

## Литиевое сцинтилляционное стекло для регистрации нейтронов Лабораторная методика изготовления и характеристики



В рамках программы Приоритет-2030

# Литиевое сцинтилляционное стекло



## Области применения :

Экспериментальная физика частиц

Ядерная физика

Дозиметрия

Нейтроннография, в т.ч. быстропротекающих процессов

Нейтронная дифрактометрия

.. и многое другое.

## Требования:

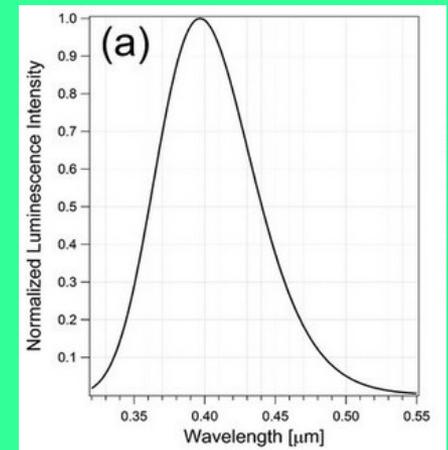
- максимальное содержание  ${}^6\text{Li}$
- максимальный световыход от альфа-частицы и тритона
- максимальная прозрачность на длине волны сцинтилляции
- минимальная длина вспышки

## Стандарт:

${}^6\text{Li}:\text{Ce}^{3+}$  стекло GS20 (Scintacor (быв. AST), UK)

Длина волны 395 нм

6.6% Li, 95% обогащение по  ${}^6\text{Li}$ , длительность вспышки 57 нс



Light propagation in a neutron detector based on  ${}^6\text{Li}$  glass scintillator particles in an organic matrix; Journal of Applied Physics 124(12):124502

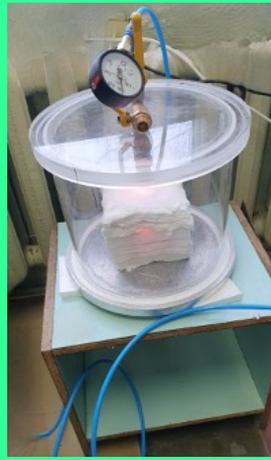
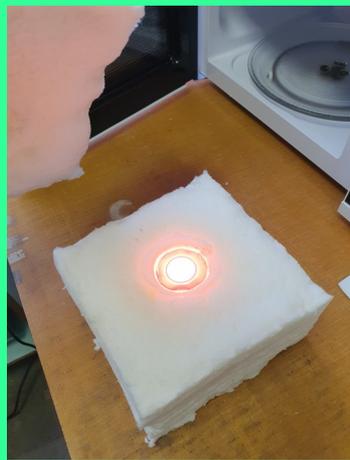
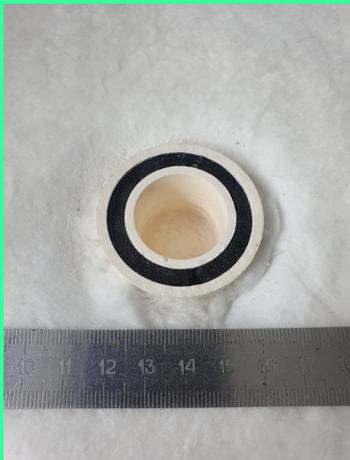
## Лабораторная методика изготовления

Сплавление компонентов при 1000-1400 С

(использовалась естественная смесь изотопов лития, с содержанием  ${}^6\text{Li}$  - 7.5% );

Тигель трехслойный из прессованного нитрида бора и карбида кремния

Нагрев в микроволновой печи (400-800 Вт), контроль температуры PtRh термопарой, пирометром, визуально;



8-10 циклов :

нагрев —

перемешивание —

дегазация под вакуумом  
(50 мбар).

Прекурсоры от компании «Особо Чистые Вещества» [oschv.ru](http://oschv.ru) :

$\text{Si}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{CeF}_3$

Примерный атомный состав стекла:

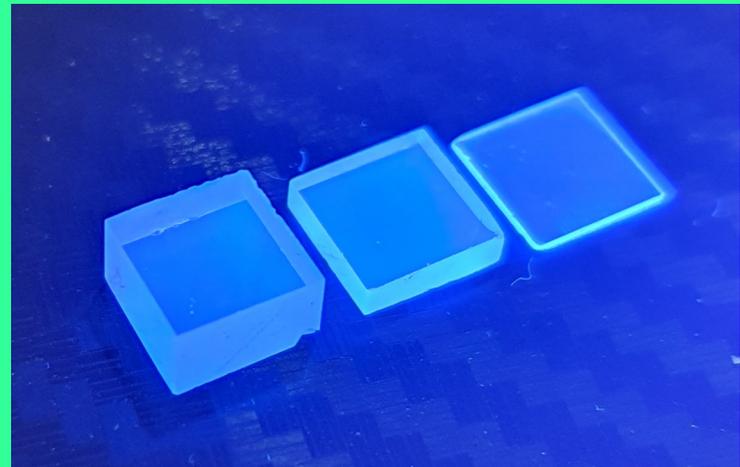
$11\text{Si} + 4\text{Al} + \text{Mg} + 0.35\text{Ce} + 13\text{Li} + 36\text{O} + 1\text{F}$  (7.7 масс. % Li)

# Лабораторная методика изготовления

Расплав выливается в контейнер из нитрида бора и остужается в течение 3 часов (~450 град/час)

Сформированная капля разрезается на пластины, затем на образцы, которые шлифуются и полируются.

Финальная полировка — пастой диоксида церия.



# Измерение характеристик с использованием ФЭУ

## измерение световыхода опорного светового источника

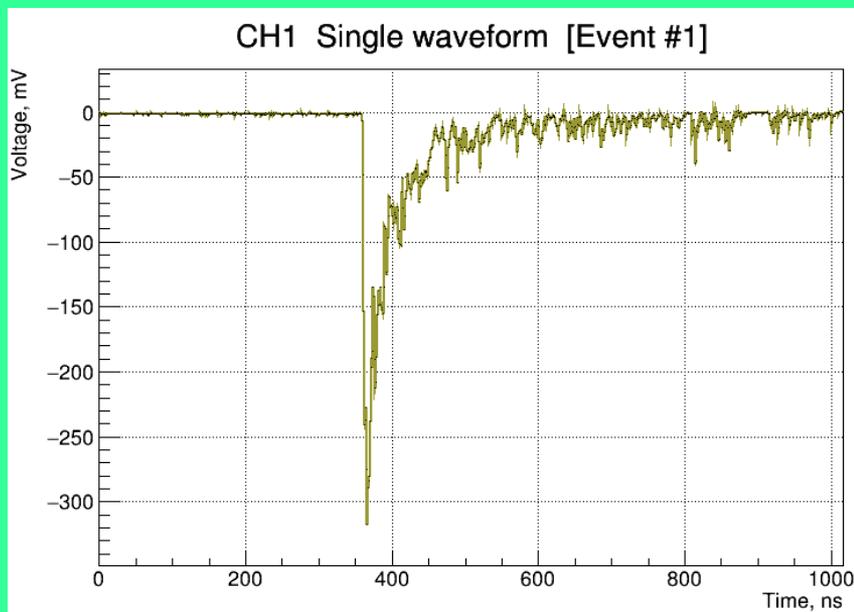
Образец оптически стыкуется с ФЭУ (Hamamatsu R1355 @ 1900 В)  
ФЭУ калиброван с точностью  $\pm 5\%$  (мВ/фотон)

Выходной импульс анализируется модулем АЦП на основе микросхемы DRS4 (Radec, PSI)  
Передача данных по USB

Частота дискретизации АЦП - до 6 GS/s (использовалась 1 GS/s), триггер по цифровому дискриминатору,  
окно импульса — 1024 нс



Пишется для каждого импульса:  
полная форма



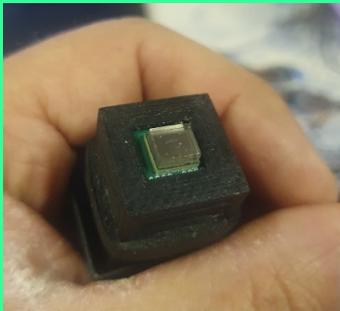
# Измерение характеристик с использованием SiPM

Образец оптически стыкуется с SiPM (Hamamatsu S13360-6050VE, 6x6 mm, 14336 pix)  
(модуль с интегрированным источником смещения до 65В, усилителем-формирователем и прецизионным термометром)

Выходной импульс анализируется многоканальным спектрометром на базе АЦП AD9226 (65 МГц, 12 бит) под управлением ПЛИС GW1NR-9 (Китай)

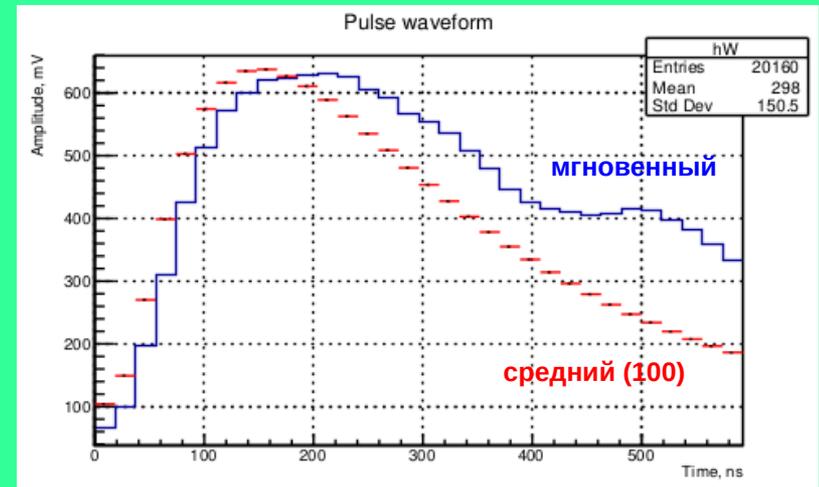
Передача данных по Ethernet (100Mbit/s)

АЦП непрерывно тактируется 50 МГц, триггер по цифровому дискриминатору, окно импульса — 640ns (32 отсчета, два до триггера, 30 после).



Пишется для каждого импульса:

- пик (мВ)
- интеграл (мВ\*нс)



# Литиевое сцинтилляционное стекло

## Исследованные образцы

GS20 (Scintacor/StGobain) :

GS20A толщ. 1.05 мм, вес 97 мг

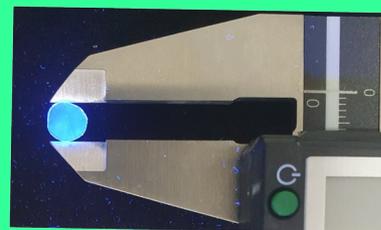


GS20C толщ. 1.05 мм, вес 37 мг



К-серия (МФТИ) :

К734D толщ. 0.95 мм, вес 73 мг

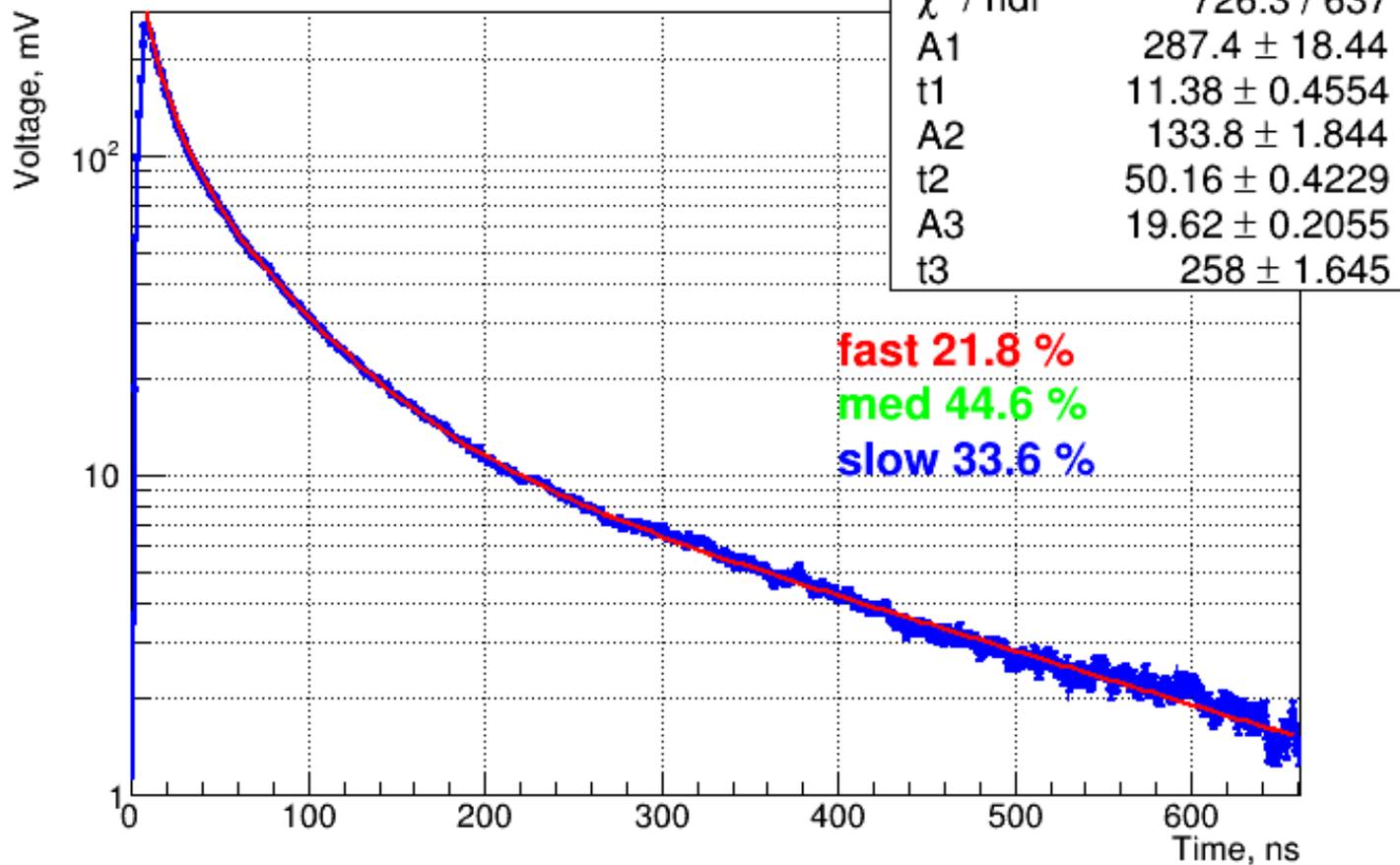


К734G толщ. 0.95 мм, вес 20 мг



Сцинтилляция от источника  $^{241}\text{Am/Rh}$  (4.5 МэВ  $\alpha$ )  
образец K734D  
Фотодетектор : ФЭУ Hamamatsu R1355 @ 1900V

K734D Alpha-response averaged waveform [1754 events]

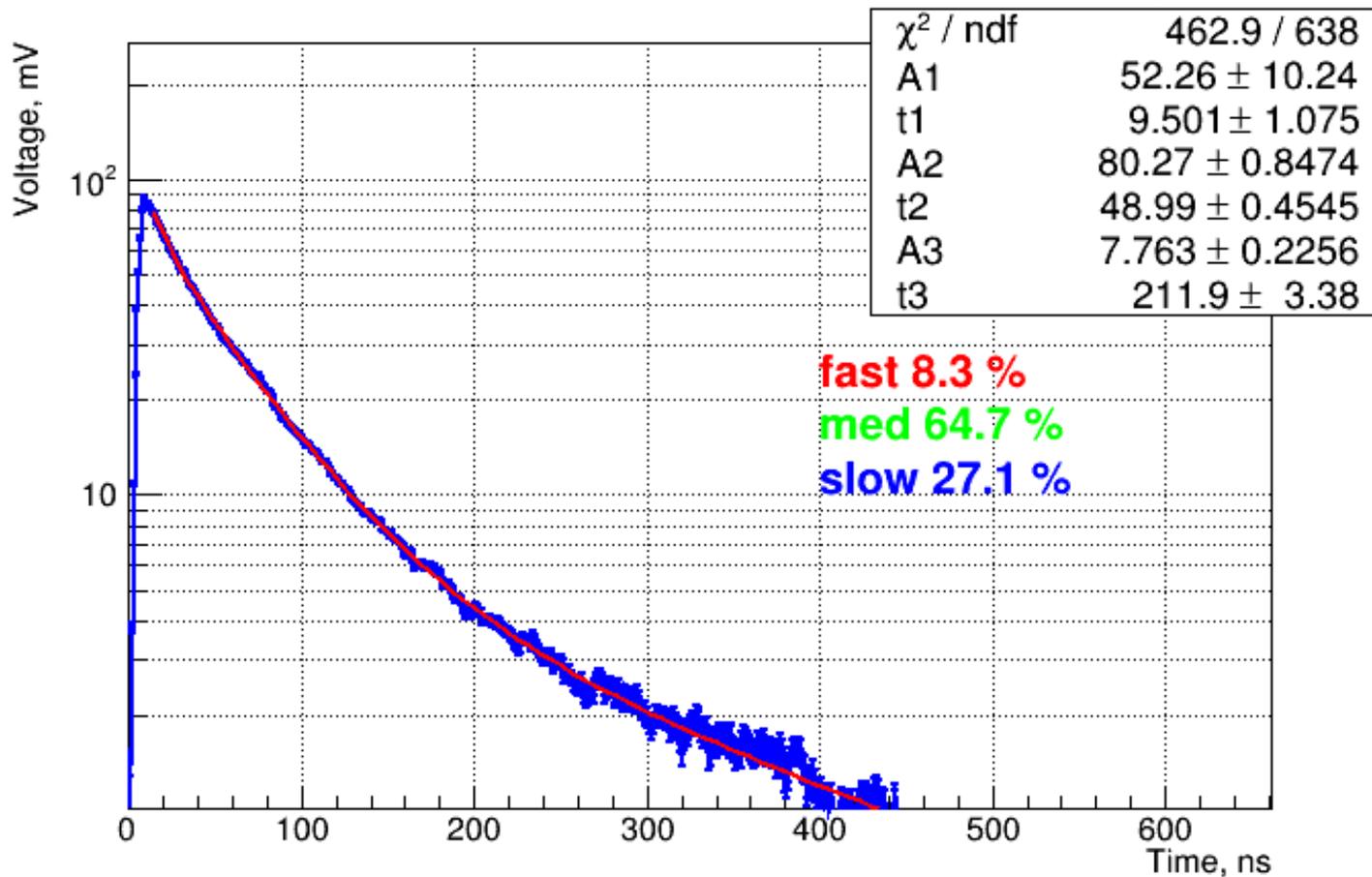


21.8% инт. 11.4 нс  
44.6% инт. 50.2 нс  
33.6% инт. 258 нс

700±35 фотон/МэВ

Сцинтилляция от источника  $^{137}\text{Cs}$  (0.662 МэВ  $\gamma$ )  
образец K734D  
Фотодетектор : ФЭУ Hamamatsu R1355 @ 1900V

K734D Gamma-response averaged waveform [1754 events]



8.3% инт. 9.5 нс

64.7% инт. 49.0 нс

27.0% инт. 212 нс

# Измерения на ЭИС Нейтрон ИФВЭ

## Геометрия и характеристики нейтронного источника

Канал быстрого вывода ускорителя У-70

Протоны  $E_{\text{кин}} = 50\text{-}60$  ГэВ на вольфрамовую мишень,

Цикл ускорителя  $\sim 8.8\text{с}$ , 1-3 сгустка за цикл,  $\sim 10^{11}$  протонов в сгустке, длительность сгустка несколько нс, от 0.7 до 3 мкс между сгустками.

Замедлитель — полиэтилен

Детектор — 15.2 метра от мишени по горизонтали, выше оси нейтронного пучка на 4.76 м

Время-пролетная база — 16 м.

Задержка прилета тепловых нейтронов 1-10 мс

В точке детектора ожидается  $\sim 100\text{-}300$  н/см<sup>2</sup> за сброс

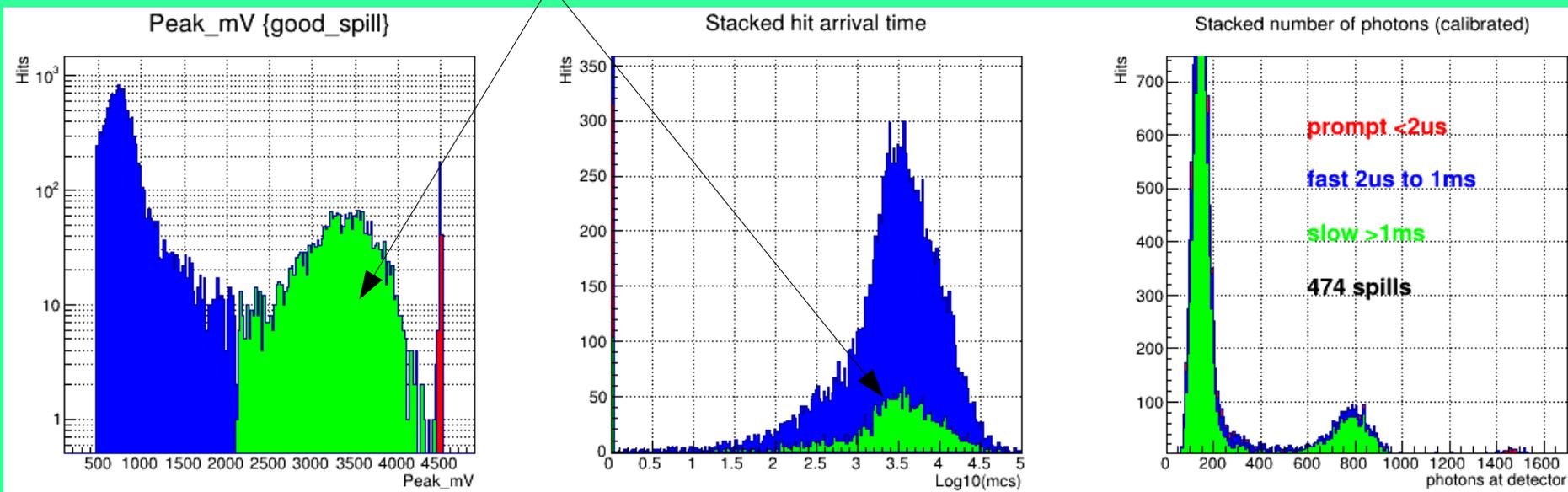


# Измерения на ЭИС Нейтрон Образец K734D (SiPM с калибровкой по опорному световому источнику)



- с оптическим аттенюатором (пленка)  
→ коэффициент ослабления  $2.8 \pm 0.2$
- верхняя поверхность в оптическом контакте с тефлоновым отражателем

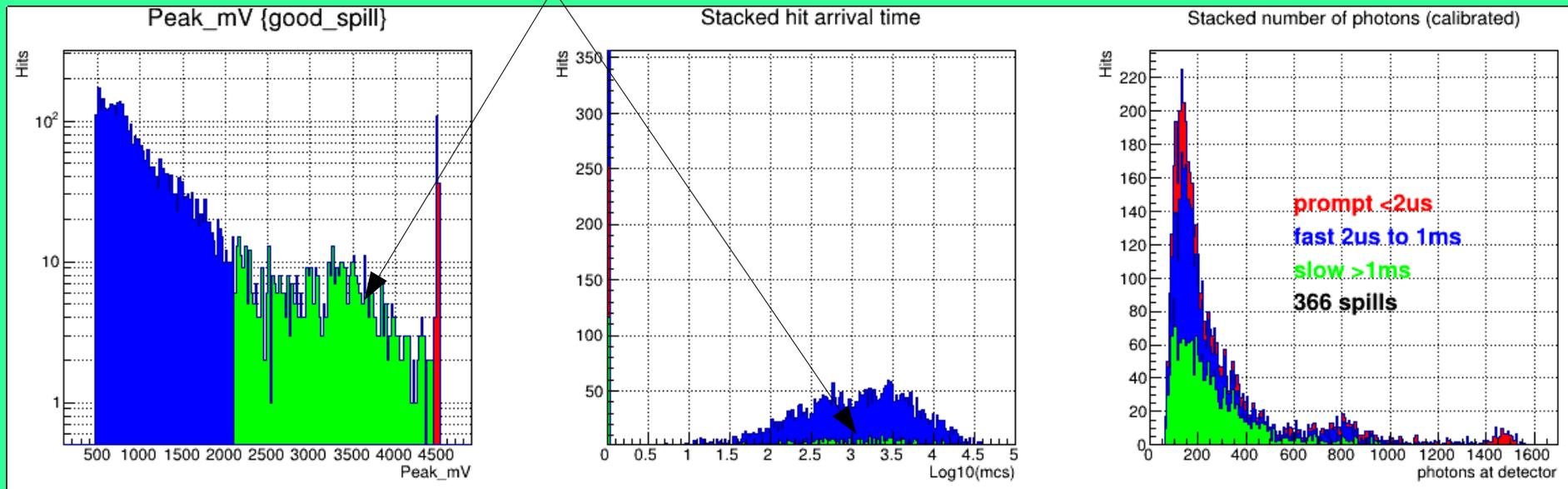
Медленные  
нейтроны



# Измерения на ЭИС Нейтрон Образец K734D в кадмиевом экране

- с оптическим аттенюатором (пленка)  
→ коэффициент ослабления  $2.8 \pm 0.2$
- верхняя поверхность в оптическом контакте с тефлоновым отражателем

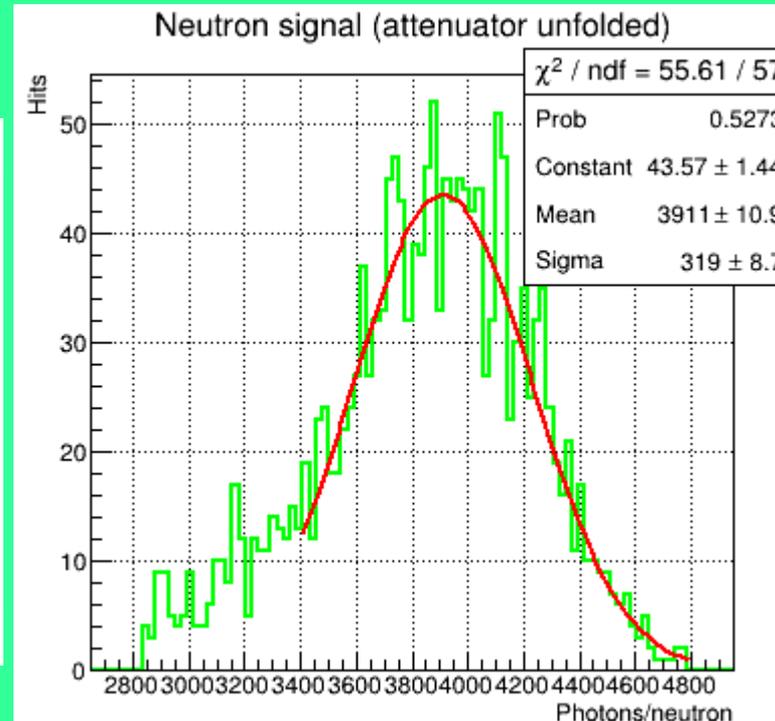
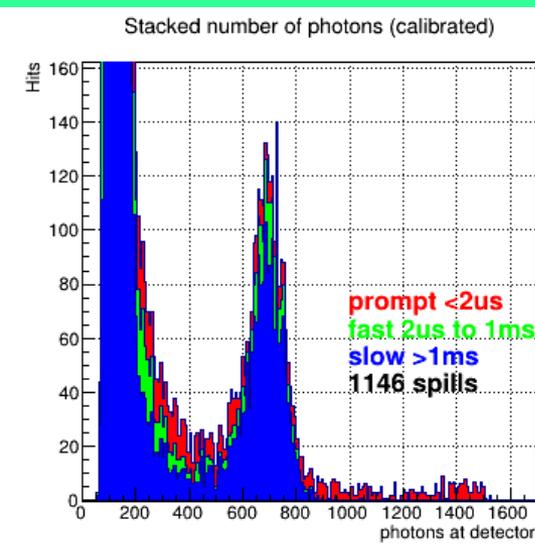
Медленные  
нейтроны



Кадмиевый экран (толщина 1.0 мм) существенно поглощает тепловые нейтроны.

# Измерения на ЭИС Нейтрон Образец K734G

- с оптическим аттенюатором (пленка)
  - коэффициент ослабления  $2.8 \pm 0.2$  ← доминирующая погрешность
- верхняя поверхность в оптическом контакте с черным светопоглотителем
  - полный световыход в 2 раза больше, чем измеряемый



СВЕТОВЫХОД:

**$3900 \pm 280$  фотонов/нейтрон**

**соответствует  $\sim 5.6$  МэВ  $\alpha$**

Разрешение на полувысоте:

$19.2\% = 6.5\% \oplus 18.1\%$   
СТОХ. ПОСТ.

# Тест на ЭИС Нейтрон

## Образец K734D и стандарт GS20C — оценка эффективности регистрации нейтронов

Отношение по содержанию изотопа  ${}^6\text{Li}$  : 0.079 (GS20 - 95%, K734 — 7.5%)

Расчетное отношение эффективностей K734/GS20 **0.079**

Измеренное отношение эффективностей:

K734C/GS20C = **0.073**  $\pm$  20%

(доминирующая  
погрешность -  
стабильность  
интенсивности пучка)

K734G/GS20C = **0.068**  $\pm$  20%

1 мм GS20 по спецификации имеет эффективность 75% (<0.025 эВ)

Для K734 пересчет дает ~**5.3%**

## Выводы

Разработана масштабируемая лабораторная методика изготовления литиевого сцинтилляционного стекла на натуральной смеси изотопов лития, со световыходом **3900±280** фотонов/нейтрон и разрешением нейтронного пика **18%** на полувысоте;

Эффективность регистрации тепловых нейтронов - **5.3%** для толщины 1.05 мм - соответствует паспортной эффективности стекла GS20 пересчитанной по степени обогащения  ${}^6\text{Li}$ .

## Дальнейшие планы

Изготовить стекло обогащенное по  ${}^6\text{Li}$  и  ${}^7\text{Li}$ , измерить характеристики;

Охарактеризовать нейтронный поток в точке расположения детектора одним из стандартных методов (например, калиброванным детектором  ${}^3\text{He}$  в счетном режиме)

Измерить абсолютную эффективность обнаружения тепловых и быстрых нейтронов в широком спектре энергий, доступном на ЭИС Нейтрон;

**Автор выражает благодарность за  
предоставленную возможность проведения  
данной работы и неоценимую помощь в  
проведении измерений:**

НИЦ КИ ИФВЭ / МФТИ

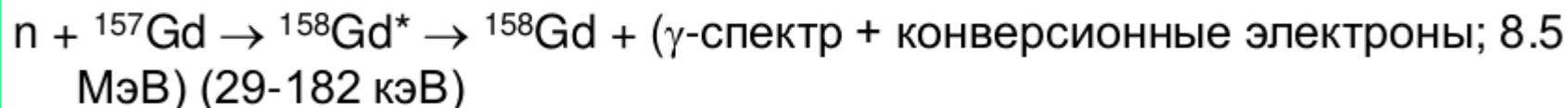
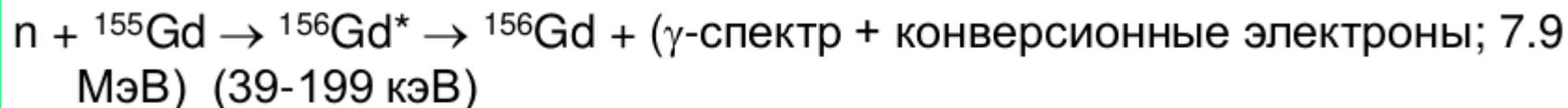
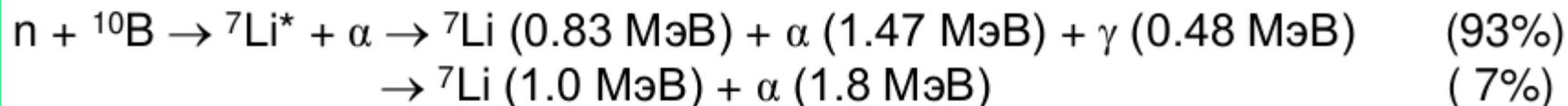
Зайцеву А.М.  
Илюкину В.Л.  
Харлову Ю.В.  
Клещову А.М.  
Рыкалину В.И.  
Горину А.М.  
Денисову А.Г.  
Яновичу А.А.  
Дурум А.А.  
Уханову М.Н.  
Сухареву М.М.  
Купцову С.И.

ОИЯИ

Ольшевскому А.Г.  
Анфимову Н.В.  
Селюнину А.С.  
Рыбникову А.В.  
Ладыгину Е.А.  
Пономаренко Н.М.

При поддержке гранта в рамках программы  
Приоритет-2030

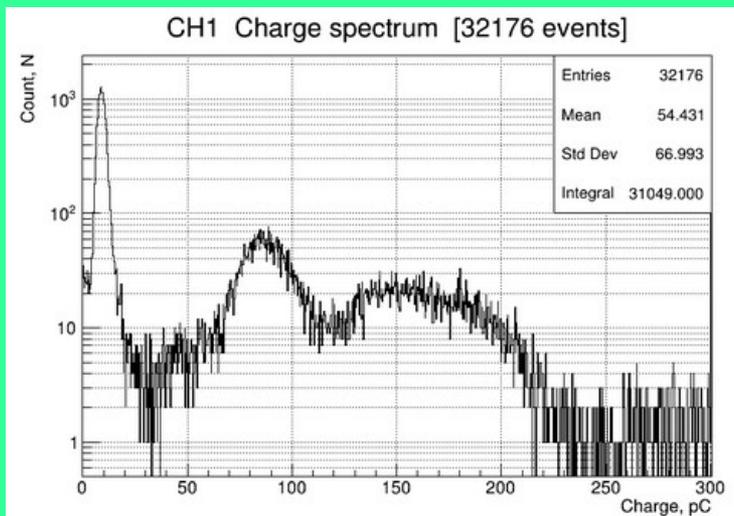
## Детекторы тепловых нейтронов - процессы



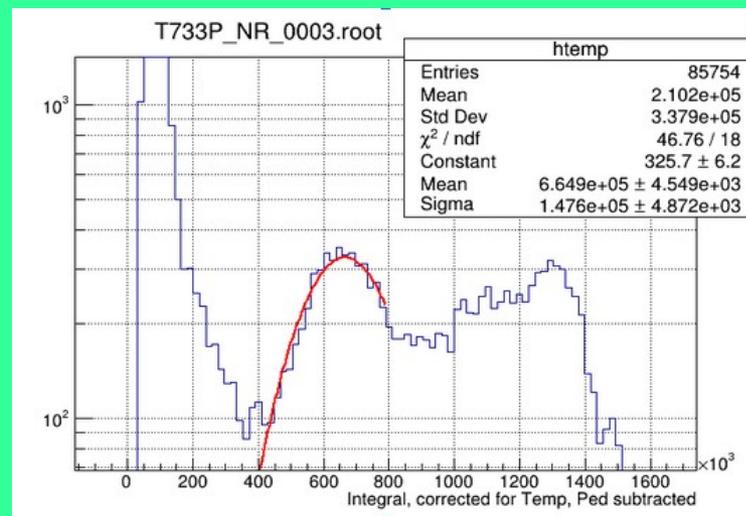
Изотоп	Агрегатное состояние	Сечение реакции, барн(1.8Å)	Длина своб. пробега n (λn)	Продукты реакции и их энергии (кэВ)		Приблизительный пробег частиц
<sup>3</sup> He	газ	5330	70 мм.атм.	p: 573	T:191	3.8 мм.атм. C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>
<sup>6</sup> Li	тв.	940	230 мкм	T: 2750	α: 2055	130 мкм
<sup>10</sup> B	тв.	3840	20 мкм	α: 1472	<sup>7</sup> Li: 830	3 мкм
<sup>10</sup> BF <sub>3</sub>	газ	3840	97 мм.атм.	α: 1472	<sup>7</sup> Li: 830	4.2 мм.атм.
<sup>155</sup> Gd	тв.	49000	6.7 мкм	Конв. электроны: 39-199		12 мкм
<sup>157</sup> Gd	тв.	254000	1.3 мкм	Конв. электроны: 29-182		12 мкм

# Калибровка SiPM по опорному источнику

1. Изготовлен образец стекла с примесью тория и его ДПР (T733P);
2. Измерен его спектр на калиброванном ФЭУ Hamamatsu R1355 ( $0.63 \pm 5\%$  pC/p.e.);
3. Вычислена средняя QE фотокатода ФЭУ по спектру излучения стекла (25.7%);
4. Вычислен световыход в фотонах на импульс для главного пика;
5. Получен аналогичный спектр на SiPM, вычислен коэффициент пересчета.



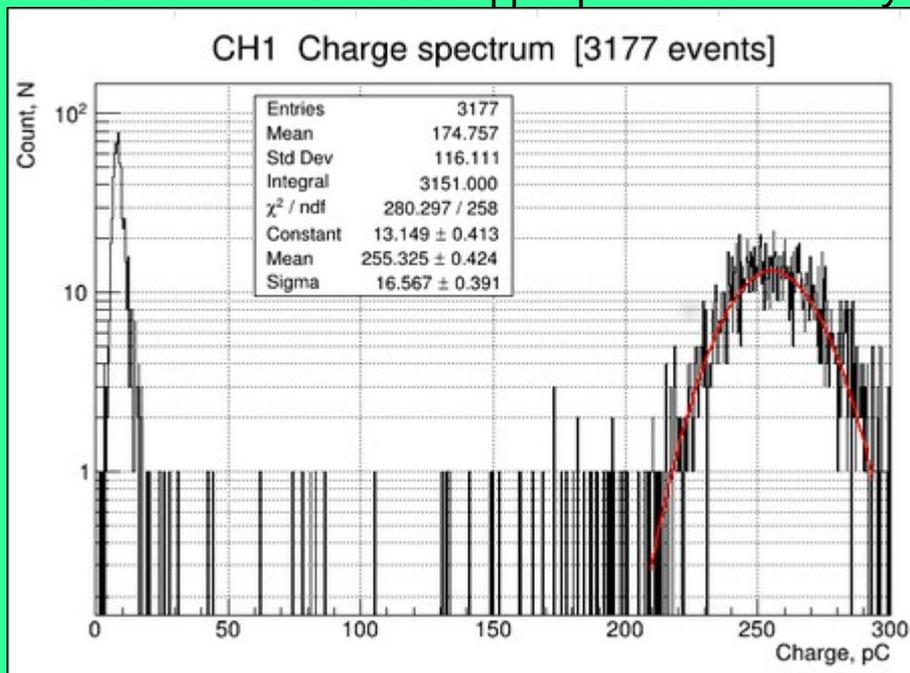
ФЭУ R1355



SiPM S13360-6050VE

# Измерение абсолютного световыхода на $^{241}\text{Am}$

1. Источник ( $^{241}\text{Am}$  с родиевым покрытием, ср. энергия  $\alpha$ -частиц 4.5 МэВ);
2. Измерен спектр образца стекла на калиброванном ФЭУ Намамата R1355 ( $0.63 \pm 5\%$  pC/p.e., светосбор в  $2\pi$  стерадиан);
3. Вычислена средняя QE фотокатода ФЭУ по спектру излучения стекла (25.7%);
4. Вычислен световыход в фотонах на импульс для пика (с фактором  $2\pi \rightarrow 4\pi$ );



255 pC  $\rightarrow$

405 p.e.  $\rightarrow$

3150 фотонов в  $4\pi$   $\rightarrow$

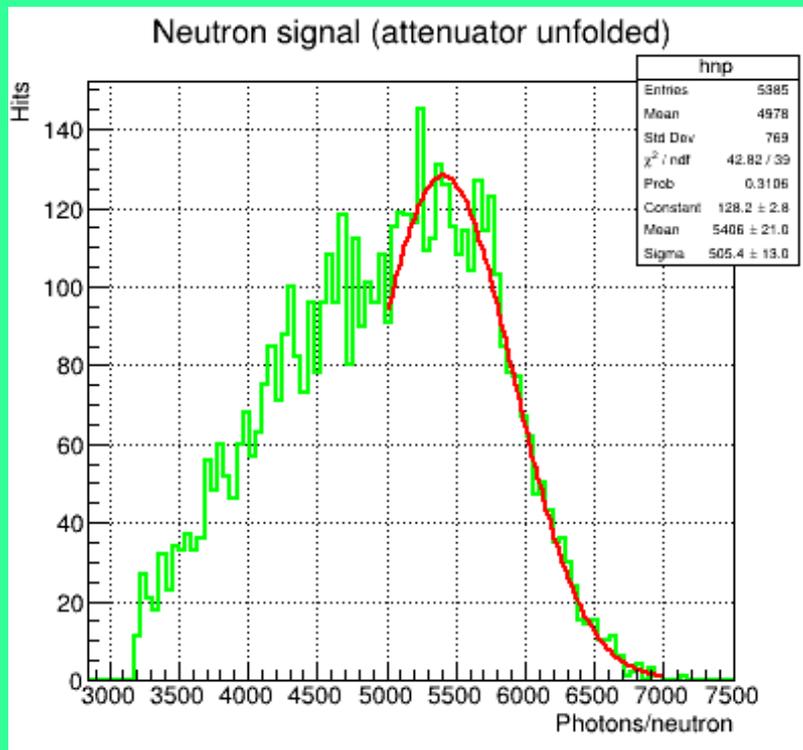
700 фотонов / МэВ

Доминирующая погрешность 5%  
- калибровка ФЭУ

ФЭУ R1355

# Измерения на ЭИС Нейтрон Образцы GS20

GS20A



СВЕТОВЫХОД:

**5400 $\pm$ 380 фотонов/нейтрон**

# Характеристики SiPM S13660-6050VE

## Structure

Parameter	Symbol	S13360			Unit
		-2050VE	-3050VE	-6050VE	
Effective photosensitive area	-	2 × 2	3 × 3	6 × 6	mm
Pixel pitch	-	50			μm
Number of pixels	-	1584	3584	14336	-
Fill factor	-	74			%
Package	-	Surface mount type			-
Window	-	Epoxy resin			-
Refractive index of window material	-	1.55			-

## Electrical and optical characteristics (Ta=25 °C, Vover=3 V, unless otherwise noted)

Parameter	Symbol	S13360			Unit
		-2050VE	-3050VE	-6050VE	
Spectral response range	λ	320 to 900			nm
Peak sensitivity wavelength	λp	450			nm
Photon detection efficiency (λ=λp) <sup>*3</sup>	PDE	40			%
Dark count <sup>*4</sup>	Typ.	0.3	0.5	2	Mcps
	Max.	0.9	1.5	6	
Terminal capacitance	Ct	140	320	1300	pF
Gain	M	1.7 × 10 <sup>6</sup>			-
Breakdown voltage <sup>*5</sup>	VBR	53 ± 5			V
Recommended operating voltage	Vop	VBR + 3			V
Temperature coefficient of recommended operating voltage	ΔTVop	54			mV/°C

\*3: Photon detection efficiency does not include crosstalk or afterpulses.

\*4: Threshold=0.5 p.e.

\*5: If you have any requests of breakdown voltage selection, please feel free to contact us.

Note: The above characteristics were measured at the operating voltage that yields the listed gain.

(See the data attached to each product.)

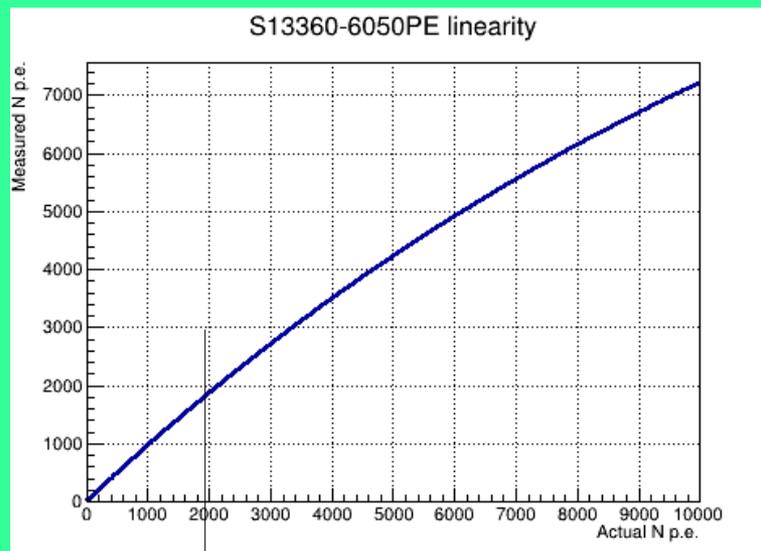
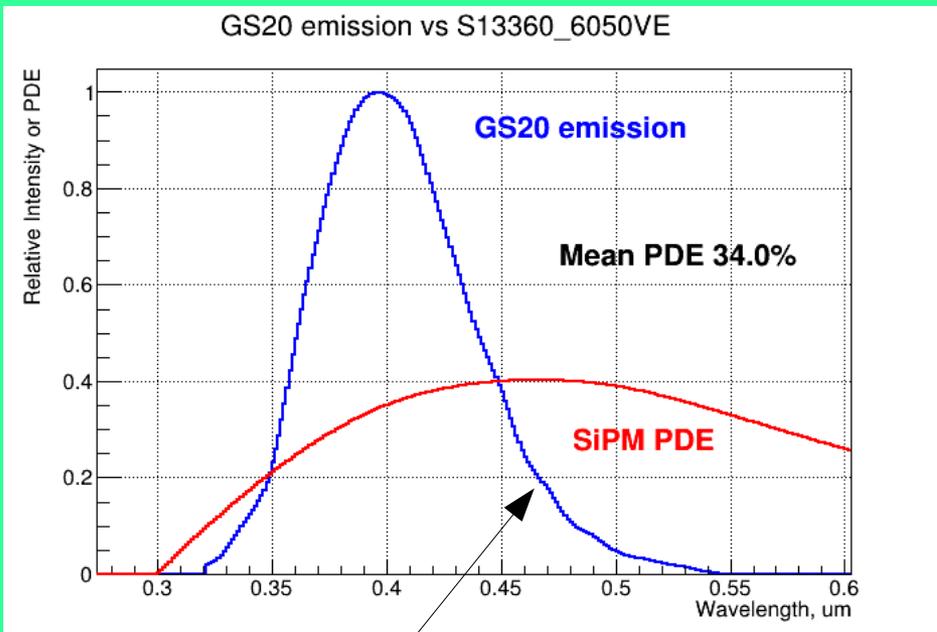
# Характеристики SiPM S13660-6050VE нелинейность

Среднее по спектру излучения

PDE ~ 34%

$N_{\text{pix}}=14336$

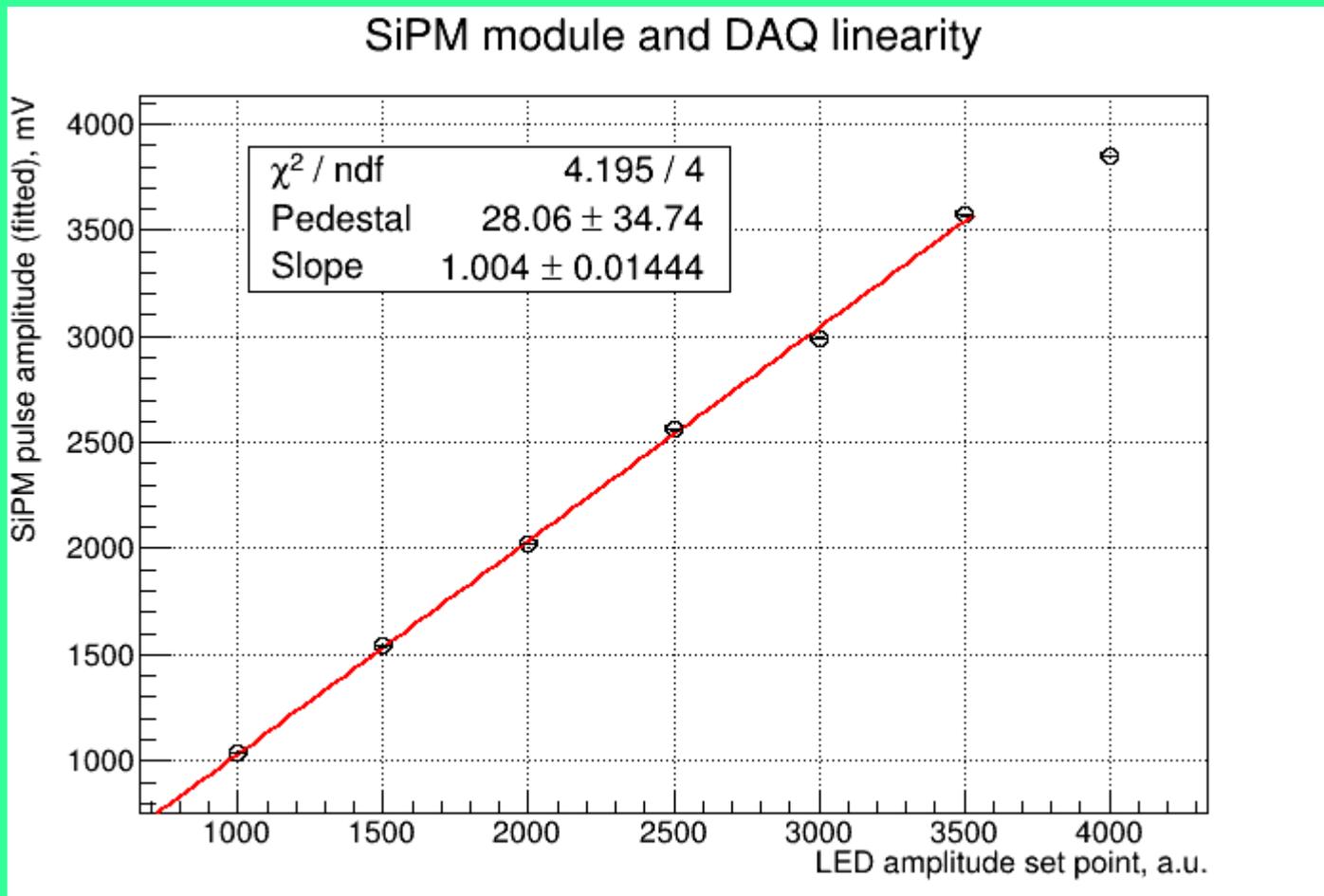
$$N_{\text{meas p.e.}} = N_{\text{pix}} * (1 - e^{-(N_{\text{ph}} / N_{\text{pix}})})$$



Спектр радиолюминесценции стекла

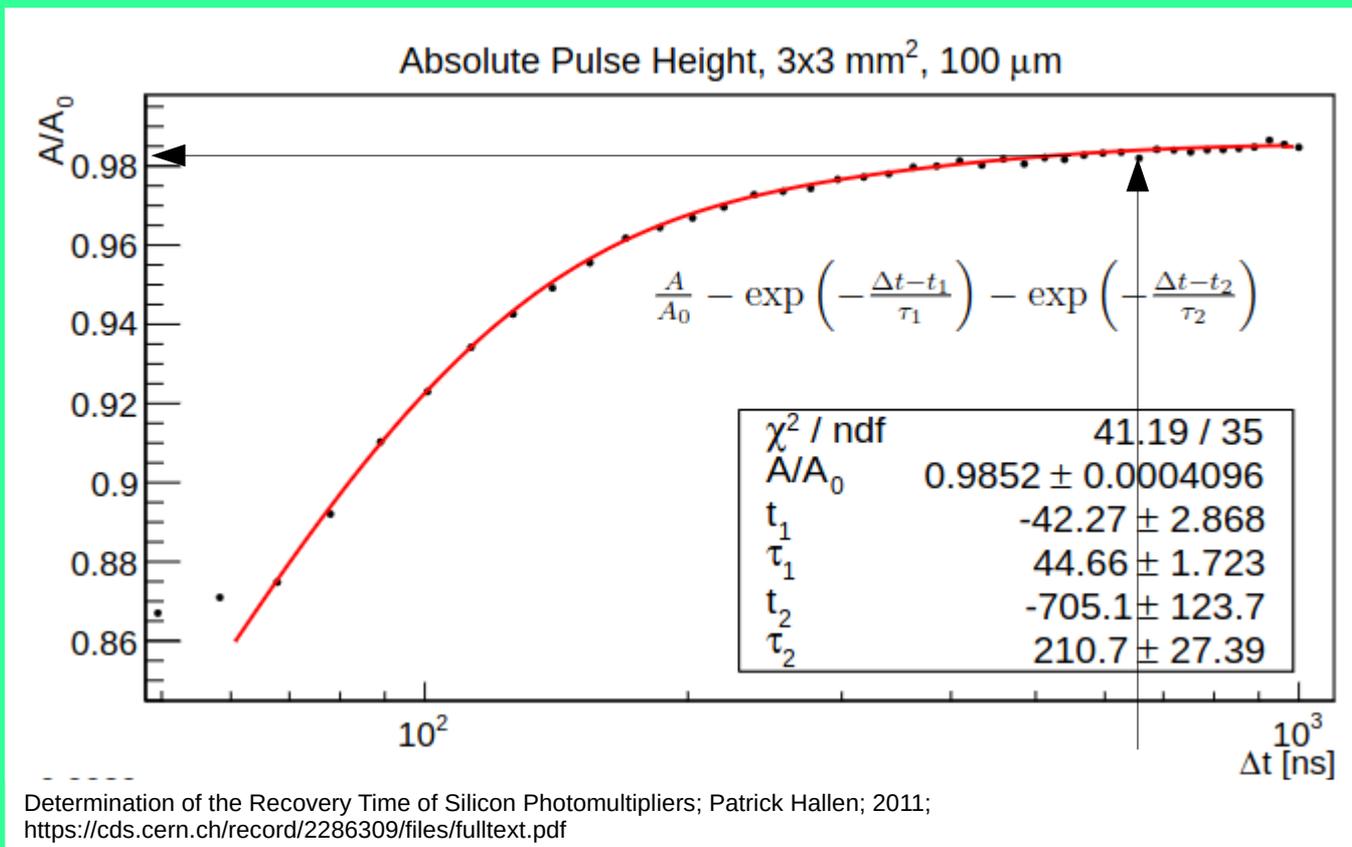
# Характеристики SiPM S13660-6050VE

## Нелинейность модуля и DAQ



# Характеристики SiPM S13660-6050VE

## Время восстановления



За длительность окна дигитайзера 640 нс потеря амплитуды сигнала < 2%