

**СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА**

12-87-173

**Л.А.Ломова, С.А.Богданов*, В.Браднова,
Н.М.Невзорова**

**ПОЛУЧЕНИЕ ЧИСТОГО БРОМИСТОГО СЕРЕБРА
И ИЗГОТОВЛЕНИЕ
КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ БРОМСЕРЕБРЯНЫХ
ДЕТЕКТОРОВ**

* Радиевый институт им. В.Г.Хлопина АН СССР,
Ленинград

1. ВВЕДЕНИЕ

В процессе исследования галоидосеребряных кристаллов в качестве трековых детекторов ионизирующего излучения ранее проводились технологические разработки с целью увеличения их чувствительности и воспроизводимости путем введения легирующих добавок ряда элементов: меди, кадмия, свинца, золота, палладия, олова, серы, хрома, марганца ^{/1/}.

Систематическое исследование образцов из хлористого серебра по их чувствительности подтвердило целесообразность применения кадмия в качестве легирующей добавки. При введении кадмия детекторы обладают максимальной чувствительностью. Для изучения возможности улучшить свойства детекторов из галогенидов серебра решено изготовить их из бромистого серебра.

Как известно из работ по ядерной фотографии, эмульсии на основе бромистого серебра более чувствительны к ионизирующему излучению, чем из хлористого серебра, и, возможно, детекторы из бромистого серебра будут также иметь более высокую чувствительность. Использование детекторов из бромистого серебра в качестве мишеней в исследовании ядерных реакций было бы более удобно вследствие того, что атомные массы серебра и брома ближе друг к другу, чем серебра и хлора ^{/2/}.

Для выполнения этой задачи необходимо было получить чистое бромистое серебро.

2. ПОЛУЧЕНИЕ ЧИСТОГО БРОМИСТОГО СЕРЕБРА И ЕГО ЛЕГИРОВАНИЕ КАДМИЕМ

Существует ряд способов получения бромистого серебра ^{/3/}. Применительно к нашим условиям был выбран метод химического осаждения бромистого серебра из водных растворов азотнокислого серебра и бромистого калия. Избранный нами способ основан на выделении твердой фазы бромистого серебра в результате реакции двойного обмена:

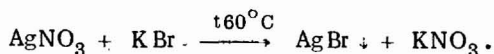


Схема процесса изображена на рис. 1. Для приготовления растворов азотнокислого серебра и бромистого калия (для фото 99,87%), бромистого калия

ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
БИБЛИОТЕКА

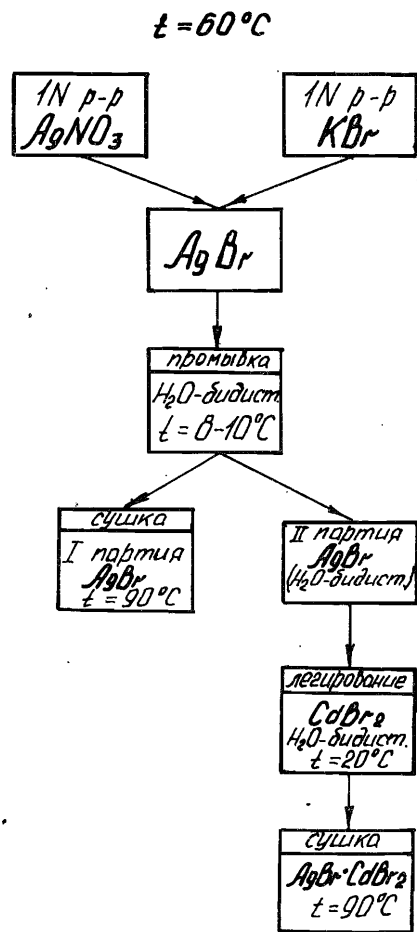


Рис. 1. Схема получения чистого бромистого серебра и его легирование кадмием.

(марки "осч") и для промывок осажденного осадка использовалась бидистиллированная вода. Качество бидистиллятора определялось по электропроводности и составляло не более $1,5 \mu\text{S}$ при 20°C . Кварцевая посуда использовалась старая, бывшая в долгом употреблении. Это исключило адсорбцию кремния, силикатов и других посторонних ионов осадком бромистого серебра. Концентрация исходных растворов AgNO_3 и KBr — 1N-растворы. Условия проведения реакции: медленный нагрев растворов до 60°C при постоянном перемешивании (скорость вращения мешалки 75 оборот/мин), постепенное приливание раствора азотнокислого серебра к раствору бромистого калия. Для созревания осадок выдерживался 5 мин при $t = 60^\circ\text{C}$ при постоянном перемешивании, затем для полноты осаждения бромистого серебра колба с осадком помещалась в водяную баню с температурой $8-10^\circ\text{C}$, при этой температуре осадок выдерживался в течение 30 мин. После декантации фильтрата осадок бромистого серебра многократно про-

мывался бидистиллированной водой с $t = 8-10^\circ\text{C}$. Контроль процесса промывки проверялся по электропроводности. Промывка прекращалась при уменьшении электропроводности до $2 \mu\text{S}$. После тщательной промывки осадок был перенесен в чистую стеклянную плоскую емкость. Полученное бромистое серебро высушивалось в беспыльной среде термостата при 90°C с периодическим перемешиванием до полного высыхания.

Одновременно готовилось две партии: первая — чистое бромистое, вторая — бромистое серебро с легирующей добавкой бромистого кадмия ($\text{CdBr}_2 \cdot 2,5 \text{H}_2\text{O}$ марки "осч").

Легирование для лучшего распределения кадмия проводилось добавлением к еще влажному осадку бромистого серебра рассчитанного

количества бромистого кадмия. Смесь тщательно перемешивалась несколько раз и затем высушивалась указанным выше способом. Для повышения равномерного распределения легирующей добавки высушенное бромистое серебро тщательно измельчалось и подвергалось плавке при перемешивании и гранулированию. Реальный выход составил 97,38%. Проводились исследования на наличие в приготовленном сырье других элементов, кроме серебра, брома и кадмия. Исследования проводились методом γ -спектрометрии и нейтронным активационным анализом. С помощью γ -спектрометрии показано, что в образцах присутствуют 108, 110 изотопы серебра.

Нейтронно-активационный метод показал наличие в сырье 108, 110 изотопов серебра и следы изотопов Au-190 , Pr-135 , As-70 . Следы присутствуют в количестве $1 \cdot 10^{-3}$ весовых процентов.

В результате было получено бромистое серебро высокой степени чистоты, легированное по всему объему кадмием.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ДЕТЕКТОРОВ ИЗ БРОМИСТОГО СЕРЕБРА

Из полученного бромистого серебра было изготовлено около 50 различных партий образцов с концентрацией легирующей добавки кадмия от 0,05 до 0,5 моль%. Кристаллы выращивались между двумя стеклянными пластинками, помещенными на кварцевую подложку, методом капиллярного затекания. Несколько образцов было изготовлено в кварцевых кюветах. Размеры образцов 25×20 мм, толщина от 0,5 до 1,0 мм. Аппаратура применялась та же самая, что и для выращивания кристаллов из хлористого серебра⁴. Были опробованы различные температурные режимы и скорости движущегося нагревателя от 12,5 до 25 см/час. Для отделения кристалла от стеклянных пластинок, между которыми он затек, такой "сэндвич" отмачивался в дистиллированной воде. Полученные плоские кристаллы бромистого серебра прокатывались в фольгу толщиной 100 мкм. Их этих фольг нарезались образцы детекторов площадью от 1,0 до 2,0 см².

Для исследования чувствительности детекторов из бромистого серебра проводилось облучение каждого изготовленного образца на тех же источниках ионизирующего излучения, какие использовались и для калибровки AgCl -детекторов. Для определения чувствительности к протонам образцы облучались через желатиновый радиатор толщиной 3 мм нейтронами Po-Be источника (интенсивность $4 \cdot 10^8$ нейтр./с). Для облучения α -частицами использовался открытый источник активностью ~ 1 мКи — ^{239}Pu . Детекторы помещались в вакуумную камеру и облучались α -частицами под малыми углами, т.е. так, чтобы α -частицы шли вглубь кристалла под углом 10-15 град. Это позволяло легко определить длину их трека. По максимальной длине трека и определялась чувствительность кристалла. Проводились облучения детекторов из

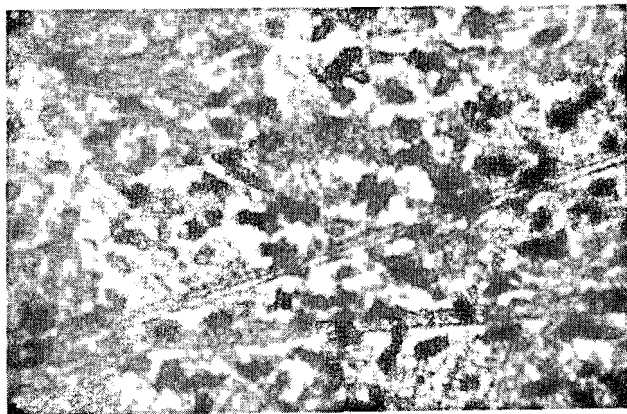


Рис. 2. Следы α -частиц на детекторе из бромистого серебра, легированного кадмием 0,05 моль %.

AgBr и на ускорителе ЛВЭ — синхрофазотроне релятивистскими ядрами углерода, магния, кремния с импульсом 4,5 ГэВ/с/нуклон. После облучений проводилась микроскопическая оценка чувствительности образцов.

Проявление треков в детекторах из AgBr включало в себя: стабилизацию скрытого изображения трека желто-красным светом и собственно проявление светом длиной волны $\lambda \approx 470$ нм, выбранной на краю поглощения AgBr. На рис.2 показаны следы α -частиц, полученные в кристалле бромистого серебра, легированного кадмием 0,05 моль %.

В заключение можно сделать следующие выводы:

1. Детекторы, полученные из бромистого серебра, имеют интенсивную окраску в отличие от неокрашенных детекторов из хлористого серебра. Это ограничивает размер детекторов из AgBr по толщине из-за невозможности просмотра по всей глубине.

2. Детекторы, полученные из AgBr описанным выше способом, чувствительны только к α -частицам с $E \leq 5$ МэВ. Детекторы из AgCl, полученные в аналогичных условиях, более чувствительны ^{1/5}, чем детекторы из AgBr.

ЛИТЕРАТУРА

1. Zorgiebel F. — Bevick JRF-28, Frankfurt a. M., 1971.
2. Bogdanov A.J., Kochevov N.P., Perfilov N.A. — Nucl. Track Detection, 1978, v.2, p.165.
3. Vacek K. — Czechosl. Journ. Phys., 1958, 8, p.226.
4. Брадна Ф., Браднова В., Юкл Ф. Препринт ОИЯИ 12-84-276, Дубна, 1984.
5. Браднова В. и др. — ЖНПФИК, 1987, 32, с.66.

Рукопись поступила в издательский отдел
20 марта 1987 года.

Ломова Л.А. и др. 12-87-173
Получение чистого бромистого серебра
и изготовление кристаллических бромсеребряных детекторов

Описан один из возможных путей повышения чувствительности трековых детекторов, изготовленных из галогенидов серебра путем замены хлористого серебра на бромистое серебро. Кратко описывается методика получения чистого бромистого серебра, равномерно легированного кадмием. Сообщается о методах, используемых для контроля чистоты полученного сырья. Описано изготовление бромсеребряных детекторов и дана оценка их чувствительности. Приведены результаты проведенной работы.

Работа выполнена в Лаборатории высоких энергий ОИЯИ.
Сообщение Объединенного института ядерных исследований, Дубна 1987

Перевод Л.Н.Барабаш

Lomova L.A. et al. 12-87-173
The Preparation of Pure AgBr
and the Technology of Construction of Crystal AgBr detectors

One of the possible methods of increasing the sensitivity of track AgBr detectors by replacement of AgCl with AgBr is presented. The method of preparation of pure AgBr equally alloyed with cadmium is briefly described. The methods used to control the purity of the obtained raw material are shown. The construction of AgBr detectors and the estimate of their sensitivity to protons, α -particles and relativistic nuclei are described. The results of this work are given.

The investigation has been performed at the Laboratory of High Energies, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research, Dubna 1987