

Предлагаемое изобретение относится к области конструирования и технологии изготовления сцинтиблоков (сборки "сцинтиллятор - фотоэлектронный умножитель") для приборов радиационного контроля и может быть использовано в радиационном приборостроении на основе монокристаллов сложных оксидов.

В настоящее время наиболее перспективными в качестве материала сцинтилляторов для гамма-детекторов сцинтиблоков являются новые сцинтилляционные монокристаллы сложных оксидов типа германата висмута (BGC), вольфрамата кадмия (CWO) и силиката гадолиния (GSO). В отличие от щелочногалогенидных (ЩГК) сцинтилляционных кристаллов они абсолютно негигроскопичны (вследствие чего не требуют полной герметичности детектора), благодаря большому атомным номерам и плотности они при равных объемах обеспечивают в несколько раз большую эффективность регистрации, что повышает надежность и чувствительность сцинтиблоков, улучшает их массогабаритные характеристики.

Известны способ изготовления сцинтиблока и его конструкционная схема (Бурас С.Ф., Глобус М.Е., Пирогов Е.Н. и др. Спектрометрические сцинтилляционные блоки на основе кристаллов германата висмута // Приборы и техника эксперимента. - 1993. - №4. - С.60 - 65). Способ включает шлифование заготовки сцинтиллятора (вырезанной из выращенного кристалла) грубым абразивным порошком до размеров, близких к окончательным с плюсовым допуском; шлифование поверхностей сцинтиллятора до окончательных заданных размеров абразивным порошком с заданным размером зерна; полирование выходной поверхности сцинтиллятора абразивным порошком с минимальным размером зерна; термообработку сцинтиллятора по заданной программе с последующим контролем его сцинтилляционных параметров и отбраковкой; сборку детектора в корпусе и формирование светоотражающей оболочки; сочленение детектора с ФЭУ элементом оптической связи (склейка с помощью оптического клея на основе СКН); сборку сцинтиблока (сборка детектора, сочлененного с ФЭУ элементом оптической связи, в корпусе сцинтиблока - заливка светонепроницаемым компаундом, обеспечение скрепления основных деталей и узлов сцинтиблока и других конструктивных требований).

Недостатком этого способа является то, что он не обеспечивает минимально возможной величины амплитудного (энергетического) разрешения сцинтиблока на основе оксидных кристаллов, т.к. светособирание в детекторе на основе такого сцинтиллятора (выходная поверхность - полированная, остальные - шлифованные), как показали наши исследования, не является оптимальным.

Для реконструкции нарушенного при шлифовании и полировании поверхностного слоя сцинтилляторов и повышения прозрачности кристаллов (материала сцинтилляторов) применяется известный способ термообработки в кислородосодержащей среде. Для кристаллов и сцинтилляторов BGO это нагрев со скоростью 75 - 200град/ч до 950 - 1030°C с выдержкой при

температуре 0,5 - 2ч и последующее охлаждение со скоростью 50 - 200град/ч (Патент РФ №1609211, кл. C30B33/04). Аналогично для кристаллов и сцинтилляторов CWO: нагрев со скоростью 50 - 100град/час до температуры 640 - 950°C с выдержкой в течение 10 - 25 часов при этой температуре и последующее охлаждение со скоростью 30 - 50град/час (Патент РФ №1515796) или нагрев до температуры 950 - 1230°C при выдержке 25 - 75 часов при тех же скоростях нагрева и охлаждения (Патент Украины №10831 А).

Температура выдержки при термообработке монокристаллов сложных оксидов, при которой достигается положительный эффект, составляет от 0,7 до 0,95 от температуры их плавления. При более низких температурах недостаточна температурная активация, при более высоких - начинается улетучивание (термическая диссоциация, эффузия) ионов из поверхностного слоя и увеличение потерь света.

Таким образом, термообработка кристаллов и сцинтилляторов позволяет уменьшить потери света в объеме и на поверхностях сцинтиллятора. Это дает возможность улучшить энергетическое разрешение сцинтилляторов (по сравнению с неотожженными) в относительных единицах на 10 - 30%, в абсолютных - на 2 - 7% (для гамма-излучения цезия  $^{137}\text{Cs}$  с  $E_\gamma = 662\text{кэВ}$ ).

Однако известные технические решения по конструкции и технологии изготовления сцинтиблоков, в т.ч. их составных частей - сцинтилляторов, не решают в полной мере задачу минимизации их энергетического решения.

Одним из направлений дальнейшей оптимизации этого параметра является привлечение эффекта световыравнивания путем введения непоглощающих неоднородностей (центров рассеяния) в элемент оптической связи (между сцинтиллятором и ФЭУ).

Наиболее близким по технической сущности и принципу действия и выбранным в качестве прототипа является сцинтиблок, который описан в (Патент РФ №1612764, кл. G01T1/20), содержащий сцинтиллятор CsJ(Na) и фотоэлектронный умножитель, оптически сочлененные элементом оптической связи толщиной 1,3 - 1,8мм, выполненным на основе кремнийорганического соединения, в которое дополнительно введено 0,25 - 0,4мас. долей порошкообразного светорассеивающего материала (MgO) с размером частиц 0,25 - 0,5мкм, равномерно распределенного по всему объему элемента, заключенные в корпус. Описанная конструкция позволяет улучшить (снизить величину) энергетическое разрешение сцинтиблока на основе в 1,5 - 2 раза. Сущность этого технического решения - привлечение для улучшения энергетического разрешения сцинтиблока эффекта световыравнивания, основанного на явлении рассеяния света сцинтилляции на микронеоднородностях, сравнимых с длиной волны света радиoluminesценции сцинтиллятора.

Известно, что амплитуда сигнала ФЭУ, а, следовательно, и его собственное разрешение зависят от угла падения света на фотокатод, который имеет более высокую чувствительность к лучам, падающим на него под углом 41 - 60°, чем под углами, близкими к нормальному падению 0 - 40°. Угловое же распределение выходящего из

сцинтиллятора с зеркально полированной выходной поверхностью света заключено в растворе углов от 0 до величины, ограниченной полным внутренним отражением (ПВО). Для оксидных сцинтилляторов BGO, CWO (коэффициент преломления  $n \sim 2,2$ ) угол ПВО  $\varphi_n \approx 27^\circ$  (у ЩГК  $\varphi_n \approx 35^\circ$ , т.к. их  $n \approx 1,75$ ). Увеличение доли отраженного света при углах, близких к углу ПВО, приводит к тому, что основная доля света радиoluminesценции в этом случае покидает сцинтиллятор при малых углах и, следовательно, его фотоны менее эффективно выбивают фотоэлектроны из фотокатода. Различие в количестве фотоэлектронов, выбитых фотонами, падающими под разными углами на фотокатод, приводит к разбросу амплитуд импульсов на выходе ФЭУ, уширению фотопика и, следовательно, к ухудшению энергетического разрешения (Гринев Б.В., Семиноженко В.П. Сцинтилляционные детекторы ионизирующих излучений для жестких условий эксплуатации. - Харьков: Изд-во "Основа" при ХГУ, 1993. - С.36 - 38). Недостатком этой конструкции является сложность выполнения такого элемента оптической связи со столь малыми допусками по размеру светорассеивающих частиц и толщине слоя, а также заметное (не менее 8%) ослабление света в таком слое. Это снижает амплитуду выходного сигнала сцинтиблока, а для сцинтиблоков на основе сложных оксидов с большим, чем у CsJ(Na), значениями показателя преломления (2,2 против 1,8), не позволяет заметно улучшить энергетическое разрешение, т.е. не дает существенного положительного эффекта.

Наиболее близким по технической сущности и выбранным в качестве прототипа является способ изготовления сцинтилляционных детекторов на основе монокристаллов паратерфенила (Патент РФ №1715068, кл. G01T1/203, 1993). Способ включает шлифование и полирование торцевой поверхности сцинтиллятора со стороны выходного окна, предварительный термический отжиг с последующей упаковкой сцинтиллятора в герметичный корпус. При этом полирование поверхности производят олигоорганогидридсилоксаном, а изотермический отжиг сцинтилляторов проводят при температуре 100 - 120°C в течение 2 - 2,5 часов с нанесенным на отполированный торец слоем высокомолекулярного полиорганосилоксанового каучука с молекулярной массой  $(6 - 9) \cdot 10^5$ , который удаляют непосредственно перед упаковкой сцинтиллятора в корпус.

Недостатком данного способа является то, что он не обеспечивает формирования необходимой шероховатости поверхности при обеспечении реконструкции нарушенного слоя для сцинтилляторов на основе монокристаллов сложных оксидов.

В основу изобретения поставлена задача разработать сцинтиблок с использованием сцинтиллятора из монокристалла сложного оксида (BGO, GSO, CWO) и способ его изготовления, которые бы обеспечили лучшее энергетическое разрешение, чем известные конструктивные и технологические решения.

Решение поставленной задачи достигается тем, что в сцинтиблоке для регистрации гамма-

излучения, содержащем сцинтиллятор и фотоэлектронный умножитель, оптически сочлененные элементом оптической связи, выполненным на основе кремнийорганического соединения, согласно изобретению, выходная поверхность сцинтиллятора, прилегающая к элементу оптической связи, выполнена с шероховатостью 0,8 - 1,4мкм, а другие его поверхности - с шероховатостью 1,5 - 2,5мкм.

Решение поставленной задачи достигается также тем, что в способе изготовления сцинтиблока для регистрации гамма-излучения, включающем шлифование поверхности сцинтиллятора, изотермический отжиг с последующей упаковкой сцинтиллятора в корпус, согласно изобретению, шлифование поверхностей заготовки сцинтиллятора завершают абразивным порошком с размером зерна 80 - 125мкм, выходной поверхности сцинтиллятора - абразивным порошком с размером зерна 20 - 30мкм, остальной его поверхности - с размером зерна 30 - 60мкм, а термообработку заготовки и сцинтиллятора после окончания их шлифования проводят с выдержкой в течение 6 - 10 часов.. Выполнение выходной поверхности сцинтиллятора из монокристалла сложного оксида с шероховатостью  $Ra = 0,8 - 1,4\text{мкм}$  при технологии его изготовления по заявляемому способу позволяет достичь эффекта световыравнивания, т.е. улучшить энергетическое разрешение. Этот эффект достигается благодаря тому, что поверхность с такой шероховатостью (с учетом прилегающего элемента оптической связи) формирует индикатрису рассеяния, в значительной степени компенсирующую другие пространственные неоднородности, которые определяют уширение фотопика и, следовательно, ухудшение амплитудного разрешения сцинтиблока. Это и позволяет улучшить амплитудное разрешение.

Величина шероховатости (средней высоты микронеровностей) выходной поверхности менее 0,8мкм и более 1,4мкм не дает дополнительного положительного эффекта (превышающего эффект от термообработки сцинтиллятора с полированной выходной поверхностью), т.е. формируемая при этом индикатрисса не компенсирует неоднородностей.

Выполнение других поверхностей сцинтиллятора с шероховатостью  $Ra = 1,5 - 2,5\text{мкм}$  (также при технологии изготовления по заявляемому способу) формирует соответствующую индикатрису, обеспечивающую максимальный выход света на выходную поверхность, т.е. оптимальное светособирание при этих условиях.

Величина шероховатости менее 1,5мкм не обеспечивает максимального вывода света из-за частичного захвата в объеме, а более 2,5мкм - из-за потерь в "нарушенном" слое при отражении.

Конструкционная схема заявляемого сцинтиблока приведена на чертеже (фиг.). Сцинтиллятор 1 (BGO, CWO или GSO) со шлифованными поверхностями с различной шероховатостью окружен светоотражающей оболочкой 2. Между сцинтиллятором 1 и ФЭУ 4 находится элемент оптической связи 3 (на основе СКТН) толщиной 0,1 - 0,3мм полностью прозрачный. Вся эта сборка заключена в корпус 5. Пространство между ФЭУ и корпусом 5 заполнено

светонепроницаемым компаундом 6.

Завершение шлифования поверхностей заготовки абразивным порошком с размером зерна более 125мкм не позволяет осуществить должную реконструкцию нарушенного слоя последующей термообработкой, что ведет к ухудшению амплитудного разрешения сцинтиблока. При размере зерна менее 80мкм технологическое время процесса шлифования заготовки неоправданно удлиняется.

Завершение шлифования выходной поверхности сцинтиллятора абразивным порошком с размером зерна менее 20мкм и более 30мкм не позволяет сформировать в итоге необходимую индикатрису рассеяния выходной поверхности (определяемую размером шероховатости). Завершение шлифования остальной поверхности сцинтиллятора абразивным порошком с размером зерна менее 30мкм и более 60мкм не позволяет сформировать необходимую для нее индикатрису рассеяния. При больших размерах зерна это ведет, к тому же, к неоправданным потерям света в нарушенном слое, а при меньших - к захвату большей части света внутри сцинтиллятора.

Термообработка заготовки и сцинтиллятора с длительностью менее 6 часов не позволяет в необходимой степени повысить прозрачность кристалла (материала сцинтиллятора) к собственному излучению радиолюминесценции и произвести необходимую реконструкцию нарушенного (при оптико-механической обработке) слоя, сформировать после нее необходимую шероховатость поверхности. Выдержка в течение большего времени, чем 10 часов, нецелесообразна, т.к. реконструкция поверхности проходит сверх необходимой степени (поверхность заготовки или сцинтиллятора "заплывает"), а также приводит к неоправданным затратам электроэнергии для питания печей для термообработки. Выход времени выдержки за пределы 6 - 10 часов не позволяет получить положительный эффект, превышающий эффект от термообработки без формирования необходимой шероховатости выходной поверхности.

Например, обработанная абразивным порошком №4 с размером зерна 40мкм поверхность сцинтиллятора BGO имела шероховатость  $Ra \approx 5,3\text{мкм}$ , а порошком M20 с размером зерна 20мкм -  $Ra \approx 1,1\text{мкм}$ . После выдержки сцинтиллятора BGO  $\varnothing 40 \times 40\text{мм}$  в течение 9 часов при температуре 990°C повысилась прозрачность кристалла (материала сцинтиллятора) вследствие заполнения кислородных вакансий, произошла реконструкция нарушенного слоя, шероховатость поверхностей снизилась, соответственно, до 2,0 и 0,9мкм. Это позволило дополнительно улучшить амплитудное разрешение на ~2% по абсолютной величине (после термообработки сцинтиллятора с полированной выходной поверхностью разрешение улучшилось на ~2%, а со шлифованной по заявляемому способу выходной поверхностью - на ~4%) - см. также таблицу.

Заявляемый способ изготовления сцинтиблока включает следующую последовательность основных операций:

шлифование заготовки сцинтиллятора абразивным порошком с заданным размером

зерна;

термообработка заготовки сцинтиллятора;  
шлифование сцинтиллятора абразивным порошком с заданным размером зерна для формирования различной шероховатости его поверхностей;

термообработка сцинтиллятора;  
сборка детектора;  
сочленение детектора с ФЭУ элементом оптической связи (без светорассеивающих центров);

сборка детектора, сочлененного с ФЭУ элементом оптической связи, в корпусе сцинтиблока.

Операция полирования выходной поверхности сцинтиллятора, по сравнению с прототипом, исключена, но введена дополнительная термообработка заготовки сцинтиллятора после ее шлифования. Шлифование заготовки и самого сцинтиллятора осуществляется абразивным порошком с заданным размером зерна. В совокупности с заданной по заявляемому способу термообработкой это позволяет сформировать такие условия светособирания (в том числе и оптимальные индикатрисы рассеяния различных поверхностей сцинтиллятора), которые обеспечивают наилучшее амплитудное разрешение сцинтиблоков на основе сцинтилляционных монокристаллов сложных оксидов типа BGO, CWO и GSO, недостижимое с применением других известных технических решений. Способ реализуют на известном стандартизованном технологическом оборудовании с применением известных технологической оснастки и материалов.

Пример. Изготовление сцинтиблока на основе сцинтиллятора BGO  $\varnothing 40 \times 40\text{мм}$  и ФЭУ-176. Из монокристаллической булы BGO  $\varnothing 43 \times 180\text{мм}$  вырезают заготовку (несколько заготовок) с размерами  $\varnothing 43 \times 43\text{мм}$ , которую после разбраковки шлифуют порошком №12 с размерами зерна 125мкм до размеров  $\varnothing 40,2 \times 40,2\text{мм}$ . Затем заготовку отжигают, нагревая ее в кислородсодержащей среде со скоростью 150град/ч до 990°C и выдерживая при этой температуре 9 часов, далее со скоростью 100град/ч охлаждают до комнатной температуры.

После термообработки шлифование выходной поверхности сцинтиллятора завершают порошком M20 с размером зерна 20мкм, а остальной поверхности - порошком №4 с размером зерна 40мкм, доводя размеры сцинтиллятора до заданных. После чего сцинтиллятор подвергают термообработке в кислородсодержащей среде: нагрев со скоростью 150град/ч до 990°C, выдержка при этой температуре 7 часов с последующим охлаждением со скоростью 100град/ч до комнатной температуры. Дальнейшие операции по изготовлению сцинтиблока аналогичны способу по прототипу: сборка детектора, сочленение детектора с ФЭУ элементом оптической связи, сборка сцинтиблока.

Для сцинтилляторов на основе других оксидных кристаллов меняется лишь температура термообработки (для CWO  $T_{\text{выд}} = 1150 - 1200^\circ\text{C}$ , для GSO  $T_{\text{выд}} = 1550 - 1650^\circ\text{C}$ ).

Работает сцинтиблок (см. черт.), изготовленный по заявляемому способу, следующим образом: гамма-квант взаимодействует с материалом (кристаллом)

сцинтиллятора 1 и генерирует в сцинтилляторе 1 вспышку радиoluminesценции (сцинтилляцию). Фотоны сцинтилляции, распространяясь по сцинтиллятору 1, отражаются от его поверхностей и светоотражающей оболочки 2 и попадают на его выходную поверхность либо непосредственно из объема, либо после ряда последовательных отражений. На выходной поверхности с сформированной оптимальной (компенсирующей другие - см. выше - неоднородности) индикатриссой они рассеиваются и проходят через элемент оптической связи 3 на фотокатод ФЭУ 4. Там они выбивают из него фотоэлектроны, которые после умножения на системе динодов ФЭУ 4 генерируют на его выходе электрический импульс, пропорциональный энергии гамма-кванта.

Эффект световыравнивания благодаря заданной по заявляемому устройству шероховатости выходной и других поверхностей сцинтиллятора (сформированной по заявляемому способу) позволяет уменьшить разброс амплитуд этих импульсов от потока гамма-квантов и сузить фотопик. Тем самым и достигается улучшение амплитудного разрешения сцинтиблоков на основе монокристаллов сложных оксидов.

В табл.1 представлено амплитудное разрешение сцинтиблока для регистрации гамма-излучения в зависимости от шероховатости поверхностей сцинтилляторов (BGO, CWO, GSO), а в табл.2 - энергетическое разрешение этих сцинтилляторов и их заготовок в зависимости от размера зерна абразива и времени выдержки при термообработке - типичные результаты испытаний при значениях заявляемых параметров запредельных, граничных, оптимальных, в пределах формулы и по прототипу.

Таким образом, совокупность всех существенных признаков заявляемого устройства (сцинтиблока) и способа его изготовления обеспечивает достижение поставленной задачи - достижение наилучшего амплитудного разрешения сцинтиблоков на основе монокристаллов сложных оксидов. Кроме того, применение заявляемого способа позволяет повысить процент использования заготовок в качестве сцинтилляторов с заданными параметрами. То есть улучшаются как качественные (сцинтилляционные) параметры сцинтиблоков, так и экономические аспекты их производства.

Амплитудное разрешение сцинтиблока для регистрации гамма-излучения в зависимости от шероховатости поверхностей сцинтилляторов на основе монокристаллов сложных оксидов BGO, CWO, GSO - типичные значения

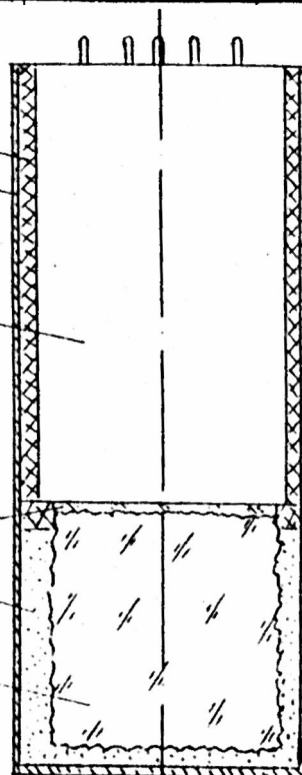
№ п/п	Тип кристалла	Размеры, мм	Шероховатость поверхности сцинтиллятора, мм	
			Выходная поверхность	Остальная поверхность
1	BGO	Ø 40x40	0.9	2.5
2		•	1.4	1.8
3		•	1.4	1.4
4		•	0.2	0.9
5		Ø 50x50	0.9	2.5
6		•	1.4	1.8
7		•	1.4	1.4
8		•	0.2	0.9
9	CWO	Ø 40x40	0.8	2.3
10		•	1.3	1.6
11		•	1.3	1.3
12		•	0.15	0.8
13		Ø 50x50	0.8	2.3
14		•	1.3	1.6
15		•	1.3	1.3
16		•	0.15	0.8
17	GSO	Ø 45x10	0.8	1.6
18		•	0.8	2.3
19		•	1.3	1.3
20		•	0.15	0.8

Таблица 2

Энергетическое разрешение сцинтилляторов из монокристаллов сложной  
размера зерна абразива (при механической обработке их поверхностей)  
обработке) - типичные резул

№ п/п	Тип кристалла.  вид изделия	Размеры, мм	Размер зерна абразива при механической обработке, мкм		Темпе- ра выд- ки при °C (доля)	№ п/п	Тип кристалла.  вид изделия	Размеры, мм	Размер зерна абразива при механической обработке, мкм		Температу- ра выдерж- ки при ТО, °C (доля T <sub>пл</sub> )	Вид выд- ки
			Выходная поверхность	Остальная поверхность					Выходная поверхность	Остальная поверхность		
1	BGO заготовка	Ø 40.2x40.2	125	125	990 (0	40	заготовка	Ø 50.2x50.2	125	125	1050 (0.91)	Вид
2		•	60	100	•	41		•	60	100	•	Вид
3		•	100	125	•	42		•	100	160	•	Вид
4		•	100	160	•	43		•	125	125	•	Вид
5		•	80	100	•	44	сцинтиллятор	Ø 50.0x50.0	20	20	•	Вид
6		•	125	125	•	45		•	20	60	•	Вид
7	сцинтиллятор	Ø 40.0x40.0	20	20	•	46		•	28	28	•	Вид
8		•	28	50	•	47		•	50	50	•	Вид
9		•	20	60	•	48		•	20	60	•	Вид
10		•	28	28	•	49		•	5	20	•	Вид
11		•	50	50	•	50		•	5	20	•	Вид
12		•	28	40	•	51	GSO заготовка	Ø 45.2x10.2	80	80	1400 (0.71)	Вид
13		•	50	28	•	52		•	60	100	•	Вид
14		•	20	60	•	53		•	80	100	•	Вид
15		•	5	20	•	54		•	80	80	•	Вид
16		•	5	20	•	55	сцинтиллятор	Ø 45.0x10.0	20	20	•	Вид
						56		•	20	40	•	Вид
						57		•	28	28	•	Вид
						58		•	20	60	•	Вид
						59		•	5	20	•	Вид
						60		•	5	20	•	Вид

№ п/п	Тип кристалла.  вид изделия	Размеры, мм	Размер зерна абразива при механической обработке, мкм		Темпе- ра выд- ки при °C (доля)	З	5	4	3	2	1	именения
			Выходная поверхность	Остальная поверхность								
17	заготовка	Ø 50.2x50.2	125	125	•							имальный
18		•	60	100	•							едельный
19		•	100	160	•							едельный
20		•	125	125	•							едельный
21	сцинтиллятор	Ø 50.0x50.0	20	20	•							едельный
22		•	20	60	•							амальный
23		•	28	28	•							иничный
24		•	50	50	•							едельный
25		•	20	60	•							едельный
26		•	5	20	•							прототипу
27		•	5	20	•							едельный
28	CWO заготовка	Ø 40.2x40.2	125	125	1050 (0							имальный
29		•	60	100	•							едельный
30		•	100	125	•							едельный
31		•	125	125	•							едельный
32	сцинтиллятор	Ø 40.0x40.0	20	20	•							едельный
33		•	28	50	•							иничный
34		•	20	60	•							имальный
35		•	28	28	•							иничный
36		•	28	40	•							едельный
37		•	20	60	•							едельный
38		•	5	20	•							по прототипу
39		•	5	20	•							запредельный



Фиг.

1	14.15	10.86	3.29	по прототипу
10	14.21	10.33	34.88	запредельный