

## تولید آشکارساز سوسوزن سولفید روی آلاینده با نقره [ZnS(Ag)] برای شمارش ذرات آلفا

فرشته ساحلی\*، مهدی سهرابی و خیرالله محمدی

دانشگاه صنعتی امیرکبیر، تهران، ایران.

\* تهران، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، دانشکده مهندسی انرژی و فیزیک، کد پستی: ۴۴۱۳ - ۱۵۸۷۵

پست الکترونیکی: fereshte.saheli@gmail.com

### چکیده

در این پژوهش، پودر سولفید روی آلاینده با نقره [ZnS(Ag)] با روش شیمیایی هم‌رسوبی در اتمسفر نیتروژن، به منظور آشکارسازی ذرات آلفا تهیه و سنتز شد. به منظور بهینه‌سازی بازده شمارش ذرات آلفا، غلظت‌های متفاوتی از ناخالصی یون نقره مورد بررسی قرار گرفت. ویژگی‌های اپتیکی و ساختاری پودر سنتز شده با استفاده از طیف فوتولومینسانس (PL) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و الگوپراش پرتو ایکس (XRD) مورد بررسی قرار گرفت. سپس پودر سنتز شده با ضخامت‌های ۳/۵ تا ۲۵ میلی‌گرم بر سانتی‌متر مربع بر روی زیرلایه ۲ میلی‌متری پلکسی گلاس لایه‌نشانی شد. نتایج نشان داد سوسوزن تولید شده با ضخامت ۱۷/۷۵ میلی‌گرم بر سانتی‌متر مربع، ۳۶ درصد شار گسیلی چشمه را آشکارسازی می‌کند، در حالی که نمونه تجاری این پودر در شرایط مشابه، ۶۷ درصد گسیل چشمه را آشکارسازی می‌کند. لذا بازده شمارش ذرات آلفا پودر سنتز شده به این روش، ۵۴ درصد پودر تجاری است.

کلیدواژه‌گان: سولفید روی، نقره، هم‌رسوبی، شمارش آلفا، سوسوزن.

### ۱. مقدمه

ماده آشکارساز لازم است، برای سوسوزن‌های جامد، اغلب از تک‌بلورهای لومینسانس به‌عنوان آشکارساز سوسوزن استفاده می‌گردد، زیرا نور تولیدی در مرز ریزبلورها جذب یا پراکنده می‌شود. یکی از قدیمی‌ترین سوسوزن‌های غیرآلی سولفید روی است که از بازده سوسوزنی بالاتری نسبت به یدور سدیم برخوردار است. سولفید روی یک پودر پلی کریستال است و تنها به صورت لایه‌های نازک برای آشکارسازی ذرات آلفا و ذرات باردار سنگین‌تر به کار گرفته می‌شود و ضخامت چگالشی بیش از ۲۵ میلی‌گرم بر سانتی‌متر مربع قابل استفاده نخواهد بود. زمان واپاشی این سوسوزن بزرگ‌تر از ۲۰۰ نانوثانیه است [۱] و

درخشندگی مواد غیرآلی (معدنی) از خواص کریستالی است. اکثر مواد درخشنده معدنی مؤثر که معمولاً آن‌ها را فسفر می‌نامند، دارای ناخالصی‌های فعال‌کننده‌اند که درخشندگی آن‌ها وابسته به وجود غلظت کمی از این ناخالصی‌هاست. این مواد در آشکارسازهای سوسوزن برای آشکارسازی پرتوهای یون‌ساز مورد استفاده قرار می‌گیرند. سوسوزن‌ها مواد جامد، مایع یا گازی هستند.

برای مشاهده نور تولیدی، توانایی خروج نور تولید شده از

کاتیون‌های متفاوت ولی آنیون‌های یکسان‌اند، هنگام رسوب ترکیبی که زودتر تشکیل می‌شود، برخی کاتیون‌های رسوب دیگر در بین ساختار آن نفوذ کرده و سبب تشکیل دو رسوب با یکدیگر می‌شود.

در این پژوهش، پودر سولفید روی آلاینده با نقره با غلظت‌های مختلفی از نترات نقره (۰/۰۰۱ تا ۰/۰۰۵ گرم) با روش هم‌رسوبی دو ترکیب سولفید روی (ZnS) و سولفید نقره ( $Ag_2S$ ) سنتز گردید.

## ۱.۲. فرایند تولید پودر سولفید روی آلاینده با یون نقره

### [ZnS(Ag)]

ابتدا ۵/۴۸ گرم استات روی در ۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل شده تا محلول ۰/۵ مولار استات روی حاصل شود. سپس به‌طور جداگانه، غلظت‌های مختلفی از نترات نقره ۰/۰۰۱ تا ۰/۰۰۵ گرم در ۲۵ میلی‌لیتر آب مقطر حل شده و قطره‌قطره به محلول استات روی اضافه می‌شود. از ترکیب این دو محلول تحت دمای  $80^{\circ}C$  محلول همگنی شفاف به دست می‌آید. در مرحله بعد، ۲/۷۵ گرم از سولفید سدیم در ۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل کرده و به‌صورت قطره‌قطره به محلولی که در مرحله قبل به دست آمد، اضافه می‌شود. سپس به مدت ۳۰ دقیقه و تحت دمای  $80^{\circ}C$  رسوب تشکیل می‌شود. در نهایت، چند مرتبه رسوب با آب مقطر و اتانول شسته می‌شود و در کوره تحت دمای  $80^{\circ}C$  برای مدت ۶ ساعت خشک می‌شود. سپس پخت در  $800^{\circ}C$  به مدت یک ساعت و سرد کردن تدریجی انجام می‌گیرد. در تمامی مراحل شامل سنتز رسوب، خشک کردن پودر و انجام عملیات حرارتی از گاز نیتروژن برای جلوگیری تشکیل اکسید روی ( $ZnO$ ) استفاده شده است. سپس جهت سنجش آلفا تمام نمونه‌ها بر روی زیرلایه‌های ۲ میلی‌متری پلکسی گلاس لایه‌نشانی شد.

۲. سولفید روی دارای دو ساختار مکعبی و شش‌گوشه با باند ممنوعه پهن و مستقیم و در محدوده نیمه‌رساناهاست و از جمله نیمه‌رساناهای گروه II-VI است. گذر از ساختار مکعبی به ساختار شش‌گوشه، تقریباً در دمای  $1020^{\circ}C$  رخ می‌دهد [۳].

برای سنتز پودر سولفید روی آلاینده با ناخالصی‌های مختلف معمولاً روش‌های شیمیایی متفاوتی مانند گرم‌آبی [۴] و هم‌رسوبی [۵-۹] و سل ژل [۱۰] به کار گرفته می‌شود. هدف از این پژوهش عبارت‌اند از:

۱. تهیه و سنتز پودر سولفید روی آلاینده با ناخالصی نقره با غلظت‌های مختلفی از نترات نقره (۰/۰۰۱ تا ۰/۰۰۵ گرم) با روش شیمیایی هم‌رسوبی تحت اتمسفر نیتروژن؛
۲. لایه‌نشانی پودر سنتز شده بر روی زیر لایه پلکسی گلاس؛
۳. اندازه‌گیری بازده شمارش ذرات آلفا برای نمونه‌های سنتز شده.

## ۲. مواد و روش‌ها

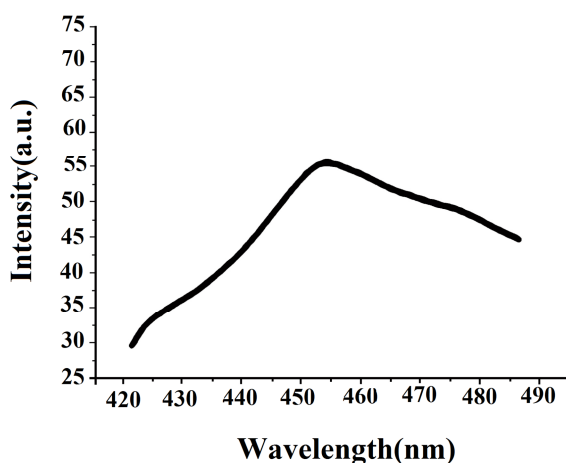
سنتز پودر ZnS:Ag با استفاده از مواد زیر انجام گرفت. استات روی دی‌هیدرات ( $C_4H_{10}O_6Zn \cdot 2H_2O$ ) با خلوص ۹۹/۵ درصد، نترات نقره ( $AgNO_3$ ) با خلوص ۹۹/۸ درصد و سولفید سدیم هیدراته ( $Na_2S \cdot XH_2O$ ) تمامی پیش‌ماده‌ها محصول شرکت مرک بوده و حلال آب دو بار تقطیر شده است. تمام ظروف شیشه‌ای آزمایش قبل از استفاده با اسید (ترکیب سه واحد اسید کلریدیک و یک واحد اسید نیتریک) شسته شده‌اند.

از روش هم‌رسوبی شیمیایی برای قرار دادن یون ناخالصی در بین رسوب شبکه میزبان استفاده می‌شود. دو رسوب متفاوت دارای ثابت حلالیت‌های ( $K_{sp}$  ها) متفاوت‌اند و قاعدتاً نباید هم‌زمان رسوب کنند، اما وقتی دو رسوب دارای

مرتبه تقویت این تیوپ تکثیرکننده فوتونی  $10^7 \times 3$  است و HV مورد نیاز آن بین ۱۷۵۰ تا ۲۶۰۰ ولت است. اندازه‌گیری بازده شمارش ذرات آلفا براساس نسبت سطح زیر منحنی طیف ذرات آلفا ثبت شده با آنالیز چندکانالی (MCA) بر شار  $2\pi$  آلفا گسیلی از چشمه به دست می‌آید.

### ۳. دستاوردها

نتایج طیف نشر فوتولومینسانس نمونه سنتز شده به روش هم‌رسوبی قله گسیل آبی در طول موج، حدود ۴۵۵ نانومتر را نشان داد (شکل ۱). همچنین الگو XRD این نمونه نشان داد که ساختار بلوری غالب، ساختار مکعبی است. سه قله مربوط به صفحات بلوری  $\langle 111 \rangle$ ،  $\langle 220 \rangle$  و  $\langle 311 \rangle$  که نمایانگر ساختار مکعبی است، در شکل (۲) قابل مشاهده است. تصاویر SEM این نمونه‌ها ساختار کروی را برای پودر سنتز شده در شکل (۳) نشان می‌دهد.



شکل ۱: طیف نشر فوتولومینسانس نمونه سنتز شده به روش هم‌رسوبی

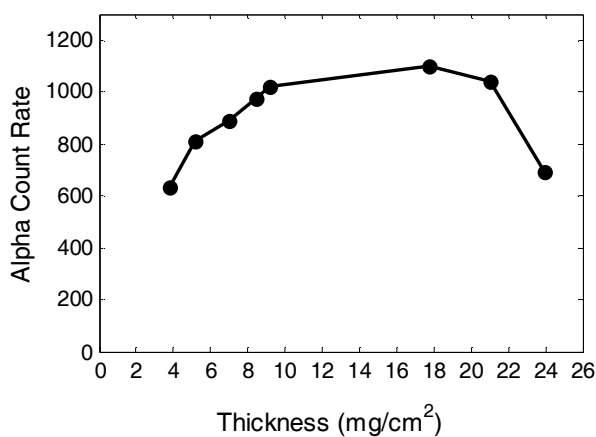
### ۲.۲. لایه‌نشانی پودر سولفید روی آلیبده با نقره

برای لایه‌نشانی پودر سولفید روی آلیبده با نقره بر روی زیرلایه پلکسی گلاس، ابتدا ۴۵۰ میلی‌گرم از تراشه‌های پلیمری پلکسی گلاس در ۱۰ میلی‌لیتر حلال دی متیل فرم‌آمید (DMF) حل شد. از این مخلوط چسبناک به‌عنوان پیونددهنده (Binder) استفاده شد. سپس ۳/۵ گرم پودر سولفید روی آلیبده با نقره به آرامی اضافه گردیده تا خمیری با گرانیروی مطلوب برای لایه‌نشانی به دست آید. جهت پخش این خمیر بر روی سطح پلکسی گلاس به صورت دایره‌ای با شعاع ۲/۵ سانتی‌متر، از یک تیغه استفاده شده که در صورت مناسب بودن گرانیروی خمیر، هرچه لبه تیغه تیزتر باشد و کشیدن محلول با آهنگ نسبتاً آهسته انجام شود، لایه یکنواخت‌تری با همگن بیشتر به دست می‌آید. استفاده از پودر با اندازه ذرات کوچک در رسیدن به لایه یکنواخت‌تر و با افت خیز ضخامت کمتر، بسیار حائز اهمیت است. ضخامت‌های مختلف لایه‌ها با استفاده از پخش مقادیر مختلف، از خمیر تولید شده بر روی زیرلایه ایجاد می‌شود. بعد از خشک کردن لایه در دمای محیط، می‌توان پوشش کاغذی حاشیه‌ها را برداشت.

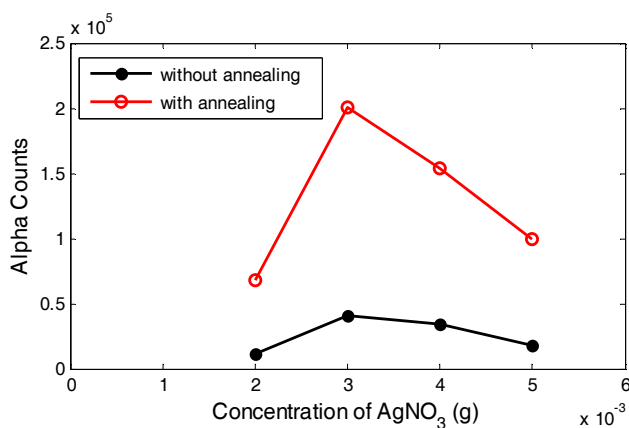
### ۲.۳. روش اندازه‌گیری بازده شمارش آلفا

اندازه‌گیری بازده شمارش آلفا چشمه  $Am-241$  با پرتوزایی  $1860$  بکرل در زاویه فضایی  $4\pi$ ، تحت بهره ۶۰ و زمان شکل‌گیری (Shapping Time)  $0.5$  میکروثانیه و  $2200$  ولت در بایاس منفی به‌عنوان HV و تنظیم LLD بر روی ۲۰ میلی‌ولت برای لایه‌های با ضخامت‌های مختلف انجام شد. تیوپ تکثیرکننده فوتونی XP2020 با قطر ۵ سانتی‌متر و بازه طیف‌سنجی ۲۷۰ تا ۶۵۰ نانومتر و بالاترین حساسیت در طول موج ۴۲۰ نانومتر در تمام شمارش‌ها مورد استفاده قرار گرفت.

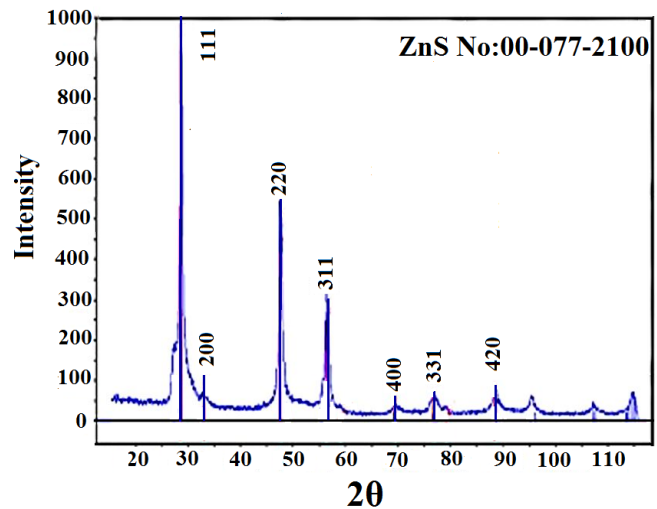
آلفا ثبت شده برحسب غلظت نیترات نقره در شکل (۵) آورده شده است که نشان می‌دهد بالاترین شمارش آلفا مربوط به غلظت  $0.03$  گرم نیترات نقره است و بازده شمارش ذرات آلفا به صورت شیب منحنی تعداد ذرات آلفا ثبت شده بر شار چشمه برای این نمونه با غلظت  $0.03$  گرم نیترات نقره و نمونه تجاری پودر سولفید روی آلاینده با نقره، به ترتیب شکل (۶) و (۷) رسم شده است.



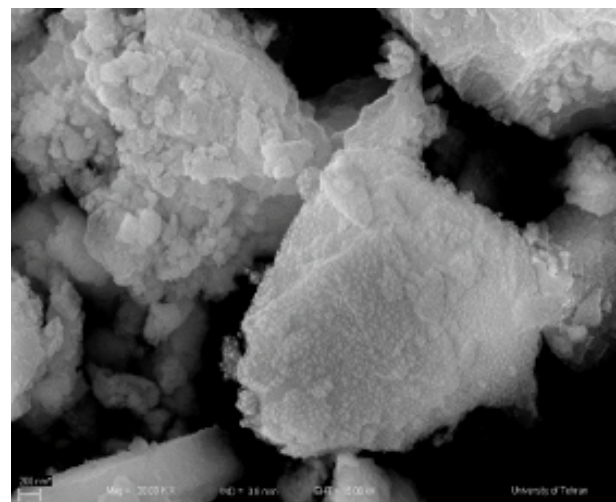
شکل ۴: منحنی آهنگ شمارش آلفا برحسب ضخامت چگالشی سوسوزن سنتز شده سولفید روی آلاینده با نقره سنتز شده



شکل ۵: منحنی شمارش آلفا برحسب غلظت ناخالصی ( $0.01$ ) تا  $0.05$  گرم نیترات نقره) برای نمونه‌های سنتز شده به روش هم‌رسوبی با باز پخت حرارتی و بدون باز پخت حرارتی

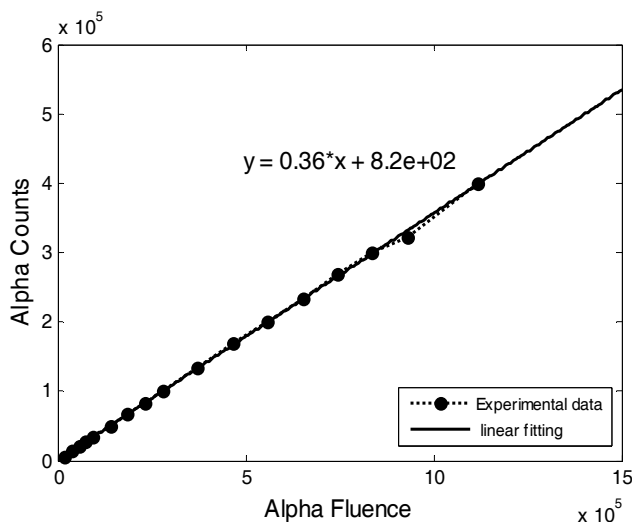


شکل ۲: الگو XRD نمونه سنتز شده به روش هم‌رسوبی

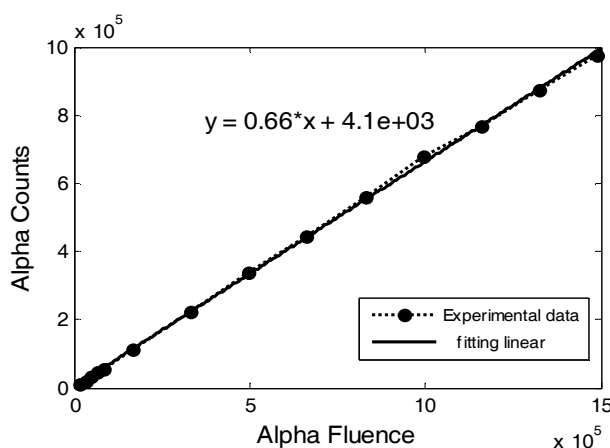


شکل ۳: تصویر SEM نمونه سنتز شده به روش هم‌رسوبی در بزرگ‌نمایی ۲۰۰۰۰ برابر

منحنی آهنگ شمارش آلفا برحسب ضخامت چگالشی سوسوزن سنتز شده سولفید روی آلاینده با نقره سنتز شده، در شکل (۴) آورده شده است. چنان‌که مشاهده می‌دهد بالاترین آهنگ شمارش ذرات آلفا مربوط به ضخامت چگالشی  $17/75$  میلی‌گرم بر سانتی‌متر مربع است. همچنین منحنی تعداد ذرات



شکل ۶: منحنی شمارش آلفا برحسب شار چشمه برای نمونه سنتز شده به روش هم‌رسوبی



شکل ۷: منحنی شمارش آلفا برحسب شار چشمه برای نمونه تجاری پودر سولفید روی آلاینده با نقره

سوسوزن بر روی زیرلایه پلکسی گلاس لایه‌نشانی گردید. نتایج نشان داد بازده شمارش ذرات آلفا سوسوزن سنتز شده ۳۶ درصد شار گسیلی چشمه و نمونه تجاری این پودر در شرایط مشابه، ۶۷ درصد گسیل چشمه را آشکارسازی می‌کند. لذا بازده شمارش آلفا پودر سنتز شده به این روش، ۵۴ درصد پودر تجاری است.

#### ۴. نتیجه‌گیری

در این مقاله، پودر سولفید روی آلاینده با نقره با روش شیمیایی هم‌رسوبی سنتز شد. نتایج آنالیزهای انجام شده نشان داد که ساختار بلوری ذرات مکعبی و ساختارشناسی سطح کروی است. همچنین نمونه سنتز شده قله گسیل آبی ۴۵۵ نانومتر را در طیف گسیل فوتولومینسانس خود نشان داد. فیلم نازک این آشکارساز

#### ۵. مراجع

- [1] G.F. Knoll. Radiation Detection and Measurement. John Willey and Sons, New York, (1999).  
[2] A. Kitai. Luminescent Materials and Applications.

- John Wiley & Sons, (2008).  
[3] M.C. Tamargo. II-VI Semiconductor Materials and their Applications. Taylor & Francis Inc., (2002).

- [4] D. Qin, G. Yang, G. He, L. Zhang, Q. Zhang, L. Li. The Investigation on Synthesis and Optical Properties of Ag-Doped ZnS Nanocrystals by Hydrothermal Method. *Chalcogenide Lett.* 9 (2012) 441–446.
- [5] H. Qu, L. Cao, G. Su, W. Liu, Y. Sun, B. Dong. Effect of Ultraviolet Irradiation on Luminescence Properties of Undoped ZnS and ZnS:Ag Nanoparticles. *J. Appl. Phys.* 106 (2009).
- [6] V. Ramasamy, K. Praba, G. Murugadoss. Synthesis and Study of Optical Properties of Transition Metals Doped ZnS Nanoparticles. *Spectrochim. Acta. A.* 96 (2012) 963-971.
- [7] M.W. Porambo, A.L. Marsh. Synthesis and Photoluminescent Properties of Doped ZnS Nanocrystals Capped by Poly (Vinylpyrrolidone). *Opt. Mater.* 31 (2009) 1631-1635.
- [8] A. Murugadoss, A. Chattopadhyay. Tuning Photoluminescence of ZnS Nanoparticles by Silver. *B. Mater. Sci.* 31 (2008) 533-539.
- [9] W. Jian, J. Zhuang, D. Zhang, J. Dai, W. Yang, Y. Bai. Synthesis of Highly Luminescent and Photostable ZnS:Ag Nanocrystals under Microwave Irradiation. *Mater. Chem. Phys.* 99 (2006) 494-49.