

Защитное гидрофобное покрытие для кристаллов CsI:Tl

А.Л. Шпилинская¹, А.М. Кудин²; Л.А. Андрищенко²; А.В. Диденко¹; О.В. Зеленская¹

1. Институт сцинтилляционных материалов НАН Украины, Харьков, Украина
2. Национальный университет гражданской защиты Украины, Харьков, Украина
E-mail: shpilalya@gmail.com

Предложен состав и способ нанесения гидрофобного защитного покрытия на входную для излучений поверхность кристаллов CsI:Tl. Покрытие представляет собой композицию из полимера (фторопластовый лак) и растворителя (этилацетат). Определен оптимальный состав композиции для нанесения покрытий толщиной приблизительно 2 мкм. Способ нанесения предусматривает предварительную выдержку образца в парах гексаметилдисилазана для увеличения адгезии покрытия к поверхности. Показано, что замена акриловой пленки толщиной 5 мкм на фторопластовое покрытие толщиной 2 мкм позволяет увеличить световой выход α -детектора на 14 %, а энергетическое разрешение улучшить от 6,28 % до 4,96 %.

Ключевые слова: гидрофобное покрытие; кристалл CsI:Tl; регистрация α -частиц; спектрометрические параметры.

Коды OSIS:

Поступила в редакцию __. __. 2019

Введение

Кристаллы CsI:Tl широко используются в различных областях науки и сцинтилляционной техники [1, 2]. Очевидным достоинством этих кристаллов является их способность не только регистрировать заряженные частицы [3], но также осуществлять их идентификацию по форме импульса [4]. Необходимость регистрировать заряженные частицы предопределяет суровые требования к состоянию поверхности сцинтиллятора [5] и ее стабильности во времени [6].

Известно, что состояние поверхности кристаллов CsI нестабильно во времени. В литературе рассматривались две причины такой нестабильности. Во-первых, это релаксация вакансионной подсистемы внутри нарушенного слоя, созданного после механической обработки поверхности [7, 8]. Во-вторых, – релаксация дислокационной структуры нарушенного слоя [9] и связанные с этим изменения рельефа поверхности. Одним из путей обеспечения стабильности спектрометрических характеристик является применение защитных покрытий [10, 11]. Однако толщина таких покрытий, например, на основе лака КО-08, составляет около 15 мкм, что сравнимо с пробегом α -частиц в CsI. Поэтому на входную поверхность сцинтиллятора наносят защитное покрытие меньшей толщины – 5 мкм [12]. На тот период

времени лучшим составом композиции считалась акриловая пленка.

Предложенный в [12] состав оказался удачным и успешно применялся в течение 40 лет. За последние годы стали доступными многие гидрофобные материалы, превосходящие акриловый лак по своим физико-химическим характеристикам. В настоящей работе как раз и рассматривается возможность снижения толщины покрытия за счет применения новых гидрофобных материалов и повышения их адгезии к поверхности кристаллов без снижения стабильности характеристик α -детектора во времени.

Экспериментальная часть

Состав композиции. В качестве полимера в составе композиции для гидрофобного покрытия использован сополимер трифторхлор этилена и фтористого винилидена общей формулы $[(-CF_2 - CFCl)_n - CF_2 - CH_2 -]_m$, известный как фторопластовый лак Ф-32Л, а в качестве растворителя – этилацетат. Известно [13], что этот лак применяется для формирования тепло- и химически стойких влагонепроницаемых плёночных покрытий. Защитные фторопластовые пленки в 30 раз менее влагонепроницаемы, чем покрытия из полиэтилена, в 40-60 – чем из эпоксидных лаков, в 80-120 – чем из плёнок масляных

лаков. Эти покрытия обладают достаточно хорошей прозрачностью и фотостойкостью.

Для получения гидрофобного покрытия минимальной толщины использован фторопластовый лак марки «В». Толщину защитной пленки можно регулировать за счет разбавления композиции этилацетатом. При добавлении растворителя в состав фторопластового лака, изменяется вязкость композиции, благодаря чему покрытие равномерно наносится на поверхность кристалла. Следует учитывать, что при уменьшении толщины покрытия его проницаемость ухудшается.

Однако высокая химическая инертность и низкая поверхностная энергия фторопласта является причиной низкой адгезии покрытия к поверхности кристалла. Обработка полированной поверхности кристалла CsI:Tl в парах гексаметилдисилазана (ГМДС) позволяет усилить адгезию фторопластового покрытия вследствие химических реакций, которые создают тонкий слой $\text{SiOSi}(\text{CH}_3)_6$ (гексаметилдисилоксана) на поверхности. Известно, что такой слой является промотором адгезии [14] для пленок с сильными гидрофобными свойствами.

Способ нанесения покрытия состоит в следующем. Кристалл с отполированной поверхностью выдерживают в парах гексаметилдисилазана в течение 2 часов при температуре 60°C в эксикаторе. Выдержка образцов в парах ГМДС обеспечивает хорошую адгезию между поверхностью кристалла и фторопластовой пленкой. Температура выдержки 60°C выбрана из соображений ускорения процессов переноса в газовой фазе и химических процессов на поверхности. Увеличение температуры выше указанной нежелательно, поскольку известно, что уже при 80°C процессы приповерхностной диффузии в кристалле усиливаются. Интенсификация диффузионных процессов обусловлена резким увеличением концентрации одиночных вакансий из-за диссоциации дивакансий [7], что приводит к неоднородному распределению конверсионной эффективности [8], образованию мертвого слоя и ухудшению сцинтилляционных характеристик образца.

Далее кристалл зажимают в специальной оправке, оправку устанавливают в шпиндель станка и приводят во вращение со скоростью $1,0\text{--}1,3\text{ с}^{-1}$. На поверхность сцинтиллятора наносят несколько капель (в зависимости от диаметра заготовки) пленкообразующей композиции, содержащей 8% лака Ф-32Л. Полученное покрытие высушивают потоком теплого воздуха от фена.

Выбор кристаллов. Для изготовления образцов использовались кристаллы CsI:Tl, выращенные методом вытягивания на затравку с подпиткой [15]. Особенности метода подробно описаны в [16]. Для изготовления детекторов заряженных частиц в работе [3] рекомендуется сцинтилляционный материал CsI:Tl,NO₂ [17], как обладающий меньшим послесвечением и большей радиационной стойкостью. В наших экспериментах использовался более доступный материал CsI:Tl,CO₃ [18]. Благодаря исключительной однородности свойств по объему слитка [19], из кристалла CsI:Tl,CO₃ можно вырезать большое число идентичных образцов. Все образцы были изготовлены из однородной части слитка и имели концентрацию активатора ($C_{\text{Tl}} = 9,5 \cdot 10^{18}\text{ см}^{-3}$), оптимальную для детектирования γ -квантов [20] с "синим" ФЭУ. Указанная концентрация меньше оптимальной C_{Tl} для регистрации α -частиц. По этой причине реальные детекторы α -частиц могут иметь спектротрические характеристики лучше полученных в настоящей работе. Наши результаты иллюстрируют влияние покрытий на спектротрические характеристики коммерческих кристаллов CsI:Tl.

Изготовление образцов. Для проведения исследований были выбраны образцы двух различных размеров. Во-первых, это были стандартные для регистрации α -излучения кристаллы диаметром 60 и толщиной 0,35 мм. Схематическое изображение детектора α -частиц представлено на рис. 1. Оговоримся, что на схеме опущены некоторые конструктивные особенности, такие как корпус, в который вклеивается изображенное стеклянное окно и крышка.

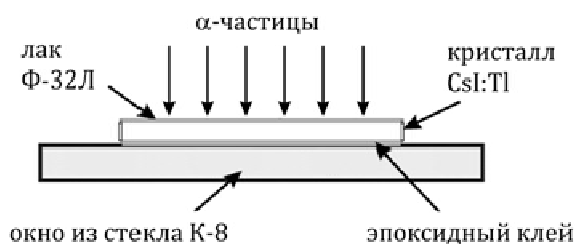


Рис. 1. Конструкция сцинтилляционного детектора для регистрации альфа-частиц [12]

Для изготовления детекторов такого типа, отполированная заготовка $\text{Ø}60 \times 5$ мм приклеивалась эпоксидным клеем к стеклянному окошку из материала К-8 диаметром 65 мм. После застывания клея кристалл был сошлифован и отполирован до толщины 0,35 мм. Указанная толщина сцинтиллятора на порядок превышает пробег α -частиц с энергией

