

DETECTORS AND NUCLEAR RADIATION DETECTION

УДК 539.1.074.5: 620.179.152

МОДУЛЬ ДЛЯ РЕГИСТРАЦИИ ТЕПЛОВЫХ НЕЙТРОНОВ НА ОСНОВЕ НЕОХЛАЖДАЕМОГО КРЕМНИЕВОГО ДЕТЕКТОРА И МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ГАДОЛИНИЕВОГО КОНВЕРТЕРА

*Г.П. Васильев, А.С. Деев, С.К. Киприч, А.А. Каплий, Н.И. Маслов, В.Д. Овчинник,
С.М. Потин, М.Ю. Шулика, В.И. Яловенко*

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
Харьков, Украина*

Выполнено проектирование малогабаритного одноканального детектирующего модуля тепловых нейтронов на основе планарного кремниевого детектора (ПКД) и конвертера из металлического гадолиния. ПКД толщиной 300 мкм и рабочей площадью 2×2 и 5×5 мм располагается в корпусе модуля на специальном держателе перпендикулярно основанию, что обеспечивает доступ излучения со всех сторон детектора. Для повышения стабильности показателей модуля его конструкция спроектирована герметичной, а процесс герметизации проводится в условиях контролируемой атмосферы со сниженным содержанием водяных паров. Протестирована регистрация электронов и излучения низкой энергии, что обеспечивает измерение конверсионных электронов и характеристического рентгеновского излучения из реакции $Gd(n, \gamma + e^-)Gd$. Проведены фоновые измерения для двух размеров исследовательских образцов модулей с размером рабочей площади детекторов 2×2 и 5×5 мм. Установлено, что детектирующие модули имеют низкий уровень шумов (~ 100 счетов в сутки).

ВВЕДЕНИЕ

Нейтронная спектрометрия слабоинтенсивных потоков медленных нейтронов имеет большое значение для современной медицины, радиационной дозиметрии, экспериментальной физики и ряда других областей применения. Тепловые нейтроны представляют серьёзную опасность для человеческого организма, что вызывает необходимость точной регистрации интенсивности потока нейтронов. На сегодняшний день для регистрации нейтронов используются детекторы на основе сцинтилляторов, шаровые детекторы, счётчики с использованием ^{10}B , камеры с 3He и др., а также детекторы фотографического типа image plate, сцинтилляторы + CCD.

Системы на основе металлических конвертеров с большим сечением захвата тепловых нейтронов, которые расположены близко к поверхности полупроводникового детектора, используются в мировых научных центрах для регистрации нейтронов. Подобные системы показали высокую надёжность, долговечность, точность и достоверность полученных результатов. Имеется ряд зарубежных публикаций, посвящённых использованию различных конвертеров, в т.ч. гадолиниевых, в сочетании с планарными кремниевыми детекторами (ПКД) [1 - 5], но в Украине работы на указанную тематику не выявлены.

Использование ПКД с высоким энергетическим разрешением, разработанных в ННЦ ХФТИ, и конвертера из металлического гадолиния, который имеет рекордно большое сечение захвата тепловых нейтронов, положено в основу данной работы.

Основные реакции захвата тепловых нейтронов с максимальным сечением:

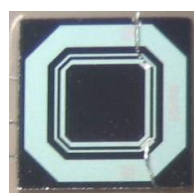
$n + ^{155}Gd \rightarrow ^{156}Gd^* \rightarrow ^{156}Gd + \gamma + Gd$ ХРИ + конверсионные электроны (39...199 кэВ);

$n + ^{157}Gd \rightarrow ^{158}Gd^* \rightarrow ^{158}Gd + \gamma + Gd$ ХРИ + конверсионные электроны (29...182 кэВ).

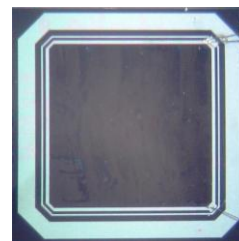
Регистрация характеристического рентгеновского излучения (ХРИ) и конверсионных электронов осуществляется ПКД с гадолиниевым конвертером без использования сцинтилляционных материалов.

1. ПРОЕКТИРОВАНИЕ И ИЗГОТОВЛЕНИЕ МОДУЛЯ

В качестве детектирующего элемента модуля использовались неохлаждаемые ПКД с размером активной области 2×2 и 5×5 мм, разработанные в ННЦ ХФТИ [6 - 10], фотографии которых приведены на Рис. 1. Физический размер кристаллов в зависимости от типа детектора составляет 4,2×4,2 или 7,1×7,1 мм, толщина кремния 300 мкм.



а



б

Рис. 1. Планарные кремниевые детекторы с активной областью 2×2 мм (а) и 5×5 мм (б)

Особенностью детекторов, разработанных в ННЦ ХФТИ, является наличие защитных колец, окружающих активную область, что позволяет обеспечить получение предельно высоких значений энергетического разрешения (~ 0,9 кэВ для детектора 2×2 мм и ~ 1,2 кэВ для детектора 5×5 мм) при отсутствии специального охлаждения.

На Рис. 2 приведена структура поперечного сечения ПКД, детальное описание которой приведено в работе [6].

Конвертер из металлического гадолиния в виде полированной пластины толщиной 300 мкм закреп-

ляется на поверхности кремниевого детектора с помощью клея.

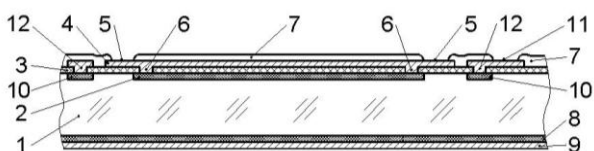


Рис. 2. Структура поперечного сечения ПКД:

- 1 – кремниевая пластина; 2 – легированный слой p/n-перехода детектирующего элемента;
- 3 – слой окисла SiO₂; 4 – контактный слой Al;
- 5 – контактная площадка на слое окисла;
- 6 – контактное окно к p/n-переходу детектирующего элемента; 7 – защитный окисный слой;
- 8 – легированный p⁺-слой омического контакта;
- 9 – контактный слой Al на обратной стороне детектора; 10 – p/n-переход защитного кольца;
- 11 – контактная площадка защитного кольца;
- 12 – контактное окно к p/n-переходу защитного кольца

Лабораторные условия эксплуатации модуля для регистрации тепловых нейтронов в крытых помещениях допускают повышение влажности окружающей атмосферы до 85%, что является недопустимым для бескорпусного ПКД. Известно, что при повышении влажности более 50% ток утечки детектора увеличивается и энергетическое разрешение ухудшается [7]. Поэтому, одним из ключевых требований при проектировании является необходимость обеспечения постоянной эксплуатации ПКД при низкой влажности окружающей атмосферы, т.е. необходимость герметизации модуля.

Схематическое изображение модуля с разрезанным корпусом приведено на Рис. 3.

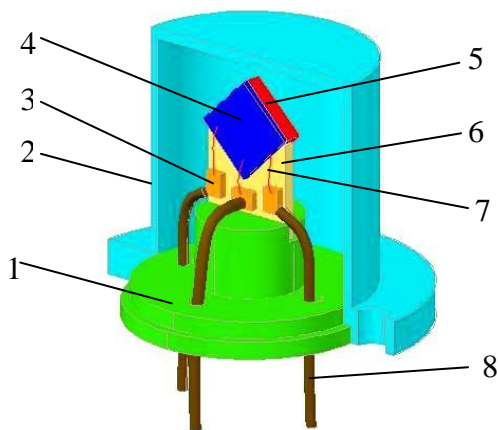


Рис. 3. Конструкция герметизированного модуля для регистрации тепловых нейтронов, где 1 – металлическое основание; 2 – металлический корпус;

- 3 – промежуточный вывод; 4 – ПКД;
- 5 – гадолиниевый конвертер; 6 – диэлектрический держатель детектора; 7 – перемычка из алюминиевой проволоки; 8 – внешние выводы

Корпус модуля и основание, на котором закрепляется диэлектрический держатель с детектором, изготовлены из алюминиевого сплава Д16. Этот сплав позволяет обеспечить необходимую механическую прочность конструкции и ее герметичность, а также минимизировать препятствия на пути реги-

стрируемых частиц благодаря большой радиационной длине, которая для алюминия составляет 8,9 см.

В качестве диэлектрического держателя использована подложка из ситалла СТ50-1 толщиной 0,6 мм. Держатель с детектором располагаются перпендикулярно основанию, что обеспечивает доступ излучения со всех сторон детектора. Размер держателя определяется типом используемого детектора.

Крепление элементов конструкции между собой (основания, корпуса, держателя, детектора, конвертера, промежуточных и внешних выводов) выполнено с помощью различных клеев. При выборе материалов клеев принимается во внимание ряд конструктивных и технологических требований, причем одними из основных являются требования по чистоте, минимизации ионных примесей, коррозионной пассивности по отношению к компонентам модуля, отсутствию газовой выделений как в процессе полимеризации, так и при эксплуатации.

Благодаря высокой механической прочности и отсутствию прямого контактирования с кремниевым детектором, который является наиболее чувствительным к загрязнениям, для приклеивания промежуточных выводов к держателю и держателя к основанию использован диэлектрический эпоксидный клей Araldite Standard фирмы Huntsman [11].

В качестве промежуточных выводов использованы фрагменты выводной рамки стандартной корпусной микросхемы, которые выполнены из никеля с золотым покрытием для улучшения условий сварки.

Для приклеивания остальных компонентов, непосредственно контактирующих с кремниевым детектором (держателя, конвертера, алюминиевых проволочек), а также для герметизации корпуса и заливки внешних выводов в отверстия основания, использован двухкомпонентный эластичный силиконовый клей Wacker Silicone G690 [12]. Указанный клей обладает высоким объёмным сопротивлением, что не приводит к увеличению тока утечки и, соответственно, к ухудшению энергетического разрешения детектора. Кроме того, клей Wacker Silicone G690 имеет очень низкий уровень газовой выделений (CVCМ < 0,1%), что особенно важно для герметизированных устройств с чувствительными компонентами.

Невысокая адгезия силиконового клея увеличена за счёт предварительного нанесения на склеиваемые поверхности праймера Wacker Silicone G790 [12].

Электрическая коммутация между алюминиевыми контактными площадками детектора и промежуточными выводами выполнена с помощью перемычек из проволоки диаметром 25 мкм серии TABN из сплава Al-1%Si фирмы Тапака [13]. Присоединение перемычек осуществлялось методом УЗ (ультразвуковой) микросварки на установке Delvotec 5330 с использованием сварочного инструмента FP45A-1515-L-CM VR Set “С” фирмы Small Precision Tools [14, 15].

В модулях использован гадолиниевый конвертер в виде отполированной квадратной пластины толщиной 0,3 мм с размерами 2×2 и 5×5 мм. С целью минимизации расстояния между детектором и конвертером, последний плотно устанавливается на поверхность детектора и сверху заливается клеем (Рис. 4). Клей между детектором и конвертером отсутствует.



Рис. 4. Основание модуля со смонтированным детектором размером 5×5 мм (вид с фронтальной стороны детектора)

Герметизация модуля выполнялась путем установки основания со смонтированным детектором в корпус и заливки зазора между основанием и корпусом клеем Wacker Silicone S690 в специальной камере, заполненной осушенным азотом, с последующей термообработкой модуля для вулканизации клея.

Таким образом, были изготовлены исследовательские образцы модулей для регистрации тепловых нейтронов на основе неохлаждаемых ПКД и металлических гадолиниевых конвертеров с детекторами, имеющими активные области размером 2×2 и 5×5 мм.

На Рис. 5 приведена фотография собранного модуля для регистрации тепловых нейтронов в алюминиевом корпусе, который имеет максимальный диаметр 20 мм и высоту 20 мм.

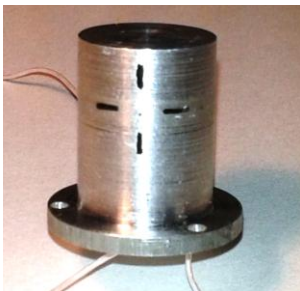


Рис. 5. Герметизированный модуль для регистрации тепловых нейтронов на основе неохлаждаемого ПКД (5×5 мм) и металлического гадолиниевого конвертера в алюминиевом корпусе

2. ИССЛЕДОВАНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК МОДУЛЕЙ

В процессе изготовления исследовательских образцов модулей для регистрации тепловых нейтронов были проведены измерения статических характеристик ПКД, т.е. измерения ВАХ (вольт-амперных характеристик) активной зоны и защитного кольца детектора. Измерения проводились на специализированной ручной зондовой рабочей станции (Рис. 6), в состав которой входит светоизолирующая камера, микроскоп с подсветкой, перемещаемый предметный столик, микропозиционные зонды [16]. Для измерений ВАХ использовался пикоамперметр Keithley модели 6487 со встроенным источником питания до 500 В [17].

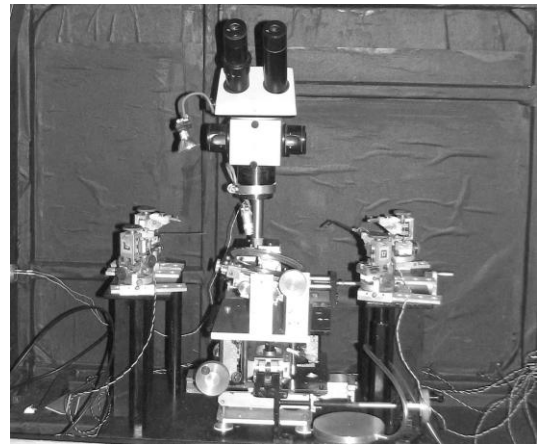
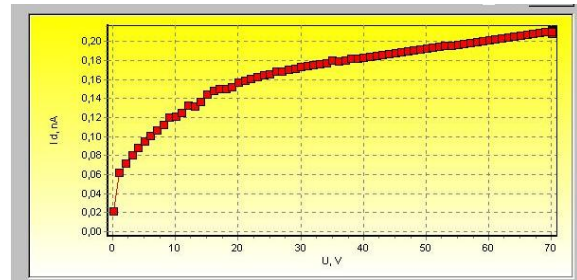
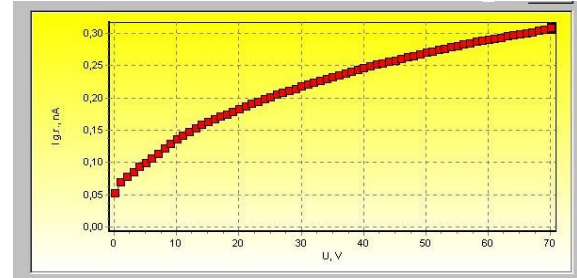


Рис. 6. Специализированная зондовая рабочая станция для измерения ВАХ

На Рис. 7 приведены ВАХ активной зоны и защитного кольца детектора с размером активной области 2×2 мм. При напряжении обеднения 40 В ток активной области не превышает 0,18 нА, а ток защитного кольца – 0,25 нА, что характеризует качественные характеристики детектора.



а



б

Рис. 7. Вольт-амперные характеристики детектора с активной областью 2×2 мм: а – активной зоны; б – защитного кольца

Для регистрации выходов ядерной реакции $Gd(n, \gamma+e^-)Gd$ предполагается использовать линии ХРИ гадолиния с энергиями 42,99 и 49,69 кэВ, а также электроны внутренней конверсии в диапазоне энергий 29...200 кэВ.

С целью проверки динамических характеристик детекторов с металлическими гадолиниевыми конвертерами были проведены измерения спектров гамма- и электронного излучения для детекторов двух размеров: 2×2 и 5×5 мм. Измерения проведены до закрепления Gd-конвертера (т.е. в варианте стандартного ПКД) и после закрепления конвертера.

На Рис. 8 представлены экспериментальные спектры излучения источников ^{241}Am и ^{57}Co до закрепления конвертера.

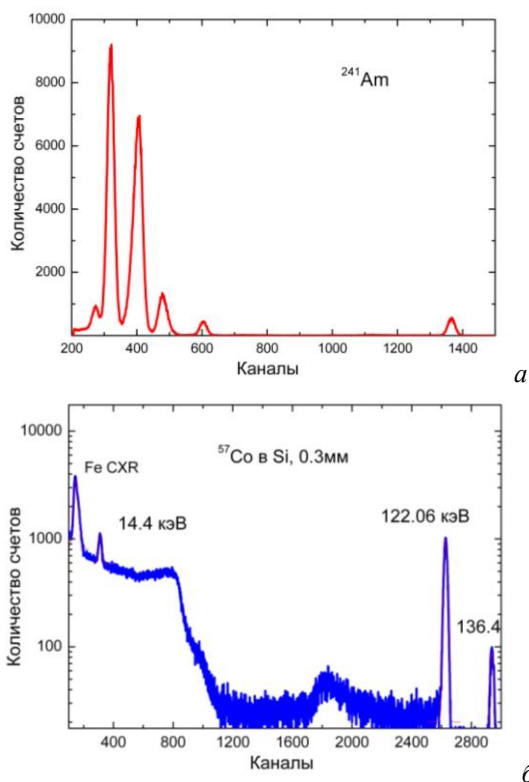


Рис. 8. Экспериментальные спектры излучения источника ^{241}Am (а) и ^{57}Co (б) для детектора размером 2×2 мм

Спектрометрическая электроника, разработанная в НИЦ ХФТИ для неохлаждаемого ПКД толщиной 300 мкм, обеспечивает регистрацию излучения в диапазоне энергий $E_\gamma = 5 \dots 150$ кэВ с энергетическим разрешением $\text{FWHM} = 0,9 \dots 1,2$ кэВ.

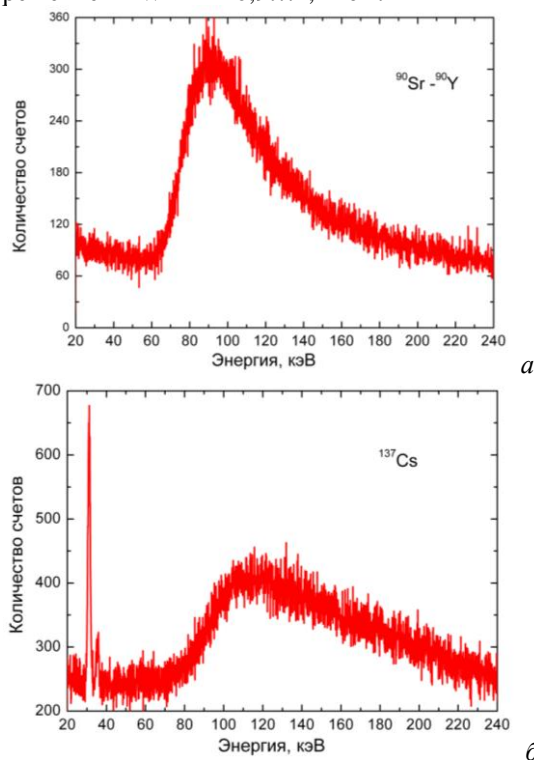


Рис. 9. Экспериментальные спектры электронов, измеренные ПКД для источников излучения ^{90}Sr - ^{90}Y (а) и ^{137}Cs – для детектора размером 5×5 мм (б)

На Рис. 9 приведены экспериментальные спектры электронов, измеренные ПКД для источников ^{90}Sr - ^{90}Y (группы электронов с граничными энергиями 546 и 2280 кэВ) и ^{137}Cs (группы электронов с граничными энергиями 514 и 1176 кэВ) до закрепления конвертера. Спектры выделенной энергии имеют характерный вид распределения Ландау [8]. На Рис. 9,б имеются также линии ХРИ бария.

На Рис. 10 представлен экспериментальный спектр источника излучения ^{241}Am после закрепления гадолиниевого конвертера для детектора 5×5 мм. На спектре четко видны линии ^{241}Am с энергиями 26,35 и 59,54 кэВ, а также линии ХРИ гадолия с энергиями 42,99 и 49,69 кэВ. Энергетическое разрешение и эффективность регистрации излучений не изменились.

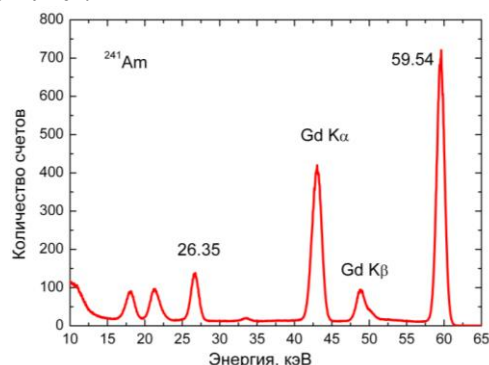


Рис. 10. Спектр гамма-излучения от источника ^{241}Am для детектора 5×5 мм после закрепления гадолиниевого конвертера

Таким образом, экспериментально показана возможность использования ПКД для регистрации электронов и рентгеновского излучения. Диапазон энергий, который доступен для измерения, полностью перекрывает область энергий, характерных для конверсионных электронов и рентгеновского излучения ядерной реакции $\text{Gd}(n, \gamma + e^-)\text{Gd}$.

В экспериментальных исследованиях при низких потоках нейтронов большое значение имеет величина фона, регистрируемого двумя типами детектирующих модулей в интервале энергий 20...200 кэВ, где расположены пики конверсионных электронов и квантов ХРИ.

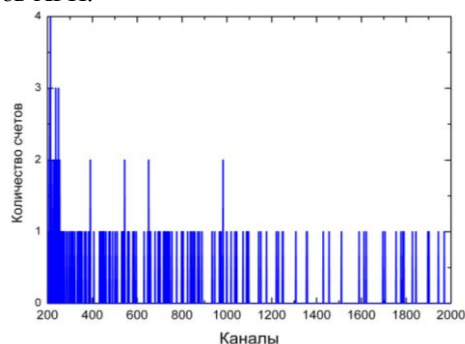


Рис. 11. Фоновый спектр для детектора размером 5×5 мм с гадолиниевым конвертером, измеренный при отсутствии источника излучения

Проведены фоновые измерения для двух размеров ПКД: 2×2 и 5×5 мм. На Рис. 11 приведен спектр для детектора размером 5×5 мм с гадолиниевым конвертером, измеренный при отсутствии источника излучения.

Сумма счётов в каналах с 200 по 2000, что соответствует энергетическому интервалу $\sim 20 \dots 200$ кэВ, за период времени 24 часа не превышала 85 для детектора размером 2×2 мм и 200 – для детектора размером 5×5 мм.

Экспериментально установлено, что исследованные детектирующие системы имеют низкий уровень шумов и могут быть использованы при регистрации низких потоков тепловых нейтронов [18].

ВЫВОДЫ

В результате проведенных исследований показано, что использование ПКД с конвертером из металлического гадолиния, который имеет рекордно большое сечение захвата тепловых нейтронов, является перспективным направлением.

Выполнено проектирование, изготовление и исследование характеристик герметизированных модулей для регистрации тепловых нейтронов с ПКД толщиной 300 мкм размером 2×2 и 5×5 мм и металлическими гадолиниевыми конвертерами.

Измерены статические характеристики модулей, исследованы спектры излучения от источников ^{241}Am , ^{57}Co , ^{90}Sr - ^{90}Y и ^{137}Cs , а также проведены фоновые измерения. Диапазон энергий, который доступен для измерения ПКД толщиной 300 мкм размером 2×2 и 5×5 мм и Gd-конвертерами, полностью перекрывает область энергий, характерных для конверсионных электронов и рентгеновского излучения ядерной реакции $\text{Gd}(n, \gamma + e^-)\text{Gd}$.

Показана возможность применения указанных модулей для регистрации тепловых нейтронов в составе перспективных приборов для медицинских и ядерно-физических детектирующих систем.

Статья содержит результаты исследований, проведенных при грантовой поддержке Государственного фонда фундаментальных исследований по конкурсному проекту № Ф69/55-2015.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. T. Aoyama, Y. Oka, K. Honda, C. Mori. A neutron detector using silicon PIN photodiodes for personal neutron dosimetry // *NIM*. 1992, v. A 314(3), p. 590-594.
2. D.S. McGregor and Kenneth J. Shultis. Spectral identification of thin-film-coated and solid-form semiconductor neutron detectors // *NIM*. 2004, v. A 517(1), p. 180-188.
3. N. Niimura, Y. Karasawa, I. Tanaka, J. Miyahara, et al. An imaging plate neutron detector // *NIM*. 1994, v. A 349(2-3), p. 521-525.
4. P. Kandlakunta. *Gamma Rays Rejection in a Gadolinium based Semiconductor Neutron Detector*: Dissertation, The Ohio State University, 2014.
5. R.G. Cooper. SNS detector plans // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 2004, v. 529(1-3), p. 394-398.

6. Н.И. Маслов. Физические и технологические аспекты создания и применений кремниевых планарных детекторов // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 2013, № 2, с. 165-171.
7. С.К. Киприч, Н.И. Маслов, С.В. Наумов и др. Герметизированные модули кремниевых детекторов ионизирующего излучения // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Ядерно-физические исследования»*. 2010, № 3, с. 200-204.
8. Г.Л. Бочек, Н.И. Маслов, С.В. Наумов и др. Регистрация заряженных частиц в условиях фона гамма-излучения // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2005, № 4, с. 68-71.
9. G.P. Vasiliev, V.K. Voloshyn, O.S. Deiev, et al. Measurement of Radiation Energy by Spectrometric Systems Based on Uncooled Silicon Detectors // *Journal of Surface Investigation. X ray. Synchrotron and Neutron Techniques*. 2014, v. 8, № 2, p. 391-397.
10. G.L. Bochek, O.S. Deiev, N.I. Maslov, V.K. Voloshyn. X-ray lines relative intensity depending on detector efficiency, foils and cases thickness for primary and scattered spectra // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Ядерно-физические исследования»*. 2011, № 3, p. 42-49.
11. Продукция компании Huntsman <http://www.chemcenters.com/images/suppliers/169257/Araldite%20Standard.pdf>.
12. Продукция компании Wacker Chemie, интернет сайт www.wacker.com.
13. Продукция компании Tanaka http://www.topline.tv/Bonding_Wire_Catalog.pdf.
14. Продукция компании F&K Delvotec, интернет сайт www.fkdelvotecusa.com.
15. “Ultrasonic Bonding Wedges” – каталог компании “Small Precision Tool”, интернет сайт www.smallprecisiontool.com.
16. P. Kuijjer, A. Kaplij, V. Kulibaba, N. Maslov, V. Ovchinnik, S. Potin, A. Starodubtsev. Control complex for a double-sided microstrip detector production and tests // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Ядерно-физические исследования»*. 2000, № 2, p. 41-45.
17. Продукция компании Keithley <http://www.keithley.ru/products/dcac/voltagesource/application/?mn=6487>.
18. Г.П. Васильев, А.С. Деев, С.К. Киприч, Н.И. Маслов, В.Д. Овчинник, М.Ю. Шулика, В.И. Яловенко. Проектирование модуля для регистрации тепловых нейтронов детектирующей системой на основе неохлаждаемого кремниевого детектора и металлического гадолиниевого конвертера // *Тезисы докладов XIV конференции по физике высоких энергий, ядерной физике и ускорителям*. Харьков, 22-25.03.2016, с. 107.

Статья поступила в редакцию 26.01.2016

MODULE FOR THERMAL NEUTRONS REGISTRATION BASED ON UNCOOLED SILICON DETECTORS AND METAL GADOLINIUM CONVERTER

G.P. Vasiliev, O.S. Deiev, S.K. Kiprich, O.A. Kapliy, N.I. Maslov, V.D. Ovchinnik, S.M. Potin, M.Yu. Shulika, V.I. Yalovenko

Compact design of the single-channel thermal neutron detection module based on planar silicon detector (PSD) and the metal gadolinium converter developed. PSD of 300 μm thick with a working area of 2×2 and 5×5 mm arranged in a module housing in a special holder perpendicular to the base that allows access of the radiation from all detector sides. In order to improve the performance stability the module designed sealed, and the sealing process is carried out in a controlled atmosphere with a reduced content of water vapor. Test registration of electrons and low energy radiation was conducted that provides a measure of the conversion electrons and characteristic X-rays from the reaction of Gd ($n, \gamma + e^-$) Gd. Background measurements were conducted by two modules samples with the size of the working area of 2×2 and 5×5 mm. Detection modules have a low noise level (about 100 counts per day).

МОДУЛЬ ДЛЯ РЕЄСТРАЦІЇ ТЕПЛОВИХ НЕЙТРОНІВ НА ОСНОВІ НЕОХОЛОДЖУВАНОВОГО КРЕМНІСВОГО ДЕТЕКТОРА І МЕТАЛЕВОГО ГАДОЛІНІСВОГО КОНВЕРТЕРА

Г.П. Васильєв, О.С. Дєєв, С.К. Кіпріч, О.А. Каплій, М.І. Маслов, В.Д. Овчинник, С.М. Потін, М.Ю. Шуліка, В.І. Ялоєнко

Виконано проектування малогабаритного одноканального детектуючого модуля теплових нейтронів на основі планарного кремнієвого детектора (ПКД) і конвертера з металевого гадолінію. ПКД товщиною 300 мкм і робочою площею 2×2 і 5×5 мм розташовуються в корпусі модуля на спеціальному утримувачі перпендикулярно основи, що забезпечує доступ випромінювання з усіх боків детектора. Для підвищення стабільності показників модуля його конструкція спроектована герметичною, а процес герметизації проводиться в умовах контрольованої атмосфери зі зниженим вмістом водяної пари. Протестована реєстрація електронів і випромінювання низької енергії, що забезпечує вимірювання конверсійних електронів і характеристичного рентгенівського випромінювання з реакції Gd ($n, \gamma + e^-$) Gd. Проведено фонові вимірювання для двох розмірів дослідних зразків модулів з розміром робочої площі детекторів 2×2 і 5×5 мм. Встановлено, що детектуючі модулі мають низький рівень шумів (~ 100 рахунків на добу).