

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM
KARLSRUHE**

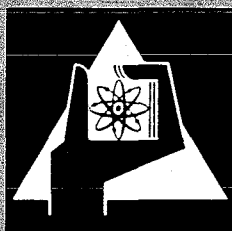
August 1971

KFK 1461

Institut für Angewandte Reaktorphysik
Projekt Schneller Brüter

Arbeiten an Festkörperspaltspurdetektoren

G. Günther



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE

Als Manuskript vervielfältigt

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

August 1971

KFK 1461

Institut für Angewandte Reaktorphysik

Projekt Schneller Brüter

Arbeiten an Festkörperspaltspurdetektoren

Gudrun Günther

Gesellschaft für Kernforschung mbH., Karlsruhe

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde die Anwendung der Festkörper-Spaltspur-Methode für Routinemessungen an der Schnellen Null-Energie-Anlage Karlsruhe untersucht. Als Detektormaterial, das den dabei auftretenden Anforderungen genügt, wurde eine Polycarbonatfolie (Lexan) gewählt. Spaltprodukte hinterlassen in solchen Materialien Spuren, die durch chemische Ätzung vergrößert werden können, bis sie im Lichtmikroskop sichtbar sind. Ein einfaches Ätzmodell wird mit experimentellen Ergebnissen verglichen.

Um den Kontrast der Spuren gegenüber dem Untergrund zu erhöhen, werden diese abschließend mit Filzschreiber geschwärzt.

Die Auswertung erfolgt mit dem Gerät "CLASSIMAT". Dabei handelt es sich um einen Bildanalysator, der Einzelteilchen zählt. Die Funktionen dieses Geräts wurden geprüft und Eichkurven aufgenommen. Anhand einiger experimenteller Ergebnisse sieht man die prinzipielle Wirkungsweise des Geräts. Die Auswertungsmethode bedarf noch einiger Verfeinerungen, um genauere Werte bei höherer Spurendichte zu erhalten.

Ein Umbau des "CLASSIMAT" als Vorstufe zu einer vollautomatischen Bildanalyse mit einem Computer ist geplant.

A b s t r a c t

This report concerns investigations in preparation of routine application of solid state track recorders for measurements in SNEAK. A polycarbonate foil (Lexan) was chosen as a detector material satisfying all requirements. In this type of material fission products leave tracks which can be enlarged by etching until they are visible in a light microscope. A simple model of the etching process was compared to experimental results.

In order to increase the contrast of the tracks against the background they were finally coloured using a felt pen.

The evaluation is performed with the image analyzer CLASSIMAT, an apparatus designed to count single particles. The operation of the CLASSIMAT was tested and calibration curves were taken. Using some experimental results the principle of operation was demonstrated. The method of evaluation still needs some refining in order to produce exact results at higher track densities.

A modification of the CLASSIMAT is planned in preparation of a completely automated image analysis using a computer.

24. August 1971

Inhaltsverzeichnis

	Seite
I. <u>Festkörper als Detektoren schwerer Ionenspuren</u>	1
I.1 Meßprinzip	1
I.2 Anwendung in der Reaktortechnik	2
II. <u>Ätzkinetik</u>	2
II.1 Modell für die Spurentwicklung	2
II.2 Messung der Ätzgeschwindigkeit	6
III. <u>Messungen mit Festkörper-Spaltspur-Detektoren</u>	8
III.1 Auswahl der Detektorfolien	8
III.2 Präparation	11
III.3 Auswertung von Detektorfolien	12
IV. <u>Meßergebnisse und Diskussion</u>	17



I. Festkörper als Detektoren schwerer Ionenspuren

I.1 Meßprinzip

Festkörper-Spur-Detektoren bestehen aus elektrisch isolierenden Materialien, wie z.B. Glimmer, Quarz, Glas oder Kunststoff. Ionisierende Teilchen hinterlassen beim Durchgang durch diese Isolatoren entlang ihrer Bahn Spuren, die u.U. sichtbar werden und dann ein Maß für die Energie und die Intensität der Strahlung darstellen.

Die ersten Arbeiten hierüber erschienen bereits 1958 von Young /1/ und von Silk und Barnes /2/. Die Spuren können im Elektronenmikroskop betrachtet werden, man kann sie aber auch durch Ätzen soweit vergrößern, bis sie im Lichtmikroskop zu sehen sind.

Der Mechanismus der Spurenbildung ist noch nicht genau erforscht. Fleischer et al. /3,4/ haben aber ein Modell entwickelt, das die bisher gemachten Beobachtungen befriedigend wiedergibt und deshalb hier grob skizziert werden soll.

Beim Ionisationsprozess in Festkörpern entstehen vorwiegend positive Ionen, die sich auf den Entstehungsort konzentrieren. Wenn die Coulombsche Abstoßungskraft dieser Ionen ihre Bindungskraft im Kristallgitter überschreitet, entsteht durch Bildung von Zwischengitteratomen und Fehlstellen eine dauernde Schädigung im Material und die Teilchenspur kann dadurch beobachtet werden. Dies ist der Fall, wenn die Rate der primären Ionisation $\frac{dI}{dx}$ entlang der Wegstrecke dx einen kritischen Wert $(\frac{dI}{dx})_{\text{krit}}$ erreicht. $(\frac{dI}{dx})_{\text{krit}}$ ist eine Materialkonstante. Bei geeigneter Wahl des Materials kann man erreichen, daß ein unerwünschter Untergrund von Teilchen geringerer Ionisierungsdichte unterdrückt wird.

I.2 Anwendung in der Reaktortechnik

Zunächst soll die international gebräuchliche Abkürzung für Festkörper-Spur-Detektoren eingeführt werden. Sie kommt aus dem Englischen: Solid State Track Recorders - SSTR - und soll im weiteren Text verwendet werden.

SSTR werden in der Reaktortechnik zur Messung von Spaltraten und Spaltraten-Feinstrukturen eingesetzt. Sie haben u.a. folgende Vorteile:

- 1) Die Detektoranordnung kann so dünn gehalten werden, daß praktisch keine Störung des Neutronenspektrums zu erwarten ist.
- 2) Untergrund von γ -Strahlung ist nicht nachweisbar, Untergrund von α -Strahlung oder Neutronenrückstoßkernen kann leicht unterdrückt werden.
- 3) Die Spuren weisen bei Temperaturen unter 100° kein meßbares "Fading" auf, d.h. die Messung ist praktisch unbegrenzt konservierbar.

Vorliegende Arbeiten wurden durchgeführt, um die Meßmethode mit SSTR an der Schnellen-Null-Energie-Anlage-Karlsruhe - SNEAK - routinemäßig einzuführen. Die SNEAK ist ein Reaktor heterogenen Typs. Der Core-Aufbau erfolgt durch Stapelung von plättchenförmigen Materialien, mit denen die verschiedensten Reaktorzusammensetzungen simuliert werden können.

II. Ätzkinetik

II.1 Modell für die Spurenentwicklung

Bei einigen Materialien spielt die wesentliche Rolle für die chemische Aufätzung - "Entwicklung" - der Spuren das Eindringen der Ätzflüssig-

keit in die Spuren. Dadurch wird es möglich, daß der Ätzprozess in den Spuren eher beginnt, als im übrigen Material in gleicher Tiefe.

Die Geschwindigkeit T , mit der das Ätzmittel in die Spuren wandert, sei hier als "Diffusionsgeschwindigkeit" definiert. Wenn man die ursprüngliche Dicke der Spur vernachlässigt, so kann man $-T$ als konstant vorausgesetzt - die Entwicklung der Spurenform relativ einfach rechnerisch und zeichnerisch ableiten. Eine ausführliche Betrachtung dieses Mechanismus findet man in den Arbeiten von Tuyn /5/ und /6/. Er soll im folgenden anhand von Abb. 1 und 2 kurz erläutert werden.

Dazu nennen wir die Ätzgeschwindigkeit, mit der das unversehrte Material abgetragen wird, G . Die ursprüngliche Länge der Spur, die unter dem Winkel α zur Oberflächen-Normalen liegt, sei $A(\alpha)$. Die Ätzflüssigkeit ist dann in der Zeit

$$t_0 = \frac{A(\alpha)}{T} \quad (1)$$

am Ende der Spur angelangt.

Aus Abb. 1 sieht man sofort, daß eine Spur nur dann durch Ätzen vergrößert werden kann, wenn der Winkel α kleiner wird als ein kritischer Winkel α_c , der gegeben ist durch:

$$\cos \alpha_c = \frac{G}{T} \quad (2)$$

In einem Zeitraum $0 < t < t_0$ entsteht als Ätzgebilde ein spitzer Kegel, der die Oberfläche in einer Ellipse schneidet. Wird $t > t_0$, so wird um das ursprüngliche Spurende - Koordinatenursprung in den Abb. 1 und 2 - kugelförmig weitergeätzt und der Übergang vom Kegel zur Kugel erfolgt in den Tangentenpunkten. Wenn die Oberfläche bis zu diesen Tangentenpunkten abgetragen ist, wird die Kugel formbestimmend, es entstehen als Schnittgebilde Kreise. Bei $\alpha = 0$ ist diese Zeit t_1 relativ einfach definiert:

1. The first part of the document discusses the importance of maintaining accurate records of all transactions and activities. It emphasizes that this is crucial for ensuring transparency and accountability in the organization's operations.

2. The second part of the document outlines the various methods and tools used to collect and analyze data. It highlights the need for consistent data collection procedures and the use of advanced analytical techniques to derive meaningful insights from the data.

3. The third part of the document focuses on the implementation of data-driven decision-making processes. It provides a detailed overview of the steps involved in identifying key performance indicators (KPIs) and using data to inform strategic decisions.

4. The fourth part of the document addresses the challenges and risks associated with data management and analysis. It discusses the importance of data security, privacy, and the potential for bias in data analysis, and offers strategies to mitigate these risks.

5. The fifth part of the document concludes by summarizing the key findings and recommendations. It emphasizes the need for a continuous and iterative process of data collection, analysis, and decision-making to ensure the organization's long-term success.

6. The sixth part of the document provides a detailed overview of the data collection and analysis process. It includes a list of the data sources used, the methods employed for data collection, and the specific analytical techniques used to process the data.

7. The seventh part of the document discusses the results of the data analysis and the implications for the organization. It highlights the key findings and the areas where the organization can improve its performance based on the data insights.

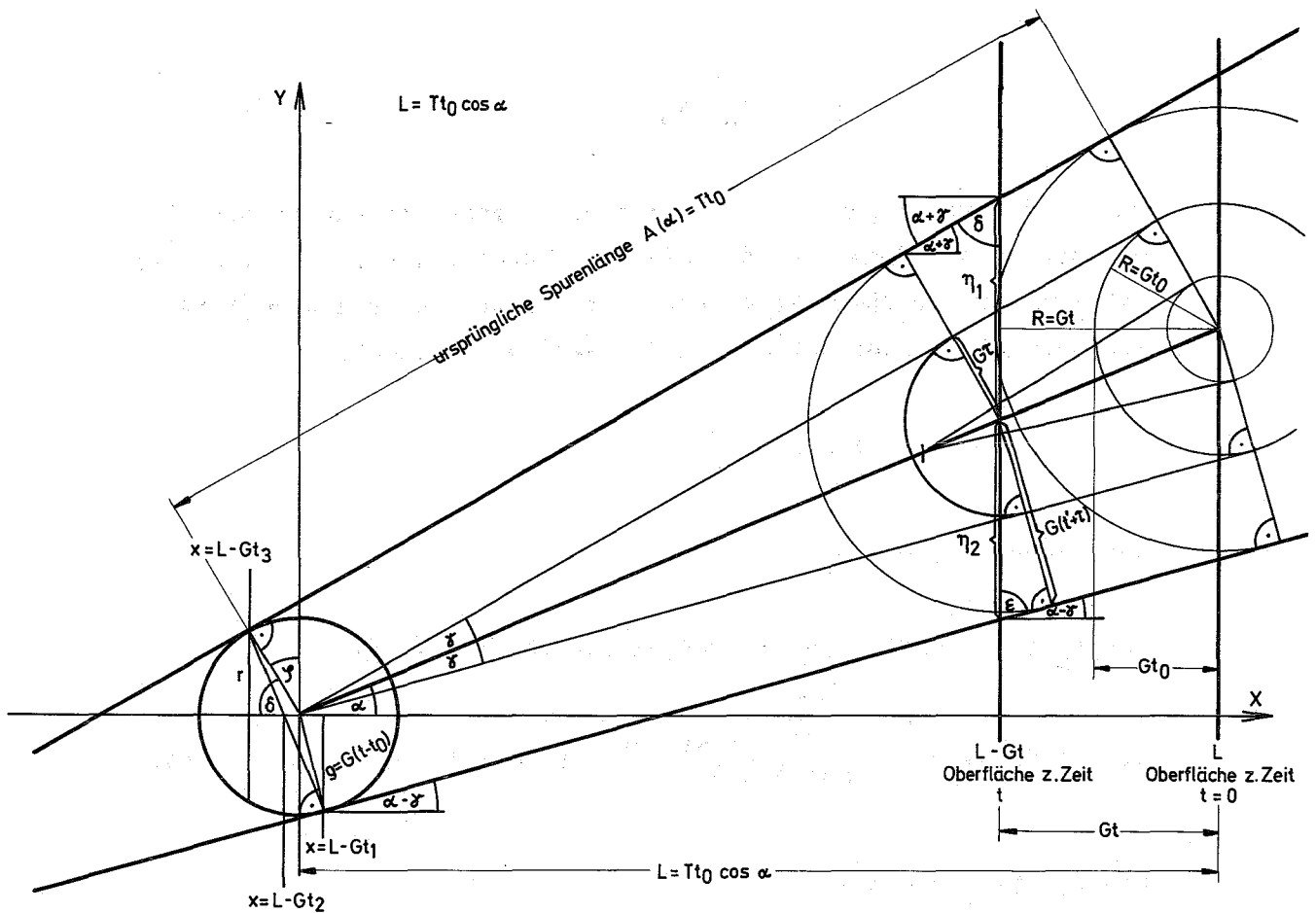


Abb.1 Ausbildung der Ätzspur in der XY-Ebene

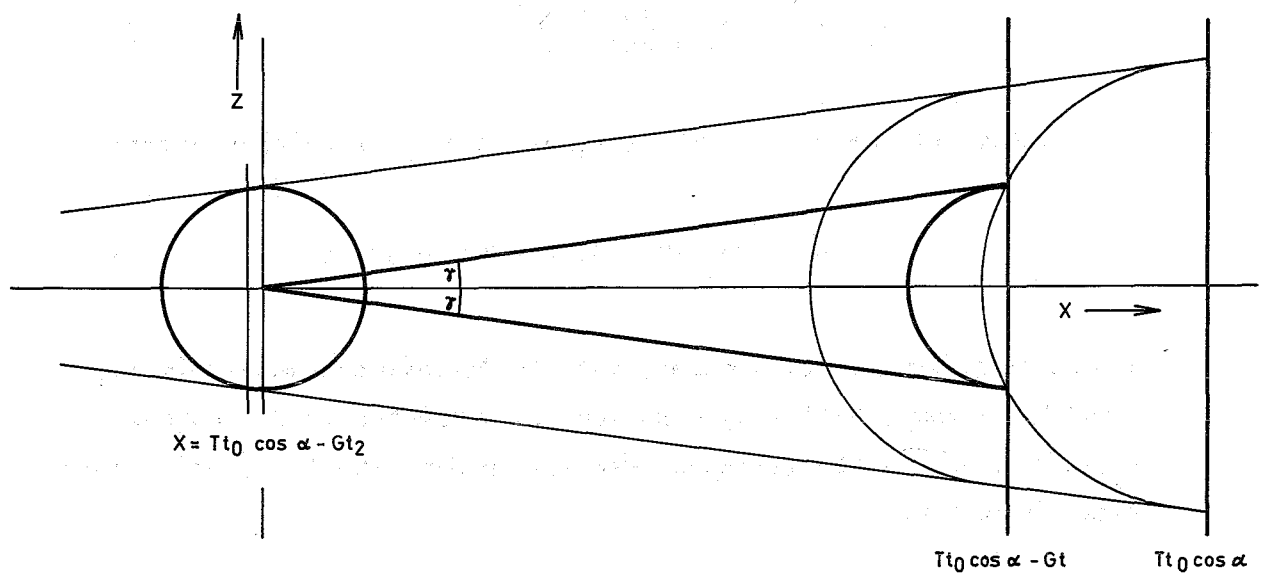


Abb.2 Ausbildung der Ätzspur in der XZ-Ebene

$$t_1 = \frac{T+G}{G} t_0 \quad (3)$$

Um die daraus gewonnenen rechnerischen Ergebnisse experimentell nachprüfen zu können, wurden die sichtbaren Spuren, d.h. ihre Projektion auf die Oberfläche berechnet. Es wurden dazu einmal Spuren betrachtet, deren Winkel α der Bedingung genügt:

$$\sin \alpha > \frac{G}{T}$$

und Spuren mit $\alpha = 0$.

Für $t_0 < t < t_1$ erhält man die Projektionslänge $p(\alpha)$ zu:

$$p(\alpha) = Gt \left\{ 1 + \frac{\sqrt{T^2 - G^2 - T \sin \alpha}}{T \cos \alpha + G} \right\} + t_0 (\alpha) (T \sin \alpha - G) \quad (4)$$

und für $t \leq t_1$ und $\alpha = 0$:

$$p_0 = 2 Gt \sqrt{\frac{T - G}{T + G}} \quad (5)$$

Die kleine Achse $2f$ der Schnittellipse, die senkrecht zu $p(\alpha)$ liegt, errechnet sich zu:

$$2f = 2 Gt \sqrt{\frac{T \cos \alpha - G}{T \cos \alpha + G}} \quad (6)$$

Der Radius der runden Spur für $t \geq t_1$ und $\alpha = 0$ ist gegeben durch:

$$r^2 = 2 Gt_0 (T - G) t - (T^2 - G^2) t_0 \quad (7)$$

Wenn man vereinfachend annimmt, daß die Diffusionsgeschwindigkeit unabhängig vom Winkel ist, kann man aus vorstehenden Gleichungen experimentelle Werte gewinnen, wie sie in den Tabellen 1 und 2 aufgezeichnet sind.

Tabelle 1

Lexan, 60 μ dick, in 6n KOH bei 50°C geätzt.

G	T	α	A(α)	$t_0(\alpha)$	$t_1(\alpha)$
0.0205 μ /min	2.135 μ /min	89°56'±3%	15.8 μ ± 2.6%	7.3'±65%	--
± 2.4%	± 70%	87°19'±3%	10.8 μ ± 2.6%	5.1'±65%	--
		0°	7.3 μ ± 3.3%	3.4'±65%	≈360'

$$\cos \alpha_c = 0.00961$$

Tabelle 2

Makrofol E, 200 μ dick, in 6n NaOH bei 40°C geätzt.

G	T	α	A(α)	$t_0(\alpha)$	$t_1(\alpha)$
0.0073 μ /min	0.837 μ /min	88°30'±4.6%	15.58 μ ±3%	17.85'±20%	--
± 3%	± 60%	0°	3.19 μ ±3.5%	3.81'±20%	≈400'

$$\cos \alpha_c = 0.00873$$

Aus den Tabellen folgt für α_c : $89^\circ 25' \leq \alpha_c \leq 89^\circ 30'$

Die Werte in den Tabellen wurden folgendermaßen ermittelt: Zunächst wurden die Folien mit Spaltbruchstücken bestrahlt und bei konstanter Ätztemperatur entwickelt. In bestimmten Zeitabständen wurde die Entwicklung unterbrochen und jeweils dieselben Objektstellen photographiert. Anhand der photographischen Aufnahmeserien konnten dann geeignete Spuren ausgesucht und vermessen werden.

Um G zu bestimmen, wäre eine Gleichung 6. Grades zu lösen. Bei den ausgewählten Spuren mit großem Winkel α und da $T \gg G$ war, ergab sich günstigerweise, daß die Steigung der Kurve $p(\alpha, t)$ (Gl. 4) im Rahmen der Rechen- und Meßgenauigkeit gleich der Ätzgeschwindigkeit G war:

$$p(\alpha \approx 90^\circ) = G \cdot t + (T \sin \alpha - G) t_0 \quad (4a)$$

Mit G erhält man aus der Steigung von $p_0(t)$ (Gl. 5):

$$p_0(t) = a \cdot t \quad (5a)$$

und daraus:

$$T = \frac{4 G^2 + a^2}{4 G^2 - a^2} \quad (5b)$$

Die für $T \gg G$ $a \approx 2 G$ wird, sieht man sofort, daß der so gewonnene Wert für T mit einem relativ hohen Fehler belastet ist.

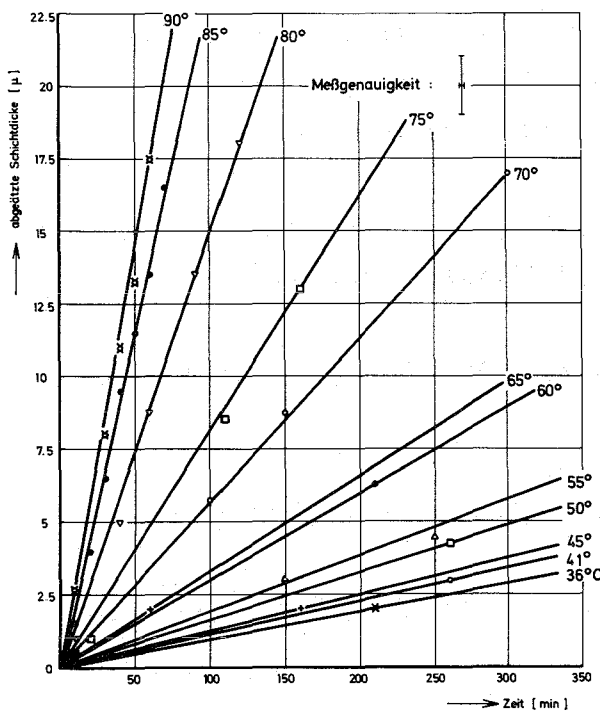
Die Vermessung der kleinen Achse $2f$ liefert schließlich einen Wert für α ; Gleichung 4a bzw. 7 liefert t_0 und Gleichung 1 $A(\alpha)$. t_1 wurde aus dem Übergang der Gültigkeit von Gleichung 5 in den Bereich der Gleichung 7 gewonnen und mit dem berechneten Wert aus Gleichung 3 verglichen.

Es ist also trotz des stark vereinfachten Modells, das den Berechnungen zugrunde lag, gelungen, die Spurenbildung während des Ätzprozesses zu interpretieren.

II.2 Messung der Ätzgeschwindigkeit

Die Ätzgeschwindigkeit G ist natürlich auf eine weitaus einfachere Weise zu gewinnen. 60 μ dicke Polykarbonat-Folien (Lexan) wurden

bei verschiedenen Temperaturen in 6n KOH geätzt. Dabei wurde die Foliendicke nach verschiedenen Ätzeiten mit einer Mikrometerschraube ausgemessen. Bild 3 zeigt die Ätzrate der Oberfläche in Abhängigkeit von der Ätzdauer. Parameter ist die Ätztemperatur. Für jede Temperatur entsteht eine Gerade, d.h. die Ätzgeschwindigkeit ist zeitlich konstant. Die Steilheit der Geraden wächst mit wachsender Temperatur rascher als linear. Dieser Sachverhalt ist in Bild 4 zur Verdeutlichung etwas anders dargestellt. Man sieht, daß die Ätzgeschwindigkeit auf leichte Temperaturschwankungen mit zunehmenden Temperaturen empfindlicher reagiert.



Messung der Ätzrate von Lexan bei verschiedenen Temperaturen in 6n KOH

Bild 3 Ätzrate von Lexan in 6n KOH bei verschiedenen Temperaturen

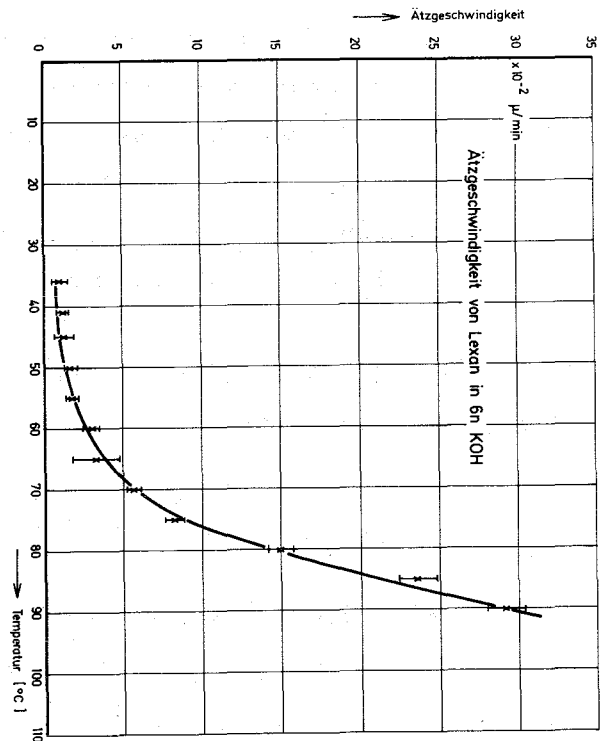


Bild 4 Ätzgeschwindigkeit von Lexan in 6n KOH

Man sollte, um noch reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, hohe Ätztemperaturen vermeiden. Andererseits steigt die Ätzdauer mit

sinkender Ätztemperatur stark an. Einen Kompromiß aus diesen Eigenschaften stellt eine Temperatur von 50°C bis maximal 70°C dar.

III. Messungen mit Festkörper-Spaltspur-Detektoren

III.1 Auswahl der Detektorfolien

Bei der Auswahl des Folienmaterials wurden folgende Gesichtspunkte beachtet:

- 1) Die Spuren müssen sich deutlich vom Untergrund abheben. Für die automatische Auswertung sollten die Spuren sowohl in ihrer Form als auch in ihrem Kontrast klar zu erkennen sein.
- 2) Eine hohe Nachweiswahrscheinlichkeit ist sowohl aus Gründen der Statistik als auch der Reproduzierbarkeit erwünscht.
- 3) Die Störung des schnellen Neutronenflusses soll zu vernachlässigen sein.
- 4) Folien für Routinemessungen sollen leicht zu handhaben sein.

Verschiedene Kunststofffolien und eine Sorte borfreies Phosphatglas wurden auf ihre Eignung getestet.

Zu 1)

Bild 5 zeigt Spuren, die gerade "ausgeätzt" sind. Die Spuren sehen nadelförmig aus und sind mit dem Auge gut zu erkennen. Die durchschnittliche Spurenlänge liegt bei $10\ \mu$ und ihre Dicke bei $1 - 2\ \mu$. Die Dichte beträgt ca. $3 \cdot 10^3$ Spuren/ mm^2 . Es sei auf die zahlreichen Überlappungen hingewiesen, die die auswertbare Spurendichte begrenzen.

In der Mitte mancher Spuren kann man einen Hohlraum erkennen, das bedeutet unterschiedliche Schwärzung, was die automatische Auswertung erschwert.

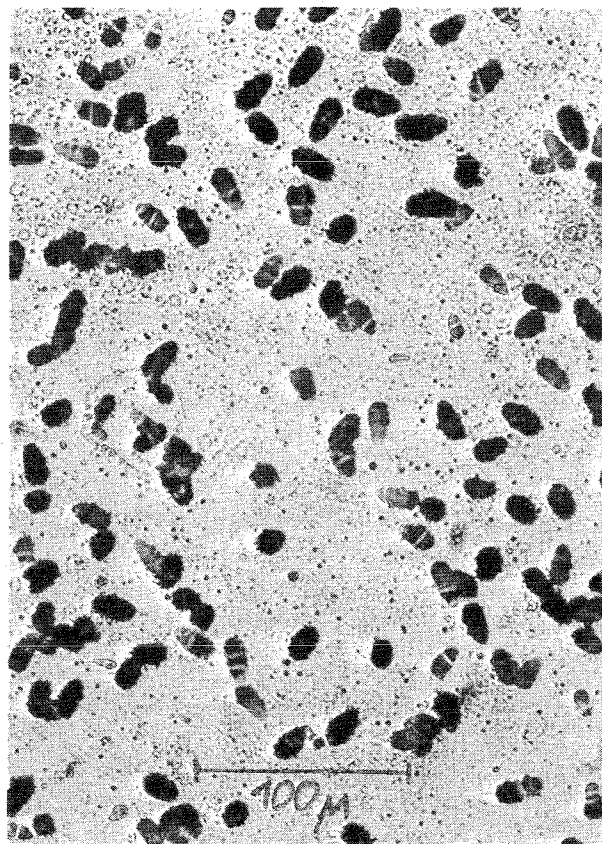
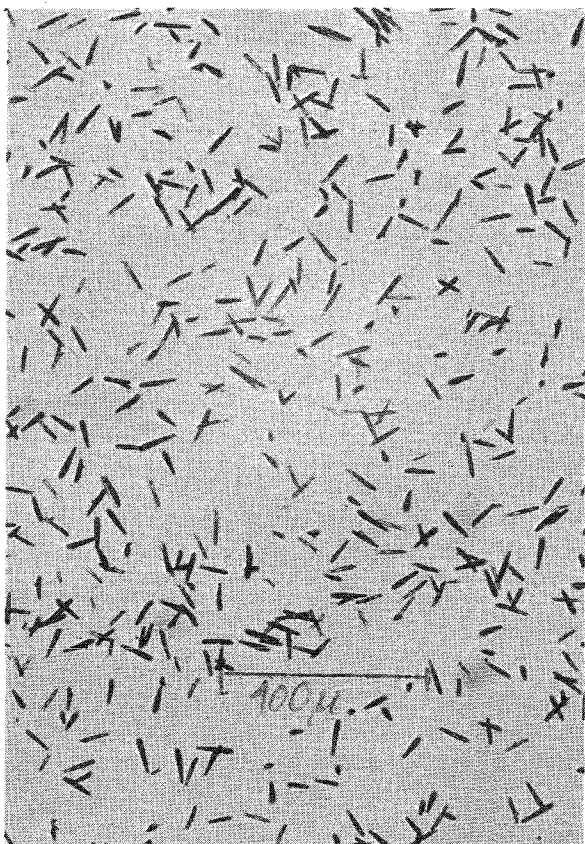


Bild 5 Spaltspuren in Lexan, 15' bei 60°C
in 6n KOH geätzt

Bild 6 Spaltspuren in Lexan, 75' bei 70°C
in 6n KOH geätzt

Die Spuren in Bild 6 sind bereits etwas "überätzt", d.h. die Spuren sind nicht mehr scharf begrenzt. Die durchschnittliche Länge beträgt auch hier 10 - 15 μ , die Dicke aber schon 8 - 10 μ . Hier liegen die Spuren ca. $10^3/\text{mm}^2$ dicht. Überlappungen können nicht mehr alle zuverlässig mit dem Auge aufgelöst werden. Die Schichtstruktur in der Schwärzung einzelner Spuren kann bei der automatischen Auswertung zur mehrfachen Zählung einer Spur führen.

An diesen Beispielen sieht man, daß die Spuren nach der Ätzung künstlich geschwärzt werden müssen, um gute Kontraste in einem zusammenhängenden Graubereich zu erzielen. Dies gilt für alle untersuchten Materialien.

Von den untersuchten Kunststoff-Folien hatten die meisten Oberflächen eine starke Eigenstruktur, die eventuell zu Fehlmessungen Anlaß geben könnten. Glas und die Polykarbonatfolien Makrofol E und Lexan weisen glatte Oberflächen auf. Dabei ist zu bemerken, daß die Spuren in Glas sehr gleichmäßig und fast kreisrund sind, was für die automatische Auswertung besonders günstig ist.

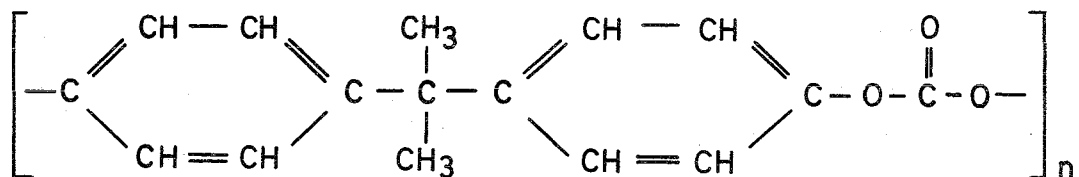
Zu 2)

Bei isotrop einfallender Strahlung erzeugen zwischen 95 - 99% aller Spaltbruchstücke in Kunststoff-Folien Spuren, die nachgewiesen werden können.

Bei Glas schwankte die Nachweiswahrscheinlichkeit sogar innerhalb derselben Ätzserie zwischen 50 - 65%, man kann deshalb keine vergleichbaren Ergebnisse erwarten.

Zu 3)

Eine polymere Einheit der untersuchten Polykarbonatfolien enthält 14 H-Atome $\left[C_{16} H_{14} O_3 \right]_n$ und ist aufgebaut gemäß:



Man muß also möglichst dünne Folien wählen, um den Einfluß von Wasserstoff auf das Neutronenspektrum vernachlässigen zu können. Da die dünnste Makrofol E - Folie 200 μ stark ist, bleibt nur noch das 60 μ dicke Lexan.

Die Detektoranordnung kann dabei so klein gehalten werden, daß von dieser Seite her auch keine merkliche Störung zu erwarten ist.

Die untersuchten Gläser sind frei von Bor und Wasserstoff und haben eine Dicke von 300 μ . Von ihnen ist keine nennenswerte Störung zu erwarten.

Zu 4)

Alle Kunststoff-Folien sind robust und daher einfach zu handhaben. Die zerbrechlichen Glasfolien können auch aus dieser Sicht vermutlich nicht für Routinemessungen eingesetzt werden.

Unter Beachtung aller 4 Forderungen kommt für Routinemessungen an der SNEAK vorläufig nur das 60 μ starke Lexan in Betracht.

III.2 Präparation

Zur Messung werden die Detektorfolien in engen Kontakt mit spaltbarem Material gebracht. Hierzu wird Brennstoff elektrolytisch abgeschieden, auf dünne Unterlagen aus Stahl- oder Platinblech. Damit wird erreicht, daß die Schichtdicke klein bleibt gegen die Reichweite der Spaltbruchstücke im Brennstoff. Da normalerweise bei jeder Spaltung zwei Spaltbruchstücke entstehen, die in entgegengesetzter Richtung auseinanderfliegen, entsprechen die Spaltbruchstücke, die in einen Halbraum gelangen, genau der Anzahl der Spaltungen im Material. Die Nachweiswahrscheinlichkeit wird daher nur vom "kritischen Winkel" α_c begrenzt.

Nach der Bestrahlung werden alle Folien, die zu einer Messung gehören, gemeinsam in einem Ätzbad aus KOH geätzt (6n Lösung für Lexan). In einem Thermostaten wird die Temperatur auf $\pm 0.05^{\circ}\text{C}$ konstant gehalten. Ein Rührwerk sorgt für gleichmäßiges Angreifen der Ätzflüssigkeit. Nach beendeter Ätzung werden die Folien sofort in eine warme Essiglösung gebracht, um den Ätzbetrieb zu unterbrechen. Weitere Spülbäder in destilliertem Wasser folgen und zum Abschluß ein Alkoholbad.

Die Schwärzung der Spuren erfolgt mit einem Filzschreiber: Man schwärzt zunächst die ganze Meßfläche intensiv und wischt anschließend mit in Methanol getränkten Wattestäbchen die Oberfläche sauber. Dieses Verfahren kann nach Bedarf wiederholt werden.

III.3 Auswertung von Detektorfolien

Die verschiedenen Möglichkeiten zur Auswertung von spurenhaltigen Folien beruhen entweder auf der Abzählung der einzelnen Spuren oder auf der Messung einer mittleren Spurendichte. Es seien hier kurz einige Methoden beschrieben:

1) Auszählung von Hand

Die bereits erwähnten Überlappungen begrenzen die meßbare Spurendichte unter dem Lichtmikroskop auf ca. $10^4/\text{mm}^2$. Diese Dichte erreicht man bei der sogenannten "Auszählung von Hand". Da hierbei das Auge die Entscheidung trifft, was im Zweifelsfall als Spur zu gelten hat, kann man die Spuren nadelförmig ausätzen und so Überlappungen deutlicher erkennen. Diese Methode ist für Routinemessungen ungeeignet, da die Meßergebnisse subjektiv gewonnen werden. Außerdem ist der Zeitaufwand für eine Messung relativ groß.

Bei sehr geringen Spurendichten - einige Spuren $/\text{mm}^2$ - kann man sich die Auszählung erleichtern nach einer Methode von Fleischer et al. /7/:

Man ätzt die Folien so lange, bis Löcher aus den Spuren entstehen. Dazu wird die Rückseite der Folien zuvor mit Aluminium beschichtet. Diese Al-Schicht wird angegriffen und stellt darum einen deutlich sichtbaren vergrößerten Abdruck der Löcher dar, die dann leicht abzuzählen sind.

Cross und Tommasino /8,I/III 73/ ätzen ebenfalls die Spuren durch und belegen anschließend eine Seite mit einem Löschblatt. Von der anderen Seite her wird eine Farblösung durch die Löcher gepreßt und so ein vergrößerter Abdruck auf dem Löschblatt erzeugt.

2) Entladungsmessungen

Cross und Tommasino /8,I/III 73/ beschreiben zwei weitere Arten, kleine Spurendichten über eine elektrische Entladung zu bestimmen. Auch hierzu müssen die Spuren durchgeätzt werden. Die Folie kann gegen eine ebene Elektrode gepreßt werden und die Gegenelektrode wird zur Spitze ausgebildet. Legt man eine Hochspannung zwischen die Elektroden, so kann man mit der Spitze die Fläche abtasten und anhand der elektrischen Entladungen die Anzahl der Löcher bestimmen. Eine andere Methode besteht darin, beide Elektroden eben auszubilden. Eine Elektrode besteht dabei aus einer dünnen Al-Schicht, die auf eine isolierende Unterlage aufgedampft wurde. Beim Anlegen von Hochspannung finden durch die Löcher Entladungen statt, und zwar nur eine pro Loch, weil die dünne Al-Schicht dabei durch die Funken verdampft. Ein elektrischer Zähler zeigt die Anzahl der Entladungen und damit der Löcher an.

3) Impulsanalyse

Bitter et al. /9/ analysieren das mikroskopische Bild. Die Lichtsignale, die vom Objekt kommen, werden von einem Photomultiplier empfangen. Die Abfrage wird automatisch gesteuert, in dem der Ob-

jekttisch des Mikroskops mäanderförmig bewegt wird. Das Signal, das vom Multiplier kommt, wird nach Impulshöhe und -länge analysiert. Da es sich bei diesen Messungen um die Auswertung von Kernspurplatten mit Spuren gleicher Form und gleicher Richtung handelt, wird die Analyse recht einfach und Störungen können leicht eliminiert werden.

4) Flying Spot Analyse

Abmayr et al. /8,I/III 46/ berichten über ein Flying Spot System. Ein Lichtpunkt wird durch das Okular auf das mikroskopische Objekt projiziert, der das Bild abtastet. Dieser Lichtpunkt wird durch die Objektstruktur moduliert und liefert anschließend Informationen, die von einem Photomultiplier aufgenommen und digital über einen Computer weiterverarbeitet werden.

Die nächsten beiden Methoden betreffen Geräte, die uns zur Verfügung stehen.

5) Densitometer

Als Densitometer wird ein Mikroskop-Photometer bezeichnet. Licht, das durch eine SSTR-Folie fällt, wird entsprechend der Spurendichte geschwächt und über einen Photomultiplier aufgenommen und verstärkt.

Mit dieser Methode sind jedoch nur Relativmessungen möglich. Außerdem ist die erfaßbare Meßfläche sehr klein, wodurch die statistische Genauigkeit herabgesetzt wird. Ein großer Vorteil liegt darin, daß man z.B. eine kontinuierliche Messung auf einen XY-Schreiber ausgeben kann und so einen schnellen Überblick über Dichteverteilungen erhält. Dies ist auch dann möglich, wenn die Scharfeinstellung während der Messung nicht optimal bleibt, weil die Anzeige davon weitgehend unabhängig ist.

6) Video - Signal

Bei dieser Methode wird das mikroskopische Bild mit einer Fernsehkamera aufgenommen und von dort einerseits auf einen Monitor gegeben, andererseits elektronisch analysiert. Unter den auf dem Markt befindlichen Geräten haben wir uns für das CLASSIMAT (Fa. Leitz) entschieden, das auf Bild 7 zu sehen ist. Bei der derzeitigen Meßanordnung werden die anfallenden Daten mit einem Tischrechner weiterverarbeitet.

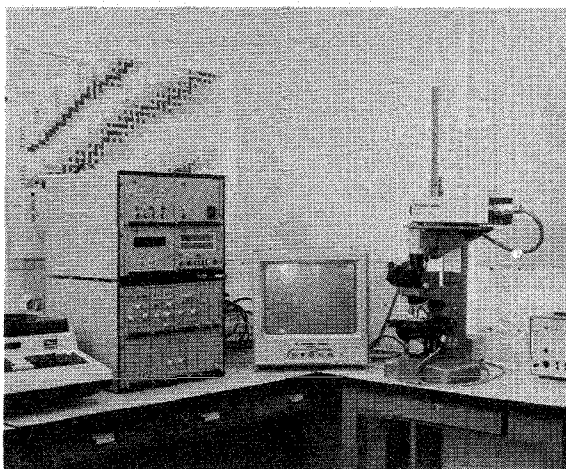


Bild 7

Meßanordnung mit dem CLASSIMAT

Das Meßfeld wird mittels einer elektronischen Maske ausgeblendet, die in Höhe und Breite getrennt regulierbar ist. Die Rasterpunkte des Feldes, die innerhalb dieser Maske liegen, werden als Impulszahl ausgegeben und sind ein Maß für die Maskenfläche.

Das Gerät analysiert die Spuren nach ihrem Grauwert. Der gesamte Graubereich ist in 10 gleichgroße Graustufen unterteilt. Man kann damit einen zusammenhängenden Graubereich ausblenden und diesen Bereich durch eine Feineinstellung über eine Stufenbreite variieren. Spuren, die einwandfrei erkannt werden sollen, müssen deshalb in einem zusammenhängendem Graubereich liegen, der sich klar vom Untergrund unterscheidet. Die Anzahl der Rasterpunkte des Objekts, die innerhalb des eingestellten Werts liegen, können als Maß für die Fläche abgefragt werden. Bei statistischer Verteilung und bei bekannter mittlerer Fläche pro Spur kann man daraus die Anzahl der Spuren im Meßfeld bestimmen.

Für Messungen von Spaltspurdichten wird die direkte Bestimmung der Spurenzahl vorgezogen. Sie erlaubt absolute Messungen und ist unempfindlicher hinsichtlich der Ätzparameter. Jede erkannte Spur kann vom Monitor gekennzeichnet werden und liefert einen Meßimpuls. Zusammenhängende Spuren erzeugen oft nur einen Meßimpuls, d.h. sie verursachen Zählverluste. Diese Verluste begrenzen die meßbare Spurendichte vorläufig auf ca. $10^3/\text{mm}^2$.

Auf den Bildern 5 und 6 ist zu erkennen, daß die Spaltspuren nicht von vornherein in einen klar definierten Graubereich fallen und deshalb nach der Ätzung künstlich geschwärzt werden müssen. Für die dünnen nadelförmigen Spuren wurde bisher noch keine geeignete Schwärzungsmethode gefunden, deshalb fallen solche Spuren vorläufig für eine automatische Messung aus. Je dicker die Spuren im Mittel sind, desto leichter können sie geschwärzt werden und desto sicherer Einzelspuren vom Gerät erkannt werden. Man muß dabei einen Kompromiß schließen zwischen Spurendicke und maximal zu messender Spurendichte.

Für die Bestimmung der Spurenzahl stehen uns zwei Meßmöglichkeiten zur Verfügung:

- a) "mit Konvergenz" heißt die Schaltung, bei der alle zusammenhängenden Spuren als ein Merkmal registriert werden.
- b) "ohne Konvergenz" ist die andere mögliche Schaltung. Dabei werden alle Spuren, die nach oben enden, einzeln gezählt.

Das nachfolgende Beispiel soll die Funktionsweise näher erläutern. Es wurde dabei noch ein dritter korrigierter Wert Z_k berechnet, der aus der Kombination beider Meßarten resultiert:

	∨	∧	>	/	✕	△		
Wahre Spurenzahl:	2	2	2	1	3	3	=	13 Spuren
mit Konvergenz Z_m :	1	1	1	1	1	1	=	6 Spuren
ohne Konvergenz Z_o :	2	1	1	1	2	2	=	9 Spuren
korrigierter Wert Z_k :	3	1	1	1	3	3	=	12 Spuren

Der korrigierte Wert wird dabei ermittelt aus:

$$Z_k = 2 Z_o - Z_m$$

Dazu wurden folgende Überlegungen angestellt:

Im statistischen Mittel ist die Anzahl der Spuren, die nach oben enden gleich der, die nach unten enden. Das ist aber genau die Differenz ($Z_o - Z_m$). Addiert man diesen Wert zu Z_o , so erhält man den korrigierten Wert Z_k . Zweifache Spuren, die nicht paarweise nach oben oder nach unten enden - wie z.B. die 3. Anordnung von links in obigem Beispiel - können damit nicht erfaßt werden. Trotzdem führt Z_k zu einer Erhöhung der meßbaren Spurendichte.

Die gegenwärtige Meßanordnung weist noch einige Nachteile auf:

Die Spaltspuren können nicht nach ihrer Form analysiert werden. Deshalb liefert jede Verschmutzung passenden Grauwerts einen Meßimpuls. Weiter bleibt die Scharfeinstellung des Objekts nicht konstant über die gesamte auszumessende Fläche. Man muß von Hand nachregeln und kann deshalb keine vollautomatische Messung vornehmen. Abhilfe soll eine automatische Nachregelung der Scharfeinstellung bringen.

Absolutmessungen sollten möglichst nur im "linearen" Bereich vorgenommen werden. Das ist der Bereich, in dem der Meßwert mit der wahren Spurenzahl übereinstimmt.

IV. Meßergebnisse und Diskussion

Die ersten Messungen dienten der Überprüfung der Funktionen des

Geräts. Bild 8 zeigt die Impulszahl in Abhängigkeit von der eingestellten Maskenfläche. Die Zuordnung ist linear.

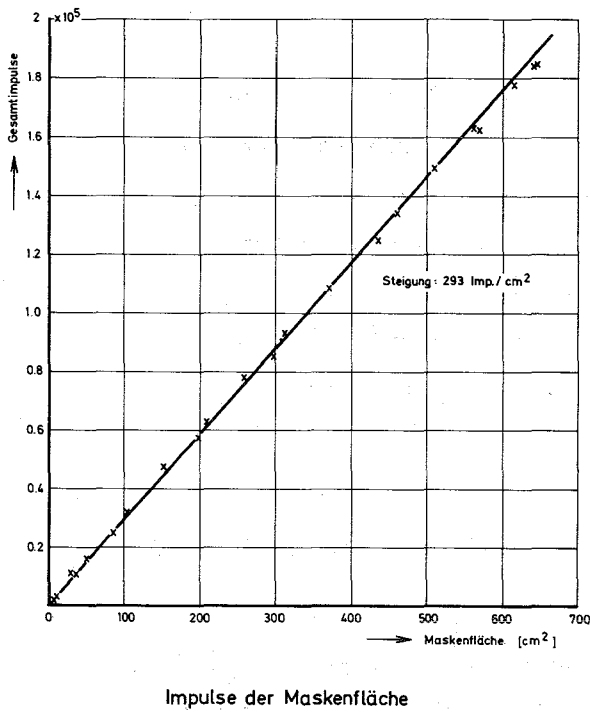


Bild 8 Zuordnung der Maskenfläche zur Impulszahl

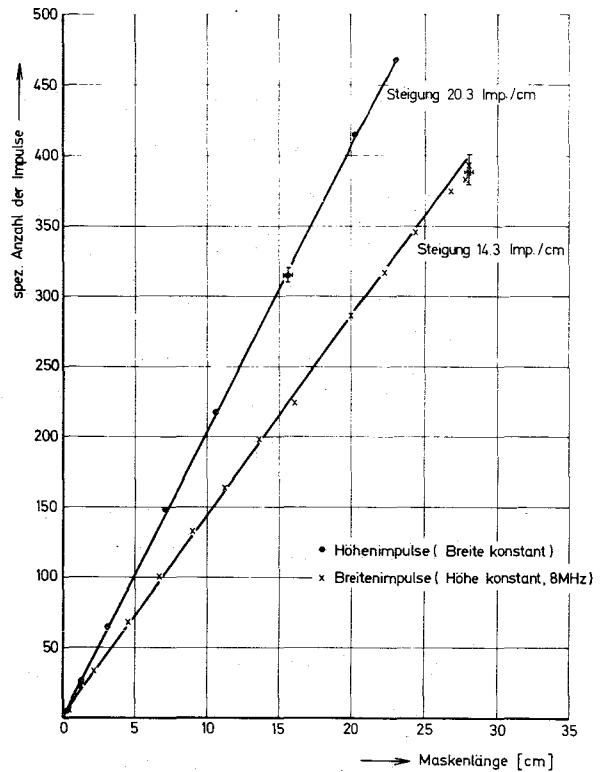


Bild 9 Spez. Impulszahlen für die Maskenbreite und die Maskenhöhe

Die Anzeige der sogenannten Zeilenzahlimpulse ist der Anzahl der Zeilen proportional und damit der Maskenhöhe. Durch Division der Flächenimpulse durch die Zeilenimpulse erhält man eine für die Maskenbreite charakteristische Impulszahl. Bild 9 zeigt die so gewonnenen Geraden.

In Bild 10 ist die Zuordnung zwischen Maskenfläche und Objektfläche aufgetragen bei einer Flächenvergrößerung von $2.3 \cdot 10^6$ -fach.

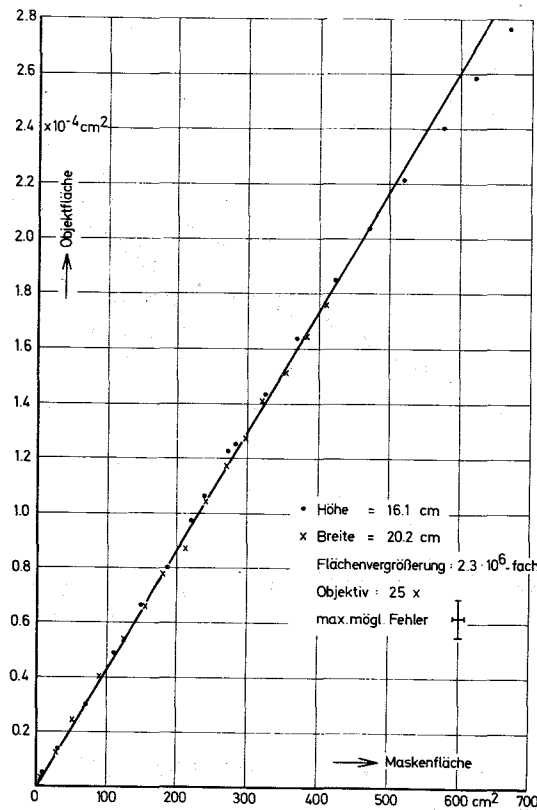


Bild 10 Abhängigkeit der Objektfläche von der Maskenfläche

Am Rande entsteht eine leichte Abweichung von der Linearität, was auf die Wölbung des Bildschirms zurückzuführen ist.

Um den Gang der Anzeige mit wachsender Spurendichte zu untersuchen, wurden zwei Meßserien gemacht, bei denen Lexanfolien verschieden lang einer jeweils konstanten Bestrahlung mit Spaltspuren ausgesetzt wurden. Die Folien wurden anschließend alle unter gleichen Bedingungen geätzt und die Spuren geschwärzt.

Die Auswertung erfolgte bei einer 600-fachen Gesamtvergrößerung. Die Anzeige in Bild 11 ist bis zu einer Spurendichte von $170/\text{mm}^2$ linear, die korrigierte Spurendichte bis zu $230 \text{ Spuren}/\text{mm}^2$.

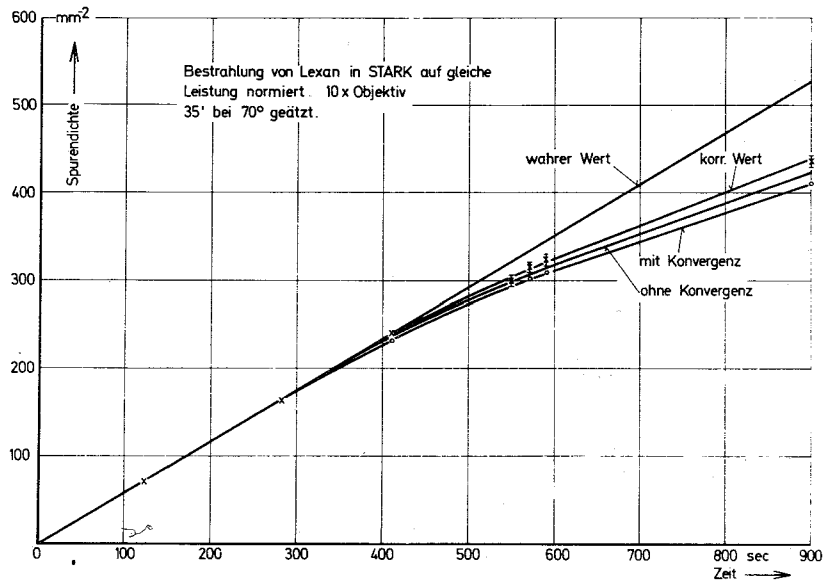


Bild 11 Verlauf der Anzeige mit der Spurendichte bei niedrigen Dichten

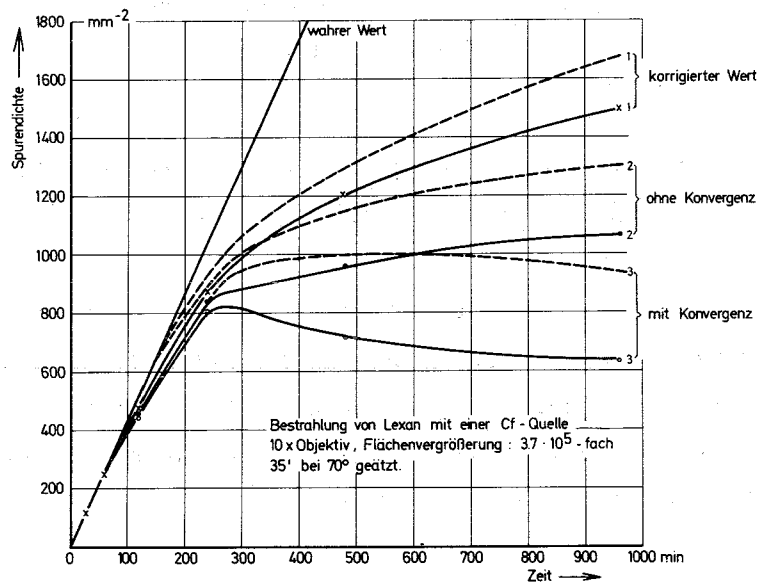
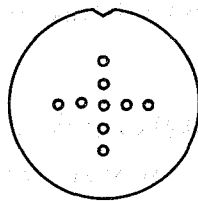


Bild 12 Verlauf der Anzeige mit der Spurendichte bei hohen Dichten

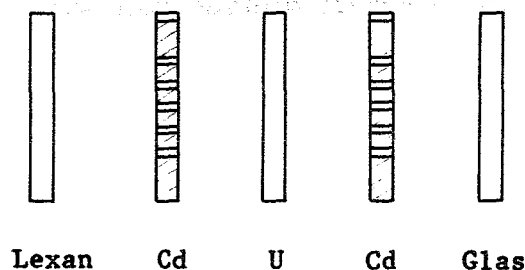
Bei 500 Spuren/mm² erreicht die Verlustrate aufgrund der Überlappungen bereits 20%. In Bild 11 sieht man, daß die mit Konvergenz gemessene Spurendichte infolge der Überlappungen ab 10³/mm² bereits wieder abnimmt.

In Bild 11 wurden außerdem 3 gestrichelte Linien eingezeichnet, die aus früheren Messungen stammen. Diese Spuren waren schwächer geätzt, aber nicht geschwärzt. Daher kam es vor, daß einzelne Spuren infolge ihrer Schichtung in der Struktur mehrfach gezählt wurden. Obwohl diese Messungen daher nicht sehr genau sind, wurden sie eingezeichnet, um zu demonstrieren, daß man u.U. zu einer weitergehenden linearen Abhängigkeit kommen kann. In der Tat deuten neuere Messungen darauf hin, daß man - eventuell bei höherer lichtoptischer Vergrößerung - bis zu ca. 10³ Spuren/mm² kommen kann.

Um weiterhin zu untersuchen, wie gut Feinstrukturen aufgelöst werden können, wurde durch durchlöcherter Cd-Plättchen von 1mm Dicke eine extreme Feinstruktur simuliert:



Cd-Plättchen, Detektorfolien und Brennstoff-Folien hatten dabei den gleichen Durchmesser. Zu diesen Messungen wurden massive Brennstoff-Folien verwendet. Das hat den Vorteil, daß man auf beiden Seiten Detektorfolien anbringen kann. Es wurden damit gleichzeitig Phosphatgläser getestet und dazu folgende Anordnung gewählt:



Solche Päckchen wurden einem homogenen thermischen Neutronenfluß ausgesetzt und die Detektorfolien anschließend geätzt und geschwärzt. Bild 13 zeigt die Verteilungskurven in beiden Materialien. Der statistische Fehler im Maximum beträgt dabei 20%. Man kann die Struktur der Cd-Plättchen gut erkennen.

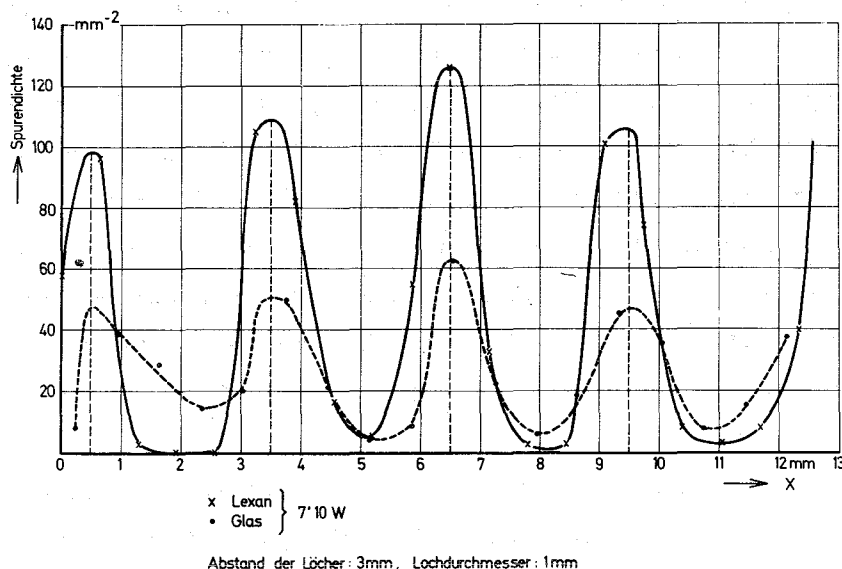


Bild 13 Spaltratenverteilung in Lexan und Glas

Die maximalen Werte für Phosphatglas liegen wegen der geringeren Nachweiswahrscheinlichkeit durchweg bei etwa 55% der Lexanwerte. Auch hierbei ergab sich, daß selbst innerhalb derselben Ätzserie die Ansprechwahrscheinlichkeit stark schwankte. Gläser der untersuchten Art sind deshalb für Meßzwecke ungeeignet.

Die Meßelektronik wird in Zukunft weiter ausgebaut, um die Genauigkeit der Messungen zu verbessern. Um auch das Problem der überlappenden Spuren zufriedenstellend zu lösen, wird auf eine direkte Übertragung des Fernsehbildes in einen Computer hingearbeitet. Man kann dann durch geeignete Programmierung sehr ausführliche Analysen

durchführen. Ziel dabei ist, der Unterscheidungsmöglichkeit mit dem Auge möglichst nahe zu kommen. Das würde eine meßbare Spurendichte von ca. $10^4/\text{mm}^2$ bedeuten. Dabei werden die von der Fernsehkamera abgetasteten Bilder zunächst auf Magnetband gespeichert, von wo sie zur Auswertung in den Rechner übertragen werden.

Literatur

- /1/ Young:
"Etching of Radiation Damage in Lithium Fluoride"
Nature 182, 375 (1958)
- /2/ Silk, Barnes:
"Examination of Fission Fragment Tracks with an
Electron Microscope"
Phil. Mag. 4, 970 (1959)
- /3/ Fleischer, Price, Walker:
"The Ion Explosion Spike Mechanism for Formation
of Charged Particle Tracks in Solids"
J. Appl. Phys. 36, 3645 (1965)
- /4/ Fleischer, Price, Walker, Hubbard:
"Criteria for Track Registration in Solids"
Phys. Rev. 156, 353 (1967)
- /5/ Tuyn:
"Measurements of Intracell Fission Density and
Fast Neutron Flux Distributions in The NORA Reactor
with Solid State Nuclear Track Detectors"
KJELLER REPORT KR 134, Institut for Atomenergi,
Kjeller, Norway
- /6/ Tuyn:
"A Simple Model for The Development of Tracks in
Solid State Nuclear Track Detectors"
Work Report Nr. PE 158, Institut for Atomenergi,
Kjeller, Norway

- /7/ Fleischer, Price, Walker:
 "Simple Detectors for Heavy Cosmic Ray Nuclei"
 Rev. Sci. Inst. 37, 525 (1966)
- /8/ "Proceedings of The International Topical Conference
 on Nuclear Track Registration in Insulating Solids
 and Applications"
 Bd. I and II
- /9/ Bitter, Fiedler, Wollnik:
 "Die automatische Auswertung von Kernspur- und Fest-
 körperdetektorplatten"
 Nucl. Inst. Meth. 51, 241 (1967)

