

сообщения
объединенного
института
ядерных
исследований
Дубна

4612/83

29/VIII-83

P13-83-419

Ф.Браднa, В.Браднова, Ф.Юкл

АППАРАТУРА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ
И ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ
ХЛОРСЕРЕБРЯНЫХ
ПЛАСТИНЧАТЫХ ДЕТЕКТОРОВ
ИОНИЗИРУЮЩЕГО ИЗЛУЧЕНИЯ

1983

1. ВВЕДЕНИЕ

В последние два десятилетия повысился интерес к использованию хлорсеребряных пластинчатых кристаллов в качестве детекторов ионизирующего излучения. В настоящей работе дан обзор литературы по развитию технологии получения хлорсеребряных кристаллических детекторов и описано оборудование, разработанное и применяемое для этих целей в ОИЯИ. Приведены режимы выращивания и термической обработки кристаллов, а также фотографии следов заряженных частиц, полученных при помощи этих детекторов.

2. КРАТКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРНЫХ ДАННЫХ

Возможность визуализации дислокаций в галогенидсеребряных монокристаллах и опыт, полученный при работе с фотоэмульсиями, привели Чайлдса и Слифкина^{/1,6/} в начале 60-х годов к идее использования больших монокристаллов хлористого серебра в качестве детекторов заряженных частиц. Они применяли монокристаллы, выпускаемые разными фирмами /Харшо, Исомет, Шухрат и др./, предварительно разрезали, шлифовали и полировали эти кристаллы. Образцы имели размер /15x10x15/ мм³. Затем их подвергали отжигу при температуре 425°C в течение 12-14 ч и охлаждали до комнатной температуры со скоростью около 20°C/ч^{/2,4/}. Результаты Чайлдса, Слифкина и других авторов^{/7,8/}, полученные при использовании таких кристаллов, имели плохую воспроизводимость. Хаасе и Шоппер^{/9/} обнаружили зависимость чувствительности образцов к ионизирующему излучению от структурных несовершенств, от способа получения кристаллов, от количества и вида примеси. Стало ясно, что дальше можно идти только путем выращивания монокристаллов известного и регулируемого состава в строго определенных условиях.

На этом этапе необходимой явилась разработка приемлемой технологии синтеза образцов. Основываясь на работе Кларка и Митчелла^{/10/}, авторы^{/11,12/} усовершенствовали соответствующее оборудование и стали выращивать пластинчатые монокристаллы /рис.1/. Первая стадия выращивания состоит в получении поликристаллической пластины AgCl методом капиллярного затекания между двумя стеклами с определенным постоянным зазором /обычно 0,3 мм/. Расплав хлористого серебра, легированного кадмием /кадмий оказался наиболее эффективным материалом, улучшающим

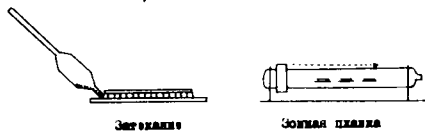


Рис.1. Схема приготовления образцов хлорсеребряных детекторов.

чувствительность детектора/, поступает туда из специальной кварцевой пипетки. Стекла нагреваются выше точки плавления хлористого серебра и после затекания расплава вся система быстро охлаждается. Вторая стадия представляет собой зонную плавку с образованием монокристаллических пластинок. Эту фазу обычно проводили в трубчатой кварцевой печи с управляемым температурным режимом, позволяющим выращивать партии из 20 кристаллов размером /15x25x0,2-0,3/ мм³/12/. Кристаллы освобождали от стекла путем их отмачивания в подкисленной дистиллированной воде. С усовершенствованием оборудования и методики приготовления постепенно увеличивались размеры монокристаллических пластинчатых детекторов и повышалась воспроизводимость их свойств. Так, например, в /13/ получили пластины размером /25x45x0,2-0,3/ мм³, а в /14/ - даже до /40 x 150/ мм² при толщине 0,2-0,3 мм.

Новый метод, основанный на использовании трехмерного температурного градиента /с этим связано изменение конструкции печи/ позволил /15-17/ выращивать монокристаллические пластины размером /70x700/ мм² при толщине от 0.05 до 0.35 мм. На рис.2 приведена конструкция печи такого типа.

Во время испытаний обнаружилось сильное влияние температурного режима на регистрационные свойства детекторов. Схематическое изображение таких режимов показано на рис.3/17/. Детекторы наилучшего качества с медленно регрессирующим скрытым изображением следов получаются при использовании режима, описываемого линией АББ'В' /при температуре ББ' выше 170°C и времени выдержки между Б и Б' от 2 до 50 ч, со скоростями охлаждения вдоль линий АБ и Б'В' около 1000°C /ч/. Сокращения времени регрессии, скрытого изображения следов /памяти детектора/ можно добиться путем уменьшения скорости охлаждения по линии Б'Г' /около 15°C /ч/. Следование по линии Б'Д /менее 5°C/ч/ сильно сокращает время регрессии, но одновременно возникает неоднородность свойств детектора.

3. РАЗРАБОТКА ОБОРУДОВАНИЯ И ТЕХНОЛОГИИ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ХЛОРСЕРЕБРЯНЫХ ДЕТЕКТОРОВ В ЛВЭ ОИЯИ

В ЛВЭ ОИЯИ работы по этой проблематике начались в конце 70-х гг. Первые наши эксперименты были выполнены с кварцевой трубкой, помещенной в муфельную печь. На рис.4 приведены тем-



Рис.2. Конструкция печи /17/.

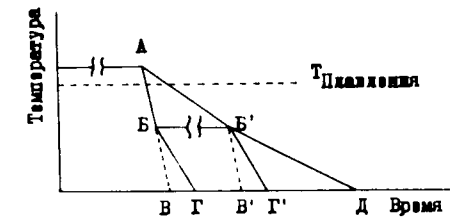
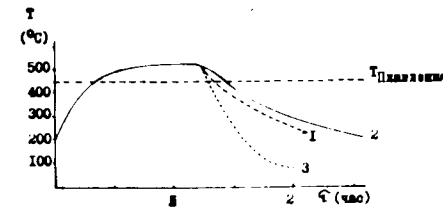


Рис.3. Схематическое изображение режимов температурной обработки хлорсеребряных кристаллических детекторов /17/.

Рис.4. Температурные режимы при использовании муфельной печи. Кривые 1-3 - наши данные; кривая 2 - данные работы /11/.

пературные режимы, полученные на этой аппаратуре. Кривая 1 показывает режим охлаждения системы после отключения нагревателя печи. Кривая 2 приведена для сравнения и показывает режим, применявшийся Шоппером /11/. Хотя разница в режимах незначительна, муфельная печь не позволяла использовать метод зонной плавки - полученные кристаллы были блочными и содержали отдельные пузырьки, препятствующие получению качественных детекторов. Кроме того, из-за большой тепловой инерции системой трудно управлять. Сжатый воздух, который через специальное приспособление попадал на кварцевую трубку /рис.4, кривая 3/, позволил сделать охлаждение управляемым, однако добиться высокой скорости охлаждения /около 1000°C /ч/ при температуре в печи ниже 200°C, на этом оборудовании не удалось.

В настоящее время мы используем прототип печей, схема которых приведена на рис.5. Внутри выпуклой с одной стороны кварцевой трубки /КТ/, а с другой стороны снабженной прямым шлифом /Ш/, на подставке находится кварцевая пластина /КП/, на которую помещаются "сэндвичи" /С/ с затекшим расплавом хлористого серебра, легированного кадмием. К прямому шлифу трубки присоединен прямой шлиф головки /Г/, снабженный двумя патрубками. Через один из них подводится термopара для измерения температуры, второй позволяет подключать систему к вакуумному насосу или заполнять печь инертным газом. Вся конструкция крепится на штативе, который позволяет установить горизонтально кварцевую пластину, несущую "сэндвичи".

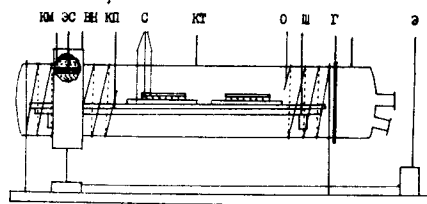


Рис.5. Конструкция трубчатой печи, созданной в ОИЯИ.

Основной нагрев обеспечивается обмоткой /0/ из канталовой полоски или нихромовой проволоки и рассчитан на достижение температуры примерно 600°C . Плавнение в узкой зоне проводится вспомогательным нагревателем /ВН/, состоящим из керамической массы /КМ/ и электроспирали /ЭС/. При помощи электродвигателя /Э/, снабженного переключателем числа оборотов, скорость движения этого нагревательного кольца регулируется в диапазоне от 1 до 63 см/ч.

Оба нагревателя управляются автотрансформаторами независимо друг от друга. Желаемая скорость охлаждения достигается подбором температуры кольца и скорости его движения. На этом оборудовании был проделан ряд калибровочных работ по поиску оптимальных условий выращивания кристаллов. Температура основного нагревателя меняется в диапазоне от 200 до 400°C . Измерения продольного температурного профиля печи позволили установить область, в которой температура отклоняется от требуемой не больше, чем на $\pm 5^{\circ}\text{C}$. Перегрев расплава обеспечивает вспомогательный подвижной нагреватель. На рис.6 показан предельный температурный режим для максимально достигаемых скоростей охлаждения. Скорости охлаждения расплава до основной температуры /около $1500^{\circ}\text{C}/\text{ч}$ - линия АВ/ соответствует скорость движения нагревательного кольца, равная 63 см/ч. Снижение скорости движения кольца уменьшает скорость охлаждения. Так, например, при скорости движения кольца 25 см/ч достигается основная скорость охлаждения около $900^{\circ}\text{C}/\text{ч}$. Максимальная скорость охлаждения /выше $1000^{\circ}\text{C}/\text{ч}$ / от основной до комнатной температуры достигается при отключении нагревателя /линия ВГ/. Постепенным понижением напряжения на основном нагревателе можно получить любой, более медленный, режим охлаждения. При основной температуре образца можно держать любое требуемое время /линия БВ/.

Из этого видно, что созданная установка позволяет исследовать зависимость чувствительности хлорсеребряных кристаллических детекторов от температурных режимов в широких диапазонах, включая режимы, приведенные в работе /17/.

4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Создана установка для получения пластинчатых хлорсеребряных детекторов, позволяющая исследовать зависимость их свойств

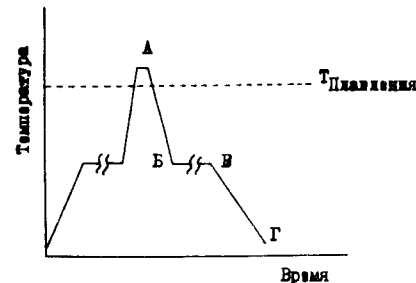


Рис.6. Предельный температурный режим, полученный при использовании трубчатой печи.

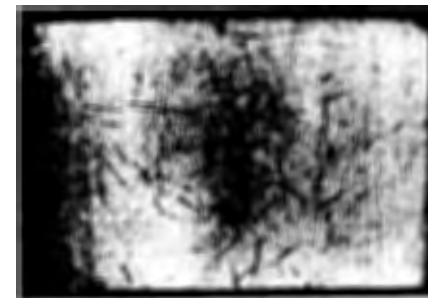


Рис.7. Следы α-частиц в хлорсеребряном кристаллическом детекторе.

от вида легирующих примесей и от режимов температурной обработки. На рис.7 показаны следы α-частиц от источника ^{210}Po , полученные в кристалле хлористого серебра, легированного 0,1 мол.% кадмия. Кристалл выращен в следующих условиях: температура основного нагревателя - 250°C , напряжение на кольце - 80 В, что обеспечивало плавление образца в узкой зоне и незначительный перегрев расплава. Скорость охлаждения до основной температуры (около $900^{\circ}\text{C}/\text{ч}$) получена при движении нагревательного кольца со скоростью 25 см/ч. Время выдержки при основной температуре - 3ч. Скорость охлаждения до комнатной температуры - около $1000^{\circ}\text{C}/\text{ч}$.

Авторы признательны М.И.Соловьеву и В.Г.Гришину за постоянное внимание, а также за полезные советы и обсуждение результатов. Авторы благодарны также Г.Ф.Добржанскому за ценные советы, замечания и полезные дискуссии.

ЛИТЕРАТУРА

1. Childs C. et al. Bull.Amer.Phys.Soc., 1961, 6, p. 52.
2. Childs C. et al. IRE Trans.Nucl.Sci., 1962, 9, p. 413.
3. Childs C. et al. Phys.Rev.Letter, 1962, 9, p. 354.
4. Childs C. et al. Rev.Sci.Instr., 1963, 34, p. 101.
5. Childs C. et al. In: Proc. V Intern.Conf. on Nucl. Phot. Geneva, 1964, v. 1, p. 1.
6. Childs C. et al. Brit.J.Appl.Phys., 1965, 16, p. 771.
7. Bilwes-Girardin L. et al. In: Proc. V Intern.Conf. on Nucl. Phot. Geneve, 1964, v.11, p. 21.
8. Haase G. et al. In: Proc. VI Intern.Conf. on Nucl. Phot. Florence, 1966, p. 483.
9. Breuer K. et al. Brit. J.Appl.Phys., 1967, 18, p. 1824.

10. Clark P.V. et al. J.Photosci., 1956, 4, p. 1.
11. Breuer K. et al. Phot.Korr., 1968, 104, p. 76.
12. Zörgiebel F. et al. Z.Angew.Phys., 1970, 30, p. 316.
13. Schopper E. et al. In: Proc. VIII Intern.Conf. on Nucl. Phot. and Visual Detectors Bucharest, 1972, v. 1, p. 350.
14. Schopper E. et al. In: XIII Intern. Conf. on Cosmic Rays Denver/Colorado, USA, 1973, TECH, p. 457.
15. Schmidt H. et al. Kristall und Technik, 1976, 11, p. 937.
16. Haase G. et al. Rad. Effects, 1977, 34, p. 25.
17. Wendnagel Th. et al. In: X Intern. Conf. on Solid State Nucl. Track Detectors, Lyon, 1979, p.147.

НЕТ ЛИ ПРОБЕЛОВ В ВАШЕЙ БИБЛИОТЕКЕ?

Вы можете получить по почте перечисленные ниже книги, если они не были заказаны ранее.

ДЗ-11787	Труды III Международной школы по нейтронной физике. Алушта, 1978.	3 р. 00 к.
Д13-11807	Труды III Международного совещания по пропорциональным и дрейфовым камерам. Дубна, 1978.	6 р. 00 к.
	Труды VI Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц. Дубна, 1978 /2 тома/	7 р. 40 к.
Д1,2-12036	Труды V Международного семинара по проблемам физики высоких энергий. Дубна, 1978	5 р. 00 к.
Д1,2-12450	Труды XII Международной школы молодых ученых по физике высоких энергий. Приморско, НРБ, 1978.	3 р. 00 к.
	Труды VII Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц, Дубна, 1980 /2 тома/	8 р. 00 к.
Д11-80-13	Труды рабочего совещания по системам и методам аналитических вычислений на ЭВМ и их применению в теоретической физике, Дубна, 1979	3 р. 50 к.
Д4-80-271	Труды Международной конференции по проблемам нескольких тел в ядерной физике. Дубна, 1979.	3 р. 00 к.
Д4-80-385	Труды Международной школы по структуре ядра. Алушта, 1980.	5 р. 00 к.
Д2-81-543	Труды VI Международного совещания по проблемам квантовой теории поля. Алушта, 1981	2 р. 50 к.
Д10,11-81-622	Труды Международного совещания по проблемам математического моделирования в ядерно-физических исследованиях. Дубна, 1980	2 р. 50 к.
Д1,2-81-728	Труды VI Международного семинара по проблемам физики высоких энергий. Дубна, 1981.	3 р. 60 к.
Д17-81-758	Труды II Международного симпозиума по избранным проблемам статистической механики. Дубна, 1981.	5 р. 40 к.
Д1,2-82-27	Труды Международного симпозиума по поляризационным явлениям в физике высоких энергий. Дубна, 1981.	3 р. 20 к.
Р18-82-117	Труды IV совещания по использованию новых ядерно-физических методов для решения научно-технических и народнохозяйственных задач. Дубна, 1981.	3 р. 80 к.
Д2-82-568	Труды совещания по исследованиям в области релятивистской ядерной физики. Дубна, 1982.	1 р. 75 к.
Д9-82-664	Труды совещания по коллективным методам ускорения. Дубна, 1982.	3 р. 30 к.
ДЗ,4-82-704	Труды IV Международной школы по нейтронной физике. Дубна, 1982.	5 р. 00 к.

Рукопись поступила в издательский отдел
17 июня 1983 года.

Заказы на упомянутые книги могут быть направлены по адресу:
101000 Москва, Главпочтамт, п/я 79
Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований

**ТЕМАТИЧЕСКИЕ КАТЕГОРИИ ПУБЛИКАЦИЙ
ОБЪЕДИНЕННОГО ИНСТИТУТА ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ**

Индекс	Тематика
1.	Экспериментальная физика высоких энергий
2.	Теоретическая физика высоких энергий
3.	Экспериментальная нейтронная физика
4.	Теоретическая физика низких энергий
5.	Математика
6.	Ядерная спектроскопия и радиохимия
7.	Физика тяжелых ионов
8.	Криогеника
9.	Ускорители
10.	Автоматизация обработки экспериментальных данных
11.	Вычислительная математика и техника
12.	Химия
13.	Техника физического эксперимента
14.	Исследования твердых тел и жидкостей ядерными методами
15.	Экспериментальная физика ядерных реакций при низких энергиях
16.	Дозиметрия и физика защиты
17.	Теория конденсированного состояния
18.	Использование результатов и методов фундаментальных физических исследований в смежных областях науки и техники
19.	Биофизика

Брадна Ф., Браднова В., Юкл Ф. P13-83-419
 Аппаратура для получения и термической обработки хлорсеребряных пластинчатых детекторов ионизирующего излучения

Приводится краткий обзор литературных данных по тематике развития технологии получения хлорсеребряных кристаллических детекторов ионизирующего излучения. Описывается созданная нами установка для выращивания и термической обработки этих кристаллов. Так как чувствительность хлорсеребряных кристаллических детекторов к заряженным частицам сильно зависит от температурных режимов, аппаратура должна обеспечить зону постоянной температуры, выдержку кристаллов в требуемой температуре и охлаждение их со скоростями в диапазоне от 5°C/ч до 1000°C/ч. Приведены кривые предельных режимов. Созданная нами установка позволяет исследовать зависимость регистрационной способности AgCl кристаллических детекторов от режимов их обработки.

Работа выполнена в Лаборатории высоких энергий ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1983

Bradna F., Bradnova V., Jukl F. P13-83-419
 The Device for Growing and Thermal Treatment of Silverchloride Sheets as Detectors of Ionizing Radiation

A short review on technology of preparing AgCl crystals as detectors of ionizing radiation is given. The device, constructed for growing and thermal treatment of these crystals is described. Since sensitivity of crystals as detectors is strongly influenced by the thermal treatment during the growth, the device must make zone of constant temperature, the time of annealing and cooling down to be between 5°C/h to 1000°C/h. Limit temperature program is shown. The device described allows one to study dependence of sensitivity of AgCl detectors on thermal treatment program.

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

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1983

Перевод О.С.Виноградовой.