

Ф-716



Объединенный
институт
ядерных
исследований
Дубна

6490/2-81

28/11-81

18-81-658

Г.Н.Флеров, Е.Д.Воробьев, В.И.Кузнецов,
В.А.Щеголев, Г.Н.Акапьев, П.Ю.Апель,
Т.И.Мамонова, Л.И.Самойлова

О МЕТОДИКЕ
ИЗГОТОВЛЕНИЯ МИКРОФИЛЬТРОВ
С ПОВЫШЕННОЙ
УДЕЛЬНОЙ ПРОИЗВОДИТЕЛЬНОСТЬЮ

Направлено в журнал "Атомная энергия"

1981

Как известно, скорость течения жидкости или газа через фильтр обратно пропорциональна толщине последнего. Обычный ядерный микрофильтр^{1/} имеет толщину 10 мкм, что не всегда обеспечивает высокую производительность фильтрации, особенно при малых диаметрах пор. С целью повышения удельной производительности фильтра можно использовать в качестве исходного материала еще более тонкие пленки, однако работать с такими фильтрами крайне сложно из-за их недостаточной механической прочности.

В данной работе была исследована возможность получения микрофильтров с тонким фильтрующим слоем путем облучения полимерной пленки через маску ускоренными ионами с длиной пробега в массе полимера меньшей, чем толщина пленки, при дозе облучения, обеспечивающей полное вытравливание на глубину, равную пробегу ионов, не защищенных маской областей. В образующемся тонком полимерном слое можно сформировать микропористую структуру путем последующего облучения пучком ионов меньшей интенсивности и химической обработки. При этом участки пленки, защищенные маской при первом облучении, образуют армирующую сетку и обеспечивают необходимую механическую прочность.

1. ФОРМИРОВАНИЕ ЯЧЕИСТОЙ СТРУКТУРЫ.

а/ Выбор энергии бомбардирующих частиц

Минимальная толщина фильтрующего слоя лимитируется разбросом частиц по пробегам. Для выбранного нами иона ^{129}Xe , имеющего начальную энергию 125 МэВ, оценочный расчет по формуле Бора дает нормальное распределение пробегов со стандартным отклонением $\sim 0,03$ мкм. Однако, как показывают многочисленные эксперименты^{2,3/} дисперсия потерь энергии и пробегов частиц, прошедших слой поглотителя, существенно превышает предсказываемую формулами Бора и Ландау-Вавилова. Чтобы получить результаты, близкие к экспериментальным данным, необходимо проводить расчеты по гораздо более сложным методикам^{4/}, однако и в этом случае желаемый результат не будет достигнут, так как еще необходимо учитывать неоднородность материала /флуктуации плотности, наличие микровключений/. Поэтому окончательный подбор энергии бомбардирующей частицы и толщины исходной пленки осуществлялся экспериментальным путем. При этом должны выполняться следующие требования: остающийся после облучения

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ

ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ СОБРАН

БИБЛИОТЕКА

и травления слой должен быть возможно более тонким и в то же время достаточно прочным и бездефектным.

Опыты проводились с лавсановыми пленками толщиной 20 и 50 мкм на пучках ионов ^{129}Xe и ^{40}Ar . Энергия ионов менялась с помощью поглощающих фольг. Хорошие результаты были получены при облучении 20-микронной пленки ионами ксенона с полной энергией 125 МэВ. Средний пробег этих ионов в лавсане составляет около 17 мкм. Неоднородность пленки по толщине /до ± 1 мкм/ делала нецелесообразным использование частиц с большим пробегом.

б/ Выбор условий травления

В результате травления материал в облученной ионами области должен быть полностью удален. Было найдено, что при плотности облучения $5 \cdot 10^9$ частиц/см² достаточно 15-минутного травления в 6N NaOH при 50°C. Травление производилось с облученной стороны пленки. При этом множество каналов отдельных треков сливается, образуя "колодец" с тонким дном. Очевидно, что в результате разброса пробегов ионов толщина тонкого слоя не обязательно равна разности между толщиной пленки l_0 и средним пробегом R_0 , а в зависимости от времени химического травления может быть несколько больше или меньше, чем $l_0 - R_0$. Продолжительность травления была выбрана так, чтобы средняя толщина дна "колодца" составляла 2 мкм. Эта величина определялась путем кондуктометрических измерений в процессе травления, а также наблюдений образцов и их срезов с помощью оптического микроскопа.

2. ФОРМИРОВАНИЕ ПОРИСТОГО ФИЛЬТРУЮЩЕГО СЛОЯ

Для того, чтобы в результате одного травления получить одновременно колодцеобразные углубления в исходной матрице и сформировать пористую структуру фильтрующего слоя, был выбран следующий порядок операций обработки исходной пленки:

- 1/ облучение через маску ионами ^{129}Xe /125 МэВ/ /плотность треков на пленке в результате облучения - $5 \cdot 10^9$ см⁻²/; выполняется условие $R_0 + 3$ мкм = l_0 ;
- 2/ облучение всей поверхности пленки с противоположной стороны ионами ^{129}Xe /плотность треков на пленке - $10^7 - 10^8$ см⁻²/; выполняется условие 3 мкм < R_0 < l_0 ;
- 3/ травление пленки со стороны первого облучения.

3. СРАВНЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК ЯЧЕИСТЫХ И ОБЫЧНЫХ ЯДЕРНЫХ ФИЛЬТРОВ

Проведены сравнительные измерения удельной производительности обычных ядерных фильтров и фильтров, изготовленных по

вышеописанной методике. Результаты, полученные для нескольких образцов, приведены в таблице. Диаметр и плотность пор контролировались с помощью просвечивающего электронного микроскопа ЭММА-2. Прозрачность маски, через которую проводилось первое облучение, составила 55%. Было изготовлено и исследовано триста образцов. Измерения показали, что производительность фильтров нового вида в 3-4 раза превышает производительность 10-микронных фильтров с обычной структурой. Механическая прочность ячеистых микрофильтров позволяет проводить с ними все необходимые в процессе фильтрования операции. Кроме того, в процессе фильтрации контакт с подложкой не уменьшает эффективной площади ячеистого фильтра. В дальнейшем с совершенствованием методов физико-химической обработки могут быть получены прочные ячеистые структуры с фильтрующим слоем толщиной 0,5 мкм и менее.

Таблица

Номер образца ячеистого фильтра	25	30	38	39	53
Диаметр пор, мкм	0,2	0,2	0,2	0,2	0,55
Пористость, %	6	6	6	6	5
Производительность по дистиллированной воде, мл/мин·см ² ·атм	20	26	38	58	70
Производительность по воздуху л/час·м ² ·атм	$5,2 \cdot 10^6$	$5,2 \cdot 10^6$	$4,4 \cdot 10^6$	$6,4 \cdot 10^6$	$8,1 \cdot 10^6$
Обычный ядерный фильтр с такими же диаметрами пор и пористостью	Производит. по дистил. воде мл/мин·см ² ·атм 5,4 Произв. по возд. л/ч·м ² ·атм $1,8 \cdot 10^6$				33

ЛИТЕРАТУРА

1. Акапьев Г.Н. и др. ОИЯИ, Б1-14-8214, Дубна, 1974.
2. Schmidt K.-H. et al. Nucl.Instrum.Meth., 1976, 134, No.1, p. 157.
3. Schmidt H-Böcking H., Hornung H. Z.Phys., 1978, A286, No.3, p. 253.
4. Буренков А.Ф. и др. Препринт ИАЭ, 3337/9, М., 1980.

Рукопись поступила в издательский отдел
22 октября 1981 года.