



清著大学工程物理系

Department of Engineering Physics, Tsinghua University

# 大湾区国创中心粒子应用技术创新中心

# 低本底高纯锗探测器研制进展

付逸冬 2024年5月10日 COUSP2024, 西昌













#### 京津冀国家技术创新中心

长三角国家技术创新中心

粤港澳大湾区国家技术创新中心



科技部统筹谋划,在全国布局3家综合类国家技术创新中心,若干 家领域类国家技术创新中心,形成整体性的战略科技力量布局。



领域类 (16家) 国家高速列车技术创新中心 国家新能源汽车技术创新中心 国家合成生物技术创新中心 国家新型显示技术创新中心 国家生物药技术创新中心 国家生猪技术创新中心 国家耐盐碱水稻技术创新中心 国家玉米种业技术创新中心 国家燃料电池技术创新中心 国家第三代半导体技术创新中心 . . . . . .









粒子应用技术创新中心(以下简称"粒子创新中心")作为大湾区国创中心直属创新平台之一,源于清华大学工程物理系的优势学科基础与创新技术积累,坚持"四个面向",以发展高端粒子应用医疗装备、科学仪器、安全与工业装备作为主要方向。

主要研究方向包括:先进SPECT技术与系统,高纯锗探测器系列,超高分辨电镜,准单能X光源等。





# 高纯锗技术介绍

#### 专业发展现状:

- 国创中心高纯锗项目团队由清华工物系李玉兰教授领衔
- 在应用的推动下,随着晶体生长技术、电极制备技术、低 噪声前端读出电子技术的发展,先后推出P型同轴、N型 同轴、阱型、宽能、低阈值、小平面等多种类型的探测器。
- 近十年来,随着暗物质探测、无中微子双贝塔衰变等特殊 需求,进一步陆续发展出点电极、方向同轴等探测器。 (清华主导,掌握核心)
- 伽马谱学, 紧凑型
- 工作环境:真空、液氮、液氩







# 高纯锗技术介绍

### > 高纯锗探测器

- 技术成熟,已成功制造100余台套探测器
- 技术指标达到或优于国际水平
  - 40%效率同轴探测器: 0.90keV@122keV, 1.88keV@1332keV
- NEW! 新推出宽能型探测器
  - 采用自主知识产权薄窗电极, 能量范围覆盖3keV~10MeV
  - 性能指标优异, 达到或优于国际水平
- 探测器稳定性、一致性好

















• 0.39 keV (对 5.9 keV 能峰);

• 0.56 keV (对 121.8 keV 能峰);

• 1.6 keV (对 1332.5 keV 能峰)。

- > 制冷方式
  - 液氮回凝制冷(直插式/一体式)
  - 纯电制冷





#### > 应用目标

- 作为源自清华工物系的技术,高纯锗团队与CJPL、CDEX组保持良好合作
- 承担CJPL-II 5台低本底高纯锗探测器的研制, 拟用于地下放射性测量分析系统













### 完全对标进口探测器:

- 60cm长U型冷指;
- 相对探测效率≥100%;
- 能量分辨率 ≤ 2.2keV@1332keV, ≤1.4keV@122keV;
- 低温保持器材料U/Th含量<0.1ppb;
- MDA达到mBq/kg量级









# 高纯锗探测器物理设计

### > 对探测器的指标要求:

- 60cm长U型冷指;
- 相对探测效率≥100%;
- 能量分辨率≤2.2keV@1332keV, ≤1.4keV@122keV;
- > 设计情况:
  - · P型同轴探测器
  - ・ 采用Φ85x65mm晶体
  - ・ 探测器灵敏体积~1.9kg
  - ・蒙卡相对效率~105%
  - ・工作电压~3000V

Electric Field (Magn.) @  $\phi = 0.0^{\circ}$ 







### 探测器整机设计

### > 设计情况:

- ・ 60cm U型冷指探测器
- · 分区进行低本底优化:
  - · 探测器模组 (近端) 重点优化,所有手段降本底
  - ・ 冷指 (近端 远端) 平衡降本底与其他设计考量
  - ・ 液氮杜瓦 (远端) 采用商用杜瓦
- ・ 近端的设计优化
  - 优化材料选择,金属材料只使用低本底Cu & Pb, 有机材料通过CJPL-I GeTHU筛选本底合格的材料
  - · 电子学采用低本底线缆
  - · 信号引出由传统电极针方案改为邦定读出
  - JFET放在尽可能远离晶体的位置,并进行屏蔽





### 探测器整机蒙卡模拟

### > 使用Geant4建模,蒙卡模拟得到:

- 积分计数率1024.9cpd@30~2700keV
- 以Φ85x65mm铜样品(1.8kg)为例
  计算,测量30天,最小可探测活度达
  到mBq/kg量级

<del>长十</del> 承引	蒙卡使用材料放射性活度(mBq/kg)				
17/14	232Th	238U	40K		
铜	0.4	1.24	0.003		
PTFE	<2.24	<8.65	<54.23		
PEEK	<5.33	<5.22	<80.45		
蓝宝石	<1.13	<4.76	<36.46		



核素	舵里 (keV)	本底计敛率 (cpd)	MDA (mBq/kg)
<sup>232</sup> Th	583	9.42	3.51
<sup>232</sup> Th	2614	2.63	3.04
<sup>238</sup> U	351	27.32	4.94
<sup>238</sup> U	609	20.31	4.17
<sup>40</sup> K	1460	3.38	9.25



### > 设计阶段的考虑:

- 优化材料选择,金属材料只使用低本底Cu & Pb, 比如In改用Pb
- 有机材料通过CJPL-I GeTHU筛选本底合格的材料

### > 研发过程中的情况及应对措施:

- ・ 获取不到低本底老Pb:电子学屏蔽体改用Cu, In 改用Sn (晶体固定方式改变)
- ・ 获取不到德国低本底Cu:多方寻找资源,改用国产 低本底Cu
- ・ 商用分子筛Ra超标风险高:多方寻找资源,改用低 本底活性炭 (考虑过采用离子泵方案)
- · 电极读出使用的弹簧针本底未知: 改用邦定引出
- ・ 邦定丝与电路板焊接引入本底未知: 改用压接方案

<del>* +</del> * 1	放射性	判断		
们科	232Th	238U	40K	结果
铜	<0.4	<1.24	<0.003	采用
PTFE	<2.24	<8.65	<54.23	采用
PEEK	<5.33	<5.22	<80.45	采用
蓝宝石	<1.13	<4.76	<36.46	采用
锡	<1.80	<7.29	<64.92	采用
铅	22.02	103.89	112.7	不采用
	<10.7	4736	220	不采用
磷铜弹簧	<11.5	717	255	不采用
	75.9	1050	3628	不采用





- 采用工艺: 化学刻蚀+电抛光
- 化学刻蚀工艺:
  - $1\%H_2SO_4 + 3\%H_2O_2$  (5min)
  - 1%草酸 (5min)
  - 去离子水清洗
- 电抛光工艺:
  - 电解液: 85%H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>+5%正丁醛
  - 氮气氛围风干









电抛光后

- 化学刻蚀:工艺条件简单, 但表面粗糙度较大,本底抑制效果较差
- 电抛光:工艺条件复杂,需制备合适电极,表面粗糙度较好,本底抑制效果好
- 降低高纯铜材料表面的本底同时保证真空/导冷性能



大工件的处理效果(长度约730mm)





#### ≻ 焊接:

- 探测器设计需求: 60cm长U型冷指, 该冷指需要焊接 (共有3条焊缝)
- 采用电子束焊接工艺,不加料,保证 铜材料的低本底特性
- 考虑到大工件表面处理困难,先进行 表面处理后再行焊接





# 邦定工艺电极引出

- 电极引出所需物料极大减少:
  传统弹簧电极针4g,邦定铝丝0.0002g
  (直径0.05mm);
- 相较于传统弹簧针采用合金,邦定所 使用的高纯铝丝本底更低。

材料	放射性	判断		
	232Th	238U	40K	结果
磷铜弹簧	<10.7	4736	220	不采用
	<11.5	717	255	不采用
	75.9	1050	3628	不采用















性能指标	技术要求	测试情况	结论
冷指	60cm长U型	60cm长U型	合格
相对探测效率	≥100%	106.0%	合格
能量分辨力	≤2.2keV@1332keV	1.85keV@1332keV	合格
	≤1.4keV@122keV	0.91keV@122keV	合格
低温保持器材料	U/Th含量<0.1ppb	U/Th含量<0.1ppb	合格
MDA	mBq/kg量级	?	?





探测器性能指标











- ・ 地点:CJPL-I
- 时间: 2024年1月
- 屏蔽体: 15cm Pb
- 采谱时间: 2天 (172800s)
- 本底计数: 14203 (30keV-3MeV)
- 本底计数率: 0.082 cps 7101 cpd 0.043 cps/kg 3740 cpd/kg



CJPL-I实测本底谱(2天)





- ・以1.8kg铜样品,测量时间30天为例, 简单估算MDA
- ・ 每个峰取3倍半高宽区域为ROI,在ROI 前后各取1.5倍半高宽区域扣康普顿平台, 以上合称总ROI(6倍半高宽)
- ・ 使用近似的MDA公式:

 $L_C = 2.33\sqrt{B}$  $L_D = 2.71 + 4.65\sqrt{B}$ 

- ・ 其中B为30天的本底计数
- ・ 求得L<sub>D</sub>后,除以探测效率(蒙卡得到), 即可得到MDA

样品特性	数据
样品材料	铜
密度	8.92 g/cm3
形状	圆柱体
尺寸	Ф85mm × 50mm
质量	2.5kg
放置位置	探测器端盖
测量时间	30天



# MDA试算

放射 系	核素	能量 (keV)	分支 比 <b>(%)</b>	总ROI 计数率 (cpd)	探测效率 (cpd/ mBq/kg)	MDA (mBq/k g)
	Pb-212	238	43.6	73	1.11	6.59
	TI-208	583	30.54	35	0.69	7.43
Th-232	TI-208	2614	35.84	34.5	0.48	10.60
	Ac-228	911	26.2	26.5	0.53	8.43
	Ac-228	968	15.9	19	0.31	12.04
U-238	Pb-214	351	35.6	84.5	0.90	8.75
	Bi-214	609	45.49	39.5	1.02	5.31
K-40	K-40	1460	10.55	40.5	0.19	29.64

- 探测器的本底计数率是蒙卡结果的7 倍, 高能部分超出更多 (13倍@2614 vs 4倍@583)

- 探测器的本底计数率是Ge-THU I的 9倍 (按Ge质量归一化)
- 测试使用的屏蔽体是15cm的铅,其 本底较高;待CJPL-II规划的屏蔽体 10cm高纯铜+20cm低本底铅到位后 ,本底会有进一步下降
- 探测器在锦屏进行过一次修复,影 响了邦定结构,可能带来一定本底

#### ➤ 在CJPL-I的屏蔽体中,探测器对U、Th的MDA达到mBq/kg量级





- > 成功制备了第一台低本底高纯锗探测器,相对效率达106%,能量分辨力优于商用 探测器水平;
- > 在CJPL-I实测本底计数率为7101cpd,对U、Th的MDA达到mBq/kg量级;
- > 筛选了一系列低本底材料,建立了低本底高纯锗探测器的制备流程;
- > 使用化学刻蚀+电抛光进行表面处理,控制表面放射性本底;
- > 使用电子束焊接工艺,降低焊接引入的本底;
- > 使用邦定信号读出, 替代传统弹簧针方案, 降低信号读出引入的本底;
- > 今年内完成全部5台低本底高纯锗探测器的交付;
- > 预期使用CJPL-II的低本底屏蔽体,进一步降低探测器的本底计数率和MDA水平



# 谢谢!





核素系	核素	能量	分支比	ROI cpd	净计数率
	Pb-212	238.63	43.6	74	<l<sub>C</l<sub>
	Bi-212	727.33	6.65	28.5	<l<sub>C</l<sub>
Th 000	TI-208	583.18	30.54	35	<l<sub>C</l<sub>
<u>   -232</u>	TI-208	2614.5	35.84	34.5	$34.5 \pm 4$
	Ac-228	911.20	26.2	26.5	<l<sub>C</l<sub>
	Ac-228	968.96	15.9	19	<l<sub>C</l<sub>
	Pb-214	351.93	35.6	84.5	$10.5 \pm 7$
	Bi-214	609.31	45.49	39.5	12.5±4
<mark>U-238</mark>	Bi-214	1120.29	14.91	33.5	8±3
	Bi-214	1764.49	15.31	30.5	$20.5 \pm 4$
	Bi-214	2204.06	4.92	12.5	5.5±2
<mark>K-40</mark>	K-40	1460.82	10.55	40.5	23.5±5

CJPL-I实测本底谱的特征峰计数率

(总ROI区间计数率 & 净峰计数率)

核素	能量 (keV)	蒙卡 (cpd)	实测 (cpd)	超出倍 数
<sup>238</sup> U	351	27.32	84.5	3.1
<sup>232</sup> Th	583	9.42	35	3.7
<sup>238</sup> U	609	20.31	39.5	1.9
<sup>40</sup> K	1460	3.38	40.5	12.0
<sup>232</sup> Th	2614	2.63	34.5	13.1
30-27	00keV	1024.9	7101	6.9

实测本底计数率与蒙卡结果的比较