**БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ**

УДК 621.385.831:(621.794.61:546.621)

ЕМЕЛЬЯНЧИК

ИГОРЬ ФЁДОРОВИЧ

**ДЕТЕКТОРЫ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ**

**НА ОСНОВЕ СИНТЕТИЧЕСКИХ КРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА**

**И ПОРИСТОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ**

**ДЛЯ ЭКСПЕРИМЕНТОВ НА КОЛЛАЙДЕРАХ**

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

по специальности

**01.04.01 – приборы и методы экспериментальной физики**

Минск 2016

|  |  |
| --- | --- |
| Работа выполнена в | НИУ «Национальный научно‑учебный центр физики частиц и высоких энергий» Белорусского государственного университета. |

**Научный руководитель –** **Батурицкий Михаил Антонович,**

кандидат технических наук, доцент,

ведущий научный сотрудник лаборатории физики частиц НИУ «Институт ядерных проблем» Белорусского государственного университета.

**Официальные оппоненты:** **Калинов Владимир Сергеевич,**

доктор физико-математических наук,

заведующий Центром фотоники атомных и молекулярных структур ГНУ «Институт физики им. Б.И. Степанова НАН Беларуси»;

**Короткевич Александр Васильевич,**

кандидат технических наук, доцент,

декан факультета радиотехники и электроники УО «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники».

**Оппонирующая организация –** ГНУ «Объединенный институт энергетических и ядерных исследований - СОСНЫ» НАН Беларуси.

Защита состоится ***17 июня*** 2016 г. в ***10.00*** часов на заседании совета по защите диссертаций Д 02.01.10 при Белорусском государственном университете по адресу: 220030, г. Минск, ул. Ленинградская, 8 (корпус юридического факультета), ауд. 407.

Телефон ученого секретаря – (017) 209-57-09.

С диссертацией можно ознакомиться в Фундаментальной библиотеке Белорусского государственного университета.

Автореферат разослан *«13» мая* 2016 г.

Ученый секретарь

совета по защите диссертаций

кандидат технических наук А.Ф. Романов

**ВВЕДЕНИЕ**

В планируемых проектах по физике высоких энергий необходимы детекторы, способные работать при радиационных нагрузках до 10 МГр/год. Алмазные детекторы обеспечивают максимально возможную на сегодняшний день радиационную стойкость.

Возможность применения алмаза в качестве детектора ионизирующих излучений была продемонстрирована в 40-х годах прошлого века. Однако дороговизна и отсутствие повторяемости характеристик природных алмазов тормозили развитие алмазных детекторов.

В 50-х годах были разработаны технологии промышленного синтеза алмазов при высоком давлении и температуре. Но из-за использования громоздких многотонных прессов синтез алмазов был дорогим и малоэффективным.

Практически одновременно был разработан процесс выращивания поликристаллических алмазов методом осаждения из газовой фазы (CVD). Синтез идёт при атмосферном давлении, оборудование несложное. Однако качество алмаза невысокое, применим он, в основном, для теплопроводов и УФ окон.

В 80-х годах в СССР была разработана БАРС-технология синтеза алмазов (БАРС – Беспрессовый Аппарат типа Разрезная Сфера). Громоздких прессов здесь нет. Алмаз синтезируется монокристаллический. На РУП «Адамас БГУ» реализована эта технология.

В начале 21-го века была разработана технология CVD-моно. Осаждение из газовой фазы на подложку из монокристаллического алмаза. Алмаз получается хороший, детекторно-пригодный, но очень дорогой.

Пластина 5×5 мм2 CVD-моно стоит $5000, такая же пластина из БАРС-алмаза (которому посвящена данная диссертация) – $100.

Разработка радиационно стойких алмазных детекторов для экспериментальной физики частиц ведется во многих научных центрах. Возможность применения алмазных детекторов в ядерной энергетике и для промышленной переработки радиоактивных отходов также активно исследуется. В области радиотерапии онкологических заболеваний интерес к алмазным детекторам обусловлен необходимостью точной доставки облучения к опухоли, не повреждая окружающую здоровую ткань. В области космических исследований алмазные детекторы также гораздо предпочтительнее применяемых в настоящее время кремниевых ввиду большей радиационной стойкости, способности работать при высоких температурах, значительно меньшего тока утечки и отсутствия необходимости искусственного охлаждения.

Детекторы (калориметры), расположенные под большими углами к пучку, работают в менее жесткой радиационной обстановке, но имеют гораздо большие размеры.

Традиционно применяемый в адронных калориметрах пластиковый сцинтиллятор мутнеет со временем от радиации, и к тому же требует применения фотоприёмников. Поскольку использование ФЭУ в сильных магнитных полях невозможно, это представляет серьезную проблему. Альтернативой могли бы служить микроканальные пластины (МКП). Они устойчивы к магнитным полям, фотоприёмники им не нужны. Однако в физике высоких энергий традиционные МКП применения не нашли из-за невозможности изготовить пластину достаточно большой площади.

Существующая технология изготовления МКП представляет собой индивидуальное вытягивание свинцово-стеклянных волокон с последующим их спеканием в блоки и нарезанием на пластины.

Попытки создания альтернативных технологий изготовления МКП активно ведутся во всем мире в течение последних 20 лет. Предлагаются различные варианты микроканальных структур из стекла, керамики и других материалов, а также методы формирования проводящих слоев с хорошими эмиссионными свойствами на стенках каналов. Однако, несмотря на обилие публикаций, новая технология производства МКП, способная заменить традиционную, до сих пор не создана.

Микроканальная наноразмерная алюмооксидная структура образуется на поверхности алюминиевой пластины в процессе электрохимического окисления, ее размер ограничивается только размерами ванны с электролитом, и может достигать десятков м2.

Основное преимущество анодного оксида алюминия перед свинцовым стеклом — возможность формирования микроканальной структуры в едином процессе (вместо индивидуального вытягивания волокон с последующим спеканием).

Алюмооксидные МКП могли бы найти применение не только в физике высоких энергий, но стать также дешевой альтернативой традиционным свинцово-стеклянным МКП в усилителях яркости, приборах ночного видения, навигационном оборудовании.

**ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ**

**Связь работы с научными программами, темами**

Работа проводилась в рамках следующих межвузовских и государственных программ:

1. межвузовская программа "Новые методы и средства исследования фундаментальных свойств микрообъектов материи", тема “Разработка и создание нового типа калориметрических детекторов для работы в условиях мощного и длительного радиационного облучения”, 1996 – 2000 гг.,
2. государственная программа «Физика взаимодействий», тема «Разработка нового типа микроканального умножителя — базового элемента высокочувствительных детекторов для ядерных измерений», 2001 – 2005 гг.,
3. государственная программа «Поля и частицы», тема «Разработка, создание и исследование сверхстойких к радиации детекторов частиц широкого назначения на основе новых материалов», 2006 – 2010 гг.,

а также контрактов с Объединенным институтом ядерных исследований (г. Дубна, Российская Федерация):

1. № 08626319/96643-74 от 05.04.96 «Исследование возможности создания микроканальных умножителей для регистрации заряженных частиц детектора CMS на основе анодного оксида алюминия»,
2. № 200/426 08626319/991057-74 от 12.04.99 «Исследование возможности создания электронных микроканальных умножителей для регистрации заряженных частиц и мягких γ-квантов на основе анодного оксида алюминия»,
3. № 08626319/200/475 от 09.06.2000 «Изучение возможности нанесения оксидных пленок на стенки микроканальных пластин из анодного оксида алюминия с целью использования их в качестве электронных умножителей»,
4. № 08626319/031564-74 от 20.11.2003 «Подавление эффекта спонтанной эмиссии в микроканальных пластинах (МКП) из анодного оксида»,
5. №08626319/041659-74от 28.12.2004 «Разработка прототипа детектора ионизирующего излучения с повышенной эффективностью сбора заряда на основе синтетических монокристаллов алмаза»,
6. № 08626319/061736-74 от 20.01.2006 , «Разработка и исследование алмазных детекторов заряженных частиц для коллайдеров следующих поколений»,
7. № 08626319/071841-74 от 19.01.2007, «Разработка и сравнительное исследование детекторов на основе монокристаллического и CVD-алмаза для передней калориметрии международного линейного коллайдера»,
8. № 08626319/081918-74 от 11.01.2008г., «Исследование влияния каталитической среды синтеза монокристаллического алмаза и режимов его последующей термобарической обработки на основные параметры качества алмазного детектора»,
9. № 08626319/081998-74 от 25.12.2008, «Разработка методов отбора кристаллов синтетического алмаза, пригодных для изготовления детекторов заряженных частиц, на основе анализа спектров фотолюминесценции и фотопроводимости»,
10. № 08626319/092091-74 от 24.12.2009, «Исследование зависимости содержания примеси металла-катализатора в алмазной решетке от скорости роста кристалла, и ее влияния на детекторные свойства алмаза».

Работа велась также в рамках Соглашения о сотрудничестве между НЦ ФЧВЭ БГУ и DESY (Немецкий электронный синхротрон, Германия), и в рамках договора о научно-техническом сотрудничестве с Республиканским унитарным предприятием «Адамас БГУ».

Цель и задачи исследования

Целью диссертационной работы является разработка детекторов заряженных частиц на основе искусственных монокристаллов алмаза, синтезированных на РУП «Адамас БГУ», и микроканальных пластин из анодного оксида алюминия.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. Разработать метод отбора кристаллов синтетического алмаза, пригодных для детектирования заряженных частиц.
2. Разработать процедуру металлизации алмазных пластин, обеспечивающую хорошую адгезию и омический контакт.
3. Разработать и изготовить экспериментальные образцы алмазного детектора заряженных частиц.
4. Разработать и изготовить стенд для измерения эффективной длины сбора заряда алмазного детектора.
5. Измерить эффективную длину сбора заряда экспериментальных образцов.
6. Разработать методику электрохимического выращивания микроканальных алюмооксидных наноструктур.
7. Разработать процедуру нанесения проводящего и вторично-эмиссионного покрытия на стенки микроканалов.
8. Изготовить экспериментальный образец алюмооксидной МКП.

Объектом исследования являются монокристаллические алмазы, синтезированные на РУП «Адамас БГУ», и анодный оксид алюминия. Предметом исследования являются свойства детекторных материалов (синтетического монокристаллического алмаза и анодного оксида алюминия): 1) эффективная длина сбора заряда, время жизни свободных носителей заряда, 2) связь между оптическими свойствами кристалла алмаза и его детекторной пригодностью, 3) коэффициент вторичной электронной эмиссии и проводимость анодного оксида алюминия либо материалов покрытия стенок каналов (в случае необходимости модификации их свойств).

Научная новизна

1. Предложена процедура термобарической обработки, повышающая эффективную длину сбора заряда детектора на основе алмаза производства РУП «Адамас БГУ».
2. Изготовлен детектор на основе монокристаллического синтетического алмаза производства РУП «Адамас БГУ» с эффективной длиной сбора заряда 187 ± 42 мкм.
3. Показано, что с помощью геттерных присадок в шихту можно значительно снизить содержание азота в кристаллической решётке алмазов, синтезируемых на РУП «Адамас БГУ».
4. Разработана лабораторная технология изготовления наноструктур МКП на основе анодного оксида алюминия.
5. Предложена процедура нанесения проводящего и вторично-эмиссионного покрытия на стенки микроканалов из металлоорганических растворов.
6. Предложена процедура нанесения проводящего и вторично-эмиссионного покрытия на стенки микроканалов путём плазменного напыления.
7. Изготовлен экспериментальный образец МКП из анодного оксида алюминия.

Положения диссертации, выносимые на защиту

1. Монокристаллические алмазы, синтезированные на РУП «Адамас БГУ», позволяют создавать детекторы заряженных частиц с эффективной длиной сбора заряда до 187 ± 42 мкм, обеспечивающей их эффективное применение на современных коллайдерах.
2. Отбор кристаллов по спектрам поглощения и термобарическая обработка позволяют увеличить эффективную длину сбора заряда алмазного детектора от 40 мкм до 187 мкм.
3. Метод изготовления микроканальных пластин на основе анодного оксида алюминия, упрощающий и удешевляющий изготовление МКП с увеличением их эффективной площади до нескольких квадратных сантиметров, недостижимой при традиционных технологиях.
4. Методика нанесения покрытий на стенки глубоких узких каналов с помощью растворов металллоорганических соединений и путём плазменного напыления, позволяющая придать каналам проводящие и вторично-эмиссионные свойства, и обеспечить их эффективное функционирование в качестве электронного умножителя в условиях повышенной радиационной загрузки.

Личный вклад соискателя

Экспериментальные исследования зависимости качества алмазного детектора от оптических свойств алмаза и предварительной его термобарической обработки, а также разработка метода формирования покрытий в глубоких узких каналах алюмооксидной МКП с помощью металло-органических растворов и исследование характеристик образцов алюмооксидных МКП были выполнены лично соискателем. Диссертационная работа была выполнена под руководством кандидата технических наук доцента Батурицкого Михаила Антоновича, сформулировавшего цель и задачи исследований, принимавшего участие в обсуждении результатов. Соавторы работы К.Г.Афанасьев и А.В.Игнатенко принимали участие в измерении эффективной длины сбора заряда и модернизации измерительного стенда. Соавтор работы В.В.Шевцов измерял оптические спектры при отборе алмазов. Соавторы работы К.А.Делендик и О.Г.Войтик изготовили алюмооксидные матрицы для МКП. А.Н.Говядинов, А.С.Курилин, В.Н.Кухновец, А.В.Литомин, В.В.Гилевский, Г.И.Гусаков, В.С.Румянцев, Г.А.Сидоренко принимали участие в обсуждении результатов.

Апробация результатов диссертации

и информация об использовании результатов

Основные результаты и отдельные положения работы докладывались на двух международных конференциях «Нелинейные явления в сложных системах» (Минск, «Сосны», 2005 г. и 2007 г.), на трех международных школах-семинарах «Актуальные проблемы физики микромира» (Гомель, 2005 г., 2007 г, 2009 г.), на международных конференциях «Передняя калориметрия международного линейного коллайдера» (Краков, Горно-металлургическая академия,2003 г., Прага, Чешский технический университет, 2004 г., Израиль, Тель-Авивский университет, 2005 г., Краков, Институт ядерной физикиим. Хенрика Ниводничаньского, 2006 г, Германия, Мюнхен, Институт им. Макса Планка, 2006 г, Сербия, Белградский университет, 2008 г., Германия, Цойтен, DESY, 2009 г.), на международной конференции по проволочным камерам (Австрия, Венский университет, 1998 г.), на международной конференции по новым детекторам частиц (Италия, Сиена, INFN, 2002 г.).

Результат диссертации используется в Объединенном институте ядерных исследований, РФ, и применён в установке ЭГ-5 для мониторирования пучка при тестировании радиационно стойких полупроводниковых детекторов (имеется акт о практическом применении).

Опубликованность результатов диссертации

Основные результаты диссертации опубликованы в 12 научных работах, из которых 7 – статьи в научных изданиях в соответствии с п. 18 Положения о присуждении ученых степеней и присвоении ученых званий в Республике Беларусь (общим объёмом 5.1 авторского листа), 5 – статьи в сборниках материалов конференций.

Структура и объём диссертации

Диссертация состоит из перечня условных обозначений, введения, общей характеристики работы, трех глав, заключения, библиографического списка. Полный объем диссертации составляет 106 страниц. Диссертация содержит 71 рисунок на 32 страницах и 2 таблицы на 1 странице. Библиографический список состоит из 82 наименований, включая собственные публикации автора.

**ОСНОВНая часть**

**В первой главе** проанализированы основные тенденции развития детекторной техники, отмечена возрастающая значимость радиационной стойкости.

Дан обзор физико-химических свойств алмаза, проанализирована применимость его в качестве детекторного материала.

Сделан вывод о перспективности алмазных детекторов для применения в качестве элементов детекторных установок, испытывающих максимальную радиационную нагрузку. Приведена литературная ссылка на успешные радиационные испытания алмазных детекторов при дозах вплоть до 10 МГр.

Обоснована необходимость сверхстойких к радиации детекторов в физике высоких энергий — нужно регистрировать полную картину взаимодействия, в том числе частицы и струи, вылетающие под малыми углами к оси пучков, где радиационные нагрузки особенно велики.

Показана возможность применения алмазных детекторов и за пределами физики высоких энергий — в ядерной энергетике, в ускорительной технике, в радиационной терапии, в космических исследованиях.

Дана краткая история развития алмазных детекторов, от 40-х годов прошлого века до наших дней.

Отмечен большой интерес к алмазным детекторам — они активно разрабатываются во многих мировых научных центрах.

Кратко описана CVD-технология (Chemical Vapor Deposition) — популярный метод изготовления алмазных детекторов. Отмечены её достоинства и недостатки. Упомянута возможность выращивания алмазных пластин диаметром до нескольких десятков сантиметров и толщиной до нескольких миллиметров при достаточно строгом контроле примесного состава пластин и их характеристик.

Обосновано преимущество монокристаллического алмаза над поликристаллическими CVD-пластинами – более равномерный отклик по площади, и, соответственно, возможность достижения лучшего энергетического разрешения.

Дано краткое описание бэлт- и БАРС-технологий синтеза монокристаллических алмазов, и преимущество последней. Бэлт-технология (появившаяся первой усилиями корпорации General Electric) основана на применении громоздких прессов, в то время как БАРС-технология (разработка СССР) используект реакторы размером с футбольный мяч.

Отмечен большой потенциал алмазных детекторов в исследовании параметров бозона Хиггса. Обосновано преимущество электрон-позитронного коллайдера над протонным для точного измерения параметров бозона Хиггса. Кратко описана передняя калориметрия такого коллайдера и её основная проблема – огромные радиационные нагрузки.

Представлен BeamCal – передний калориметр международного линейного коллайдера, и один из его вариантов, спроектированный на основе поликристаллических алмазных детекторов. Описаны встретившиеся проблемы, стимулировавшие интерес к монокристаллическому алмазу.

Дано описание традиционных микроканальных пластин (МКП), их достоинств и препятствий на пути их применения в физике частиц и высоких энергий.

Показаны недостатки традиционной технологии изготовления свинцово-стеклянных МКП, невозможность изготовления с её помощью пластин большой площади.

Дан обзор попыток создания альтернативной технологии — микросферические пластины, микроканальные структуры из стекла, керамики и других материалов.

Анодный оксид алюминия имеет изначальную микроканальную структуру, автоматически возникающую в процессе его формирования.

В отличие от свинцово-стеклянных МКП, на площадь алюмооксидных МКП нет принципиальных ограничений.

Основное назначение предложенных детекторов — активная часть калориметров больших детекторных установок. Описано потенциальное преимущество предложенных детекторов перед детекторами, применяемыми в настоящее время (пластиковые сцинтилляторы). Отмечено отсутствие проблемы работы ФЭУ в магнитном поле в случае применения МКП, поскольку в случае использования МКП фотоприёмники не нужны.

Вторая глава посвящена детекторам на основе монокристаллов алмаза, синтезированных БАРС-методом.

Описан принцип действия алмазного детектора. Отмечено, что не все носители заряда, генерированные при прохождении заряженной частицы, достигают металлических обкладок, часть из них поглощается дефектами-ловушками. Введено понятие эффективной длины сбора заряда.

Охарактеризовано влияние примесного состава, обработки поверхности и металлизации на эффективную длину сбора заряда.

Рассмотрены алмазы разного происхождения и их применимость для построения детекторов.

Описаны три типа алмазов, CVD-поли, CVD-моно и HPHT (high pressure high temperature), сильно отличающиеся друг от друга по многим параметрам.

Перечислены достоинства и недостатки HPHT-алмазов (тип алмазов, синтезируемых на РУП «Адамас БГУ»). Основные достоинства – монокристалличность (в отличие от CVD-поли, интенсивно исследуемого в настоящее время во многих научных центрах) и низкая стоимость (в отличие от CVD-моно, применяемого сейчас в наиболее критичных местах, например в установке CMS на Большом адронном коллайдере).

Дан краткий обзор БАРС-технологии синтеза монокристаллических алмазов. Проиллюстрированы беспрессовые аппараты, описаны их возможности.

Дано описание процесса синтеза алмазов на РУП «Адамас БГУ», приведены фотографии кристаллов и их параметры.

Описаны изготовление пластин из кристаллов и их металлизация.

Обосновано большое значение качественной металлизации — в противном случае всё падение напряжения происходит в тонком приповерхностном слое, а в основном объёме детектора поле практически отсутствует. Обосновано также применение двухслойного покрытия — нанесение подслоя карбидообразующего металла является обязательным, поскольку позволяет решить сразу две задачи**:** обеспечение хорошей адгезии (поскольку углерод при образовании карбида берется из тела алмаза) и омического контакта.

Представлена электроника регистрации сигнала. Сделан анализ шумов. Выбран тип зарядочувствительного усилителя и время формирования сигнала с учётом специфики задачи (жёсткие требования к собственным шумам усилителя и в то же время малая ёмкость детектора и пренебрежимо малые токи утечки). Выбран усилитель с полевым транзистором на входе, имеющий малый входной ток утечки и позволяющий применить большое время формирование сигнала без существенного вклада параллельной состовляющей шумов.

Описана калибровка спектрометрического тракта. Получены цена канала АЦП (15,6 e−/chan) и эквивалентный шумовой заряд (560 e−).

Измерены параметры первых образцов, приведена фотография первого варианта корпусирования.

Показано прижимное устройство, позволившее избежать в дальнейшем процедуры корпусирования, приведена его фотография.

Приведена осциллограмма отклика одного из первых детекторов на β-частицу (измерять эффективную длину сбора заряда на этом этапе ещё не удавалось).

Представлена методика измерения эффективной длины сбора заряда. Обосновано типовое значение напряжённости электрического поля, используемое в алмазных детекторах (1 В/мкм). Приведен известный из литературы параметр ионизации — 36 электронно-дырочных пар на 1 мкм пути минимально ионизирующей частицы, летящей сквозь алмаз.

Показан стенд для измерения эффективной длины сбора заряда. Приведен спектр применённого β-источника (90Sr). Обоснована необходимость выделения частиц с энергией больше 1 МэВ. Дана структурная схема стенда. Обосновано применение парафинового коллиматора и дополнительного поглотителя.

Описана процедура аппроксимации спектра сигнала.

Предложены методы повышения эффективной длины сбора заряда — отбор кристаллов по спектрам поглощения и термобарическая обработка.

Обоснована необходимость отбора кристаллов — ввиду высокой температуры (1600°С) и огромного давления (60 000 атм) в зоне роста кристалла контролировать процесс синтеза трудно, в результате чего разброс параметров годных кристаллов довольно высок.

Дано физическое обоснование предложенного метода отбора кристаллов по спектрам поглощения в видимой области оптического диапазона. Приведены спектры из литературы, обосновывающие предлагаемый метод. Основная идея метода — чем меньше азота в кристалле, тем левее (на оси длин волн) расположен край спектра поглощения. Азот — основная примесь в кристалле алмаза. Чем меньше дефектов-ловушек, тем лучше работает детектор. Поэтому, измеряя оптические спектры поглощения кристаллов, можно прогнозировать, как поведёт себя данный алмаз в качестве детектора.

Представлен оптический стенд, реализующий разработанный метод. Стенд состоит из ксеноновой лампы и монохроматора МДР-12. По командам компьютера дифракционная решетка монохроматора поворачивается, обеспечивая последовательное сканирование в диапазоне 300 – 500 нм (в этом диапазоне лежит край поглощения кристаллов, синтезированных на РУП «Адамас»). Приведен спектр, иллюстрирующий работу стенда.

Несколько десятков кристаллов были проанализированы с помощью вышеописанного оптического стенда. В среднем детекторы, изготовленные из отобранных кристаллов, работали гораздо лучше, чем детекторы, изготовленные из кристаллов, выбранных вслепую.

Проведено исследование зависимости эффективной длины сбора заряда детектора от положения края спектра поглощения кристалла, из которого он изготовлен. Представлен график зависимости. Он подтверждает эффективность метода.

Предложен метод повышения эффективной длины сбора заряда детектора — термобарическая обработка. Дано физическое обоснование метода. Основная идея метода – перевод азотных дефектов в менее активное состояние. Описаны два состояния атомов азота в алмазной решётке, замещающее и агрегированное, по-разному влияющие на эффективность детектора. Описана процедура контроля состояния азотных дефектов по ИК-спектрам. Приведены результаты экспериментальной проверки положительного влияния термобарической обработки на эффективность детектора (рисунок 1).

|  |  |
| --- | --- |
| **а)** | **б)** |
| 219before  10mV/div | 219after  20mV/div |

**Рисунок 1. – Образец №219, влияние термобарической обработки на амплитуду отклика на β-частицу:**

**а) отклик на β-частицу до термобарической обработки;**

**б) отклик на β-частицу после термобарической обработки**

Рассмотрен стандартный технологический процесс РУП «Адамас БГУ», возможности его модификации и применения геттерных присадок (связывающих азот на этапе синтеза).

Описана добавка титана (азотного геттера) к стандартной шихте, приведена фотография полученного кристалла. Приведен также его спектр прозрачности, свидетельствующий об очень малой концентрации азота.

Показана проблема примеси бора, приведена зонная диаграмма кристалла алмаза с примесями азота и бора. Суть проблемы – при уменьшении концентрации азота нарушается сбалансированность донорной (азот) и акцепторной (бор) примесей, приводящая к возникновению повышенной проводимости, мешающей работе детектора.

Третья глава посвящена микроканальным пластинам (МКП) на основе анодного оксида алюминия.

Проиллюстрированы традиционные МКП, кратко описан принцип их действия.

Показаны достоинства МКП и области их применения.

Описана традиционная технология изготовления свинцово-стеклянных МКП.

Приведены недостатки традиционной технологии — сложность, большая трудоёмкость, дороговизна, невозможность изготовления МКП большой площади. Предел пространственного разрешения уже достигнут — получить диаметр каналов менее 10 мкм традиционными методами невозможно.

Дан обзор попыток создания альтернативной технологии. Приведены многочисленные статьи и патенты, предлагающие наборные структуры из травленных стеклянных пластин; микросферические структуры, состоящие из мелких спечённых стеклянных шариков; различные варианты МКП из стекла, керамики и других материалов. Отмечено, что, несмотря на обилие публикаций, новая технология МКП, способная заменить традиционную, до сих пор не создана.

Представлен анодный оксид алюминия (АОА) — естественная микроканальная структура.

Описана структура АОА — он состоит из регулярных гексагонально упакованных ячеек, параллельных друг другу и перпендикулярных поверхности алюминиевой подложки. Приведены микрофотографии, иллюстрирующие структуру АОА.

Сформулировано основное преимущество анодного оксида алюминия (в качестве предлагаемого материала МКП) перед свинцовым стеклом (традиционным материалом МКП) — возможность формирования микроканальной структуры групповыми методами (вместо индивидуального вытягивания волокон с последующим спеканием). МКП формируется в едином процессе, что позволит изготавливать пластины значительно большего размера, чем это достижимо в настоящее время.

Описан метод изготовления алюмооксидной МКП. Приведены режимы основных операций – подготовки алюминиевой пластины, фотолитографии, травленя через маску, анодирования. Основа процесса – фотолитография, широко применяемая в микроэлектронной промышленности.

Приведены микрофотографии полученных МКП с диаметрами каналов 3 мкм и 10 мкм.

Пояснена необходимость придания стенкам каналов проводящих и вторично-эмиссионных свойств.

Описаны неудачные попытки нанесения покрытий стандартными методами. Основная трудность – необходимость нанесения покрытий на стенки глубоких узких каналов.

Обосновано нанесение покрытий из металло-органических растворов. Связи между атомами кислорода существуют уже в растворе. Таким образом, при нагреве (приводящем к отрыву и испарению органических лигандов) образуются прочные оксидные плёнки.

Приведено также описание процедуры плазменного напыления. Плазма при этом зажигается внутри каналов, что позволяет нанести покрытия на стенки глубоких узких каналов.

Описана гибридная процедура формирования покрытий.

Приведены электрофизические параметры МКП с покрытиями, сформированными с помощью разработанных методов.

Исследована возможность придания оксиду алюминия проводящих и вторично-эмиссионных свойств путём легирования в процессе роста.

Описана установка для исследования эффекта электронного умножения, представляющая собой вакуумированный объем с электронной пушкой, подающей электронный пучок на МКП.

В эксперименте с электронным пучком зафиксировано объективное превышение выходного тока МКП над входным, которое можно объяснить только эффектом электронного умножение.

Обнаружен эффект паразитной спонтанной электронной эмиссии, обусловленный, видимо, острыми краями каналов.

Исследована возможность использования естественных пор анодного оксида алюминия в качестве каналов МКП. Для увеличения диаметра каналов (до 250 нм) использовано выращивание в винной кислоте.

Описана проблема барьерного слоя и способы её решения. Приведены микрофотографии вскрытого барьерного слоя.

# ЗАКЛЮЧЕНИЕ

**Основные научные результаты диссертации**

1. Показана применимость алмазного детектора для переднего калориметра планируемого Международного линейного коллайдера [5,6].
2. Показана возможность применения синтетических алмазов производства РУП «Адамас БГУ», полученных по БАРС-технологии, для изготовления детекторов заряженных частиц. Разработан, изготовлен и испытан стенд для отбора кристаллов по спектрам поглощения в видимой области оптического диапазона. Разработан и изготовлен спектрометрический стенд для измерения эффективной длины сбора заряда. Разработана и испытана методика повышения эффективной длины сбора заряда алмазного детектора с помощью термобарической обработки – отжига под давлением в том же аппарате, который используется для синтеза. У двух экспериментальных образцов эффективная длина сбора заряда увеличилась с 65 ± 19 мкм и 90 ± 21 мкм до 106 ± 29 мкм и 187 ± 42 мкм соответственно. Опробованы модификации основного техпроцесса РУП «Адамас» (применение геттерных присадок), направленные на увеличение эффективной длины сбора заряда алмазных детекторов. С помощью оптического стенда зафиксировано объективное снижение содержания азота в кристаллах. Изготовлен алмазный детектор с эффективной длиной сбора заряда 187 ± 42 мкм [7].
3. Показана возможность использования естественной микроканальной структуры анодного оксида алюминия в качестве МКП, открывающая перспективу изготовления микроканальных пластин с размерами, значительно превосходящими размеры современных МКП [1, 2].
4. Разработана методика изготовления алюмооксидных МКП путем направленного травления с опорой на естественную пористость. Использованы методы фотолитографии, широко применяемые в микроэлектронике, и, следовательно, легко реализуемые в промышленных масштабах. Разработана процедура формирования проводящего и вторично-эмиссионного покрытия из металлоорганических растворов. Разработана процедура формирования проводящего и вторично-эмиссионного покрытия путем плазменного напыления [3, 4].

**Рекомендации по практическому использованию результатов**

БАРС-технология (БАРС — беспрессовый аппарат типа «разрезная сфера») синтеза алмазов дешевле других технологий, поэтому детекторы на основе минских алмазов имеют конкурентное преимущество.

Разработанные алмазные детекторы могут быть применены не только в физике высоких энергий, но и в народном хозяйстве. Для радиационной терапии и радиобиологии важны тканеэквивалентность, биосовместимость и химическая инертность алмаза. В ядерной энергетике и для промышленной переработки радиоактивных отходов необходимы химическая инертность и способность работать при высоких температурах. В ускорительной технике необходим детектор, способный проработать без замены весь срок службы ускорителя.

Микроканальные пластины широко применяются в настоящее время в усилителях яркости, приборах ночного видения, навигационном оборудовании. Замена традиционных (свинцово-стеклянных) МКП на алюмооксидные значительно удешевило бы эти приборы, и повысило их технологичность.

**СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ**

**Статьи в научных изданиях в соответствии с п. 18 Положения о присуждении учёных степеней и присвоения ученых званий в Республике Беларусь**

1. Submicrochannel plate multipliers / A. V. Raspereza, A. N. Govyadinov, A. S. Kurilin, V. N. Kukhnovetc, I. F. Emeliantchik, G. A. Sidorenko, A. G. Volod’ko, C. A. Zakhvittcevich // Appl. Surface Science. – 1997. – Vol. 111, № 3. – Р. 295–301.
2. Govyadinov, A. N. Anodic aluminum oxide microchannel plates / A. N. Govyadinov, I. F. Emeliantchik, A. S. Kurilin // Nuclear Instruments a. Methods in Physics Research. Sect. A: Accelerators, Spectrometers, Detectors a. Associated Equipment. – 1998. – Vol. 419. – P. 667–675.
3. Разработка и создание новых типов детекторов и электроники считывания для современных и будущих экспериментов в физике частиц и высоких энергий / О. В. Дворников, И. Ф. Емельянчик, Ф. Е. Зязюля, В. С. Румянцев, А. В. Солин, Р. В. Стефанович, В. А. Чеховский, Н. М. Шумейко // Выбраныя навуковыя працы Беларускага дзяржаўнага універсітэта, 1921–2001 : у 7 т. / Беларус. дзярж. ун-т ; рэдсавет: А. У. Казулін (старш.) [і інш.]. – Мінск, 2001. – Т. 4 : Физика / рэдкал.: В. М. Анішчык (адк. рэд.) [і інш.]. – С. 303–322.
4. Aluminum oxide microchannel plates / K. Delendik, I. Emeliantchik, A. Litomin, V. Rumyantsev, O. Voitik // Nuclear Physics B – Proc. Suppl. – 2003. – Vol. 125. – P. 394–399.
5. Instrumentation of the very forward region of a linear collider detector / H. Abramowicz, K. Afanaciev, S. Denisov, R. Dollan, D. Drachenberg, V. Drugakov, I. Emeliantchik, S. Erin, R. Ingbir, S. Kananov, A. Kowal, E. Kouznetsova, R. Kwee, W. Lange, A. Levy, W. Lohmann, J. Lukasik, M. Luz, D. Miller, I. Minashvili, U. Nauenberg, B. Pawlik, N. Rusakovich, A. Rybin, N. Shumeiko, A. Stahl, L. Suszycki, K. Suzdalev, V. Vrba, W. Wierba, J. Zachorowski, F. Zyazyulya // IEEE Trans. on Nuclear Science. – 2004. – Vol. 51, № 6. – P. 2982–2989.
6. Polycrystalline CVD diamonds for the beam calorimeter of the ILC / C. Grah, K. Afanaciev, I. Emeliantchek, U. Harder, H. Henschel, A. Ignatenko, E. Kouznetsova, W. Lange, W. Lohmann, M. Ohlerich, R. Schmidt // IEEE Trans. on Nuclear Science. – 2009. – Vol. 56, № 2. – P. 462–467.
7. Радиационно стойкие детекторы заряженных частиц на основе монокристаллов синтетического алмаза / К. Г. Афанасьев, М. А. Батурицкий, И. Ф. Емельянчик, А. В. Игнатенко, А. В. Литомин, В. В. Шевцов // Вестн. БГУ. Сер. 1, Физика, математика, информатика. – 2010. – № 3. – С. 47–50.

***Статьи в сборниках материалов научных конференций***

1. Polycrystalline CVD diamonds for the beam calorimeter of the ILC / C. Grah, K. Afanaciev, K. Afanaciev, I. Emeliantchek, U. Harder, H. Henschel, A. Ignatenko, E. Kouznetsova, W. Lange, W. Lohmann, M. Ohlerich, R. Schmidt // IEEE Nuclear Science Symposium conference record : San Diego, 29 Oct. – 1 Nov. 2006 : in 8 vol. / Inst. of Electrical a. Electronics Engineers. – Piscataway, 2006. – Vol. 2. – P. 721–724.
2. Development of particle detectors on the base of Minsk synthetic monocrystalline diamond / K. Afanaciev, I. Emeliantchik, V. Gilevsky, A. Litomin, V. Shevtsov // Actual problems of microworld physics : IX Intern. school-seminar, Gomel, 23 July – 3 Aug. 2007 / The Joint Inst. for Nuclear Research [et al.]. – Minsk, 2007. – P. 9–19.
3. Development of particle detectors on the base of Minsk synthetic monocrystalline diamond / K. Afanaciev, M. Baturitski, V. Gilevsky, I. Emeliantchik, A. Litomin, V. Shevtsov, G. Gusakov // Nonlinear dynamics and applications : proc. of the XIV annu. seminar NPCS`2007, Minsk, 22–25 May 2007 / ed.: L. F. Babichev, V. I. Kuvshinov. – Minsk, 2007. – Vol. 14. – P. 7–13.
4. Development of charged particle detectors on the base of monocrystalline diamond of Minsk production / K. Afanaciev, I. Emeliantchik, A. Ignatenko, A. Litomin, V. Shevtsov // Proceedings of the workshop of the collaboration on forward calorimetry at ILC : Belgrade, 22–23 Sept. 2008 / Vinča Inst. of Nuclear Sciences ; ed. I. Božović-Jelisavčić. – Belgrade, 2008. – Р. 72–76.
5. Diamond detector R&D in Minsk / K. Afanaciev, I. Emeliantchik, V. Gilevsky, A. Litomin, V. Shevtsov // The actual problems of microworld physics : X school-seminar, Gomel, 15–26 July 2009 / The Joint Inst. for Nuclear Research [et al.]. – Minsk, 2009. – P. 94–102.

**РЕЗЮМЕ**

Емельянчик Игорь Фёдорович

**Детекторы заряженных частиц на основе синтетических кристаллов алмаза и пористого оксида алюминия для экспериментов на коллайдерах**

**Ключевые слова:** детектор заряженных частиц, монокристаллический алмаз, анодный оксид алюминия, эффективная длина сбора заряда, микроканальная пластина, термобарическая обработка, нанесение покрытий, металло-органический раствор

**Целью работы** является разработка детекторов заряженных частиц на основе синтетического монокристаллического алмаза и на основе анодного оксида алюминия.

**Методы и аппаратура:** в исследованиях по теме диссертации использовались методы измерения оптических и электрических свойств образцов с помощью специально разработанных и собранных стендов на базе монохроматора МДР-12 и модулей КАМАК, химико-технологические методы формирования детекторов с заданными свойствами, а также прикладные аспекты теории вероятностей и математической статистики.

**Полученные результаты и их новизна.** Предложен метод отбора кристаллов по спектрам поглощения в видимой части оптического диапазона; предложена процедура термобарической обработки, повышающая эффективность регистрации заряженных частиц алмазным детектором. Методы предложены впервые. Изготовлен (впервые) детектор на основе алмаза, синтезированного БАРС-методом, с эффективной длиной сбора заряда 187 мкм (БАРС — беспрессовый аппарат типа «разрезная сфера»). Предложена процедура нанесения проводящего и вторично-эмиссионного покрытия на стенки микроканалов из металлоорганических растворов и путём плазменного напыления. Для микроканальных умножителей процедура предложена впервые.

**Рекомендации по использованию результатов или область практического применения.** Разработанные алмазные детекторы могут быть применены не только в физике высоких энергий, но и в народном хозяйстве. Для радиационной терапии и радиобиологии важны тканеэквивалентность, биосовместимость и химическая инертность алмаза. В ядерной энергетике и для промышленной переработки радиоактивных отходов необходимы химическая инертность и способность работать при высоких температурах. В ускорительной технике необходим детектор, способный проработать без замены весь срок службы ускорителя.

Микроканальные пластины широко применяются в настоящее время в усилителях яркости, приборах ночного видения, навигационном оборудовании. Замена традиционных (свинцово-стеклянных) МКП на алюмооксидные значительно удешевило бы эти приборы, и повысило их технологичность.

**РЭЗЮМЭ**

Емяльянчык Iгар Фёдаравiч

**Дэтэктары зараджаных часціц на аснове сінтэтычных крышталяў алмазу**

**і порыстага аксіду алюмінію для эксперыментаў на калайдэрах**

**Ключавыя словы:** дэтэктар зараджанных часцiц, монакрысталiчны дыямент, анодны аксiд алюмiнiя, эфектыуная даужыня збору зарада, мiкраканальная пластина, тэрмабарычная апрацоука, нанясенне пакрыццяу, металаарганичны раствор

**Мэтай працы** з'яўляецца распрацоўка дэтэктараў зараджаных часціц на аснове сінтэтычнага монакрысталiчнага дыямента і на аснове аноднага аксіду алюмінія.

**Метады і апаратура:** у даследаваннях па тэме дысертацыі выкарыстоўваліся метады вымярэння аптычных і электрычных уласцівасцяў узораў з дапамогай спецыяльна распрацаваных і сабраных стэндаў на базе монахраматара МДР-12 і модуляў КАМАК, хіміка-тэхналагічныя метады фарміравання дэтэктараў з зададзенымі ўласцівасцямі, а таксама прыкладныя аспекты тэорыі верагоднасцяў і матэматычнай статыстыкі.

**Атрыманыя вынікі і іх навізна.** Прапанаваны метад адбору крышталяў па спектрах паглынання ў бачнай частцы аптычнага дыяпазону; прапанавана працэдура тэрмабарычнай апрацоўкі, якая падвышае эфектыўнасць рэгістрацыі зараджаных часціц алмазным дэтэктарам. Метады прапанаваны ўпершыню. Выраблены (упершыню) дэтэктар на аснове алмаза, сінтэзаванага БАРС-метадам, з эфектыўнай даўжынёй збору зарада 187 мкм (БАРС — бяспрэсавы апарат тыпу «разразная сфера»). Прапанавана працэдура нанясення правадзяшчагаі i другасна-эмісійнага пакрыццяў на сценкі мікраканалаў з металлоорганических раствораў і шляхам плазменнага напылення. Для мікраканальных умнажiцеляў працэдура прапанавана ўпершыню.

**Рэкамендацыі па выкарыстанні вынікаў або вобласць практычнага прымянення.** Распрацаваныя алмазныя дэтэктары могуць быць ужытыя не толькі ў фізіцы высокіх энергій, але і ў народнай гаспадарцы. Для радыяцыйнай тэрапіі і радыебіялогіі важныя тканеэквiвалентнасць, бiясумяшчальнасць і хімічная інертнасць дыямента. У ядзернай энергетыцы і для прамысловай пераапрацоўкі радыеактыўных адходаў неабходныя хімічная інертнасць і здольнасць працаваць пры высокіх тэмпературах. У паскаральнай тэхніцы неабходны дэтэктар, здольны прапрацаваць без замены ўвесь тэрмін службы паскаральніка. Мікраканальныя пласціны шырока прымяняюцца ў цяперашні час у ўзмацняльніках яркасці, прыборах начнога бачання, навігацыйным абсталяванні. Замена традыцыйных (свінцова-шкляных) МКП на алюмааксiдныя зрабiла б значна таннейшымi гэтыя прыборы, і павысіла б іх тэхналагічнасць.

**SUMMARY**

Igor F. Emeliantchik

**Detectors of Charged Particles on the Base of Synthetic Diamond Crystals**

**and Porous Aluminum Oxide for Collider Experiments**

Keywords: detector of charged particles, monocristalline diamond, anodic aluminum oxide, charge collection distance, microchannel plates, thermobaric processing, coating deposition, metal-organic solution.

**The goal of this work** is development of detectors of charged particles on the base of synthetic monocrystalline diamond and on the base of anodic aluminum oxide.

**Methods and apparatus:** in researches on the topic of dissertation the methods of measuring of optical and electric properties of samples were used by specially developed and assembled stands on the base of monochromator MDR-12 and CAMAC modules, chemical-technological methods of forming of detectors with the set properties, and also the applied aspects of probability theory and mathematical statistics.

**Results and their novelty.** The method of crystal selection with help of absorption spectra within the visual area of the optical range is proposed; the procedure of thermobaric processing enhancing detector efficiency is proposed. These methods are proposed for the first time. Detector on the base of a diamond synthesized with multianvil “splite sphere” apparatus, having charge collection distance of 187 µm, is produced, also for the first time. A procedure of conducting and secondary-emissive coating deposition on the walls of microchannels with help of a metal-organic solution and plasma sputtering is proposed. For microchannel multipliers this procedure is proposed for the first time.

**Recommendation on result use in the sphere of practical implementation.** Developed diamond detectors can be use not only in high energy physics, but in national economy also. Tissue-equivalency, bio-compatibility and chemical passivity are important for radiation therapy and radiobiology. Chemical inactivity and ability to work at high temperatures are important for nuclear power engineering and industrial processing of radioactive waste. In accelerator engineering the detector is needed able to work without replacement the whole term of accelerator service. Microchannel plates are applied widely in brightness amplifiers, devices of night vision, navigation equipment. Replacement of traditional (lead-glass) MCP to alumooxide ones would make these devices much cheaper, increase their manufacturability.