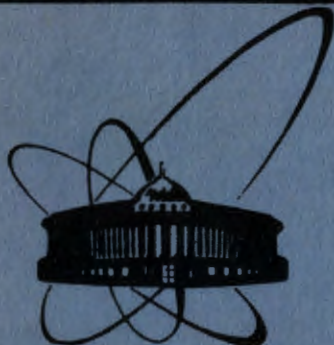


83-669

26/XII-83



ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ  
ДУБНА

6771/83

13-83-669

В.М.Голиков, И.Н.Егошин, Ч.Жаргал, Ким Зай Те,  
Ким Чан Хван, Т.Ласкус, А.Латушински,  
М.Маринов, Б.П.Осипенко, А.В.Ревенко,  
В.Г.Сандуковский, М.Слапа, Я.Юрковски

ДЕТЕКТОРЫ ИЗ СВЕРХЧИСТОГО ГЕРМАНИЯ  
ДЛЯ СПЕКТРОМЕТРИИ ГАММА-ИЗЛУЧЕНИЯ,  
ИЗГОТАВЛИВАЕМЫЕ  
В ЛАБОРАТОРИИ ЯДЕРНЫХ ПРОБЛЕМ ОИЯИ

Направлено в Оргкомитет Сопевания ОИЯИ  
по полупроводниковым детекторам  
/Дубна, октябрь 1983 г./

1983

Заметно возросший уровень техники и технологии позволил применять для изготовления детекторов ядерных излучений ряд материалов и приборов, которые раньше были мало доступны. Значительный прогресс в последние годы произошел в использовании детекторов из германия высокой чистоты /сверхчистого германия, HPGe/.

Преимущество таких детекторов по сравнению с Ge(Li) состоит в том, что для их создания требуется существенно меньше времени, они могут храниться при комнатной температуре, отжиг радиационных дефектов можно производить при сравнительно низких температурах /~ 200° С/.

Детекторы, сделанные из удачно подобранного исходного материала, как правило, имеют энергетическое разрешение, близкое к предельному.

#### ВЫБОР МАТЕРИАЛА

Отбор исходного материала осуществляется по паспортным данным слитков или результатам измерения распределения концентрации примеси по диаметру и длине слитка. Разброс примесной концентрации по объему германия не должен превышать 50%.

Распределение электрического поля в детекторах из сверхчистого германия зависит от разностной концентрации примеси ( $N_a - N_d$ ) в объеме материала. Поэтому для детектора с заданной глубиной чувствительной области подбирают материал с соответствующим средним значением разностной концентрации примеси.

Глубина чувствительной области плоскопараллельного детектора определяется выражением

$$W = \left( 2\epsilon \frac{U}{qN} \right)^{1/2} \quad /1/$$

где  $U$  - напряжение смещения на детекторе,  $N$  - плотность разностной концентрации примеси в объеме материала,  $q$  - заряд электрона,  $\epsilon$  - диэлектрическая проницаемость. У коаксиальных детекторов глубина и диаметр колодца /рис.1/ выбираются с учетом средней разностной концентрации примеси, диаметра и длины заготовки исходного материала.

Напряжение, при котором происходит полное обеднение рабочей области коаксиального детектора, определяется выражением

$$U = \frac{qN}{2\epsilon} \left[ r_1^2 \ln \frac{r_2}{r_1} - \frac{1}{2} (r_2^2 - r_1^2) \right] \quad /2/$$

где  $r_1$  и  $r_2$  - внутренний и внешний радиусы детектора.

Распределения напряженности электрического поля вдоль радиуса детектора для различных напряжений смещения вычисляются по формуле /3/

$$E(r) = \frac{qN}{2\epsilon} r - \frac{\left[ U - \frac{qN}{4\epsilon} (r_2^2 - r_1^2) \right]}{r \ln \frac{r_2}{r_1}} \quad /3/$$

С помощью этой формулы можно оценить величину напряженности поля у омического контакта детектора, которая должна быть ~100 В/мм для создания хороших условий собирания носителей заряда.

Для удобства работы целесообразно пользоваться таблицами /формула /3// для наиболее часто встречающихся значений разностной концентрации примеси и диаметров кристаллов.

Из отобранного таким образом исходного германия можно изготовить детектор требуемой геометрии.

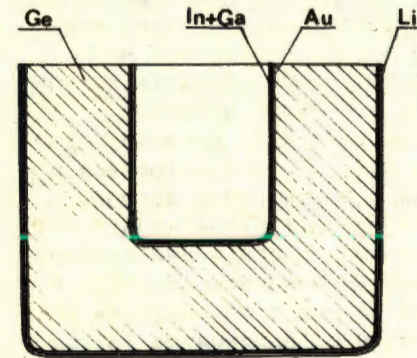


Рис.1. Структура коаксиального детектора из сверхчистого германия.

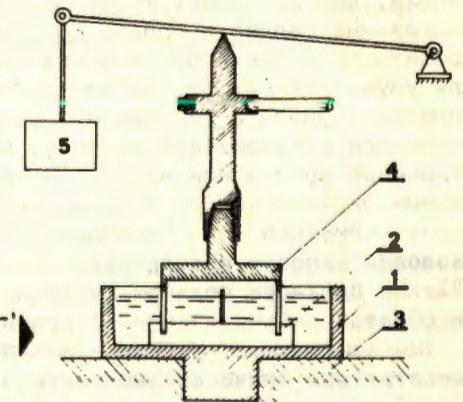


Рис.2. Приспособление для вырезки круглых заготовок из германия.

#### МЕХАНИЧЕСКАЯ И ХИМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА

Резка слитков осуществляется специальными полотнами с водной эмульсией микропорошка М-20 или алмазными дисками. Круглые заготовки вырезаются на специальном станке стальными или латунными пуансонами /рис.2/. Германиевая пластина, из которой необходимо вырезать круглую заготовку, крепится шеллаком на дне металлической чашки. Чашка устанавливается в станине станка /3/ и заливается водной эмульсией микропорошка М-20. Усиление, подаваемое на режущий инструмент /4/, регулируется с помощью груза /5/, подвешенного к механизму подачи.

В заготовках для коаксиальных детекторов с помощью пуансонов с водной эмульсией микропорошка и алмазных цилиндрических сверл вырезается "колодец". Шлифовка стенок "колодца" выполняется латунными и фторопластовыми притирами с микропорошком М-20 ± М-5. После шлифовки образцы тщательно отмываются, обезжириваются и травятся аналогично образцам для Ge(Li) детекторов.

#### ИЗГОТОВЛЕНИЕ p-n ПЕРЕХОДОВ И ОМИЧЕСКИХ КОНТАКТОВ

Разработано несколько методов изготовления p-n переходов и омических контактов в германии высокой чистоты: окислением, диффузией, имплантацией и с использованием сплавной технологии<sup>4,5/</sup>. Все эти методы позволяют получать хорошие результаты. Выбор метода зависит от типа детектора, его назначений и условий, в которых выполняется работа.

У коаксиальных детекторов омический контакт изготавливается вплавлением в германий индий-галлиевого сплава. Несмотря на то, что коэффициенты линейного расширения германия и индия различны, индий имеет низкий предел текучести, поэтому не возникает механических напряжений. Недостаток индия в том, что у него мал коэффициент разделения /0,001/. Для того, чтобы повысить концентрацию примеси, применяют сплав индия с небольшой добавкой  $\leq 1\%$  галлия, который имеет коэффициент разделения 0,1. В нашем случае содержание галлия в сплаве составляло 0,13%. Сплав готовился в графитовой лодочке при температуре 950°C в атмосфере аргона. Для улучшения смачивания на стенки колодца детектора напылялось золото. Образец с "колодцем", заполненным сплавом индий-галлий, помещался в графитовую оправку, которая нагревалась до 365°C в атмосфере аргона или вакууме в течение 10 мин с последующим медленным охлаждением / ~ 2 град./мин/. После охлаждения до 165°C сплав сливался из "колодца", а его остатки со стенок "колодца" /после полного охлаждения/ убирались травлением в 50%-ном растворе соляной кислоты, нагретой до ~50°C. После отмывки образца дистиллированной водой изготавливался p-n переход.

На плоскопараллельных детекторах из сверхчистого германия p-типа омические контакты чаще создавались с помощью ионной имплантации галлия или бора. Хорошо протравленный образец устанавливался на коллекторе имплантатора под углом 57° к направлению пучка ионов для того, чтобы максимум распределения внедренных атомов находился как можно ближе к поверхности кристалла. Доза облучения составляла  $5 \cdot 10^{14}$  ионов/см<sup>2</sup>, энергия внедрения - от 10 до 20 кэВ. Отжиг дефектов, образовавшихся в процессе имплантации, проводился в вакууме при температуре 400°C в течение 30 мин.

В некоторых случаях омические контакты изготавливались окислением поверхности, как описано в работе<sup>6/</sup>, с последующим напылением слоя золота или палладия. В этом случае вначале создавался p-n переход.

Для получения p-n перехода на центр одной из поверхностей образца, хорошо отшлифованной, отмытой и обезжиренной, напыляется тонкий слой золота. Диаметр золотого пятна на 1÷2 мм больше диаметра получаемого p-n перехода, сверху напыляется металлический литий, и проводится диффузия через слой золота при температуре 340°C.

В случае имплантированного омического контакта p-n переход изготавливался после омического контакта, а диффузия лития временно выполняла роль повторного отжига радиационных дефектов.

После диффузии лития в образце с помощью станка /рис.2/ вырезалась защитная канавка, ширина которой перекрывала границу диффузии, глубина составляла ~2/3 толщины образца. После защиты электродов канавка дважды травилась по 3 мин.

У коаксиальных детекторов p-n переход создается диффузией лития при температуре 325°C. Для этого образец устанавливается в специальном нагревателе, размещенном в вакуумной установке. После получения необходимого вакуума и прогрева образца до 300°C на его внешнюю поверхность из четырех вольфрамовых испарителей напыляется литий. Диффузия проводится в течение 7 мин, затем образец быстро охлаждается. Остатки окиси лития отмываются в водном растворе этилового спирта, и открытый торец образца несколько раз травится смесью азотной и плавиковой кислот /1:3/ по 5 мин с помощью полиэтиленовой пипетки. Готовый образец из германия высокой чистоты упаковывается в оправку и криостат так же, как и германий-литиевый детектор.

#### МОНТАЖ ДЕТЕКТОРА

Требования, предъявляемые к криостатам для детекторов из сверхчистого германия, такие же, как и для криостатов германий-литиевых спектрометров. Детекторы из сверхчистого германия могут долгое время находиться при комнатной температуре, поэтому время на их монтаж и откачку криостата /в отличие от Ge(Li)-детекторов/ не имеет строгих ограничений.

Для снижения уровня микрофонных шумов конструкция криостата должна быть жесткой, хладопровод-массивным. Температура детектора в криостате близка к температуре жидкого азота. Откачка криостатов осуществляется вакуумным постом с паромасляным насосом и системой вымораживающих азотных ловушек.

Для упаковки детекторов используются такие же оправки, как и для германий-литиевых детекторов. По-прежнему детекторы упаковываются с охлажденным каскадом предусилителя и без него. Детекторы подключаются либо параллельно входу предусилителя, либо последовательно в зависимости от величины емкости детектора и паразитной емкости на входе, а также от величины тока детектора.

## ИЗМЕРЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК ДЕТЕКТОРОВ

Вольт-амперные характеристики измеряются на всех детекторах с помощью прибора, описанного в работе /7/. Определив напряжение, при котором наблюдается резкое увеличение тока, необходимо снизить его на 10%, это и будет максимально допустимое напряжение для данного детектора. Рабочее напряжение /напряжение, при котором получается наилучшее энергетическое разрешение/, как правило, в 1,5-2 раза больше напряжения, при котором чувствительная область растягивается от электрода до электрода.

Ток детекторов при рабочем напряжении колеблется у коаксиальных детекторов от  $10^{-12}$  до  $10^{-10}$  А, у планарных - от  $10^{-13}$  до  $10^{-10}$  А.

Вольт-фарадные характеристики удобно измерять с помощью прибора с непрерывным показанием емкости детектора. Схема такого прибора приведена на рис.3.

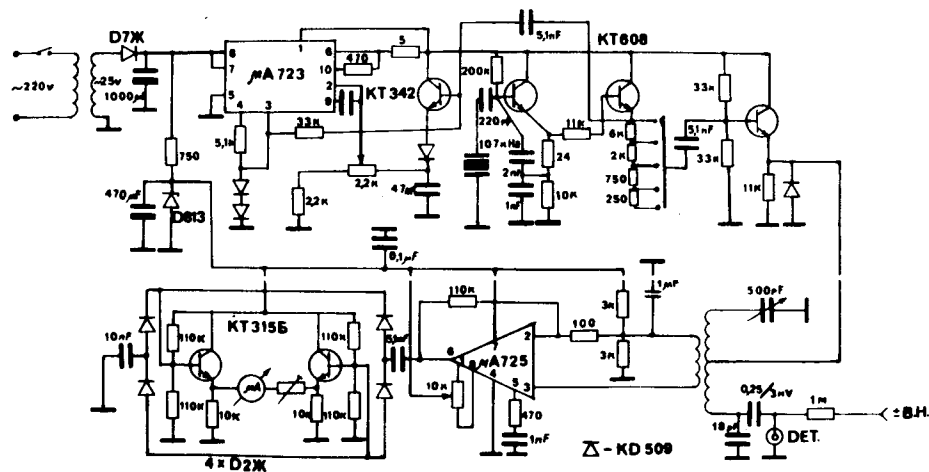


Рис.3. Измеритель емкости полупроводниковых детекторов.

Плавно подавая напряжение на детектор, необходимо следить за изменением емкости. Напряжение, при котором прекращается изменение емкости, указывает на то, что чувствительный слой растянулся от электрода до электрода.

Энергетическое разрешение и эффективность измеряются точно так же, как и у германий-литиевых детекторов /7/.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Описанная технология изготовления детекторов из сверхчистого германия позволяет получать приборы высокого качества, предназначенные для решения задач экспериментальной ядерной физики.

Энергетическое разрешение таких детекторов при правильно выбранных параметрах материала и методики изготовления близко к предельному.

В области мягких энергий  $\gamma$ -излучения энергетическое разрешение заметно зависит от типа зарядочувствительного предусилителя /точнее, от типа обратной связи предусилителя/. На рис.4 представлены аппаратные спектры  $^{55}\text{Fe}$  ( $E_\gamma = 5,9$  кэВ), полученные с помощью детектора из сверхчистого германия /50 мм<sup>2</sup> x 7 мм/ для трех различных типов обратной связи: резисторной, стоковой и оптосвязи. Улучшение разрешения для оптосвязи по сравнению с резисторной составляет ~30%. Возможно использование детекторов из сверхчистого германия для регистрации заряженных частиц. Применение таких детекторов для измерения сплошных позитронных спектров позволило экспериментально определить границу протонной устойчивости нуклидов /8/. Использование специальных фильтров с поглотителем дает возможность значительно увеличить избирательность регистрации электронов, в частности электронов внутренней конверсии /ЗВК/. Для иллюстрации на рис.5 /внизу/ приведены фрагменты спектра ЗВК  $^{207}\text{Bi}$ , полученные с помощью спектрометра

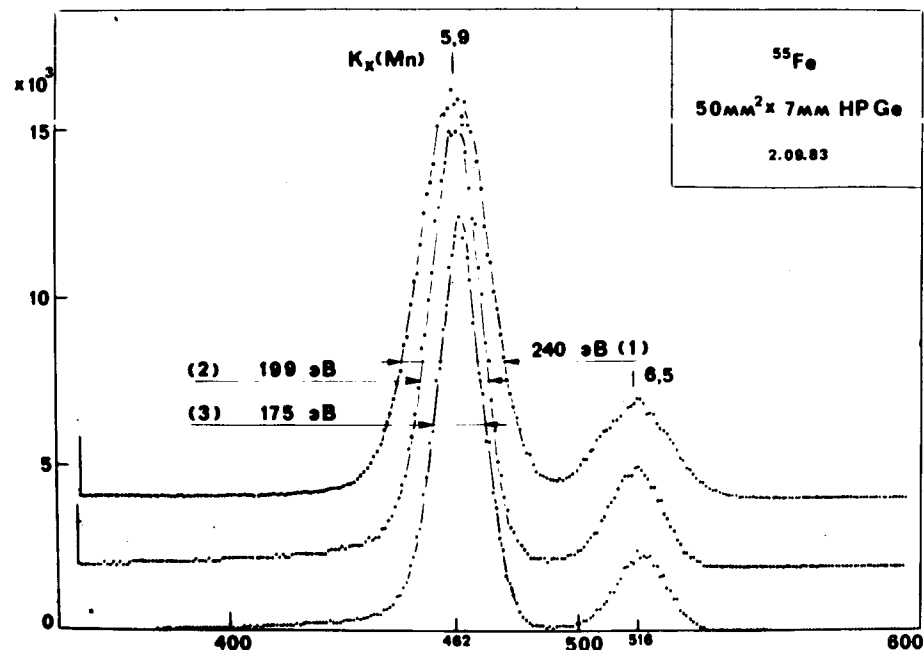


Рис.4. Спектры  $\gamma$ -излучения  $^{55}\text{Fe}$ , полученные с помощью HPGe детектора для различных типов обратной связи предусилителя: /1/-резисторная связь; /2/-стоковая связь; /3/-оптосвязь.

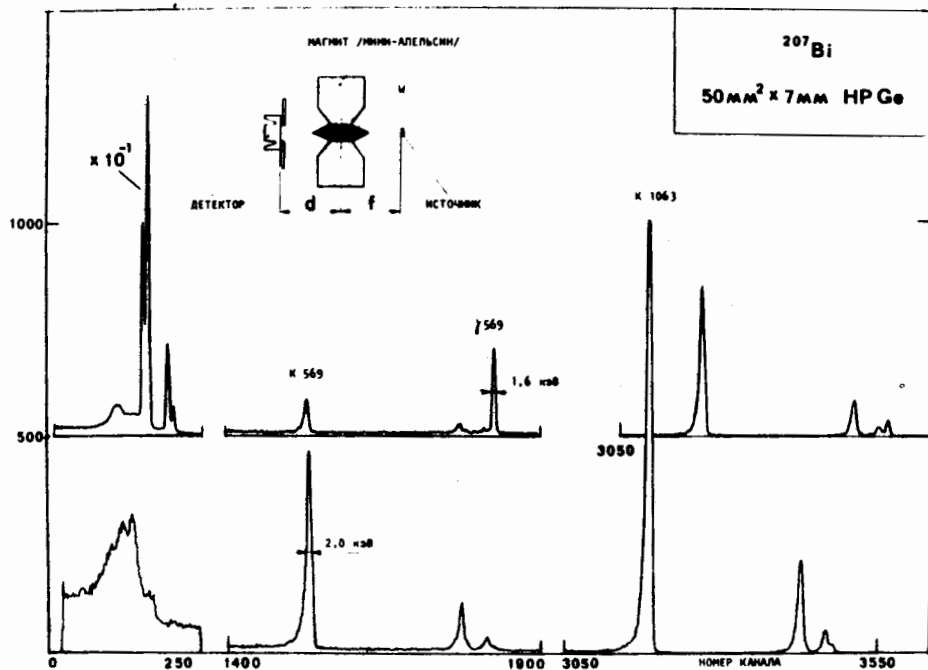


Рис.5. Фрагменты спектров электронов внутренней конверсии  $^{207}\text{Bi}$ , полученные с помощью детектора из сверхчистого германия с тороидальным магнитным фильтром /нижний рисунок/ и без фильтра /верхний рисунок/.

/"мини-апельсин"/, сочетающего детектор из сверхчистого германия размером  $50 \text{ мм}^2 \times 7 \text{ мм}$  и тороидальный фильтр из постоянных магнитов, расположенных вокруг центрального поглотителя из вольфрама. Дано сравнение со спектром ЭВК, полученным в отсутствие фильтра.

Детекторы из сверхчистого германия имеют малые "входные окна" /  $\sim 700 \text{ \AA}$  /, что видно из рис.6, на котором показан спектр  $\alpha$ -частицы  $^{238}\text{Pu}$ , полученный с помощью HPGe детектора /энергетическое разрешение -  $0,2\%$ /.

Немаловажным преимуществом детекторов из германия высокой чистоты по сравнению с кремниевыми приборами является более высокая эффективность регистрации  $\gamma$ -излучения. На рис.7 для сравнения показаны фрагменты аппаратных спектров  $^{241}\text{Am}$ , полученные с помощью кремний-литиевого и германиевого детекторов одинакового объема.

Следует отметить одно из полезных применений технологии изготовления детекторов из сверхчистого германия для продления

жизни Ge(Li) детекторов. Использование метода создания  $p^+$ -контакта у коаксиальных детекторов позволяет восстанавливать передрейфованные /в процессе неоднократных ремонтов/ Ge(Li) детекторы.

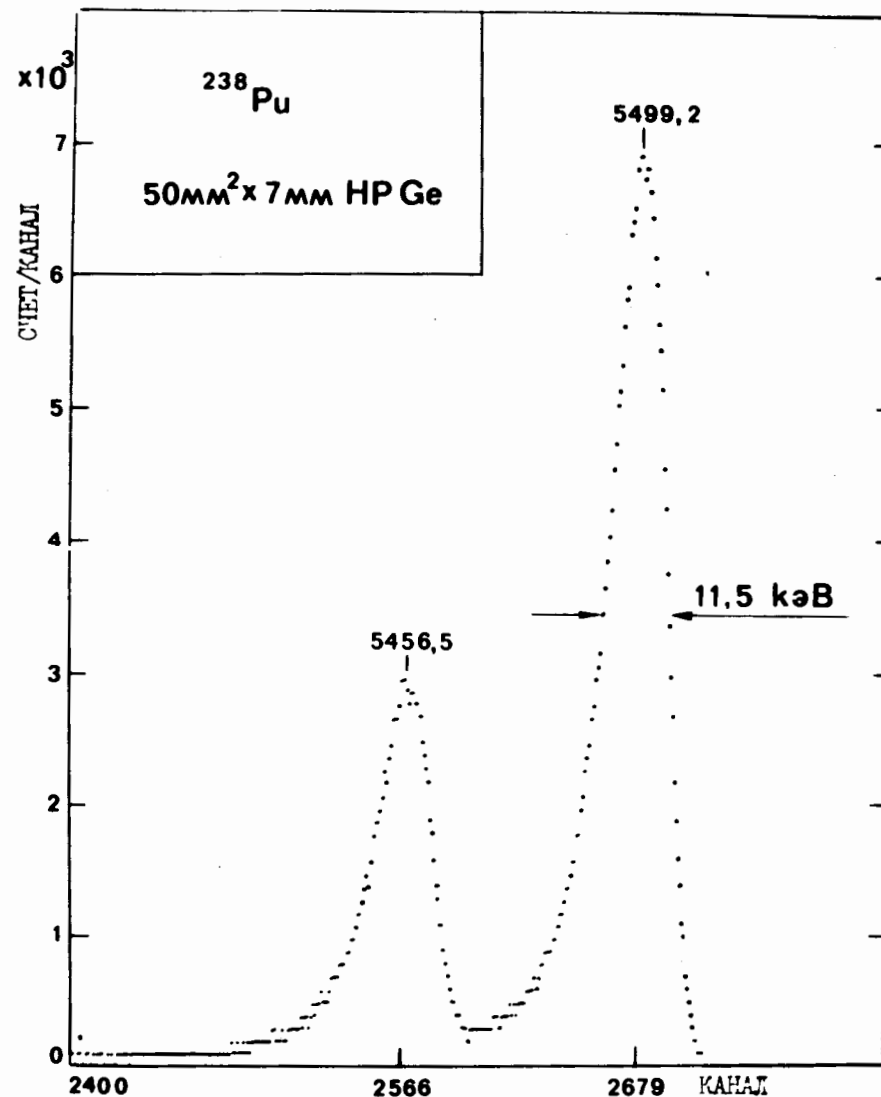


Рис.6. Спектр  $\alpha$ -частиц  $^{238}\text{Pu}$ , полученный с помощью детектора из сверхчистого германия. Энергетическое разрешение -  $11,5 \text{ кэВ}$ .

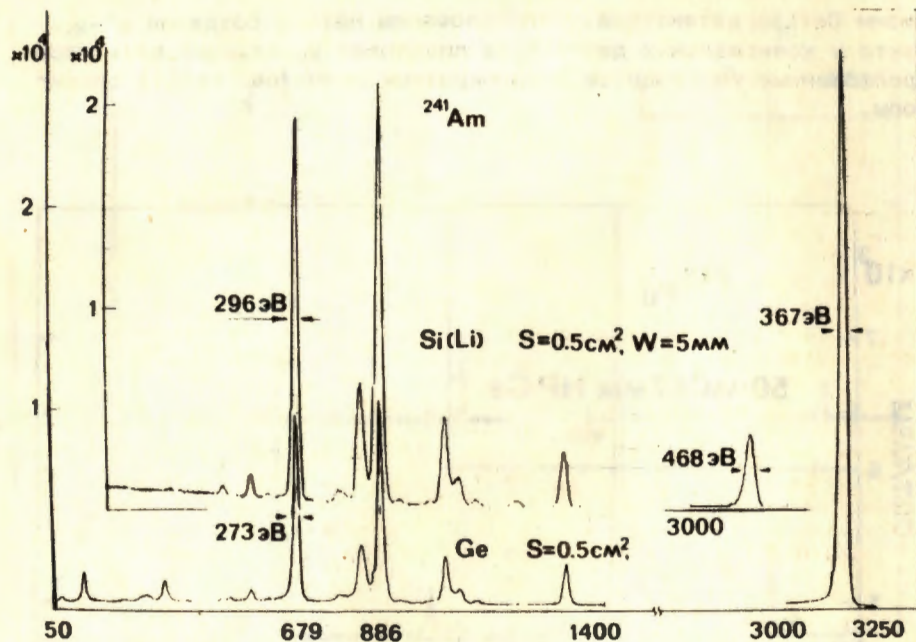


Рис.7. Сравнение эффективностей Si(Li) и HPGe детекторов.

Авторы приносят благодарность Н.Н.Калининой и С.И. Минькову, принимавшим участие в ряде технологических операций по изготовлению детекторов и спектрометров на их основе.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Llacer J., Kraner H.W. Nucl.Instr.Meth., 1972, 98, p.467.
2. Raudorf J.W., Trammell R.C. IEEE Trans. Nucl. Sci., 1979, No.S-26, p.1,298.
3. Cho Z.H., Llacer J. Nucl.Instr.Meth., 1972, 98, p.461-466.
4. Жаргал Ч. и др. ОИЯИ, 13-83-397, Дубна, 1982.
5. Жаргал Ч. и др. ОИЯИ, Р6-81-413, Дубна, 1981.
6. Ewins J., Llacer J. Nucl.Instr.Meth., 1972, 98, p.461-466.
7. Вылов Ц. и др. ОИЯИ, Р13-6759, Дубна, 1972.
8. Алхазов Г.Д. и др. Препринт ЛИЯФ, 820, Гатчина, 1982.

Рукопись поступила в издательский отдел  
22 сентября 1983 года

Голиков В.М. и др.

13-83-669

Детекторы из сверхчистого германия для спектрометрии гамма-излучения, изготавливаемые в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ

Описана методика изготовления детекторов из сверхчистого германия, предназначенных для регистрации ядерных излучений. Даны критерии отбора исходного материала для плоскопараллельных и коаксиальных детекторов. Описаны различные способы изготовления p-n переходов и омических контактов: окислением, диффузией, имплантацией и с использованием сплавной технологии. Показана зависимость энергетического разрешения от типа обратной связи предусилителя. Получено энергетическое разрешение 175 эВ для  $E_\gamma = 5,9$  кэВ и 11,5 кэВ для  $E_\alpha = 5499$  кэВ. Показана возможность использования детекторов из сверхчистого германия в сочетании с тороидальным фильтром /"мини-апельсин"/ для регистрации электронов внутренней конверсии.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1983

Golikov V.M. et al.

13-83-669

HPGe Detectors for Gamma-Radiation Spectrometry,  
Manufactured at the JINR Laboratory of Nuclear Problems

The technique of the manufacturing of HPGe detectors for the registration of the nuclear radiation is described. The criteria of the selection of the original material for the planar and coaxial detectors are presented. Different methods of the establishment of p-n-transitions and ohmic contacts are discussed. They are the following: oxidation, diffusion, implantation and alloyed technology. The dependence of the energy resolution on the type of the feedback of the preamplifier is presented. The energy resolution for  $E_\gamma = 5.9$  keV is 175 eV and for  $E_\alpha = 5499$  keV it is 11.5 keV. The use of the HPGe detectors in combination with toroidal magnetic filter /"mini-orange"/ for the registration of internal-conversion electrons is described.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Problems, JINR.

earch. Dubna 1983