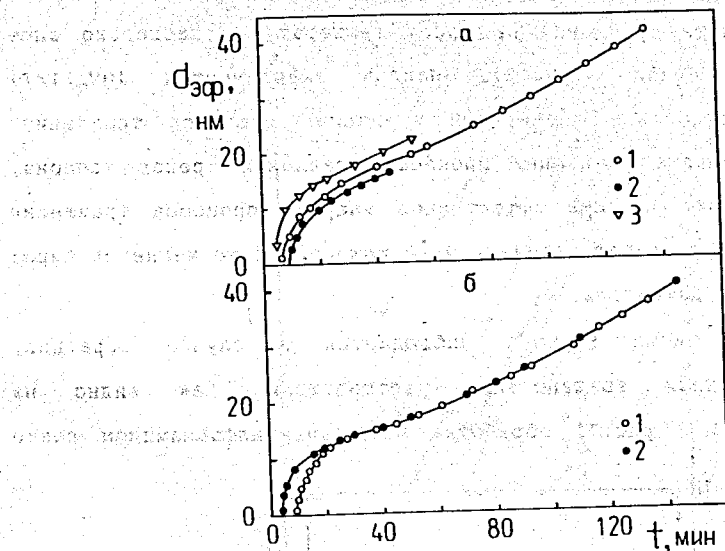


рис. 1. Эффективный диаметр пор  $d_{эф}$  как функция времени травления в  $0,1 N NaOH$  при  $80^{\circ}$ :

а - ПЭФ-пленка толщиной 10 мкм облучена ионами ксенона в августе 1978 года, облучена ультрафиолетовым светом в сентябре 1978 года и протравлена при одновременном измерении электрической проводимости образца в феврале 1980 года (1), мае 1982 года (2), феврале 1988 года (3);

б - ПЭФ-пленка "хостафан" толщиной 5 мкм облучена ионами ксенона, после четырех дней (1) и полутора лет (2) хранения на воздухе облучена ультрафиолетовым светом и непосредственно после УФ-экспозиции протравлена.

химическими процессами, например, образованием и распадом перекисных соединений, радикалов и т.п.

Температурная зависимость скорости травления треков после длительного хранения сохраняет прежнюю форму, абсолютные же

значения скорости травления при всех температурах несколько выше для старого образца (рис.2). Наклон зависимостей  $\lg V_T(1/T)$  определяется эффективной энергией активации процесса травления. Эффективная энергия активации процесса травления трещок ксенона, как видно из рис.2, выше эффективной энергии процесса травления полимера. Она составляет величину  $91 \pm 2$  кДж/моль и не меняется через 10 лет хранения детектора.

Совершенно иная картина наблюдается в случае образцов, сенсibilизированных воздействием растворителя. Как видно из сравнения рис.2 и рис.3, обработка ПЭФ диметилформамидом резко

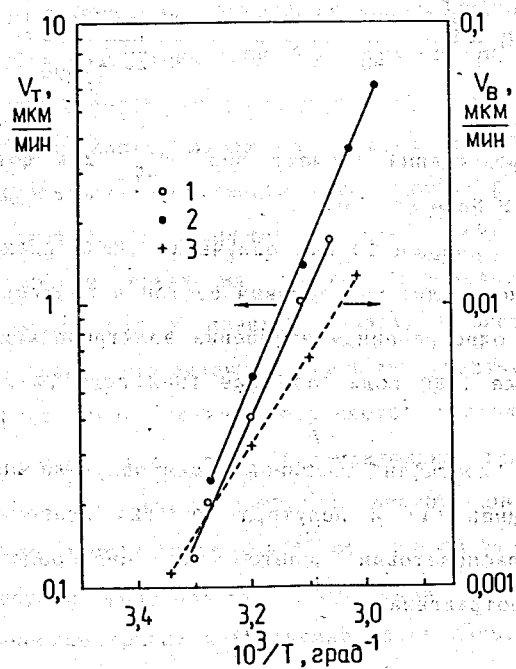


Рис. 2. Температурная зависимость скорости травления трещок (1,2) и скорости травления поверхности пленки (3) в аррениусовских координатах. ПЭФ-пленка облучена ионами ксенона в августе 1978 года, температурная зависимость измерена в феврале 1979 года (1,3) и в ноябре 1989 года (2). Травление проводилось в 6 N NaOH.

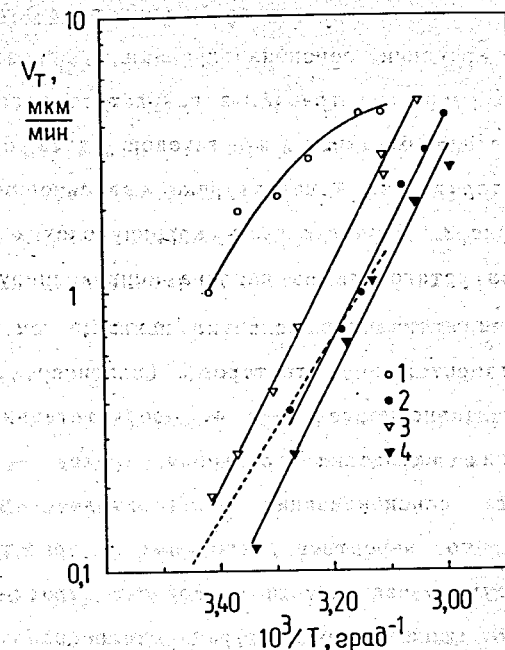


Рис. 3. Температурная зависимость скорости травления трещок в аррениусовских координатах для ПЭФ-пленки, облученной ионами ксенона в августе 1978 года:

- 1 - пленка облучена УФ-светом в сентябре 1978 года, обработана ДМФА в 1989 году, травление проводилось в течение первых 12 дней после обработки ДМФА;
  - 2 - пленка с аналогичной пред историей, травление проводилось через 7-9 месяцев после обработки ДМФА;
  - 3 - пленка не облучена УФ-светом, обработана ДМФА в 1989 году, травление проводилось через 12-20 дней после обработки ДМФА;
  - 4 - пленка с аналогичной пред историей, травление проводилось через 6 месяцев после обработки ДМФА.
- Травление проводилось в 6 N NaOH. Штриховой линией показана температурная зависимость скорости травления поверхности детектора (см. рис. 2).

увеличивает скорость травления треков и меняет зависимость  $V_T$  от температуры. При хранении сенсibilизированных образцов, однако, происходит быстрая регрессия треков, в результате чего зависимости  $\lg V_T(1/T)$  становятся близкими к таковой для образцов, не обработанных растворителем. Температурные зависимости 2, 3 и 4, изображенные на рис.3, спрямляются в аррениусовских координатах. Для них, как легко установить из наклона аппроксимирующих прямых, эффективная энергия активации несколько меньше, чем в случае не обработанных растворителем детекторов (например,  $74 \pm 1$  и  $78 \pm 4$  кДж/моль для зависимостей 2 и 4 соответственно). Снижение эффективной энергии активации травления треков - характерная особенность метода сенсibilизации растворителем. Что касается кривой 1 на рис.3, то, вероятнее всего, она не представляет собой истинную температурную зависимость скорости травления треков, поскольку при повышенных температурах свежеобработанные треки частично релаксируют непосредственно во время опыта (в процессе предварительного прогрева перед травлением).

На рис. 4 показано изменение времени сквозного травления ПЭТФ пленок (т.е. величины, обратно пропорциональной скорости травления треков) в процессе хранения на воздухе после обработки растворителем. Значительные изменения происходят в течение нескольких первых недель хранения образцов. Важно отметить, что регрессия сенсibilизированных растворителем треков носит обратимый характер. Повторная обработка детектора диметилформамидом восстанавливает скорость травления треков даже до более высокого значения, чем было получено после первой обработки (см. рис. 4). В то же время повторная обработка УФ-излучением сенсibilизированного растворителем и состарившегося образца не приводит к новому увеличению скорости травления. Это объясняется тем, что при

обработке растворителем из треков удаляются продукты радиолиза, чувствительные к фотоокислению.

Представленные на рис.4 результаты показывают, что обработка растворителем переводит полимер в области трека в неравновесное состояние, которое относительно быстро релаксирует в отсутствие контакта детектора с сенсibilизирующим агентом. Происходящие при этом процессы, по-видимому, не связаны с какими-либо химическими превращениями, а обусловлены физическими эффектами. Скорее всего, происходит увеличение свободного объема в треках при обработке растворителем и последующее его уменьшение при хранении ПЭТФ детекторов, а также переориентация полярных групп полимерных молекул в области трека.

Проведенные эксперименты показали, что стабильность треков зависит не только от вида полимерного детектора и условий его хранения, но и от способа сенсibilизирующей обработки, причем последний фактор может оказывать очень сильное влияние.

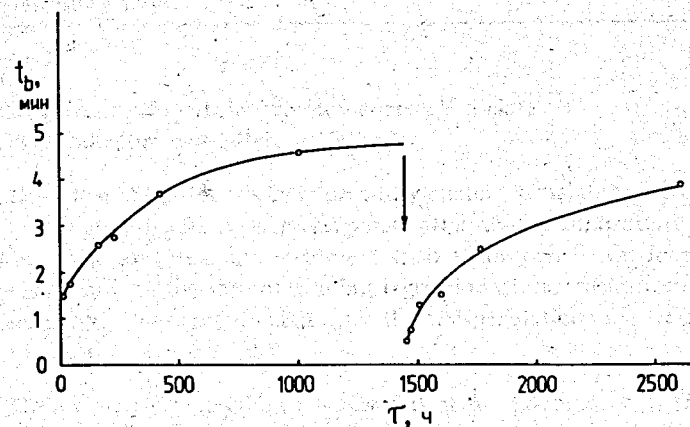


Рис. 4. Время сквозного травления треков в ПЭТФ-пленке как функция времени хранения после обработки ДМФА. Травление при  $42^\circ$  в 6 N NaOH. Стрелкой указан момент повторной обработки растворителем.

## Литература

1. Гагарин Ю.Ф. и др. Изв. АН СССР, сер. физ., 1973, т. 37, №6, 1506.
2. Drach J., Price P.B., Salamon M.H. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res., 1987, B28, No.1, 49.
3. Price P.B., Drach J. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res., 1987, B28, No.2, 275.
4. Domingo C., Thompson A., O'Sullivan et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res., 1990, B51, No.3, 253.
5. Tretyakova S.P., Apel P.Yu., Jolos L.V., Mamonova T.I., Shirkova V.V. Nucl. Tracks, Suppl. No.2 (Ed. H.Francois), Oxford, Pergamon Press, 1980, 283.
6. Apel P.Yu. Nucl. Tracks, 1982, 6, 115.
7. Lueck H.B. et al. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res., 1990, B50, No.1/3, 395.

Рукопись поступила в издательский отдел

23 сентября 1991 года