

铅玻璃微通道板芯料的腐蚀 和扫描电镜检测*

文 宛 生

(中国科学院电子学研究所)

提 要

本文用亲电性腐蚀液、“静置”腐蚀法腐蚀实芯丝铅玻璃微通道板的芯料,并用扫描电镜和X射线能谱仪分析其形貌和化学成份。结果表明,用本腐蚀法可获得内壁光滑、增益高、噪声低的通道板。

文中还提出了一种测量腐蚀速度的新方法。测量结果可靠、重复性好。

1. 引言

微通道板(MCP)是六十年代发展起来的新型电子倍增器。由于增益高、噪声低、对信号响应快、空间分辨率高、能暴露大气等优点而广泛用于军事、科研、天体物理、医学等领域,对各种带电粒子和不带电粒子进行探测,^[1]也可以与光阴极组成微光摄像管、各种象增强器^[2]等。

在结构上,微通道板是单通道电子倍增器的平行阵列,如图1所示。实芯丝微通道板

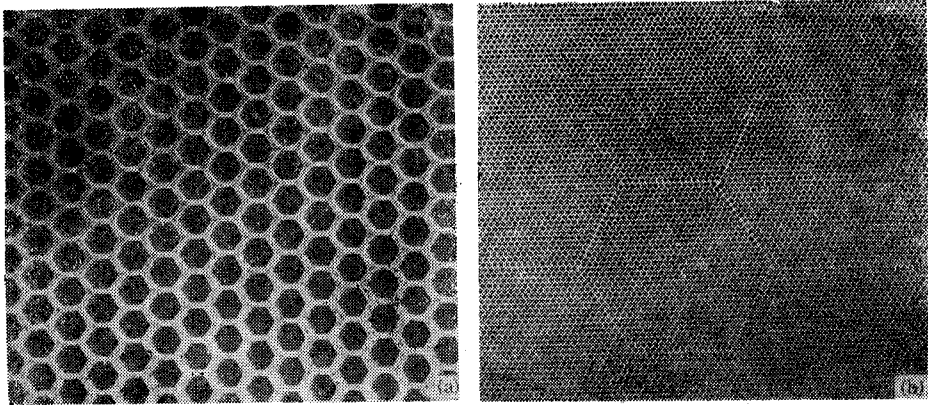


图1 微通道板结构图。

制造过程中有一重要步骤是在不损伤皮玻璃的情况下将芯玻璃完全去干净。我们用亲电性腐蚀剂,“静置”腐蚀法获得了良好效果。

* 1986年4月22日收到,1986年9月2日修改定稿。

2. 试样和试验方法

(1) 微通道板的几何尺寸及其化学成份 板的几何尺寸: 板的直径为 25mm; 板的厚度为 1mm; 单根通道直径约为 $20\mu\text{m}$ 、壁厚为 5 至 $6\mu\text{m}$; 每根通道的长度与直径之比为 50:1.

芯玻璃成份(重量比): La_2O_3 (5—10%), B_2O_3 (50—60%), BaO (5—10%), 其余 (25—35%). 皮玻璃成份(重量比): SiO_2 (51.5%), PbO (39.5%), 其余 9%.

(2) 芯玻璃的腐蚀 (a) 腐蚀液的选择根据 Hughes 及 Ingold 的学说, 玻璃的腐蚀剂分两类: 亲电剂和亲核剂^[3]. 强酸如 HCl , H_2SO_4 , HNO_3 为典型的亲电剂; HF 既是亲电剂, 又是亲核剂. 我们分析了芯玻璃和皮玻璃的化学成份, 认为不能用 HF 和 H_2SO_4 , 只能用 HCl , HNO_3 以及它们的混合物做腐蚀剂.

(b) 腐蚀工艺 将抛光好的通道板用汽油, 丙酮、乙醇去蜡、油和灰尘, 再放到一定浓度的 HCl 溶液或 HNO_3 溶液或 $\text{HCl} + \text{HNO}_3$ 的混合液中腐蚀, 待暗区(见下文)完全消失, 再继续腐蚀 30—60min, 取出用去离子水冲洗干净, 再用乙醇脱水, 然后保存在真空干燥器中待用.

(3) 腐蚀速度的测量 腐蚀速度的表示法有按重量的, 如 $\text{g}/\text{cm}^2 \cdot \text{min}$; 有按厚度的, 如 $\mu\text{m}/\text{min}$. 对于微通道板芯玻璃这样的不连续多孔结构如何测量腐蚀速度, 现有文献中尚未见报道. 通过实践, 我们认为腐蚀速度可用单位时间内芯玻璃长度减少的平均值来表示. 具体办法如图 2 所示. 图 2(a) 为通道板腐蚀前的剖面图(黑条代表芯玻璃, 白条代表皮玻璃); 图 2(b) 为腐蚀 t 时间后芯玻璃去掉一部份后的剖面图. 当光线从垂

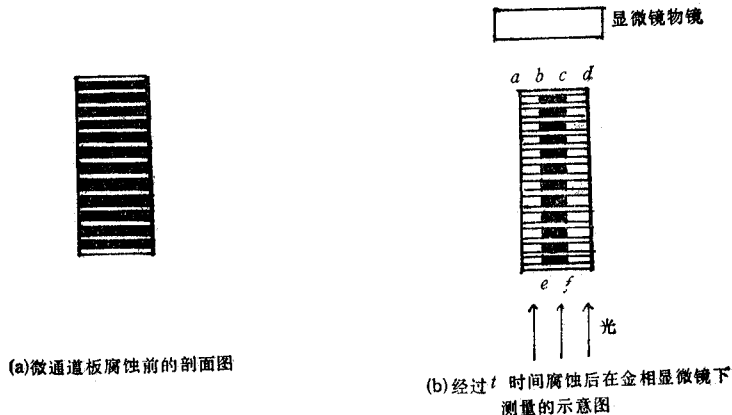


图 2 微通道板腐蚀前后用显微镜观测的示意图.

直单通道中心轴的方向入射(或反射)时, 被腐蚀的那部分透光率高、明亮; 未被腐蚀的那部分透光率低, 黑暗(即上述暗区), 两部分之间有一明显分界线 be , cf , 测出 ab (或 cd) 之间的距离, 就是在时间 t 内芯玻璃被腐蚀的平均长度, 经计算便可得到腐蚀速度值, 单位为 $\mu\text{m}/\text{min}$.

(4) 用 JSM-35 型扫描电子显微镜和 EDAX 711 型 X 射线能谱仪对腐蚀后的通道板内壁进行形貌观察和化学成份分析的结果(见下节).

3. 试验结果和讨论

(1) 腐蚀结果

图 3 为腐蚀后通道板内壁的扫描电镜图。从形貌上看芯玻璃已经

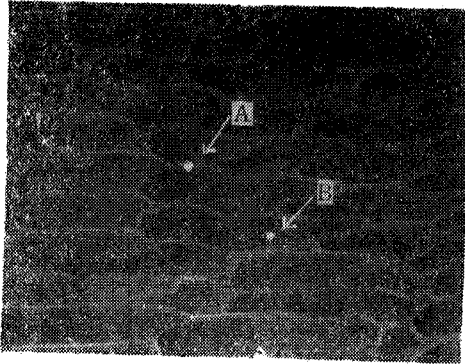


图 3

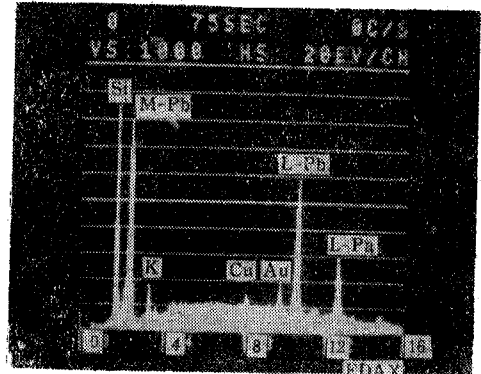


图 4

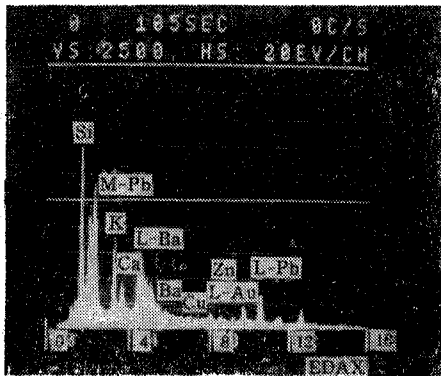


图 5

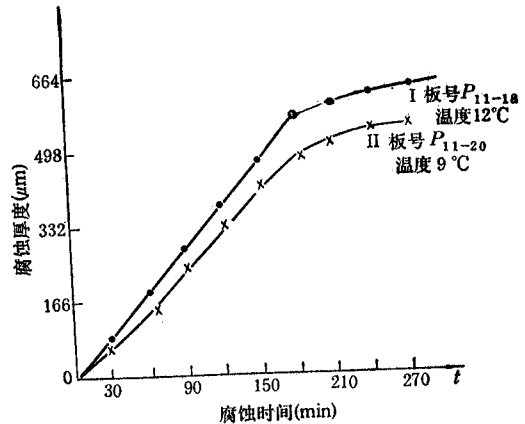


图 6 腐蚀厚度随时间的变化曲线。

I——腐蚀液自始至终未更换。

II——腐蚀液每隔 30 分钟更换一次。

完全去掉,无斑点、无麻坑、内壁光滑。为了检查是否还残留芯玻璃的痕迹,我们在电镜下取出皮玻璃中心一点 A 处和皮玻璃内壁上任意一点 B 处的玻璃料,用 X 射线能谱仪进行了成份分析。两点的分析结果完全一样,如图 4 所示。图中 Si、M-Pb、K、L-Pb 是皮玻璃原有的化学成份。Cu 是电镜的电极材料,Au 是为了使玻璃通道板导电而蒸上去的。为了对比,我们又将有残余物的通道用同样方式取样分检,结果如图 5 所示。图 5 与图 4 显然不同,图中除了有皮玻璃的成份之外,还有芯玻璃的特征元素如 Ba、La。上述检测方法能定性地看到有无残余物,残余物的位置及其多少,可直观地检查腐蚀效果。缺点是一种破坏性检查。

(2) 腐蚀速度的测量 如图 6 所示,在开始阶段,通道芯玻璃被腐蚀的长度几乎是随时间成正比增加,然后腐蚀速度随腐蚀深度增加而逐渐变慢,从曲线可以看出,如果通道板太厚就可能腐蚀不通。

有了腐蚀速度曲线,根据板厚就可以预测腐蚀需要的时间。

(3) 影响腐蚀质量的因素 腐蚀液的温度、浓度以及搅拌条件都对腐蚀效果有影响。一般腐蚀液温度愈高,腐蚀愈快(见图6)。试验表明,腐蚀液温度高于20℃,通道板表面容易“发毛”。为了不损伤皮玻璃应在20℃以下进行腐蚀。

搅拌有助于加速腐蚀。通常的搅拌方法有超声波搅拌,电磁搅拌、气体搅拌、人工搅拌。超声波作用较强,容易把失去芯玻璃支撑的皮玻璃端面振碎,造成通道板表面“发毛”为了避免这种现象出现,用“静置”腐蚀或电磁搅拌腐蚀为好。表1给出“静置”腐蚀的结果。

表1 不同腐蚀液用“静置”腐蚀法对微通道板的腐蚀结果

板号 (1980年)	腐蚀液种类	腐蚀时间 (h)	是否能 腐蚀通	表面是否 “发毛”	增益 (1020V)	噪声 (A/cm ²)
P ₀₅₋₂₀	HCl + H ₂ O	60	通	不毛	9.60 × 10 ³	6.25 × 10 ⁻¹⁴
P ₀₅₋₂₇	HNO ₃ + HCl + H ₂ O	54	通	不毛	7.25 × 10 ³	1.20 × 10 ⁻¹⁴
P ₀₆₋₃₅	HNO ₃ + HCl + H ₂ O	54	通	不毛	5.05 × 10 ³	3.15 × 10 ⁻¹³
P ₀₆₋₃₆	HNO ₃ + HCl + H ₂ O	54	通	不毛	6.55 × 10 ³	8.15 × 10 ⁻¹⁴
P ₀₆₋₃₃	HNO ₃ + HCl + H ₂ O	50	通	不毛	1.14 × 10 ⁴	3.74 × 10 ⁻¹³

注: (1020V)为测量增益时通道板两端所加电压值。表中各腐蚀液温度均在20℃以下。

4. 小结

用“静置”腐蚀法和不产生沉淀物的亲电性腐蚀液腐蚀微通道板的芯料能够获得内壁光滑的通道板,它具有较高的增益和较低的噪声。采用扫描电镜和X射线能谱仪分析通道板形貌和化学成份,可以直观地检查腐蚀效果。本文介绍的测定腐蚀速度的方法测量结果准确,重复性好。

本研究曾得到三机部六院六所的同志和李军同志的帮助。杨连贵、吴兆皓先生曾对本文提过宝贵意见。在此一并表示感谢。

参 考 文 献

- [1] H. Pollehn et al., *Advances in Electronics and Electron physics*, **40A**(1976), pp. 21—31.
- [2] J. L. Wiza, *Optical Spectra*, **4**(1981), 58.
- [3] R. T. 莫里森等著,复旦大学化学系有机化学教研组译,有机化学(上册),科学出版社,1980, p. 144.

ETCHING OF THE GLASS-CORE OF Pb GLASS MICROCHANNEL PLATE AND ITS QUALITY EXAMINATION

Wen Wansheng

(Institute of Electronics, Academia Sinica)

The “stirless” method and the electrophilic corrosive reagent is used for etching of the glass-core of Pb glass microchannel plate. The etching quality is examined by means of SEM and EDX, and it shows that there are no residues of the core glass. A reliable and reproducible measuring method of etching velocity is also proposed.