

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

DIPARTIMENTO DI FISICA E ASTRONOMIA

Corso di Laurea Triennale in

Fisica

Test di scintillatori a matrice siliconica con emissione nel
ROSSO

Relatore: Gianmaria Collazuol

Laureando:
Alessandro Rampazzo
472560/SF

Anno Accademico 2014 / 2015

Alla Mia Famiglia

Abstract

Il presente lavoro di tesi è indirizzato allo studio di nuovi materiali scintillanti di tipo organico per la realizzazione di rivelatori di neutroni. Essi si basano su matrici polisilossaniche con diverse concentrazioni di fluorofori che consentono l'emissione di luce in un intervallo di lunghezza d'onda compatibile con lo spettro di assorbimento di diversi fotosensori.

In particolare il lavoro si è concentrato in una prima fase in cui si sono testate diverse concentrazioni di dyes organici per migliorare la resa di scintillazione nella lunghezza d'onda del rosso per poi accoppiarli con un Avalanche Photo Diode (APD), più sensibile proprio in questa regione di lunghezze d'onda. I test sono stati effettuati, nella prima fase, con un Photo Multiplier Tube (PMT) con efficienza quantica massima attorno ai 600 nm per simulare l'APD. Si è proceduto ad una verifica ancora più severa ponendo un filtro passa-alto con taglio a 515 nm per capire l'effettiva resa di scintillazione del dye terziario, incaricato del trasferimento della radiazione di fluorescenza nel rosso. La seconda fase è consistita in una verifica con l'APD dell'efficacia degli scintillatori strutturati con il Lumogen Red come dye terziario.

Questo lavoro è stato un punto di partenza finalizzato ad ottimizzare l'accoppiamento con gli APD, sia ricercando sensori performanti in termini di rapporto segnale-rumore e guadagno, sia sviluppando rivelatori al silicio 3D per la finale realizzazione di un rivelatore per neutroni ibrido sensibile alla posizione.

Indice

1	Introduzione	1
2	Scintillatori Organici	3
2.1	Processo di Scintillazione	3
2.2	Sintesi dei Campioni	4
3	Strumentazione	8
3.1	Photo Multiplier Tube	8
3.2	Avalanche PhotoDiode	11
3.3	Apparato Strumentale	13
4	Analisi Dati	15
4.1	Photo Multiplier Tube	15
4.1.1	Sorgente α	15
4.1.2	Sorgente γ	20
4.2	Avalanche Photodiode (APD)	21
4.2.1	Sorgente α	21
4.2.2	Sorgente γ	22
	Conclusioni	24
	Appendice A	25
	Appendice B	26
	Bibliografia	29

Capitolo 1

Introduzione

La ricerca odierna pone grande attenzione sugli scintillatori organici a base di polimeri che, oltre ad avere costi moderati, possono essere prodotti in qualsiasi volume e forma che meglio si adatti all'apparato dell'esperimento in questione. Gli scintillatori sono ampiamente utilizzati in molti campi, da esperimenti di fisica nucleare ad applicazioni mediche, grazie ai veloci tempi di risposta, ai costi contenuti e alla relativa facilità di produzione. La comunità scientifica si è quindi indirizzata verso lo sviluppo di questi nuovi materiali per fornire una buona efficienza di rivelazione per le particelle cariche e la radiazione gamma ed anche per poter essere utilizzati per la rivelazione di neutroni con opportuni drogaggi.

La rivelazione di neutroni con un'elevata risoluzione spaziale e in energia è altrasi di importanza fondamentale in molti settori: la fisica nucleare, la rivelazione di esplosi, le tecniche di analisi basate sulla diffrazione dei neutroni e la fisica sanitaria. In questa direzione si è mosso l'esperimento HYDE (HYbrid DETector), finanziato nell'ambito della Commissione Nazionale V dell'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare, il cui scopo è lo studio per la realizzazione di un rivelatore ibrido compatto per neutroni ottenuto accoppiando un rivelatore 3D al silicio con uno scintillatore polisilossanico di recente realizzazione.

L'esperimento HYDE è una collaborazione fra le sezioni dell'Università di Trento, Padova e dell'INFN di Legnaro. In particolare l'unità di ricerca di Trento e Padova ha sviluppato rivelatori 3D al silicio in collaborazione con la Fondazione Bruno Kessler (FBK), sperimentando nuove soluzioni progettuali e tecnologiche caratterizzando estensivamente i dispositivi in abbinamento a diversi circuiti di lettura. I rivelatori 3D, grazie alla loro architettura intrinseca che disaccoppia il volume attivo della distanza tra gli elettrodi, sono dispositivi con ottime proprietà di raccolta di carica, alta velocità di risposta ed elevata resistenza al danno da radiazione. L'unità dei Laboratori Nazionali di Legnaro (LNL) ha realizzato, all'interno dell'esperimento ORIONE (Organic scIntillators fOr NEutrons), nuovi scintillatori polisilossanici per la rivelazione di neutroni termici e veloci. Questi scintillatori sono dotati di un'elevata resistenza alla radiazione e si sono dimostrati in grado di rivelare particelle cariche e radiazioni gamma con una resa di scintillazione del 50% – 70% rispetto ai migliori scintillatori plastici commerciali. Inoltre, si sono rivelati capaci di solubilizzare quantità piuttosto elevati di composti in boro, per aumentare la sensibilità alla cattura dei neutroni lenti. La sintesi degli scintillatori mediante resine polisilossaniche li rende maneggevoli per la realizzazione in forme particolari, di grandi e piccole dimensioni, o per introdurli in strutture complesse, come possono essere i rivelatori al silicio a 3D.

L'esperimento HYDE introduce gli scintillatori polisilossanici nella cavità dei diodi 3D, prodotte in dimensioni tali da fornire una probabilità sufficientemente elevata di diffusione e interazione dei neutroni con il materiale scintillante, coniugando la possibilità che i prodotti carichi

dovuti all'urto elastico o le particelle alfa derivanti dalla cattura neutronica da parte del boro, possano essere rivelate dalle colonne attive del rivelatore al silicio. Si otterrebbe un sistema compatto ed efficiente per rivelare i neutroni, sia attraverso la conversione della luce di scintillazione sia con la diretta rivelazione dei prodotti carichi ottenuti. La matrice a base organica coniugata con il drogaggio boro degli scintillatori testato durante l'esperimento ORIONE permetterebbe, quindi, di rivelare sia neutroni veloci che quelli termici con buona efficienza.

Il lavoro sviluppato nella seguente tesi si è concentrato sullo studio di campioni con diverse tipologie di componenti chimiche della matrice del rivelatore polisilossanico, diverse concentrazioni di molecole *dye* e diverse dimensioni degli scintillatori per valutare e confrontare il rapporto segnale-rumore e quindi la resa relativa. I test sperimentali sono stati effettuati in laboratorio con sorgenti di calibrazione di particelle alfa e di radiazioni gamma.

Capitolo 2

Scintillatori Organici

2.1 Processo di Scintillazione

Le due grandi categorie in cui si dividono gli scintillatori sono inorganici e organici. Per il lavoro di tesi svolto si è optato per un uso esclusivo di scintillatori organici di tipo plastico, scelta dovuta al progetto più ampio in cui si inserisce questo lavoro. Il processo principale che caratterizza tutti gli scintillatori è il processo di luminescenza, cioè l'emissione di radiazione elettromagnetica per dissipare l'energia da una particella carica. Le molecole organiche hanno tre tipi di luminescenza: fluorescenza, fosforescenza e fluorescenza ritardata. La fluorescenza è il processo principale ed è dovuta alle transizioni radiative dallo stato S_1 agli stati S_0 . Poiché la struttura dei livelli di S_1 e S_0 sono molto simili, lo spettro di fluorescenza è un'immagine speculare di quello di assorbimento e quindi tra i due esiste spesso una parziale sovrapposizione. Inoltre, la fluorescenza è composta da una componente *fast* e una componente *slow*: la prima è dovuta all'eccitazione degli stati di singoletto dei π -elettroni, mentre la seconda è dovuta alla ionizzazione dei π -elettroni.

I meccanismi di scintillazione possono essere convenientemente scomposti in: processi primari e processi secondari. I processi primari corrispondono al trasferimento di energia dalla radiazione ionizzante all'eccitazione del costituente principale o matrice dello scintillatore plastico (X). I processi secondari sono l'insieme dei possibili canali o modi in cui l'energia di eccitazione di X può essere "utilizzata". Dunque l'efficienza assoluta di scintillazione deve tener conto di entrambi i meccanismi:

$$S = P \cdot Q$$

dove P rappresenta l'efficienza di eccitazione primaria, mentre Q l'efficienza quantica dei processi secondari. Circa il 70% dell'energia incidente viene spesa per l'eccitazione del sistema molecolare, ma solo i π -elettroni contribuiscono alla fluorescenza, se si indica con F_π la frazione di π -elettroni del sistema X, allora l'efficienza di eccitazione primaria risulta

$$P = \frac{2}{3} F_\pi.$$

Considerando il processo di conversione interna che ci dà una misura della probabilità che si abbia un decadimento al livello S_1 , di energia E_1 , partendo da un'energia media di eccitazione primaria E_e , possiamo scrivere l'efficienza quantica dei processi secondari

$$Q = C \frac{E_P}{E_1} q_P$$

in cui E_P è l'energia dei fotoni di fluorescenza, C è l'efficienza di conversione interna e q_P è detta efficienza quantica di fluorescenza, cioè il rapporto tra la frazione dei fotoni "utili" di fluorescenza generati nella transizione $S_1 \rightarrow S_0$ e il totale dei possibili decadimenti dal livello $S_1 \rightarrow S_0$.

Riassumendo: per un sistema ternario, composto da una matrice X, un soluto primario Y e un soluto secondario Z, si ha che l'efficienza assoluta di scintillazione risulta

$$S_Z = PC \frac{E_{PZ}}{E_{1X}} f_{XY} f_{YZ} q_{0Z}$$

in cui f_{XY} è l'efficienza di trasferimento della radiazione di fluorescenza dalla matrice X al soluto primario Y e f_{YZ} l'efficienza con cui viene convertita in luce visibile dal soluto secondario Z. In particolare, il soluto Y e il soluto Z vengono chiamate *wavelength-shifter* (WLS).

Gli scintillatori plastici sono caratterizzati da tempi di risposta molto brevi, hanno buone caratteristiche meccaniche, sono ottimi per la rivelazione dei neutroni veloci e hanno costi relativamente bassi. Di contro hanno un problema di invecchiamento plastico che tende ad ingiallire e danneggiare seriamente il materiale, inoltre, possono essere danneggiati da esposizione ad agenti chimici o forti radiazioni.

2.2 Sintesi dei Campioni

Negli ultimi anni l'attenzione per gli scintillatori plastici si è spostata da quelli commerciali, basati su poliviniltoluene (PVT) e polistirene (PS), agli scintillatori basati su *polisilossani* (PSS). I polisilossani presentano una notevole resistenza termica e alle radiazioni, mantenendo le proprietà chimico - fisiche del composto. L'unità strutturale che si ripete nelle catene di polisilossani è il legame ponte Si-O-Si e viene genericamente indicata con $-(SiO[R]_2)_n$. Il gruppo funzionale R è di solito composto dal gruppo metile $-CH_3$, ma esistono numerose composizioni di partenza per la sintesi delle gomme siliconiche. Il legame ponte delle catene polisilossaniche risulta un legame stabile, a dispetto di un legame Si-Si che risulta più debole. Questa resistenza è da imputare all'elevata energia di legame del ponte Si-O-Si.

Altra caratteristica molto utile è la capacità di polimerizzazione a temperatura ambiente e nel forno non subisce significative variazioni di volume: questo consente di ridurre al minimo gli svantaggi portati dalle tensioni residue e dalla dispersione del calore indotte dal processo.

Il materiale risulta flessibile e resistente agli sforzi meccanici. Presenta una reattività chimica molto bassa e sono totalmente atossici in fase di produzione, utilizzo e smaltimento.

I campioni presi in esame sono composti essenzialmente da due componenti principali, una resina base e una resina reticolante, la cui miscela va a costituire la matrice dello scintillatore:

- 1 la resina base, poli-dimetilsilossano-difenilsilossano, è caratterizzata da un gruppo vinile terminale ed è denominata RESINA A1 (Figura 1.1(a)). Il numero di gruppi benzene utilizzati nei campioni rappresenta il 22% di gruppi fenili lungo la catena.
- 2 la resina base, poli-fenilmetilsilossano, è caratterizzata ancora dalla terminazione con un gruppo vinile. Questa resina, denominata RESINA A2 (Figura 1.1(b)), presenta il solo gruppo fenile lungo la catena, quindi si parlerà di campioni con il 100% di gruppi finili.
- 3 La resina reticolante, poli-metildro-metilfenilsilossano, denominata RESINA B (Figura 1.1(c)), è essenziale per la sintesi dei campioni, in quanto l'H in testa ed in coda alla catena, e nel gruppo $-CH_3 - Si - H$, presente in composizione variabile del 45% ÷ 50%, è alla base del processo di reticolazione.

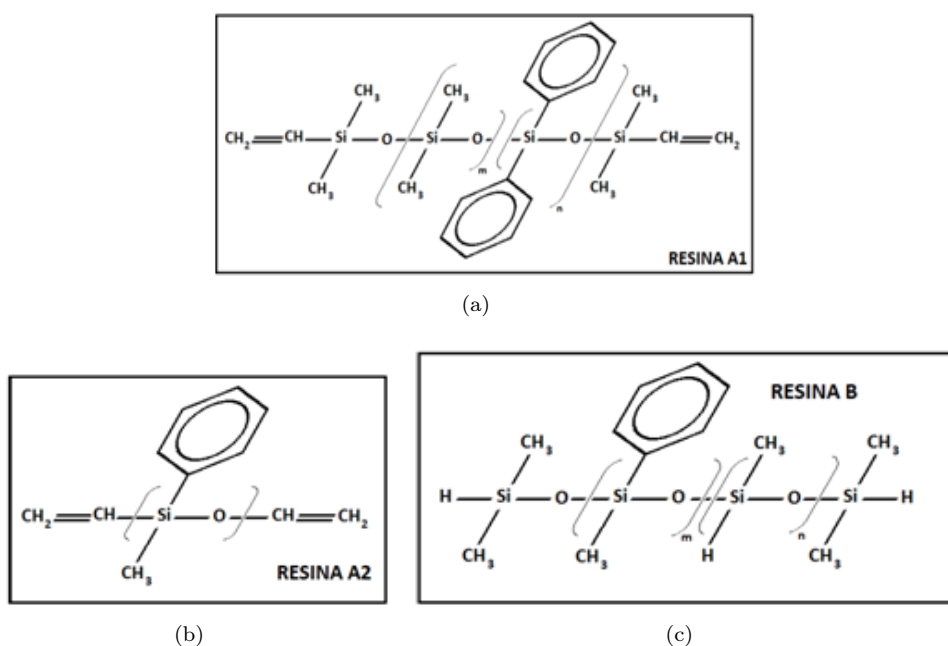


Figura 2.1: a) Formula strutturale della RESINA A1, dimetilsilossano - difenilsilossano, generalmente le catene presentano un 75% ÷ 78% di gruppo m (dimetil) e il restante 22% ÷ 25% di gruppo n (difeni). b) Formula strutturale della RESINA A2. c) Formula strutturale della RESINA B. Si osservino i legami Si-H che sono i principali agenti della reticolazione.

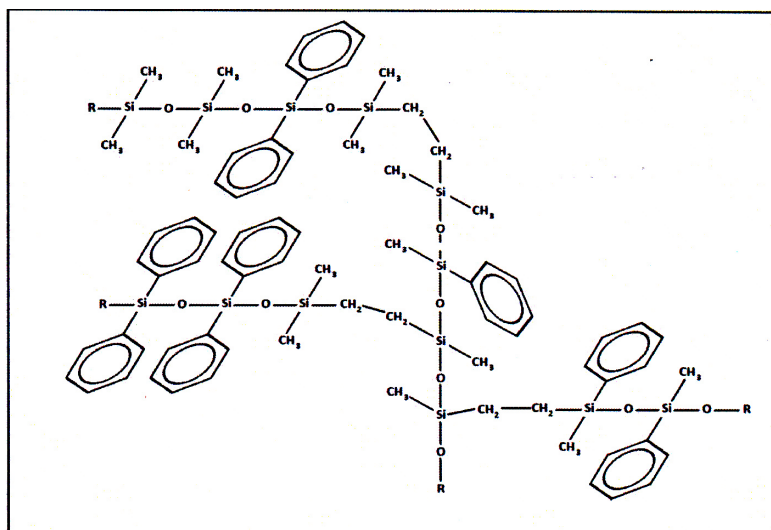


Figura 2.2: Struttura della molecola dopo la reticolazione delle quattro catene.

Sono stati aggiunti alla miscela : un catalizzatore al Platino (Pt) e un inibitore. Il primo accelera il processo di reticolazione del composto, mentre il secondo controlla che la reticolazione non sia troppo rapida, in modo che la miscela sia il più omogenea possibile.

Il Platino facilita la reazione di addizione grazie alla sua capacità di coordinare a sè i doppi legami terminali delle resine base, facilitando così l'addizione di Si-H della RESINA B al doppio legame indebolito. In tutti i campioni studiati la quantità di Platino aggiunta alla miscela è stata di $1 \mu\text{l}$, salvo in una serie di campioni di controllo, in cui s'è voluto cercare la quantità ottimale per migliorare la reticolazione, risultata poi, per l'appunto, di $1 \mu\text{l}$.

Al composto, infine, sono stati aggiunti fluorofori: 2.5-diphenyl oxazole (PPO), Lumogen F Violet 570 (LV, BASF) e Lumogen F Red 305 (LR, BASF); necessari per spostare l'emissione di luce della matrice nel visibile. Il PPO assorbe attorno ai 300 nm e riemette a circa 380 nm . Il Lumogen Violet, che fa da wavelshifter, assorbe la luce emessa dal PPO e fluoresce a circa 430 nm , nella regione del blu (nel visibile). Il Lumogen Red assorbe la luce emessa dal LV ed emette a circa 630 nm , cioè nella regione del rosso.

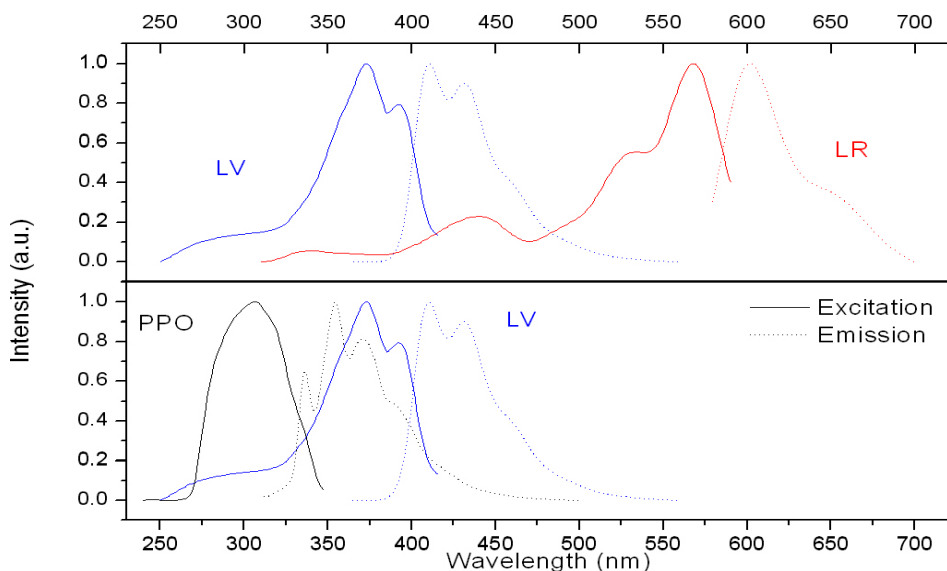


Figura 2.3: Spettri di eccitazione e di emissione di PPO, Lumogen Violet e Lumogen Red. È ben visibile l'ottima sovrapposizione degli spettri di emissione del PPO e di eccitazione del LV e la buona sovrapposizione tra LV e LR tra i 400 nm e 450 nm

Quindi, i gruppi fenili delle RESINE A1, A2 e B assorbono i fotoni incidenti nella regione UV ($\lambda < 280 \text{ nm}$) ed emettono alla lunghezza d'onda d'assorbimento del PPO, il quale emette alla lunghezza d'onda del Lumogen Violet ed infine è il Lumogen Red a produrre una fluorescenza rossa.

Il metodo di preparazione degli scintillatori è rimasta la stessa per tutta la durata dei test. La resina base viene miscelata assieme ai fluorofori in barattoli di polietilene con un'ancoretta magnetica, solitamente ad una temperatura $< 75^\circ\text{C}$, visto che si amalgamano meglio ad una temperatura superiore a quella ambientale. Miscelato il composto fino alla sua completa omogeneità(circa una notte), vengono disciolti l'inibitore, il catalizzatore, che innescano la reazione

di reticolazione, e la RESINA B (crossliker), mantenendo il composto in agitazione, ma, ora, lontano da fonti di calore per evitare una reticolazione troppo veloce.

La miscela viene riposta in una pompa a vuoto per il degasaggio: l'aria intrappolata nella fase di miscelazione può comportare abbassamenti significativi della resa di luce. Successivamente i campioni vengono posti in forno ad una temperatura di circa 60°C , dove vengono lasciati fino al completamento del processo chimico, solitamente una notte.

La reticolazione del silicone avviene per rottura dei doppi legami dei gruppi vinili delle due resine A1 e A2 a causa della presenza degli *H* terminali della resina B. I legami chimici che vengono a formarsi durante la reticolazione portano i composti a creare una rete, visto che le catene si uniscono non solo nelle posizioni terminali (RESINA A1 e A2), ma anche in posizioni intermedie (RESINA B); il materiale si trasforma in un solido elastico con elevata resistenza meccanica e termica, caratteristiche proprie del silicone.

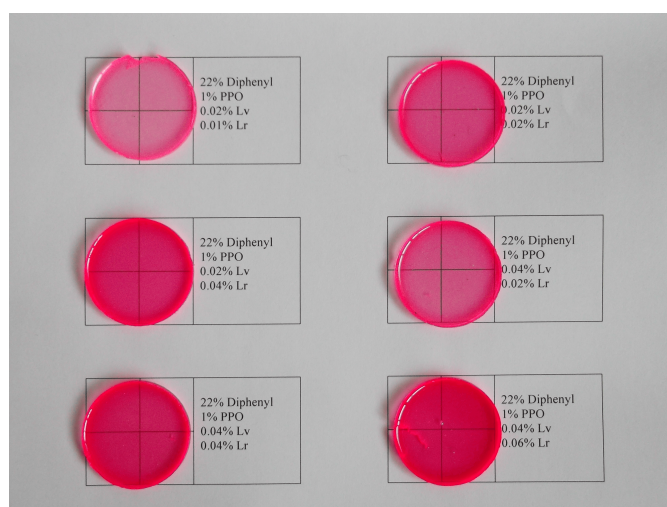


Figura 2.4: Campioni di silicone 22% Diphenyl con 1% PPO e diverse concentrazioni di Lumogen Violet e Lumogen Red, rispettivamente il dye secondario e terziario.

Capitolo 3

Strumentazione

I rivelatori usati durante il lavoro di tesi e di prima presa dati al CN 7 sono stati di due tipi: dei Photo Multiplier Tube (PMT), ed un Avalanche Photodiode (APD).

3.1 Photo Multiplier Tube

Il Photo Multiplier Tube (PMT) è composto essenzialmente da quattro parti: finestra, fotocatodo, dinodi ed anodo; il tutto sotto vuoto spinto.

La finestra è il punto d'ingresso al PMT. I materiali usati per comporre la finestra sono: cristalli di fluoruro di magnesio (MgF_2), cristalli di ossido d'alluminio (Al_2O_3), cristalli di silicati sintetici, vetri in grado di far passare i raggi UV, ma i più comunemente usati sono i vetri borosilicati. Tutti questi materiali hanno la peculiarità di far passare i raggi UV, che vengono assorbiti dai classici vetri. Dietro la finestra abbiamo il fotocatodo.

Il fotocatodo è composto da un foglio di materiale semiconduttore alcalino, che viene drogato affinché sia più efficiente per certe lunghezze d'onda, a seconda dell'utilizzo. Quando il fotone colpisce il fotocatodo si ha l'effetto fotoelettrico, in cui tutta l'energia del fotone ($h\nu$) viene ceduta ad un elettrone della banda di valenza del fotocatodo. Se l'energia è tale da permettere all'elettrone di superare la barriera di *level vacuum*, allora si ha l'emissione di un fotoelettrone. La probabilità che da un fotone sia generato un fotoelettrone è detta Efficienza Quantica (EF)

$$\eta(\nu) = (1 - R) \frac{P_\nu}{k} \left(\frac{1}{1 + \frac{1}{kL}} \right) P_s$$

dove R è il coefficiente di riflessione, k è il coefficiente di assorbimento totale dei fotoni, P_ν è la probabilità che il fotoelettrone superi la barriera di Coulomb, L è la lunghezza media di fuga del fotoelettrone, P_s è la probabilità che il fotoelettrone possa essere emesso e ν è la frequenza della luce incidente.

I produttori di PMT, grazie alla scelta del materiale che compone il fotocatodo, fissano R , k e P_ν , quindi i fattori che pesano sull'EF sono L e P_s . L può essere allungata con una scelta del cristallo migliore mentre P_s dipende in gran parte dalla zona di affinità elettronica.

Il fotoelettrone emesso viene accelerato con una differenza di potenziale tra fotocatodo e dinodo. Inoltre viene focalizzato grazie ad un elettrodo determinando così l'efficienza di raccolta del primo dinodo, cioè il rapporto tra gli elettroni incidenti su un'area effettiva del primo dinodo e i fotoelettroni emessi da quest'ultimo.

Ogni dinodo è costituito da diversi strati di elettrodi emissivi con una superficie leggermente curva. Gli strati emissivi sono composti da antimonio con alcali, ossido di berillio (BeO), ossido

di magnesio (MgO), fosforo di gallio (GaP) e arseniuro-fosfide di gallio (GaAsP). Questi strati vengono ricoperti da uno strato-elettrodo di nichel, o di acciaio inossidabile o di lega rame-berillio. A ciascun dinodo è applicata una differenza di potenziale, che si ottiene da un unico alimentatore ad alta tensione ed una rete resistiva detta partitore. Un PMT ha diversi dinodi che ne determinano l'amplificazione interna. Infatti ogni dinodo ha un guadagno, inteso come il numero di elettroni secondari prodotti dal singolo elettrone incidente sul dinodo. La somma dei guadagni di ciascun dinodo porta il PMT ad avere un guadagno complessivo di $10^6 \div 10^8$.

L'anodo è un elettrodo che raccoglie gli elettroni secondari moltiplicati nel processo di cascata tra i vari dinodi e li tramuta in segnale elettrico (corrente). L'anodo viene progettato con una forma che ottimizza la raccolta; la forma assume una considerevole importanza visto che la differenza di potenziale tra l'ultimo dinodo ed l'anodo dev'essere tale da prevenire effetti di carica spaziale ed ottenere la massima corrente d'uscita.

Un PMT può operare distintamente in due modi: digitale o analogico. Nel primo il PMT è usato per conteggiare i fotoni che incidono sul fotocatodo ed è preferibile quando l'intensità dei fotoni incidenti non è troppo alta ed i fotoelettroni associati non sono abbastanza veloci. È una tecnica di lavoro che predilige le situazioni in cui i fotoni incidenti sono ben distinti nell'intervallo di tempo. Il secondo metodo si utilizza quando il numero di fotoni incidenti è talmente elevato che non è possibile distinguerli, in questo caso si va ad operare una media nella corrente di uscita.

I fotomoltiplicatori sono strumenti molto sensibili e sono soggetti a vari fonti di rumore che incidono nel dato finale di output. Le più importanti sono:

- Emissione termoionica di elettroni: il fotocatodo e i dinodi possono emettere fotoelettroni anche senza essere alimentati a causa dell'effetto termoionico a temperature ambiente.
- La struttura del PMT è alloggiata in una camera di vetro e posta sotto vuoto, che può comportarsi come uno scintillatore ed emettere luce.
- Formazione di un campo elettrico a causa dell'alto voltaggio a cui opera il PMT, per evitare ciò è necessario mantenere il PMT ad un voltaggio inferiore a quello massimo.
- Correnti di dispersione che dipendono da imperfezioni nell'isolamento del fototubo e che sono piuttosto considerevoli quando il PMT opera a basso voltaggio.
- Mancata corrispondenza dell'impedenza nei segnali d'entrata del preamplificatore e del PMT che possono causare errori di conteggio (*ringing effect*).
- I PMT sono molto suscettibili alle vibrazioni che possono incidere meccanicamente sulla struttura del fotomoltiplicatore causando uno spostamento delle traiettorie degli elettroni ed implicando un abbassamento considerevole del guadagno e del segnale di output.
- I PMT sono molto sensibili ai campi magnetici esterni che inibiscono il rumore indotto nel sistema.

Il conseguente rapporto tra segnale e rumore si diversifica a seconda della modalità operante del PMT. Nel lavoro effettuato il PMT è sempre stato usato nella modalità digitale in cui viene effettuato un taglio del segnale: in basso per evitare il conteggio degli eventi classificati come rumore ed in alto per eliminare i segnali "spuri" con impulso più alto. Il taglio basso è fissato da una sessione di presa dati senza alcuna sorgente per un determinato tempo. Questo ci permette di eliminare i conteggi dovuti all'emissione termoionica del fotocatodo e dei dinodi (*dark current*) e dovuti ai fotoni di *background*:

$$N_{bg,d} = N_{bg} + N_d.$$

Successivamente viene effettuata una seconda presa dati, per lo stesso tempo della prima, ma questa volta con una sorgente:

$$N_{total} = N_{st} + N_{bg} + N_d$$

dove N_{st} è il numero di eventi dovuti alla natura statistica dell'effetto fotoelettrico e al processo di moltiplicazione secondaria degli elettroni. Dunque il rapporto tra segnale e rumore:

$$\frac{S}{N} = \frac{N_{st}}{\sqrt{\sigma_{total}^2 + \sigma_{bg,d}^2}} \text{notag} \quad (3.1)$$

con:

$$\sigma_{bg,d} = \sqrt{\sigma_{bg}^2 + \sigma_d^2} \quad \text{e} \quad \sigma_{total} = \sqrt{\sigma_{st}^2 + \sigma_{bg}^2 + \sigma_d^2}$$

ma:

$$\sigma_{st} = \sqrt{N_{st}} \quad ; \quad \sigma_{bg} = \sqrt{N_{bg}} \quad ; \quad \sigma_d = \sqrt{N_d}$$

dunque:

$$\frac{S}{N} = \frac{N_{st}}{\sqrt{N_{st} + 2(N_{bg} + N_d)}} .$$

I PMT usati durante la tesi sono tutti a focalizzazione lineare, godono di tempi di risposta molto veloci, un buon tempo di risoluzione ed un'eccellente linearità del segnale. Tutti sono stati prodotti da Hamamatsu. Due di questi sono modelli con efficienza quantica nel rosso (R2228) ed uno con efficienza quantica nel blu (R1450). I partitori accoppiati sono anch'essi dell'Hamamatsu con tensioni usate nella sessione di prove di $-1200V$ per i PMT nel rosso (E678-14C) e $-1400V$ per quello nel blu (E678-12L).

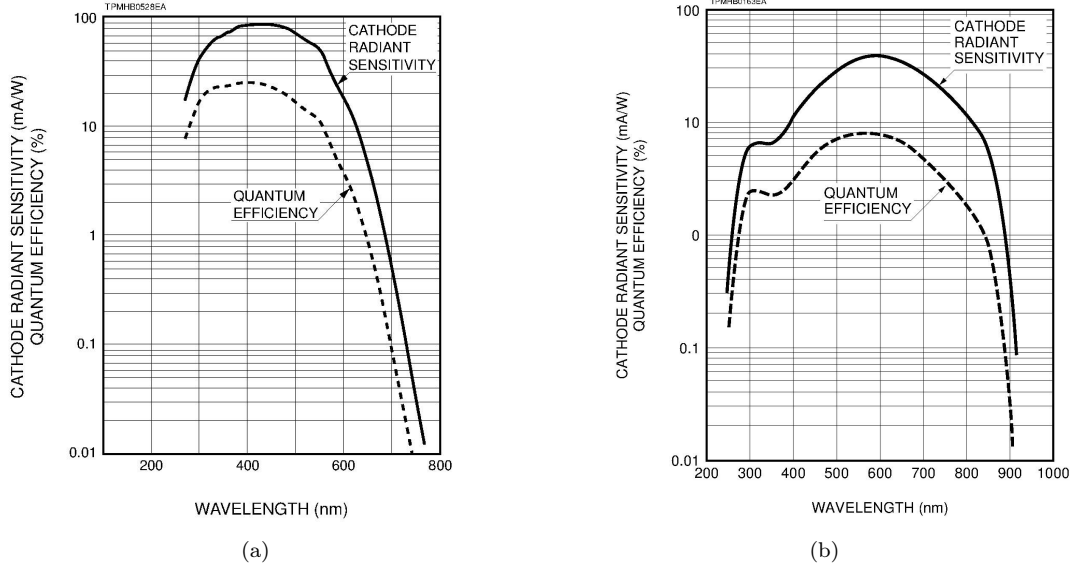


Figura 3.1: Efficienza quantica dei PMT utilizzati: (a) R1450 e (b) R2228; come si può notare la QE in R2228 è maggiore attorno alla lunghezza d'onda del rosso.

3.2 Avalanche PhotoDiode

L'Avalanche PhotoDiode (APD) è un rivelatore al silicio, simile al fotodiode, sfrutta il processo conosciuto come *impact ionization*, nel quale l'elettrone primario crea più elettroni liberi dalla trasmissione d'energia alle molecole lungo la sua traiettoria. Questo processo è simile all'*effetto valanga* che si ha nei rivelatori a gas. Gli elettroni primari, prodotti dalla radiazione incidente, vengono accelerati sotto l'influenza di un campo elettrico esterno. Se l'energia raggiunta da un elettrone è sufficientemente elevata, può liberare uno o più elettroni secondari. Teoricamente il processo è possibile solo se l'elettrone incidente ha un'energia minima uguale o superiore all'energia di gap del materiale. Nella realtà l'elettrone perde energia anche attraverso scattering non radioattivi, quindi l'energia media dell'elettrone dev'essere più alta dell'energia di gap, almeno con una differenza d'energia di fattore 3. La produzione di elettroni secondari ed eventuali elettroni terziari, possono causare un effetto valanga. La valanga prodotta crea una corrente elettrica che risulta più alta di un normale fotodiode. Questa corrente è proporzionale all'energia della particella incidente e quindi l'APD può essere usato come spettroscopio.

L'APD è costituito da quattro strati di materiale semiconduttore: un primo substrato fortemente drogato con accettori (p^+); una zona intrinseca di semiconduttore, che serve a tenere costante il campo elettrico, aumentare l'efficienza quantica e diminuire la capacità di giunzione; un sottile strato drogato con accettori (p), ma in misura inferiore al primo; infine, un sottile strato drogato con donatori (n^+). Ai due strati esterni, quelli fortemente drogati, viene applicata una polarizzazione inversa (bias inverso), creando un campo elettrico. La radiazione incidente passando attraverso la zona intrinseca genera delle coppie elettrone-lacuna lungo la traiettoria. Gli elettroni generati migrano verso lo strato n^+ , ma prima devono passare attraverso lo strato p . Ed è proprio nello strato p che avviene l'effetto di moltiplicazione degli elettroni.

Il guadagno medio di un APD commerciale viene descritto come

$$\langle G_e \rangle = \frac{1 - u}{e^{-\alpha d(1-u)} - u}$$

dove $u \neq 1$ è il rapporto tra il numero di lacune ed il numero di elettroni generati dalla ionizzazione, α è il numero di elettroni prodotti e d è la larghezza della *regione di svuotamento*. Il valore del rapporto di ionizzazione è compreso tra 0 e 1, ma è generalmente dell'ordine di 10^{-2} o 10^{-3} . Il guadagno interno di un APD è in funzione della tensione applicata e proprio in base a questa relazione si cerca di settare l'APD in modo tale che questa relazione sia il più possibile lineare, in modo tale che sia possibile scrivere

$$\frac{dG}{dV} = k_v G \quad [\%V^{-1}]$$

dove k_v è una costante che dipende dal materiale costruttivo dell'APD e che generalmente è compreso tra 3 e 4.

Un altro parametro importante è la temperatura di esercizio dell'APD: il guadagno aumenta con il diminuire della temperatura in accordo con la relazione

$$\frac{dG}{dT} = -k_t G \quad [\%C^{-1}]$$

dove la temperatura viene espressa in gradi Celsius e k_t è una costante che dipende dal tipo di APD usato, ma che solitamente è compresa tra 2 e 3.

Il vero problema che va ad incidere sul guadagno non dipende dalla tensione d'esercizio dell'APD o dalla temperatura in cui opera; sono le fluttuazioni a cui è soggetto il processo di ionizzazione e l'effetto valanga, che risultano poco desiderabili in misure di precisione come il

conteggio dei singoli fotoni. Queste fluttuazioni del guadagno vengono affrontate in due modi: lavorando direttamente con il guadagno oppure lavorando il *excess noise factor*

$$F = \frac{\langle G^2 \rangle}{\langle G \rangle^2}$$

o più semplicemente lavorando con la relazione lineare

$$F \approx AG + B$$

in cui A e B dipendono dal materiale costruttivo dell'APD.

Dalla definizione di guadagno possiamo definire, come per il PMT, l'efficienza quantica per l'APD

$$\xi = \frac{R}{\langle G \rangle} \frac{hc}{e\lambda}$$

dove $R = I_{out}/P$ è detta *responsivity* dell'APD, P è la potenza incidente e λ la lunghezza d'onda media dei fotoni incidenti. La responsivity è un parametro importante, usato per comparare le caratteristiche di APD differenti.

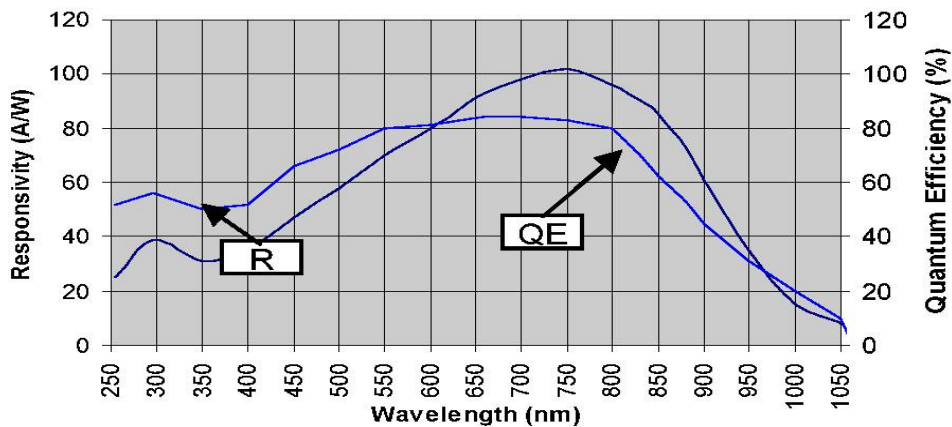


Figura 3.2: Curve rappresentanti il parametro della *Responsivity* e dell'Efficienza Quantica dell'APD con un guadagno $M = 200$

Il limite maggiore dell'APD è dovuto al rumore intrinseco dello stesso, che non ritroviamo nei PMT. Ci sono differenti sorgenti di rumore in un APD

- Correnti parassite, che possono essere superficiali o di volume. Quelle di volume sono estremamente fastidiose perchè generano un campo elettrico simile al segnale di corrente, che viene amplificato.
- Rumore di "eccesso", dipende dalla natura statistica delle interazioni fondamentali tra particelle che prendono parte al processo di moltiplicazione delle cariche.
- Rumore termico non dipende direttamente dall'APD, ma è un rumore generato dalla circuiteria di *output*.

Il rapporto tra il segnale in uscita e il rumore è definito

$$\begin{aligned}\frac{S}{N} &= \frac{I_e \langle G_e \rangle}{\sigma_{out}} \\ &= \frac{I_e \langle G_e \rangle}{\sqrt{\sigma_c^2 + \sigma_l^2 + \sigma_t^2}}\end{aligned}$$

dove:

$$\sigma_c = \sqrt{2eI_e B \langle G_e \rangle^2 F_e} \quad ; \quad \sigma_l = \sqrt{2eI_l B \langle G_l \rangle^2 F_l} \quad ; \quad \sigma_t = \sqrt{\frac{4F_t k_b T B}{R_{equ}}}$$

In cui: B è la larghezza di banda del sistema, F è l'excess noise factor con pedici c, l e t che si riferiscono alle fonti di rumore rispettivamente dei portatori di carica, delle correnti parassite e del "rumore termico", I_e è la corrente associata agli elettroni prima del processo di moltiplicazione e I_l è la corrente parassita (somma di quella superficiale e di volume); infine, k_b è la costante di Boltzmann, T è la temperatura assoluta e R_{equ} è l'impedenza equivalente in uscita dal circuito.

È facile notare che il rapporto S/N dipende dal guadagno medio $\langle G \rangle$ e quindi si ha una dipendenza da u , il rapporto di ionizzazione lacune/elettroni, che pone una severa costrizione al guadagno che produrrebbe valori alti di S/N . È più indicato mantenere il valore di u piccolo in modo da avere più flessibilità nella scelta del guadagno indicato per i tipi di applicazione dell'APD.

L'APD usato durante il lavoro di tesi è prodotto dall'API (Advanced Photonics INC., in particolare si tratta del modello SD 630-70-72-500 con efficienza quantica massima attorno ai 750 nm.

3.3 Apparato Strumentale

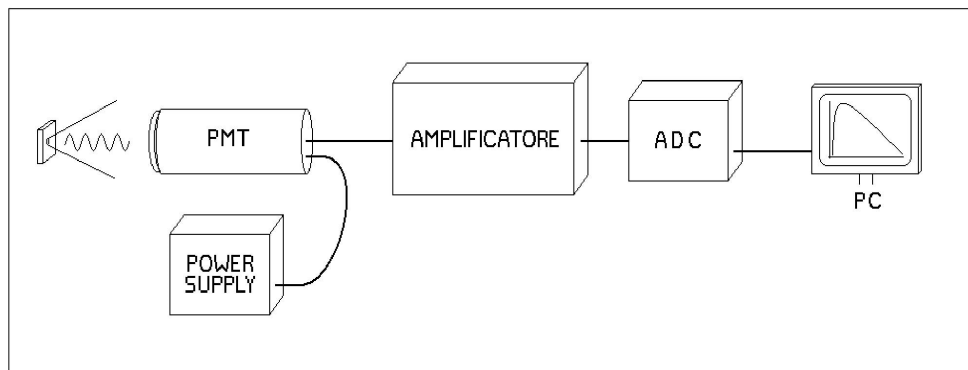


Figura 3.3: Schema della catena elettronica utilizzata.

Le sorgenti utilizzate durante il lavoro di test dei vari scintillatori silicici, con diverse concentrazioni di *dye*, sono state una sorgente di ^{241}Am per le particelle α e una sorgente ^{60}Co per le particelle γ . Le sorgenti e gli apparati ottici, a turno, sono stati posti all'interno di una camera rivestita interamente con pannelli neri per avere, il più possibile, un effetto corpo nero ed abbassare il rumore di fondo. L'accoppiamento tra PMT e APD con gli scintillatori è avvenuto in modo diretto, cioè facendo aderire lo scintillatore alla finestra del fototubo o dell'APD.

L'alimentazione è stata fornita da un generatore *High Voltage Power Supply* modello N-126 della CAEN. Per quanto riguarda i fototubi, il segnale di uscita viene inviato ad un amplificatore, Spettroscopy Amplifier della Camberra, il quale invia il segnale così amplificato ad un ADC (*Analog-to-Digital-Converter*), che lo converte da segnale continuo di tensione in segnale binario. Il segnale in uscita dall'APD deve, invece, essere pre-amplificato prima dell'amplificatore Camberra, poichè il guadagno è decisamente più basso di un PMT.

L'amplificatore produce un segnale gaussiano, la cui ampiezza è pari all'integrale del segnale in ingresso, il quale risulta confinato in un intervallo di tempo. Il tempo d'integrazione è correlato al tempo di formazione della gaussiano, detto *shaping time*, fissato a $0.25 \mu s$ durante il lavoro di tesi. Scelta dovuta all'osservazione della durata dell'impulso in ingresso e della dipendenza dalla risoluzione energetica del segnale (*FWHM*). Si è inoltre fissato un tempo di presa dati di circa $120 s$.

La digitalizzazione del segnale dovuta all'ADC è necessaria alla visualizzazione del segnale e alla memorizzazione dello stesso per averne accesso in qualsiasi momento.

Capitolo 4

Analisi Dati

4.1 Photo Multiplier Tube

4.1.1 Sorgente α

Per ciascun campione preso in considerazione andremo a mettere a confronto la resa di luce e la risoluzione energetica, di entrambe riporteremo l'espressione percentuale per una lettura ottimale del dato:

$$FWHM(\%) = \frac{FWHM(\text{canali}) \cdot 100}{Picco} \quad e \quad Resa(\%) = \frac{Picco \text{ campione} \cdot 100}{Picco \text{ EJ212}}$$

Per normalizzare i dati delle varie sessioni in laboratorio si è scelto di prendere come campione di riferimento *EJ212*, scintillatore commerciale dalle caratteristiche ben note.

Varie concentrazioni di Lumogen Violet (LV)

Le misure sono state effettuate con il PMT R2228, quindi sensibile alla luce nel rosso, con una tensione di 1200 V, uno shaping time di 0.25 μs ed un guadagno di 30, ponendo il *fine gain* a zero. Per migliorare la resa è stato applicato del *mylar* lateralmente allo scintillatore, garantendo così anche una perfetta adesione dello stesso con la finestra del fototubo. Si è posto, inoltre, un filtro a 515 nm

	22% Diph. PPO 1% LR 0.02%				EJ212
	LV 0.005%	LV 0.01%	LV 0.02%	LV 0.04%	
Range	120 - 400	130 - 450	150 - 500	150 - 500	900 - 1700
FHWM	119.23	137.80	135.66	143.41	283.30
Picco	223.55	267.89	300.34	316.67	1323.07
Area	7691 \pm 393	8857 \pm 260	9206 \pm 190	8947 \pm 184	15301 \pm 153
FHWM%	53.33	51.43	45.16	45.28	
Resa%	16.90	20.24	22.70	23.93	

Tabella 4.1:

Come si può notare sia in Tabella che in Figura 3.1, si ha un aumento della resa di scintillazione all'aumentare della concentrazione di Lumogen Violet e quindi un miglior trasferimento tra la matrice e LR.

Varie concentrazioni di Lumogen Red

Nella sezione precedente abbiamo definito la concentrazione ottimale di LV, che risulta la 0.04%. È necessario verificare anche la concentrazione ottimale per il dye terziario, cioè il Lumogen Red.

	EJ212	22% Diph. 1% PPO	
		0.04% LV 0.01% LR	0.04% LV 0.01% LR ⁽¹⁾
Range	250 - 460	60 - 140	160 - 380
FWHM	86.23	42.95	80.02
Picco	365.40	79.52	271.00
Area	10248 ± 159	5138 ± 1253	9180 ± 115
FWHM%		54.01	29.53
Resa%		21.76	74.16

	22% Diph. 1% PPO		
	0.04% LV 0.02% LR	0.04% LV 0.04% LR	0.04% LV 0.04% LR ⁽¹⁾
Range	70 - 180	70 - 220	140 - 340
FWHM	50.75	56.54	77.68
Picco	112.98	144.98	251.87
Area	7007 ± 377	7353 ± 113	9039 ± 152
FWHM%	44.92	40.00	30.84
Resa%	30.92	39.68	68.93

	22% Diph. 1% PPO		
	0.04% LV 0.06% LR	0.04% LV 0.08% LR	0.04% LV 0.08% LR ⁽¹⁾
Range	80 - 240	90 - 260	150 - 350
FWHM	59.15	63.24	72.45
Picco	161.48	170.70	240.70
Area	8012 ± 110	8206 ± 112	8310 ± 128
FWHM%	36.63	37.05	30.10
Resa%	44.19	46.71	65.87

Tabella 4.2: Le misure sono state effettuate con PMT rosso con tensione a 1200 V, uno *shaping time* di 0.25 μ s ed un guadagno di 30. L'indice ⁽¹⁾ indica che la presa dati è stata effettuata senza filtro a 515 nm e senza resina applicata alla finestra del PMT.

Anche in questo caso la maggior concentrazione di LR comporta una migliore resa di scintillazione rispetto all'EJ212. Indicativa, a conferma della precedente affermazione, la resa di scintillazione del campione con concentrazione a 0.08% di Lumogen Red e filtro a 515 nm. Infatti, tale filtro, privilegia il dye terziario e limita la scintillazione nel blu.

Confronto con il PMT R1450

Per valutare la resa effettiva dell'emissione nel rosso, si sono effettuate delle misure di confronto con il fototubo R2228, con e senza filtro passa-alto con taglio a 515 nm, e con il fototubo R1450 (sensibile nel blu), più sensibile a lunghezze d'onda nel blu. È evidente in Figura 3.1(c) come all'aumentare della concentrazione del LR si ha una drastica perdita di resa di scintillazione con il PMT R1450, questo perché si ha un abbassamento dell'emissione del LV.

22% Diph. 1% PPO 0.02% LV 0.005% LR			
	Senza Filtro	Con Filtro	PMT Blue
Range	200 - 550	30 - 120	300 - 800
FWHM	120.54	52.98	175.12
Picco	361.21	37.25	570.55
Area	20083 ± 171	13376 ± 1120	19824 ± 166
FWHM%	33.37	142.23	30.69
Resa%	69.35 ^[C]	7.15 ^[C]	85.02 ^[D]
22% Diph. 1% PPO 0.02% LV 0.01% LR			
	Senza Filtro	Con Filtro	PMT Blue
Range	500 - 1050	50 - 160	300 - 1000
FWHM	233.88	60.13	335.3
Picco	785.5	72.07	684.5
Area	14053 ± 206	12446 ± 916	14354 ± 292
FWHM%	29.77	83.43	48.98
Resa%	65.27 ^[B]	13.84 ^[C]	68.54 ^[A]
22% Diph. 1% PPO 0.02% LV 0.02% LR			
	Senza Filtro	Con Filtro	PMT Blue
Range	200 - 550	60 - 200	180 - 600
FWHM	135.77	60.40	150.78
Picco	399.77	107.97	397.22
Area	20135 ± 217	12499 ± 578	20308 ± 152
FWHM%	33.96	55.94	37.96
Resa%	76.74 ^[C]	20.73 ^[C]	59.19 ^[D]
22% Diph. 1% PPO 0.02% LV 0.04% LR			
	Senza Filtro	Con Filtro	PMT Blue
Range	450 - 1050	70 - 220	100 - 600
FWHM	230.6	61.98	224.3
Picco	767.51	128.91	341.5
Area	13949 ± 160	12955 ± 399	14426 ± 215
FWHM%	30.04	48.08	65.68
Resa%	63.77 ^[B]	24.75 ^[C]	34.20 ^[A]

EJ212				
	23/02/2012 [A]	13/03/2012 [B]	28/03/2012 [C]	28/02/2012 [D]
Range	300 - 1450	900 - 1500	300 - 700	400 - 900
FWHM	291.70	257.31	133.32	153.86
Picco	998.60	1203.52	520.88	671.03
Area	12379 ± 364	15487 ± 224	21246 ± 163	19946 ± 152

Tabella 4.3: Le misure sono state effettuate con PMT R2228 con tensione a 1200 V, uno *shaping time* di 0.25 μ s ed un guadagno di 30 e con il PMT R1450 con una tensione 1500 V, uno *shaping time* di 0.25 μ s ed un guadagno di 30. Gli indici dei valori delle rese di scintillazione si riferiscono ai picchi dell'EJ212 nelle date di presa dati corrispondenti.

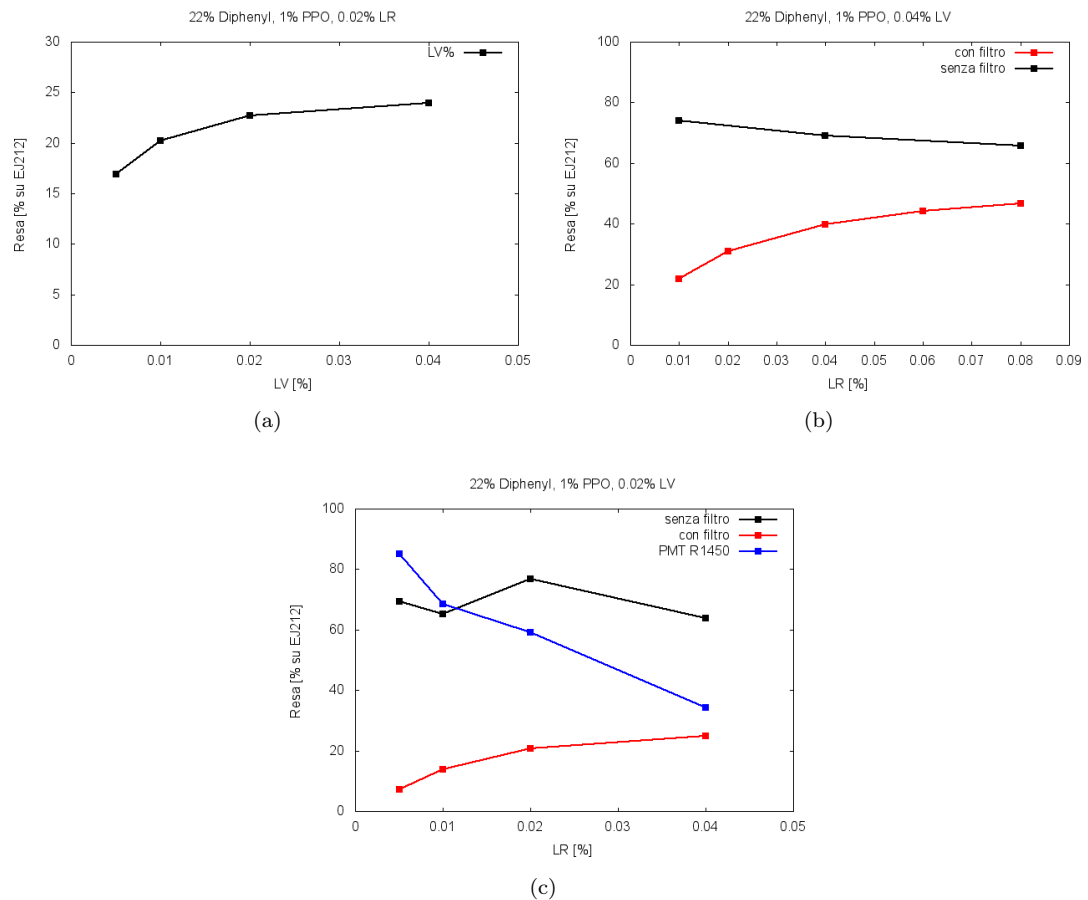


Figura 4.1: Rese di scintillazione per scintillatori silconici con matrice 22% Diphenyl al variare della concentrazione di Lumogen Violet (a), al variare della concentrazione di Lumogen Red con Lumogen Violet fissato a 0.04% (b) e al variare della concentrazione di Lumogen Red con Lumogen Violet fissato a 0.02%, con PMT R2228, con e senza filtro a 515 nm, e con il PMT R1450 (c)

Varie matrici e varie concentrazioni di PPO

Per completezza si sono studiate le rese di scintillazione con una matrice 22% Diphenyl silossano e 100% PhenyMethyl silossano con concentrazioni di 1% e 2% di PPO. Inoltre, su matrice di 100% PhenyMethyl, si sono confrontate diverse concentrazioni di PPO, con e senza filtro passa-alto con taglio a 515 nm.

	100% Methyl. LV 0.02% LR 0.01%	22% Diph. LVLR 0.01%	EJ212		
	PPO 1%	PPO 2%	PPO 1%	PPO 2%	
Range	120 - 400	100 - 350	120 - 420	150 - 450	900 - 1700
FHWM	109.01	112.05	134.34	142.00	283.30
Picco	219.21	193.20	241.26	262.30	1323.07
Area	5847 ± 382	6918 ± 461	6976 ± 377	7445 ± 576	15301 ± 153
FHWM%	49.73	58.00	55.68	54.14	
Resa%	16.57	14.60	18.23	19.82	

Tabella 4.4: Le misure sono state effettuate con PMT R2228 con tensione a 1200 V, uno *shaping time* di 0.25 μ s ed un guadagno di 30. È stato posto il filtro passa-alto con taglio a 515 nm.

Le due matrici non mostrano differenze evidenti, ma solo una leggera superiorità del 22% Diphenyl, probabilmente dovuta ad una miglior qualità dei campioni. Il silicone 100% Phenyl-Methyl è più fragile e presenta quindi una maggiore difettosità, che può intaccare la qualità ottica peggiorandola.

	100% Diph. LV 0.02% LR 0.01%		
	PPO 2%	PPO 1%	PPO 0.5%
Range	500 - 1200	550 - 1200	400 - 1100
FHWM	249.93	274.33	232.84
Picco	882.10	891.15	765.42
Area	13149 ± 149	13304 ± 193	12912 ± 131
FHWM%	28.33	30.78	30.42
Resa%	75.11	75.88	65.18
	100% Diph. LV 0.02% LR 0.01% con filtro		
	PPO 2%	PPO 1%	PPO 0.5%
Range	130 - 350	160 - 400	150 - 370
FHWM	116.48	129.54	107.62
Picco	190.16	246.77	215.98
Area	7552 ± 1366	62288 ± 1010	4454 ± 1098
FHWM%	61.25	52.49	49.83
Resa%	16.19	21.01	18.39

Tabella 4.5: Le misure sono state effettuate con PMT R2228 con tensione a 1200 V, uno *shaping time* di 0.25 μ s ed un guadagno di 30.

Dove la resa di scintillazione è stata calcolata sul seguente EJ212

	Range	FHWM	Picco	Area
EJ212	800 - 1500	259.33	1174.36	14610 ± 157

I valori ottenuti con PPO al 2% sono pressochè uguali alle rese di scintillazioni ottenute con i campioni a 1% di dye primario, dunque già a questa concentrazione il trasferimento dalla matrice risulta completo ed un ulteriore incremento della percentuale di PPO non comporta alcun effetto, come si può vedere in Tabella 3.5.

4.1.2 Sorgente γ

L'approccio con la radiazione γ è stato decisamente difficoltoso a causa dello spessore dei campioni di scintillazione fin qui analizzati, tutti con uno spessore di circa 1 mm . I γ ad alta energia ($\leq 1\text{ MeV}$) non interagiscono con lo scintillatore e gli spettri non presentano il picco Compton, ma scendono rapidamente a zero. Per ovviare a questa situazione, per gli scintillatori a 1 mm verrà preso come punto di riferimento per il calcolo della resa di scintillazione, l'*end point* della curva Compton, cioè il canale in cui la resa di luce va rapidamente a zero.

Oltre ai campioni di spessore 1 mm , per la sola presa dati per la sorgente γ , è stato fornito un campione con spessore di 10 mm con una matrice al 22% Diphenyl, concentrazioni di 1% di PPO, 0.02% di LV e 0.02% di LR.

Tutte le misure sono state effettuate con il PMT R2228 con tensione a 1200 V , uno shaping time di $0.25\ \mu\text{s}$ ed un guadagno di 30, *fine* a zero.

			End Point	Picco	Resa%	
22% Diph. 1% PPO 0.02% LV	0.01% LR	No Filtro	1100		73.33	
		Filtro	800		53.33	
	0.02% LR	No Filtro	950		63.33	
		Filtro	750		50.00	
	0.04% LR	No Filtro	1000		66.70	
		Filtro	800		51.34	
	0.02% LR [10 mm]			1300	752	70.28
	EJ212			1500	1070	

Tabella 4.6: Le misure sono state effettuate con PMT R2228 a tensione di 1200 V , uno *shaping time* di $0.25\ \mu\text{s}$ ed un guadagno di 30.

La resa di scintillazione dei campioni con spessore di 1 mm è stata calcolata con la seguente formula

$$Resa(\%) = \frac{\text{End point campione}}{\text{End point EJ212}} \cdot 100$$

vista l'impossibilità nell'identificare il picco Compton.

Si è fatta un'ulteriore verifica per il campione di spessore 10 mm con sorgente gamma di ^{137}Cs , utilizzando anche un filtro passa-alto con taglio a 515 nm

	22% Diph. PPO 1% LVL	0.02% LR	EJ212
	Filtro	No Filtro	
Picco	618.27	614.78	1521.28
Resa%	40.64	40.41	

Tabella 4.7: Le misure sono state effettuate con PMT R2228 con tensione a 1200 V , uno *shaping time* di $0.25\ \mu\text{s}$ ed un guadagno di 30. È stata usata resina siliconica per tenere incollato il filtro alla finestra del PMT e successivamente la resina è stata mantenuta anche dopo la rimozione del filtro.

È facile verificare che la resa di scintillazione, con o senza filtro, per il campione con spessore a 10 mm è la stessa, come è possibile notare anche dalla Figura 3.2. Ciò potrebbe essere spiegato da

un aumento del transfer tra il Lumogen Violet ed il Lumogen Red, che nel campione in questione è quasi completo, visti i valori di resa della scintillazione.

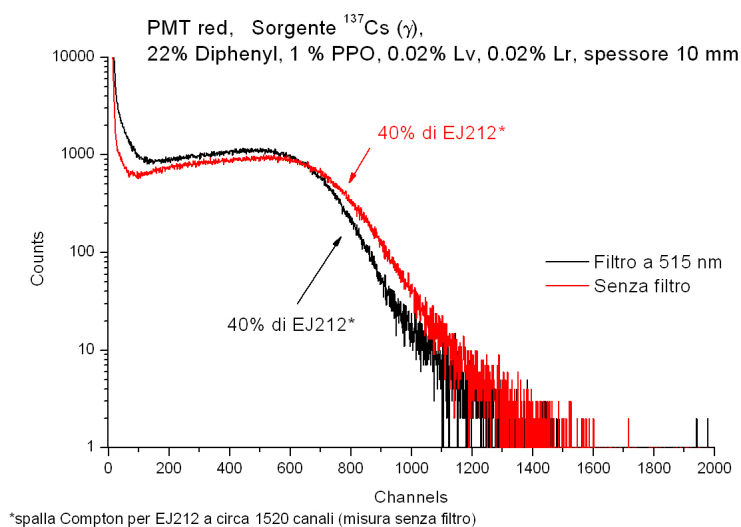


Figura 4.2: Confronto tra gli spettri di scintillazione prodotti dai raggi γ sul campione di spessore 10 mm , con e senza filtro passa-alto con taglio a 515 nm .

4.2 Avalanche Photodiode (APD)

I test effettuati con il fototubo R2228 hanno messo in evidenza la bontà delle rese di scintillazione con il Lumogen Red. Si tratta di verificare tali risultati con l'uso dell'APD. Anche in questo caso le misure sono state effettuate con una sorgente α (^{241}Am) e una sorgente γ (^{60}Co), ma non è stato possibile confrontarle con il campione commerciale di riferimento, l'EJ212, visto che l'APD in dotazione ha una sensibilità più spiccata nel rosso, pertanto il valore di riferimento non avrebbe avuto significato. Si sono così paragonate tra loro le misure effettuate e successivamente si è cercato di capire se queste sono compatibili con quelle rilevate con il fototubo R228.

4.2.1 Sorgente α

In Tabella 3.8 vengono riportate le misure con sorgente α

	Picco	FWHM%
0.02% LV 0.02% LR [10 mm]	173	47
22% Diph. 1% PPO	227	41
0.04% LV 0.02% LR	253	42

Tabella 4.8: Le misure sono state effettuate con l'APD con tensione a 1700 V , uno *shaping time* di $0.25\ \mu\text{s}$ e un guadagno di 300.

Per i tre campioni analizzati, il fototubo R228 ha restituito

			FWHM%	Resa%
22% Diph. 1% PPO	0.02% LV 0.02% LR [10 mm]	No Filtro	34.23	46.64
		Filtro	36.06	42.76
	0.02% LV 0.02% LR	No Filtro	33.96	76.75
		Filtro	55.94	20.73
	0.04% LV 0.02% LR	No Filtro		
		Filtro	44.92	30.92

Tabella 4.9: Rese di scintillazione delle misure effettuate con PMT R228 con tensione 1200 V, uno *shaping time* di 0.25 μ s e un guadagno di 300.

Come si può notare le rese di scintillazione dei vari campioni con PMT R228 e filtro pass-alto con taglio a 515 nm, non si discostano poi molto per il campione con spessore di 10 mm e per il campione con concentrazione più alta di Lumogen Violet. Come già verificato un maggior spessore comporta un miglior trasferimento al dye terziario ed è per questo che non ci sono variazioni significative. Si ha, inoltre, un'ulteriore conferma sull'ottima risposta per i campioni con una concentrazione di Lumogen Violet di 0.04%.

Purtroppo non è stato possibile effettuare misure su concentrazioni diverse di Lumogen Red, per verificare se una percentuale di 0.08% avrebbe dato gli stessi ottimi risultati riportati in Tabella 3.2 avuti con il PMT R2228. Ma ne riportiamo gli spettri con le diverse sorgenti

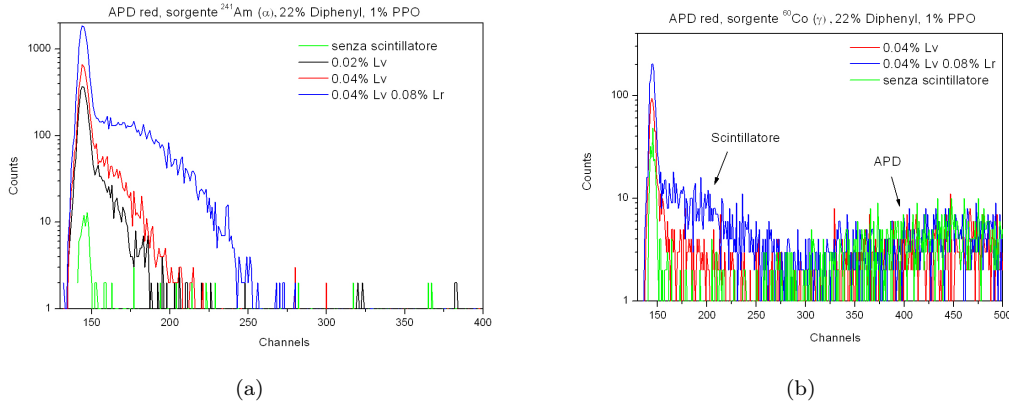


Figura 4.3: Confronto tra spettri di scintillazione con Partcelle α (^{241}Am) e raggi γ (^{60}Co) con e senza LR, misurate con APD.

Come mostrato in Figura 3.3 si ha un evidente aumento della resa per il campione contenente il Lumogen Red rispetto al campione che ne è sprovvisto (0.04% LV), ad indicare l'ottimo accoppiamento tra lo scintillatore selezionato e l'APD in dotazione.

4.2.2 Sorgente γ

Passando all'analisi con sorgente γ si ha un picco Compton più definito con il campione di spessore 10 mm, come già visto con il PMT. Per quanto riguarda i campioni con spessore 1 mm il picco Compton risulta meglio definito rispetto alle rese di scintillazione con PMT R2228, in cui la resa percentuale è stata calcolata sull'*end point* invece che sul picco. Inoltre è stata compiuta

una misura senza scintillatore ponendo tra la sorgente di ^{60}Co e la finestra dell'APD un piccolo spessore di materiale plastico inerte a simulare lo scintillatore, per evidenziare i segnali derivanti dall'interazione diretta dei gamma con il silicio dell'APD.

		Picco	Resa%
22% Diph. 1% PPO	0.02% LV 0.02% LR [10 mm]	172	21.23
	0.02% LV 0.02% LR	163	20.12
	0.04% LV 0.02% LR	177	21.85
No	Scintillatore	810	

Tabella 4.10: Le misure sono state effettuate con l'APD con tensione a 1700 V, uno *shaping time* di 0.25 μs e un guadagno di 300.

La resa di scintillazione è stata calcolata

$$Resa(\%) = \frac{\text{Picco Campione}}{\text{Picco No Scintillatore}} \cdot 100$$

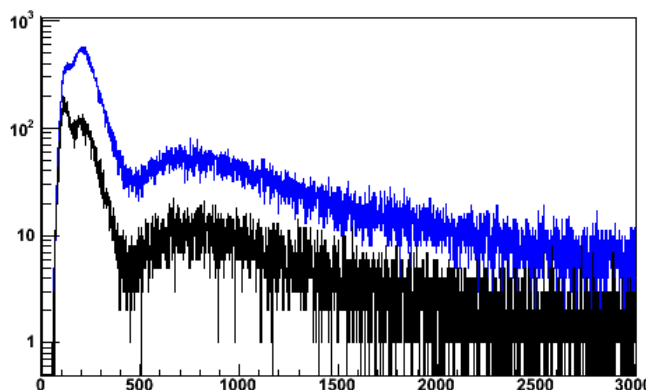


Figura 4.4: Spettri di scintillazione per la sorgente γ per i campioni a varie concentrazioni di Lumogen Violet: la concentrazione di 0.02% in colore blu, mentre la concentrazione di 0.04% in nero

I tre campioni hanno una resa di scintillazione pressochè identica a differenza della resa di scintillazione rilevata con il PMT R2228 ad indicare un transfer al dye terziario del tutto simile nei tre campioni presi in esame.

I dati sulla resa di scintillazione dell'APD, sia con sorgente α che con sorgente γ , si sono dimostrati inferiori a quelli con il PMT R2228 e il filtro passa-alto con taglio a 515 nm, imputabili al minor guadagno dell'APD rispetto al fototubo utilizzato.

Conclusioni

Il lavoro di tesi ha avuto come finalità l'analisi e lo sviluppo di nuovi rivelatori a scintillazione basati su matrici polisilossaniche drogate in principio con complessi di europio ($Eu(TTA)_3Phen$) e successivamente con dyes organici; entrambe le composizioni dovevano rispondere alla richiesta di emettere nella lunghezza d'onda del rosso per essere accoppiati con rivelatori al silicio 3D per la costruzione di un rivelatore ibrido sensibile alla posizione per neutroni.

La lentezza nell'emissione dei complessi di europio ha favorito l'adozione dei soli dyes organici che presentavano un tempo di risposta più idoneo alle possibili applicazioni. Si sono, così, testate diverse matrici siliconiche, diverse concentrazioni di dye primario (2,5-diphenyl oxazole (PPO)), di dye secondario (Lumogen Violet) e dye terziario (Lumogen Red). I test eseguiti con il fototubo R2228 (sensibile nel rosso) e le sorgenti di calibrazione (^{241}Am , ^{60}Co e ^{137}Cs) hanno evidenziato un'ottima resa in luce di scintillazione. Complessivamente la resa rispetto al campione commerciale di riferimento (EJ212) è di circa il 70%, di cui il 45% è dovuto alla scintillazione del Lumogen Red. L'accoppiamento con il fotodiodo a valanga ha dato anch'esso buoni risultati mostrando una resa di scintillazione superiore al 20%, nonostante le problematiche di elevato rumore di buoi e di basso guadagno dell'APD.

In conclusione, i test svolti hanno conseguito percentuali di resa di scintillazione rispetto al campione commerciale di riferimento (EJ212) evidenziando un buon accoppiamento con rivelatori al silicio grazie all'adozione del Lumogen Red, costituendo un punto di partenza per la realizzazione di un rivelatore ibrido, scopo del progetto HYDE.

Appendice A

Nella prima fase del lavoro di tesi sono stati testati scintillatori in cui il secondo e terzo dye, rispettivamente il Lumogen Violet ed il Lumogen Red, venivano sostituiti da un complesso di europio, $Eu(TTA)_3Phen$. Questo doveva garantire minor perdita della resa di scintillazione dovuta ai vari trasferimenti da un dye all'altro e doveva emettere nella lunghezza d'onda del rosso.

I campioni analizzati avevano una matrice al 22% Diphenylsiloxane, una concentrazione al 1% di PPO e diverse concentrazioni di europio (Eu). Le misure di scintillazione di questi campioni non hanno dato i risultati sperati; non è stato possibile distinguere il segnale dovuto alla sorgente α (^{241}Am) dal rumore di fondo con il PMT R2228, che rappresentava il fototubo di riferimento. Il motivo dell'impossibilità di rilevare l'emissione dell'europio sta nel tempo di vita dell'eccitazione di questo dye. L'emissione risulta molto lento, dell'ordine dei ms , ed anche utilizzando il massimo shaping time dell'amplificatore ($6\mu s$) risulta sempre troppo breve per l'emissione dell'europio. Inoltre si sono osservati problemi di ingiallimento dei campioni presi in esame compromettendo la resa di scintillazione e falsando la stessa per le diverse concentrazioni di europio, visto che l'ingiallimento non seguiva un trend logico.

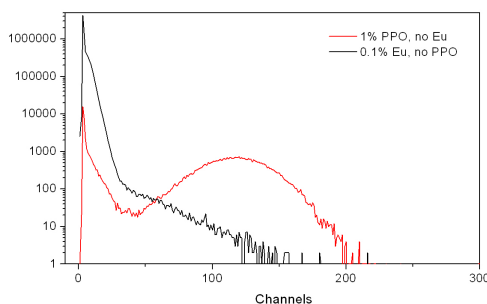


Figura 4.5: Spettro di scintillazione di un campione 22% Diphenyl, 1% PPO, senza (rosso) e con europio (nero) con sorgente α , fatta con PMT R1450.

Per fare delle misure sulla resa di scintillazione di questo complesso sarebbe stato necessario effettuare misure senza l'amplificatore andando a valutare direttamente la corrente d'uscita dal fototubo con un pico-amperometro. Tale procedimento comporta l'impossibilità di scindere il rumore di fondo dal segnale vero e proprio ed non era attinente con il lavoro di tesi. Si è pertanto deciso di passare ai dyes organici per l'emissione nel rosso abbandonando i complessi di europio.

Appendice B

Alcuni campioni testati con le sorgenti di calibrazione in laboratorio sono stati irraggiati con un fascio di neutroni. Le misure alle quali ho partecipato sono state effettuate all'acceleratore CN dei Laboratori Nazionali di Legnaro. Acceleratore Van De Graaf da 7 MV , in grado di produrre fasci continui o pulsati di ioni ^1H , ^3He e ^4He con carica singola oppure ioni ^{15}N con carica doppia, con energie che possono arrivare ai 14 MeV . Per produrre elettroni, un bersaglio di LiF è stato bombardato con un fascio pulsato di protoni con energia di 4 MeV e correnti di circa 250 nA e dunque un flusso corrispondente di $1.5 \cdot 10^{12}$ particelle al secondo. Il litio 7 presente nel bersaglio, in seguito all'assorbimento di un protone, decade in berillio 7 con l'emissione di un neutrone, la reazione quindi è del tipo $^7\text{Li}(p, n)^7\text{Be}$. Un "naso", raffreddato ad aria per evitare l'evaporazione del litio, è collocato all'uscita di una camera di reazione sotto vuoto al termine della linea di fascio a 0° dell'acceleratore. I rivelatori a scintillazione sono montati sui foto-rivelatori a circa 60 cm dal punto d'interazione; i neutroni prodotti hanno un'energia di circa 2.32 MeV .

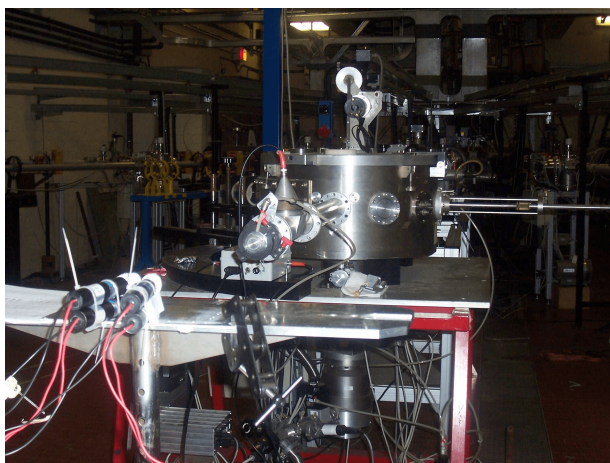


Figura 4.6: Sistema di misura all'acceleratore CN. È visibile la sistemazione dei foto-rivelatori posti a circa 60 cm dal bersaglio di LiF situato all'interno della camera di reazione a vuoto.

L'acquisizione e l'elaborazione dei segnali è stata effettuata con un sistema digitale CAEN, in grado di registrare anche la variazione del segnale su scala temporale. Un dispositivo sensibile al passaggio della corrente di protoni, detto *pick-up*, posto appena prima del bersaglio, è stato utilizzato per rilevare il tempo di volo (TOF), così da avere un riferimento nel tempo. In questo modo è stato possibile distinguere il segnale dovuto ai raggi γ da quelli dovuti ai neutroni, così da poter valutare l'efficacia dei rivelatori a scintillazione.

I segnali dei foto-rivelatori sono stati campionati con un sampling rate di 250 MS/s (schede CAEN V1720), usando un trigger diverso per ogni dispositivo. Il segnale di pick-up ha invece un canale dedicato e viene acquisito solo quando uno dei dispositivi foto-rivelatori ha fornito il segnale di trigger (registrato come *slave*). In questo modo è possibile registrare solo gli eventi in cui gli scintillatori hanno prodotto un impulso. Il segnale di stop viene fornito dallo stesso pick-up.

La separazione temporale tra raggi γ e neutroni è calcolabile considerando la distanza dello scintillatore dal bersaglio di 60 cm e dunque il TOF dei primi sarà esprimibile

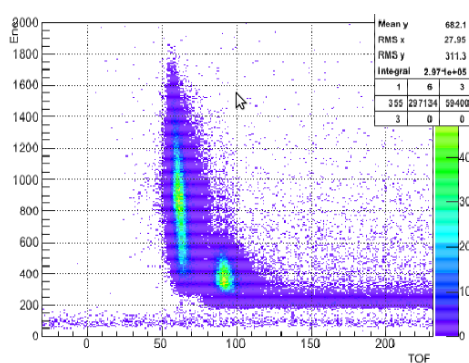
$$t_\gamma = \frac{d}{c} = \frac{0.6\text{ m}}{3 \cdot 10^8\text{ m/s}} \simeq 2\text{ ns}$$

mentre per i neutroni, partendo dalla loro energia cinetica di 2.32 MeV e dalla loro massa di 939.59 MeV , si ha

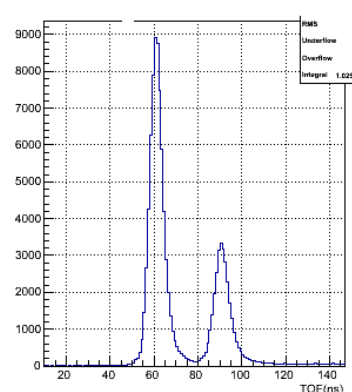
$$t_n = \sqrt{\frac{m_n}{2E_n}} \cdot d \simeq 28\text{ ns}$$

L'intervallo calcolato teoricamente tra l'arrivo dei raggi γ e dei neutroni è di 26 ns , in buon accordo con i 30 ns misurati con la tecnica del *time of flight*.

In Figura 4.7 e Figura 4.8 [12] sono riportati lo spettro bidimensionale relativo alla correlazione tempo - energia e lo spettro dei tempi di volo (TOF) per i campioni con spessore 1 mm e composizione 22% Diphenyl, 1% PPO, 0.02% LV, 0.02% LR e 22% Diphenyl, 1% PPO, 0.04% LV e 0.08% LR, rispettivamente. Si nota come il secondo campione abbia una resa inferiore rispetto a primo anche se con entrambi si sono utilizzati due PMT R2228.



(a)



(b)

Figura 4.7: Spettro bidimensionale(a) e spettro dei tempi di volo (TOF, b) rilevati irraggiando con neutroni uno scintillatore sottile 22% Diphenyl con 1% PPO, 0.02% LV e 0.02% LR ed usando come foto-rivelatore il PMT R2228

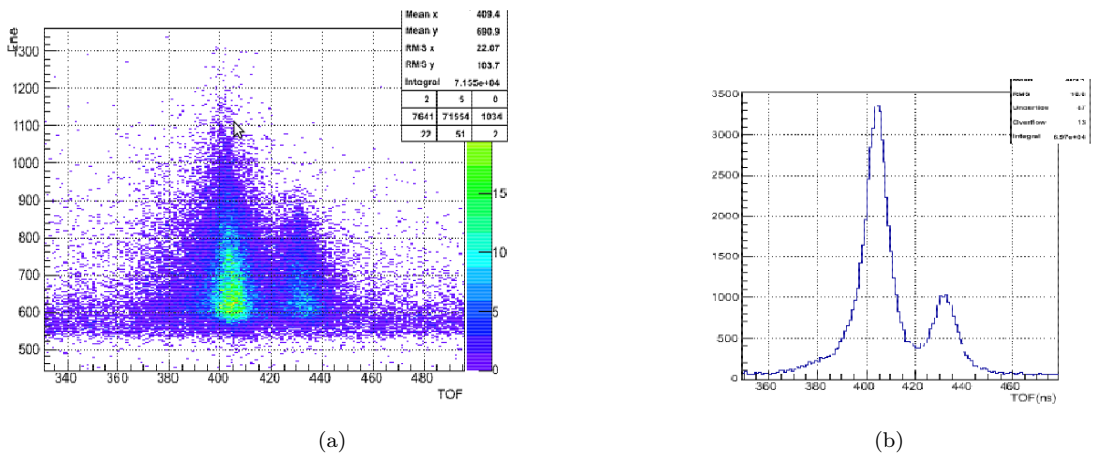


Figura 4.8: Spettro bidimensionale(a) e spettro dei tempi di volo (TOF, b) rilevati irraggiando con neutroni uno scintillatore sottile 22% Diphenyl con 1% PPO, 0.04% LV e 0.08% LR ed usando come foto-rivelatore il PMT R228

Inoltre è stato accoppiato con l'APD uno scintillatore di spessore 1 mm con il 22% Diphenyl, il 1% PPO, 0.04% LV e 0.01% LR di cui riportiamo di seguito lo spettro bidimensionale relativo alla correlazione TOF - energia e lo spettro del tempo di volo.

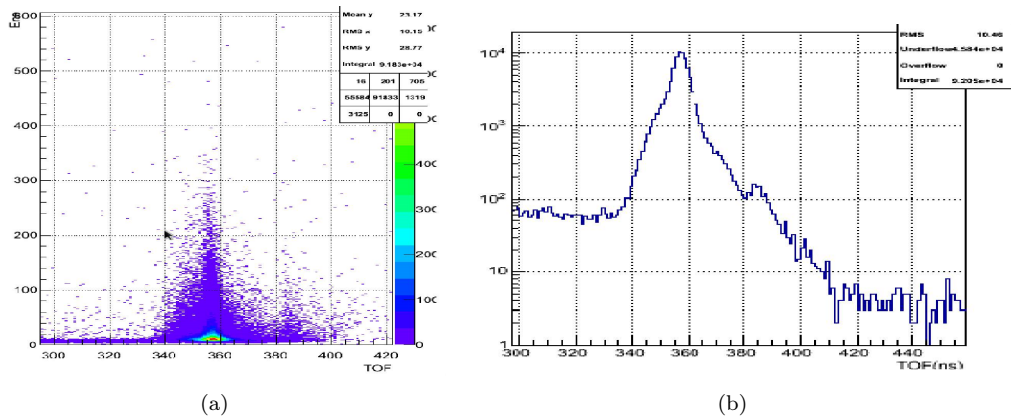


Figura 4.9: Spettro bidimensionale(a) e spettro dei tempi di volo (TOF, b) rilevati irraggiando con neutroni uno scintillatore sottile 22% Diphenyl con 1% PPO, 0.04% LV e 0.01% LR ed usando come foto-rivelatore l'APD

Bibliografia

- [1] G.F. Knoll, *Radiation detection and measurement*, John Wiley & Sons, 2000.
- [2] A. Quaranta, S. Carturan, T. Marchi, M. Cinausero, C. Scian, V.L. Kravchuk, M. Degerlier, F. Gramegna, M. Poggi, G. Maggioni, *Doping of polysiloxane rubbers for the production of organic scintillators*, *Optical Materials*, 32 (2010):1317 - 1320.
- [3] S. Carturan, A. Quaranta, T. Marchi, F. Gramegna, M. Degerlier, M. Cinausero, V.L. Kravchuk, M. Poggi, *Novel polysiloxane based scintillators for neutron detection*, LNL Annual Report, 2010.
- [4] A. Quaranta, S. Carturan, T. Marchi, V.L. Kravchuk, F. Gramegna, G. Maggioni, M. Degerlier, *Optical and scintillation properties of Polydimethyl-Diphenylsiloxane based organic scintillators*, *IEEE Transactions On Nuclear Science*, 57 (2010):891 - 900.
- [5] A. Quaranta, S. Carturan, T. Marchi, M. Buffa, M. Degerlier, M. Cinausero, G. Guastalla, F. Gramegna, G. Valotto, G. Maggioni, V.L. Kravchuk, *Doped polysiloxane scintillators for thermal neutrons detection*, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 357 (2011): 1921 - 1925.
- [6] G. Dietze, *Energy calibration of NE-213 scintillation counters by γ - rays*, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, Vol. NS-26, No.1, 1979.
- [7] S. Ashrafi, M. Ghahremani Gol, *Energy calibration of thin plastic scintillators using Compton scattered γ - rays*, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 642 (2011):70 - 74.
- [8] P. Dorenbos, J.T.M. de Haas, C.W.E. van Eijk *Non-proportionality in the scintillation response and the energy resolution obtainable with scintillation crystals*, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, Vol 42, No. 6, 1995.
- [9] A. Syntfeld-Kazuch, Ł. Świdorski, W. Czarnacki, M. Gierlik, W. Klamra, M. Moszyński, P. Schotanus *Non-proportionality and energy resolution of CsI(Tl)*, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, Vol. 54, No. 5, 2007.
- [10] M. Moszyński, M. Kapusta, D. Wolski, S.O. Flyckt *Absolute light output of scintillators*, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, Vol. 44, No.3, 1997.
- [11] M. Gierlik, M. Moszyński, A. Nassalski, A. Syntfeld-Kazuch, T. Szczeńniak, Ł. Świdorski *Investigation of absolute light output measurement techniques*, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, Vol. 54, No. 4, 2007.
- [12] M. Dalla Palma, *Produzione e caratterizzazione di materiali siliconici con emissione nel rosso per la rivelazione di radiazioni*, Tesi di Laurea Magistrale in Ingegneria dei Materiali, Università di Trento, 2012.