



УЛУЧШЕНИЕ ГЕРМЕТИЧНОСТИ РЕНТГЕНОВСКИХ ОКОН СЕРИИ AP3 ПРОИЗВОДСТВА КОМПАНИИ МОХТЕК

*Р. Крейтон, www.moxtek.com, info@moxtek.com,
Орем, штат Юта, США, 1.800.758.3110*

Нарушение герметичности конструкции рентгеновских окон оказывает негативное влияние на эффективность работы детекторов рентгеновского излучения. Известно, что материалы, которые бы полностью предотвратили натекание примесных газов, не существуют. Однако метод предварительной плазменной очистки поверхности металлической оправы рентгеновского окна позволяет значительно снизить скорость диффузии газов. В статье приведены результаты анализа герметичности конструкции рентгеновских окон после процессов химической и плазменной очистки.

Компания Мохтек – ведущий производитель рентгеновских окон, обладающих высоким коэффициентом пропускания низкоэнергетического излучения. Ультратонкие полимерные рентгеновские окна, установленные в металлическую оправу, могут встраиваться в энергодисперсионные детекторы рентгеновского излучения, такие, как, например, дрейфовые кремниевые детекторы (SDD). Окна производства Мохтек пропускают низкоэнергетическое рентгеновское излучение, сохраняя при этом герметичность, определяющую эффективность работы детектора. Мохтек гарантирует, что скорость диффузии на практике соответствует заявленным показателям. Хотя стоит отметить, что не существует такого материала, который бы стал идеальным барьером для газа. Поэтому газы все время будут диффундировать сквозь конструкцию окон. Постоянно улучшая герметичность окон, Мохтек исследовала влияние на нее плазменной поверхностной очистки металлической оправы, проводимой перед креплением окна в оправу. Результаты показали, что при этом достигается почти на 40% снижение скорости диффузии гелия сквозь границу между клеем на основе эпоксидной смолы (далее – клеем) и оправой.

Одно из основных назначений рентгеновского окна – служить барьером для молекул газа.

IMPROVING THE HERMETIC SEAL ON MOXTEK'S AP3 WINDOW

*R.Creighton, www.moxtek.com, info@moxtek.com,
Orem, UT, USA, 1.800.758.3110*

Moxtek is a leading manufacturer of X-ray windows for low energy X-ray detection. Moxtek manufactures ultra-thin polymer X-ray windows that are attached to metal mounts which house energy dispersive X-ray detectors such as Silicon Drift Detectors (SDDs). These windows allow for transmission of low energy X-rays while maintaining a hermetic seal critical for the X-ray detector's performance. It is well known that no material is a perfect gas barrier and gasses will diffuse through window assemblies over time. We're showing the results of the analysis of hermetic seal of structure X-ray windows after the processes of chemical and plasma purifications.

One of the primary functions of an X-ray window is to act as a gas barrier. It is well known that no material is a perfect gas barrier. Gasses diffuse at different rates through materials depending on many factors. Diffusion was measured at different locations on

the window assembly and the epoxy-to-mount interface was identified as a significant source of diffusion. Efforts were made to reduce diffusion at the epoxy-to-mount interface. Moxtek evaluated the leak rate of helium in a window blank and metal mount assembly. The window blank was used to eliminate the diffusion signal from the thin polymer film, thereby concentrating on the diffusion through the metal-to-window frame seal. Helium is an industrial standard in vacuum leak detection. Helium is a small, inert molecule; a reduction in the diffusion of helium through Moxtek window assemblies is a good indicator that the diffusion of other gasses should be reduced as well. Surface conditions on the metal mount, such as contamination and surface energy, play a key role in adhesion of the epoxy to the mount which effects gas permeability. The effects of different plasma cleaning processes on the surface of the metal mounts were also evaluated by Moxtek in order to optimize adhesion of the epoxy to the mount.

METHODS

Diffusion of helium through Moxtek AP3 window assemblies was measured by using a fixture designed to eliminate the effects of helium diffusing through

Скорость диффузии молекул газа сквозь материалы зависит от множества факторов. Диффузия была измерена в различных точках конструкции рентгеновского окна, но основным источником ее возникновения был обнаружен на границе раздела клей-оправа. Задача состояла в снижении скорости диффузии на участке соединения клея с оправой.

Специалисты Moxtek измеряли скорость диффузии гелия, используя в ходе эксперимента специальное "опытное" окно. Отличие окна, используемого в эксперименте, от стандартного заключалось в том, что сигнал об утечке газа сквозь само окно не проходил. Это позволяло более детально проанализировать изменение скорости диффузии атомов гелия сквозь область между окном и оправой. Как известно, благодаря высокой текучести этот химический легкий инертный одноатомный газ является универсальным тестовым газом для обнаружения утечек. Соответственно понижение скорости его диффузии сквозь границу раздела станет свидетельством того, что скорость диффузии остальных газов тоже уменьшится. Параметры состояния поверхности металлической оправы, такие как загрязнение и поверхностная энергия, играют значительную роль в адгезии клея на поверхности оправы. Следовательно, они оказывают влияние и на газопроницаемость. Специалисты Moxtek поставили перед собой цель – подобрать оптимальные параметры процесса, обеспечивающие максимальную адгезию клея на поверхности оправы. Для этого они измеряли влияние различных параметров на газопроницаемость при плазменной очистке поверхности.

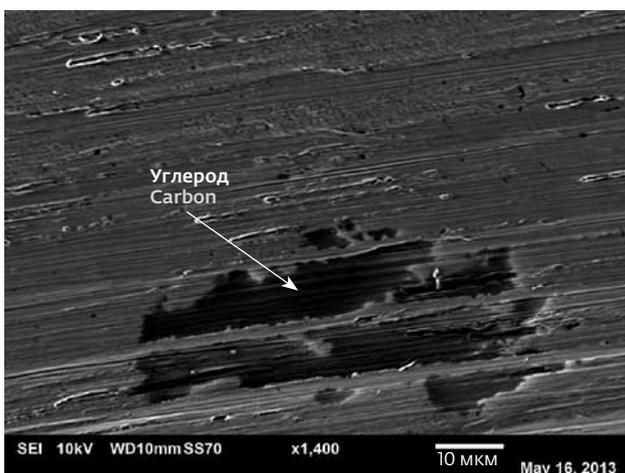


Рис.2. Типичное загрязнение, обнаруживаемое на металлической оправе окна (изображение получено на РЭМ)
Fig. 2. Typical contamination found on metal mounts

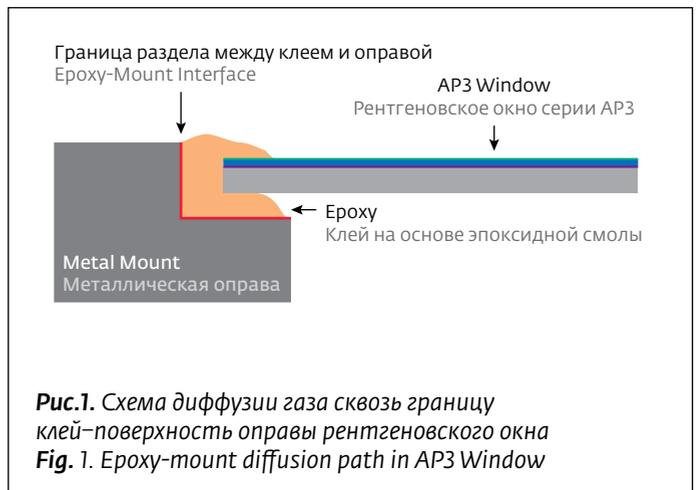


Рис.1. Схема диффузии газа сквозь границу клей-поверхность оправы рентгеновского окна
Fig. 1. Epoxy-mount diffusion path in AP3 Window

anything other than the area of interest, and by using a window blank to isolate diffusion through the metal-window frame seal. Window assemblies were exposed to helium for long periods of time until a steady state diffusion rate was achieved. The epoxy-mount interface was one area identified as a source of diffusion (Figure 1).

In order to reduce diffusion of gasses through the epoxy-mount interface, plasma cleaning the mounts was investigated as a way to reduce surface contamination on metal mounts and to increase wettability of the epoxy. SEM/EDS analysis was done to check for possible contamination on the metal mount before and after plasma cleaning. XPS was done to compare plasma cleaning processes and a chemical cleaning in their effectiveness in removing contamination.

Wettability of the epoxy on the metal mount was evaluated by checking the surface tension of the metal surface using dyne solutions.

Finally, solid metal disks were epoxied into window mounts so that all interfaces with the epoxy would be epoxy-to-metal. Some mounts were plasma cleaned prior to attaching while others were not. All parts were then evacuated on the vacuum side and then exposed on the other side to 1 atm of helium for 10 hours allowing a steady state diffusion to occur. Diffused helium was detected using a helium leak detector.

ANALYSIS/CONCLUSION

The results from the SEM/EDS analysis on metal mounts showed areas of carbon based contamination that could affect how well the epoxy bonds to the metal mount (Figure 2). The XPS data in Figure 3 compares the effectiveness of different plasma processes in the removal of carbon based contamination. In all cases, plasma cleaning was more effective in removing

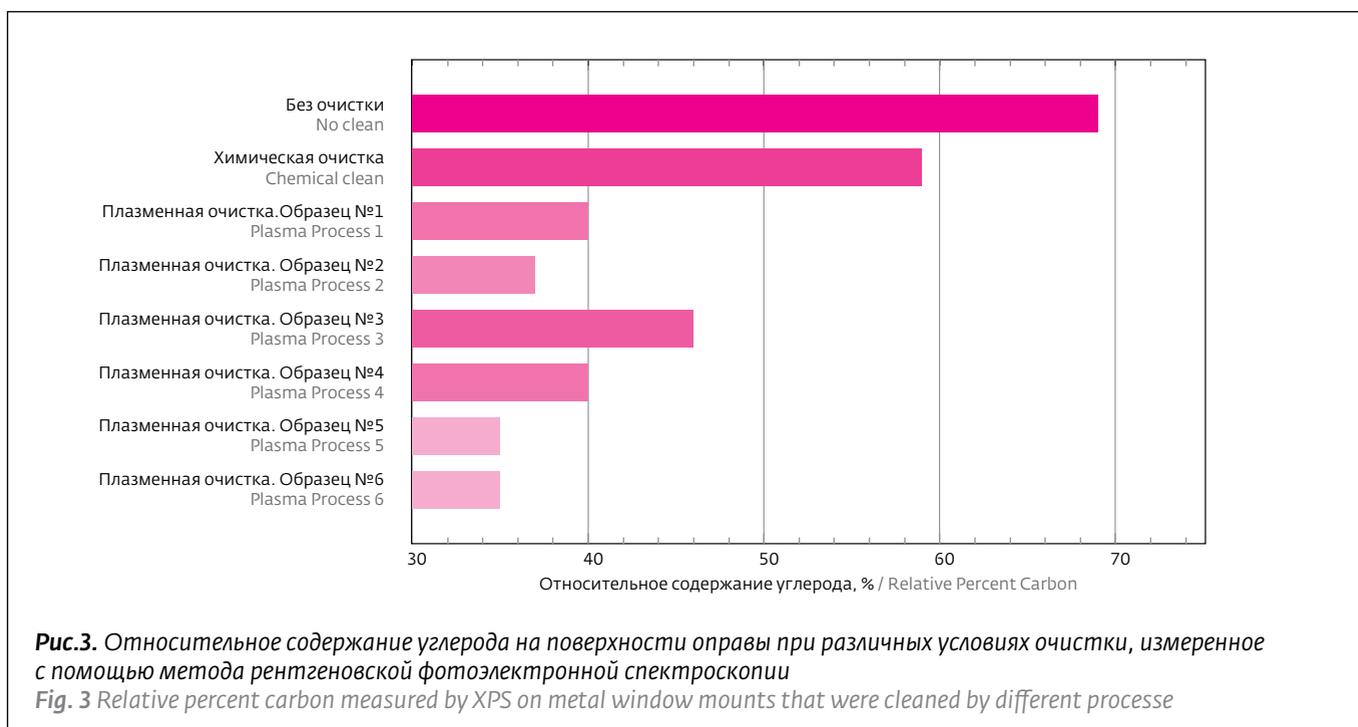


Рис.3. Относительное содержание углерода на поверхности оправы при различных условиях очистки, измеренное с помощью метода рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии

Fig. 3 Relative percent carbon measured by XPS on metal window mounts that were cleaned by different processes

МЕТОДИКА ИСПЫТАНИЙ

Для проведения измерений диффузии гелия конкретно только на границе раздела клей-поверхность оправы, конструкция окна была изменена. Она позволяла исключить диффузию атомов сквозь саму структуру окна, а также сквозь границу окна и рамочного уплотнителя (рис.1). Далее в течение длительного периода времени в объем конструкции окна напускали гелий до момента стабилизации скорости диффузии. Граница раздела клей-поверхность оправы была единственным местом, где детектировалась диффузия атомов гелия.

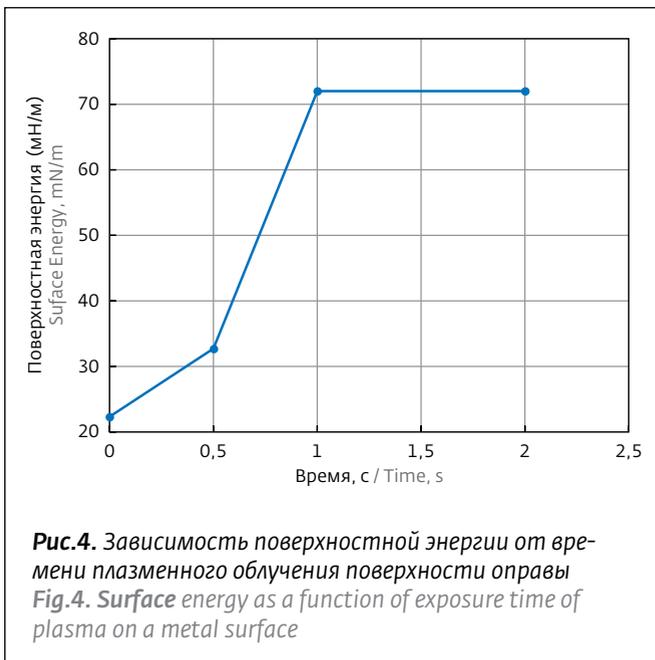
С целью снижения скорости диффузии сквозь границу клей-поверхность оправы был использован метод предварительной плазменной очистки поверхности оправы. Наблюдаемое при этом процессе уменьшение ее загрязнения способствовало повышению адгезионной способности поверхности. Для оценки загрязнения поверхности оправы до и после процесса плазменной очистки была исследована топография поверхности методом сканирующей электронной микроскопии. Затем методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии проводилось картирование поверхности для определения ее элементного состава. Метод рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии позволил сравнить состояние поверхности после плазменной и химической очисток. Для оценки адгезионной способности поверхности оправы определяли ее смачиваемость. Для этого

carbon based contamination than only using Moxtek's standard chemical cleaning.

Increasing the wettability or surface energy of the metal mount is another key factor in improving adhesion. Figure 4 shows the effect of plasma exposure times on surface energy. The highest dyne solution was 72 mN/m and was reached within 1 second of exposure to plasma. It is possible that the surface energy continued to rise after one second, however; the rapid increase in surface energy over time measured in this experiment was sufficient for this application.

The final test, Figure 5, was to measure the diffusion rate of helium through the epoxy-to-metal interface of assemblies where metal mounts had been plasma cleaned and metal mounts that were not plasma cleaned. The bars in red are the helium steady state diffusion rates of window assemblies whose mounts were only chemically cleaned. The blue bars show the steady state diffusion rates of assemblies whose metal mounts were plasma cleaned by Process 6 from Figure 3 prior to attaching the solid metal disks. A 41% average decrease in helium diffusion rate occurred in parts that received a plasma clean from the ones that did not.

Plasma cleaning metal mounts reduces carbon based contamination and increases the surface energy leading to better adhesion of the epoxy to the metal mount. Understanding the effects of different plasma processes on surface conditions is critical to achieving a better bonding surface



проводили измерения коэффициента поверхностного натяжения эпоксидного клея.

Затем металлические части рентгеновского окна склеили с оправой. При этом несколько образцов предварительно подвергли плазменной очистке, остальные же не были очищены. После чего были созданы такие условия, когда с внутренней стороны окна находился вакуум, а с внешней стороны – гелий. Опрессовку проводили под давлением 1 атм в течение 10 часов. За это время устанавливалась стабильная скорость диффузии. Для ее измерения использовали гелиевый течеискатель.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Результаты исследований поверхности оправы методами сканирующей электронной микроскопии и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии позволили обнаружить участки, загрязненные преимущественно углеродом (рис.2). Данные загрязнения могут оказывать влияние на адгезионную способность поверхности оправы. Далее методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии сравнили относительное содержание углерода на поверхности оправы после различных способов ее очистки. Анализ полученных результатов (рис.3) позволяет с уверенностью говорить, что во всех случаях плазменная очистка более эффективна в удалении углерода с поверхности оправы, чем стандартный метод химической очистки, используемый в настоящее время.

Вопросов с Раманом становится меньше.



Спектрометр с высокой производительностью

Новый спектрометр Ventana обладает исключительной чувствительностью и позволяет с высоким качеством регистрировать низкоинтенсивные потоки в экспериментах по вынужденному комбинационному рассеянию света. Модульная конструкция в комбинации с нашим стабилизированным лазером и гибкими зондами, обеспечивает экспериментатора прецизионными спектрами, устраняя возможность повреждения фоточувствительных образцов и существенно ускоряя процесс смены образцов.

SPECTROMETERS
 SAMPLING ACCESSORIES
 WORLD CLASS SERVICE



www.oceanoptics.com
 info@oceanoptics.eu
 Tel: +31 26 319 0500

Другой ключевой фактор повышения герметичности на границе клей-оправа – высокая смачиваемость или поверхностная энергия, именно эти свойства влияют на увеличение адгезионной способности. На рис.4 изображена зависимость поверхностной энергии от длительности операции очистки. Наилучший результат, который удалось достичь – это 72 мН/м при длительности плазменного облучения $t=1$ с. Возможно, поверхностная энергия продолжала бы расти и дальше, но достигнутые значения удовлетворяли условиям поставленной задачи.

Результаты финальных измерений представлены на рис.5. Они подтверждают, что скорость диффузии сквозь конструкцию с оправой, которая подвергалась плазменной очистке (выделены синим цветом), на 41% ниже, чем у конструкции с оправой, которая не проходила подобную очистку (выделены красным цветом).

Метод плазменной очистки поверхности оправы рентгеновского окна позволяет значительно уменьшить содержание примесей углерода на ее поверхности, а также увеличить поверхностную энергию или, иными словами, адгезионную способность поверхности. Понимание влияния параметров плазменной очистки поверхности оправы позволяет существенно улучшить герметичность при склеивании рентгеновского окна и оправы. Несмотря на то, что ни один материал не позволяет полностью исключить влияние диффузии, Moxtek постоянно работает над улучшением герметичности рентгеновских окон. ■

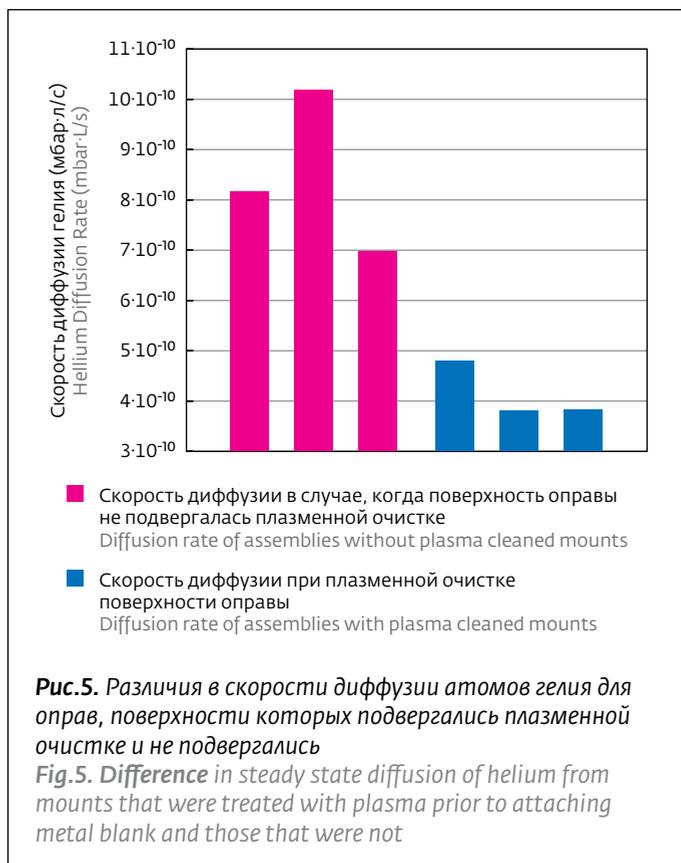


Рис.5. Различия в скорости диффузии атомов гелия для оправ, поверхности которых подвергались плазменной очистке и не подвергались

Fig.5. Difference in steady state diffusion of helium from mounts that were treated with plasma prior to attaching metal blank and those that were not

that reduces the diffusion of gasses, including helium, at the epoxy-metal interfaces. While no material is a perfect gas barrier, Moxtek is continuously working to improve the hermetic properties of X-ray windows. ■

ГРУЗОВОЙ КОСМИЧЕСКИЙ КОРАБЛЬ "АЛЬБЕРТ ЭЙНШТЕЙН"

5 июня 2013 года с космодрома во Французской Гвиане на ракете-носителе Ariane-5ES был запущен в космос автоматический летательный аппарат "Альберт Эйнштейн". Он доставил почти 7 тонн груза на МКС, находящуюся на высоте 360 км над Землей, пристыковавшись к станции через 10 дней. Ввиду разногласий между специалистами НАСА и Роскосмоса, возникшими из-за возможности загрязнения груза плесенью и бактериями, открытие люков было задержано. По планам грузовик останется пристыкованным до 28 октября, после чего будет сожжен в атмосфере над необитаемой частью Тихого океана. Две ключевые системы космического корабля "Альберт Эйнштейн", звездный датчик SED16 – оптическое устройство, определяющее ориентацию корабля

по расположению звезд, и видеометр – фотоприемный прибор для получения обратной связи при сближении и стыковке, снабжены ПЗС-матрицами CCD47-20 производства компании e2v.

На территории России официальным дистрибьютором компании e2v является компания "НПК "Фотоника". Особое место в ее деятельности занимает разработка устройств на базе фоточувствительных ПЗС- и КМОП-матриц ведущих мировых производителей. Компания специализируется на поставках оптических устройств, фоточувствительных электронных компонентов и систем на их базе предприятиям-производителям. Так, в рамках работы VI Военно-морского салона компания "НПК "Фотоника" совместно

с производителем тепловизионных модулей и камер – компанией Guide Infrared, провели в Санкт-Петербурге и Москве для всех желающих специалистов семинары на тему "Применение тепловизионных модулей для обнаружения и идентификации объектов". Среди рассмотренных вопросов: принципы построения тепловизионной системы; типы ИК-сенсоров и их классификация; преимущества и недостатки различных типов сенсоров для решения задач видеонаблюдения; основные факторы, влияющие на дальность обнаружения; метеорологическое влияние (туман, дождь); основные параметры тепловизионных модулей; неохлаждаемые модули дальнего ИК-диапазона.

<http://ru.wikipedia.org>; www.npk.photonica.ru



Источник рентгеновского излучения
серии MAGNUM®



Детектор рентгеновского излучения
серии XPIN-BT®



Считайте нас
частью Вашей
исследовательской
группы

Благодаря **высокой прочности** и **малому весу**, источники и детекторы рентгеновского излучения компании Moxtek® идеально подходят для конструирования портативных и настольных приборов **для рентгенофлуоресцентного анализа**.

Комбинация детектора серии XPIN® и источника серии MAGNUM® позволяет проводить высокоточные измерения для таких актуальных задач, как анализ лёгких элементов, сортировка сплавов, обнаружение посторонних веществ в продуктах и почве.

- Надёжная работа
- Прочная конструкция
- Высокая степень интеграции
- Малый вес, компактность, низкое энергопотребление

За более подробной информацией Вы можете обратиться к торговому представителю, контакты которого указаны на сайте www.moxtek.com или написать на почту info@moxtek.com