

Д-444  
ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

2575



В. А. Дидоренко, Ю. Д. Мареев, Э. З. Рындина,  
Б. Савицка, Ю. С. Язвицкий

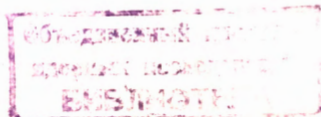
ГЕРМАНИЕВЫЕ  $p-i-n$  ДЕТЕКТОРЫ  
С ДРЕЙФОМ ЛИТИЯ

ЛАБОРАТОРИЯ НЕЙТРОННОЙ ФИЗИКИ

1966

В. А. Дидоренко, Ю. Д. Мареев, Э. З. Рындина,  
Б. Савицка, Ю. С. Язвицкий

ГЕРМАНИЕВЫЕ p-i-n ДЕТЕКТОРЫ  
С ДРЕЙФОМ ЛИТИЯ



4056/2 48

Первые сведения о разработке и возможности применения полупроводниковых детекторов из германия в гамма-спектроскопии появились в работах<sup>/1,2/</sup>. В них использовался метод дрейфа ионов лития для создания p-i-n структуры в германии. Дальнейшее развитие этот метод получил в работах<sup>/3-7/</sup>.

Дрейфованные литием кремниевые детекторы были разработаны давно и применялись в основном для бета-спектроскопии. Возможность получения p-i-n структуры в германии позволила использовать полупроводниковые детекторы для целей гамма-спектроскопии.

Преимущества p-i-n детекторов из германия для гамма-спектроскопии по сравнению с кремниевыми детекторами очевидны, так как эффективность поглощения гамма-излучения увеличивается с увеличением атомного номера поглощающего вещества. Например, для гамма-квантов с энергией 100 кэВ линейные коэффициенты фотопоглощения для германия ( $Z = 32$ ) составляют  $2,1 \text{ см}^{-1}$  и  $0,05 \text{ см}^{-1}$  - для кремния ( $Z = 14$ ), для гамма-квантов с энергией 1 МэВ коэффициент комптоновского поглощения  $0,3 \text{ см}^{-1}$  для германия и  $0,16 \text{ см}^{-1}$  для кремния. При поглощении гамма-квантов высоких энергий преобладает процесс рождения электронно-позитронных пар, и соответствующие коэффициенты, например, для 10 мэВ равны  $0,084 \text{ см}^{-1}$  для германия и  $0,021 \text{ см}^{-1}$  для кремния.

Германиевые p-i-n детекторы позволяют получить высокое энергетическое разрешение, в 10-20 раз превосходящее разрешение сцинтилляционных спектрометров  $\text{NaJ}(\text{Tl})$ . Время сбора заряда колеблется в зависимости от толщины детектора и приложенного смещения от 10 до 30 нсек, что на порядок величины меньше, чем в  $\text{NaJ}(\text{Tl})$ . Эффективность детектора зависит от энергии гамма-квантов и объема его рабочей области. Эффективность была подсчитана<sup>/8,7/</sup> и дает, например, 35% для 122 кэВ и 0,16% для 1333 кэВ, для детектора с толщиной чувствительного слоя 3,5 мм и объемом  $2,8 \text{ см}^3$ , что хорошо согласуется с экспериментальными данными. Это на два порядка ниже, чем эффективность детектора  $\text{NaJ}(\text{Tl})$  размерами  $7,5 \text{ см} \times 7,5 \text{ см}$ . Поэтому дальнейшее увеличение размеров германиевых детекторов представляет главную технологическую задачу.

В настоящей работе описывается технология изготовления детекторов и приводятся некоторые результаты, полученные с их помощью.

#### Изготовление детекторов

Для приготовления детекторов использовался монокристаллический германий р-типа, изготовленный в ГИРЕДМЕТЪ. Монокристаллы германия, легированного галлием, выращивались по методу Чохральского с ориентацией (1.1.1) и (1.1.0), имели удельное сопротивление от 5 до 40 ом·см, плотность дислокаций  $1 \cdot 10^3 - 8 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$  и время жизни неосновных носителей более 100 мксек. Шайбы из германия вырезались перпендикулярно оси роста кристалла и шлифовались со всех сторон порошками электрокорунда. Шлифование заканчивалось порошком М7. Затем образец травился в травителе СР-4 ( $25 \text{ см}^3 \text{ HNO}_3$ ,  $15 \text{ см}^3 \text{ HF}$ ,  $15 \text{ см}^3 \text{ CH}_3\text{COOH}$ ,  $0,3 \text{ см}^3 \text{ Br}_2$ ) в течение нескольких минут и тщательно промывался дистиллированной и деионизированной водой.

Для создания п-р перехода проводилось напыление и диффузия лития. Для этого образец покрывался аквадагом так, что незащищенной оставалась только та часть поверхности, на которую напылялся литий. Затем образец помещался на графитовой подложке, предохранявшей германий от термических ударов, на печку, под колпак вакуумной распылительной установки.

Напыление лития проводилось в вакууме  $10^{-5}$  мм рт. ст. на предварительно нагретый до  $400^\circ\text{C}$  образец, который выдерживался при этой температуре в течение 3-4 минут. За это время литий диффундировал в германий на глубину 300-500 мк, образуя  $\text{p}^+$  слой. После диффузии образец вместе с графитовой подложкой помещался на массивный кусок для охлаждения. Чтобы получить в образце возможно большую концентрацию ионизованного лития, необходимо вести охлаждение с максимальной допустимой скоростью, избегая в то же время появления микротрещин. Избыток лития с поверхности германия смывался раствором метилового спирта в воде; аквадаг снимался травлением в плавиковой кислоте.

Контакты к  $\text{p}^+$  и  $\text{p}$  слоям получались электролитическим нанесением никеля. Затем контакты защищались виниловым клеем или полистиролом, растворенным в толуоле, и боковые поверхности диода травились в СР-4 при комнатной температуре в течение нескольких минут. Для травления использовался также тефлоновый держатель с прокладками из силиконовой резины (рис. 1); при этом защитные пленки не наносились.

Изготовленные таким способом диоды имели обратные токи насыщения при комнатной температуре 2-10 ма при смещении 100 в. Вольт-амперные характеристики

снимались с помощью характериографа, схема которого представлена на рис. 1.

Дрейф ионов лития проводился двумя методами: на воздухе и в хлороформе.

Для дрейфа на воздухе использовалось приспособление, показанное на рис. 3. Охлаждающая вода имела температуру 7-12°C. Для улучшения теплового контакта диода с медными дисками использовалась индиевая фольга. Максимальное обратное смещение при дрейфе ограничивалось генерационными токами диода, которые зависели от объема компенсированного слоя и условий теплоотвода. Для ограничения тока при дрейфе использовалась схема, состоящая из реле тока и реле времени (рис. 4). Схема позволяла ограничивать ток при любом заданном уровне и отключать детектор на время 0-300 сек. В течение двух часов напряжение на детекторе постепенно поднималось до 1000 в. Ток при этом составлял 10-15 ма. Ограничение по току устанавливалось = 30 ма для того, чтобы исключить случайное перегревание образца.

Ход дрейфа периодически контролировался измерением емкости перехода прибором ИИЕВ-1 с приставкой (рис. 17). Из полученного значения емкости диода находится глубина дрейфа из формулы:

$$W = \frac{\epsilon S}{4\pi C} = 1,4 \frac{S}{C}, \quad (1)$$

где  $\epsilon$  - диэлектрическая постоянная,  $W$  - глубина дрейфа в см,  $S$  - площадь детектора в см<sup>2</sup>,  $C$  - емкость детектора в пф.

Контроль глубины дрейфа велся также по электролитическому осаждению меди. Для этого на диод подавалось обратное смещение 10-20 в и на поверхность с переходом наносился раствор  $Cu(NO_3)_2$ . Медь осаждалась на p-слое, i-слой оставался чистым, а на n<sup>+</sup>-слое появлялась светлая полоска (см. рис. 5).

Величина i-слоя, полученного по осаждению меди, соответствовала величине, рассчитанной из измеренной емкости.

Глубина, на которую пришел дрейф, подчиняется соотношению

$$W = \left[ \frac{2De V t}{k T} \right]^{1/2}, \quad (2)$$

где  $D$  - коэффициент диффузии,  $e$  - заряд электрона,  $V$  - обратное напряжение на образце,  $k$  - постоянная Больцмана,  $T$  - температура диода,  $t$  - время дрейфа ионов лития.

Этому соотношению соответствует номограмма, представленная на рис. 8<sup>19/</sup>.

Типичные времена дрейфа на воздухе следующие:



- 1 мм за 24 часа,
- 2 мм за 95 часов,
- 3 мм за 210 часов,
- 4 мм за 340 часов,
- 5 мм за 500 часов.

Температура образца, вычисленная из соотношения (2), составляла 10–12<sup>0</sup>С.

После окончания дрейфа приборы травились в СР-4 и помещались в вакуумную камеру, охлаждаемую жидким азотом.

В отличие от дрейфа на воздухе, дрейф в кипящем хлороформе (температура кипения 61,3<sup>0</sup>С) идет значительно быстрее. Это обусловлено тем, что дрейф в жидкости допускает большую мощность рассеяния на образце, так как возрастает эффективность отвода образующегося тепла и облегчается стабилизация температуры.

Для дрейфа диод помещался в тефлоновую оправку с никелевыми электродами и погружался в колбу с хлороформом. Методика дрейфа в хлороформе аналогична /10/. Напряжение в начале дрейфа увеличивалось до 200 в постепенно в течение нескольких часов для того, чтобы избежать пробоя, пока слой, на котором падает все напряжение, очень тонкий. В период дрейфа напряжение падало и в конце дрейфа составляло около 30 в. Для ограничения тока использовалась та же схема, что и на воздушном дрейфе; ограничение по току устанавливалось в пределах 0,8 – 1 а. Рассеиваемая мощность при этом составляла в среднем около 50 вт.

Иногда во время дрейфа наблюдалось ухудшение вольт-амперной характеристики. Тогда образец вынимался, перетравливался и снова помещался в хлороформ. Если это не помогало, то проводились вторичное напыление и диффузия лития, после чего возобновлялся дрейф.

Температура диода во время дрейфа на 10–20<sup>0</sup>С превышала температуру кипящего хлороформа /11/. Следует отметить, что распределение температуры было неравномерным внутри образца, о чем можно судить по тому факту, что дрейф в середине образца шел на несколько большую глубину (порядка 0,5 мм), чем по краям. Для получения толщины 2 мм нам потребовалось 40 часов,

3 мм	-"-	-"-	70 часов,
5 мм	-"-	-"-	140 часов,
6 мм	-"-	-"-	200 часов.

Глубина дрейфа, определенная по осаждению меди, соответствовала скорости дрейфа, полученной из номограммы (рис. 6).

Если при дрейфе рост компенсированного слоя приостанавливался, что было связано с преципитацией лития, то прогревом образца в вакууме при  $400^{\circ}\text{C}$  в течение 3–5 минут удавалось иногда "встряхнуть" литий и добиться дальнейшего роста  $i$ -слоя.

По окончании дрейфа образец вынимался из хлороформа, травился и ставился на "выравнивание" (дрейф при пониженной температуре), которое велось у нас при  $-15^{\circ}\text{C}$  и смещении 200–300 в в течение 2–3 суток. Необходимость выравнивания связана с тем, что во время дрейфа при повышенной температуре ионы лития компенсируют не только акцепторы, но и пространственный заряд, созданный генерационными токами. Поэтому при понижении температуры детектора до рабочей распределение лития не будет создавать точной компенсации акцепторов<sup>/12/</sup>. Выравнивание при пониженной температуре позволяет добиться более точной компенсации. После этого прибор снова травился и помещался в вакуумную камеру для дальнейших испытаний.

При температуре жидкого азота снимались вольт-амперные и вольт-емкостные характеристики (рис. 7). Если значение обратных токов прибора находилось в пределах от  $10^{-9}$  а до нескольких сот вольт, то такие приборы, как правило, можно было использовать для спектроскопии.

В отдельных случаях удавалось получить удовлетворительные результаты при обратных токах  $10^{-8}$  а при 300 в.

Если токи были больше, то для уменьшения поверхностной утечки применялось повторное травление, а также обрезание боковой поверхности детектора. Если наличие больших токов было связано с неравномерным распределением лития, то применялось быстрое выравнивание: на детектор, находящийся в камере, подавалось смещение 1000 в при температуре около  $-15^{\circ}\text{C}$  в течение одного-двух часов так, чтобы токи не превышали 1–2 ма.

Детекторы хранились в вакууме при температуре жидкого азота. При таком способе хранения не наблюдалось заметного ухудшения характеристик приборов. Все остальные способы хранения менее надежны. В случае хранения детекторов непосредственно в жидком азоте или на воздухе при температуре  $-15^{\circ}\text{C}$  под небольшим смещением необходимо протравить боковую поверхность перед помещением детектора в рабочий кристат. Если детектор находился в течение нескольких часов при комнатной температуре, то вследствие большой подвижности ионов лития при этой температуре происходит некоторая раскомпенсация, однако,  $i$ -слой может быть восстановлен быстрым выравниванием.

Работающий детектор с наибольшим чувствительным объемом имел размеры 5 мм x 3 см<sup>2</sup>.

Получение детектора с чувствительным слоем около трех миллиметров по данной технологии не представляло особых трудностей. Однако изготовление работающих

детекторов с большими слоями осложнялось тем, что, хотя дрейф и шел на глубину 6 мм и больше, приборы, однако обладали большими обратными токами при малых смещениях при температуре жидкого азота. Этот эффект мы связываем с наличием дефектов и неоднородным распределением примесей в исходном германии.

### Испытания детекторов

Для предварительных испытаний германиевых детекторов использовалась камера, схематический разрез которой показан на рис. 8, а для измерений применялась камера, выполненная на основе заводского пятнадцатилитрового дьюара. Камера показана на рис. 9.

Германиевые детекторы крепились непосредственно к охлаждающей поверхности. Электрические контакты к электродам детектора изготовлены из индиевой фольги-прокладки. Сигнал, снимаемый с детектора, выводился из камеры через высокочастотный вакуумный разъем, изготовленный на основе стандартного разъема ВР-54ф. Камера с детектором откачивалась до  $10^{-1}$  мм рт. ст., клапан перекрывался и заливался жидкий азот. Дальнейшую откачку обеспечивал находящийся в камере активированный уголь, который при низкой температуре адсорбировал остатки газа. В результате давление в камере падало до  $4 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст. Камеры держали вакуум без дополнительной откачки в течение нескольких месяцев.

Измерения гамма-спектров производились на аппаратуре, изготовленной в отделе радиоэлектроники Лаборатории нейтронной физики. Использовался зарядово-чувствительный предусилитель и усилитель с коэффициентом усиления порядка 1000. Для получения максимального отношения сигнала к шуму выбиралась оптимальная полоса пропускания для каждого конкретного детектора подбором интегрирующих и дифференцирующих цепочек. Шум предусилителя при нулевой емкости на входе составлял  $\approx 5$  кэв.

Для выбора оптимального смещения снималась зависимость разрешения от приложенного смещения (рис. 10).

Гамма-спектры снимались в диапазоне энергий от 70 кэв до 4,5 Мэв. На рис. 11-15 в качестве примеров изображены спектры  $Co^{57}$ ,  $Gd^{149,151}$ ,  $Cs^{137}$ ,  $Co^{60}$ ,  $Na^{24}$ . Из приведенных спектров видно, что разрешение по энергии составляло

для 122 кэв	5,1 кэв	(4,2%),
631 кэв	9 кэв	(1,4%),
1170 кэв	9,6 кэв	(0,81%),
1333 кэв	9,6 кэв	(0,72%),
1732 кэв	15,0 кэв	(0,76%),
2754 кэв	17,7 кэв	(0,64%).



На рис. 13 сравниваются гамма-спектры, полученные с помощью германиевого детектора и кристалла  $\text{NaJ}(\text{Tl})$  размерами 10 см x 10 см. Разрешение германиевого гамма-спектрометра на порядок превосходит разрешение сцинтилляционного.

Линейность детекторов в указанном диапазоне энергий сохраняется в пределах ошибок измерений (рис. 16).

Эффективность детектора 3 см<sup>2</sup> x 5 мм при расстоянии 4 см от источника по данным <sup>137</sup> составляла для гамма-квантов с энергией 100 кэв -  $8,3 \cdot 10^{-3}$   
1000 кэв -  $1,4 \cdot 10^{-3}$ ,  
2500 кэв -  $9,2 \cdot 10^{-4}$ ,  
5000 кэв -  $8,6 \cdot 10^{-4}$ .

#### Л и т е р а т у р а

1. D.V.Freck, J.Wakefield. *Nature*, 193, 669 (1962).
2. P.P.Webb, R.L.Williams. *Nucl. Instr. and Methods*, 22, 361 (1963).
3. A.J.Tavendale, J.E.E.E. *Trans. Nucl. Science*, NS-11, 191 (1964).
4. G.T.Ewan, A.J.Tavendale. *Nucl. Instr. and Methods*, 25, 185 (1963);  
*Nucl. Instr. and Methods*, 26, 183 (1964).
5. О.А.Матвеев. *Атомная энергия* 16, № 362 (1964).
6. W.L.Hansen, B.V.Jarrett. *Nucl. Instr. and Methods*, 31, 301 (1964).
7. A.J.Tavendale, G.T.Ewan. *Can. J. Phys.*, 42, 2286 (1964).
8. E.Sakai, Proc. J.A.E.A. Conf. Nucl. Electr., Paris, 1964, p.205.
9. L.Stab, R.Henck, P.Stiffert, A.Coche. *Nucl. Instr. and Methods*, 35, 113 (1965).
10. A.J.Tavendale, J.L.Fowler. *Chalk River Report*, GPI-57.
11. A.J.Tavendale. J.E.E.E. *Trans. Nucl. Science*, NS-12, 255 (1964).
12. J.W.Mayer. *J. of Appl. Phys.*, 33, 2894 (1962).
13. H.P.Hotz, J.M.Mathiesen, J.P.Hurley. *Nucl. Instr. and Methods*, 37, 93 (1965).

Рукопись поступила в издательский отдел  
12 февраля 1966 г.



Рис. 1. Тефлоновый держатель для травления.

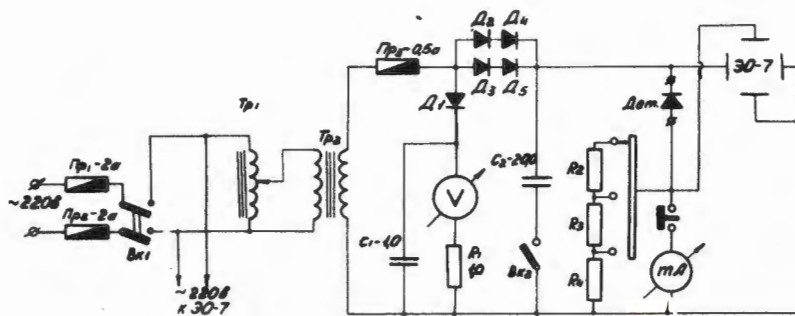


Рис. 2. Схема характериографа.

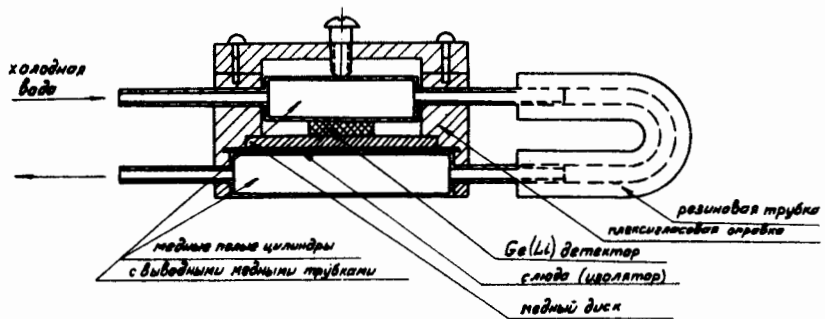


Рис. 3. Приспособление для дрейфа на воздухе.

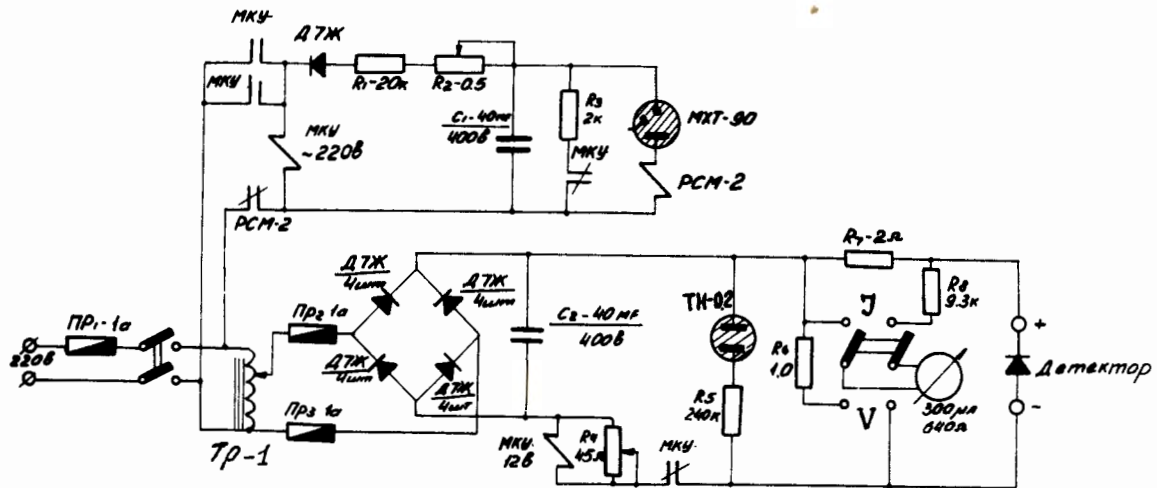


Рис. 4. Аппаратура для дрейфа.

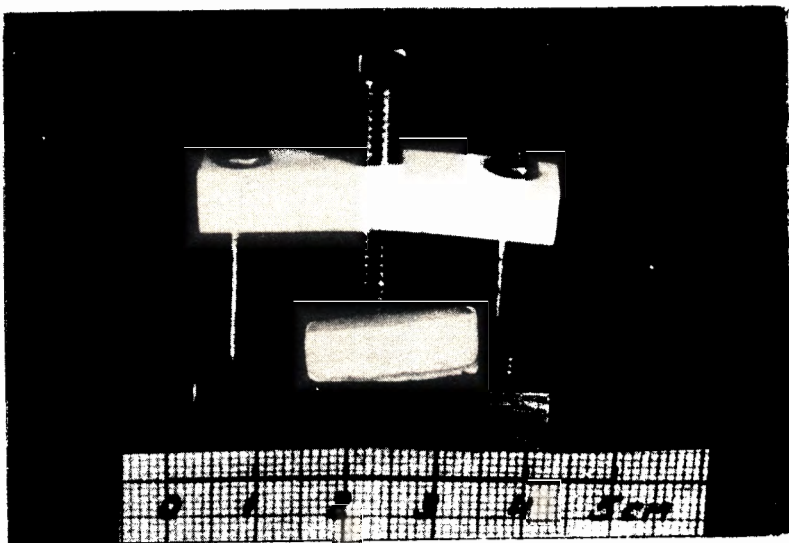


Рис. 5. Вид р - і - п перехода после осаждения меди.



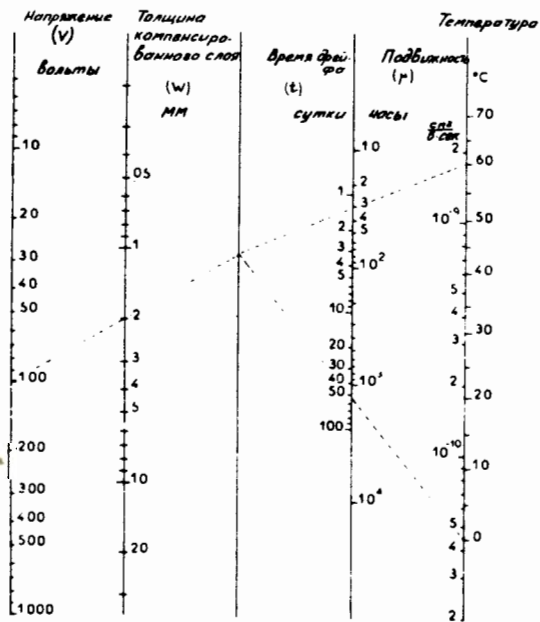


Рис. 6. Номограмма для определения толщины компенсирующего слоя.

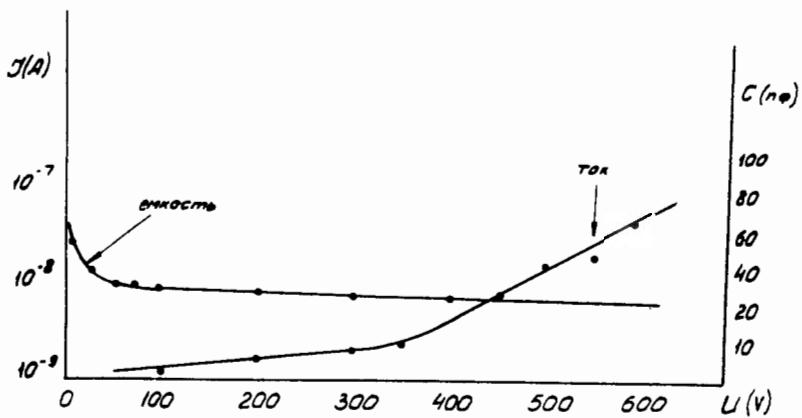


Рис. 7. Вольт-емкостная и вольт-амперная характеристика детектора.

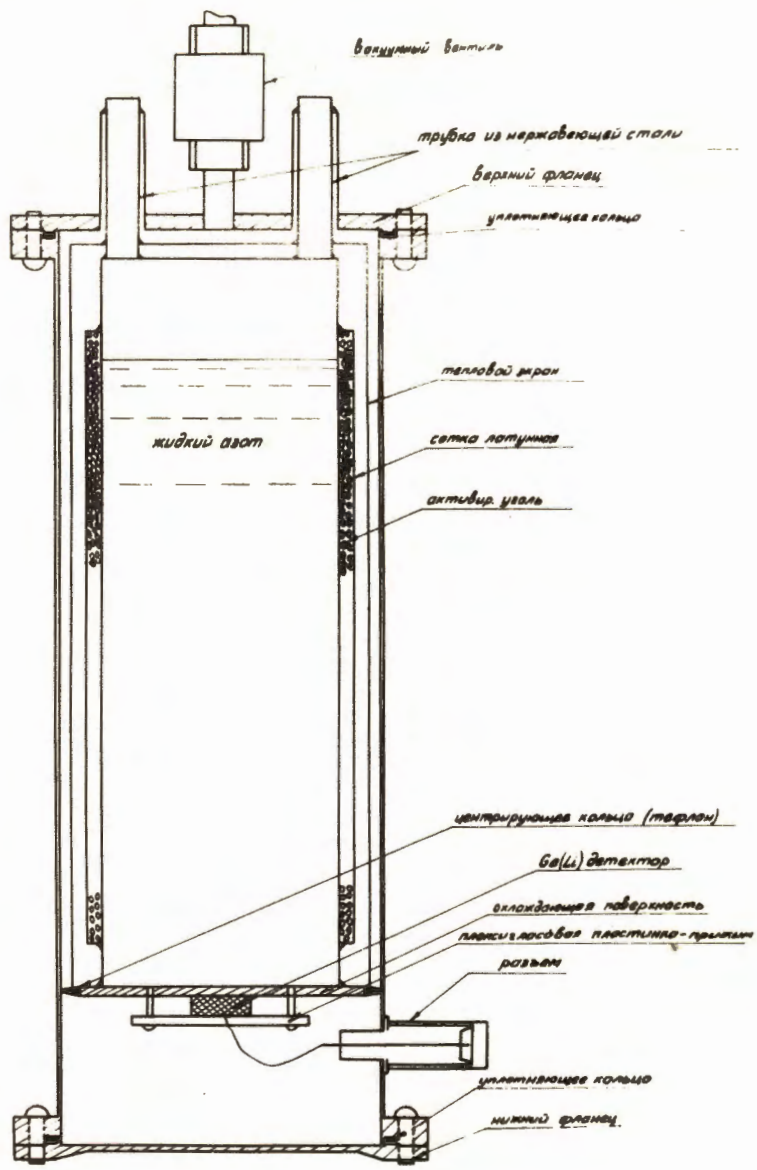


Рис. 8. Криостат для детекторов.

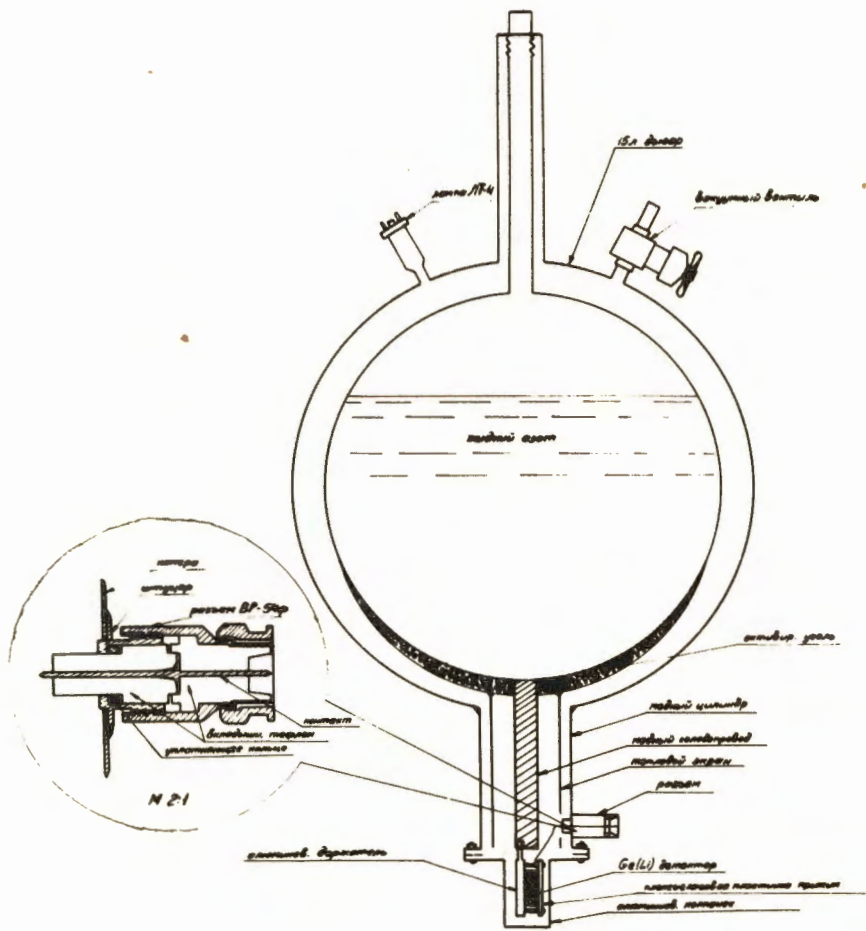


Рис. 9. Криостат для детекторов.

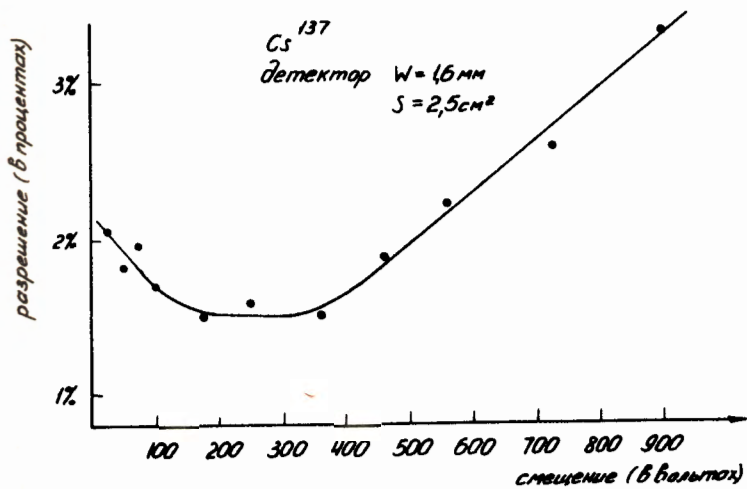


Рис. 10. Зависимость разрешающей способности детектора от смещения.

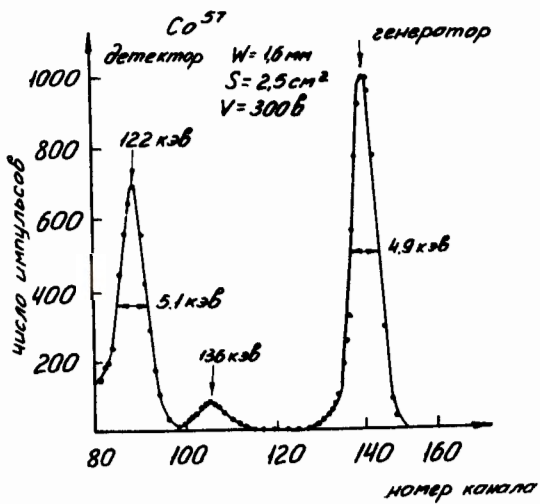


Рис. 11.

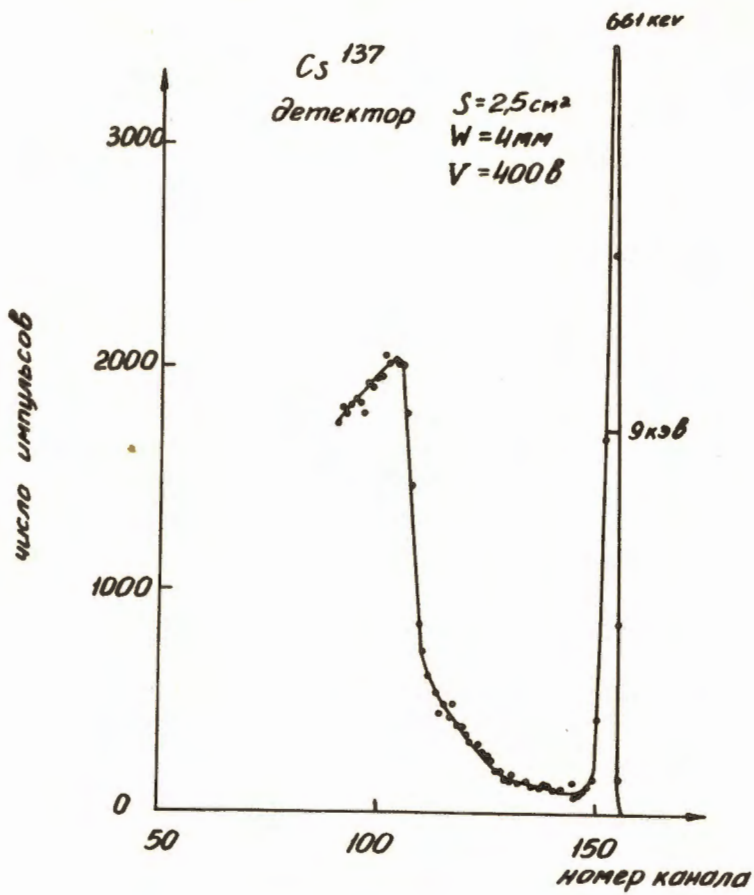


Рис. 12.



Co 60 Германиевый  
 детектор W=3мм  
 S=35см<sup>2</sup>  
 V=400В

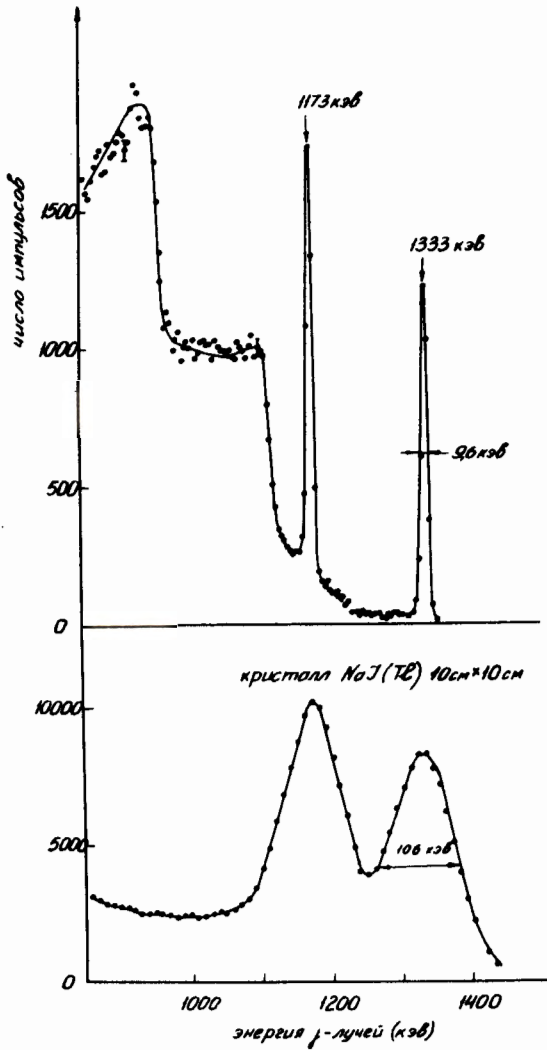


Рис. 13

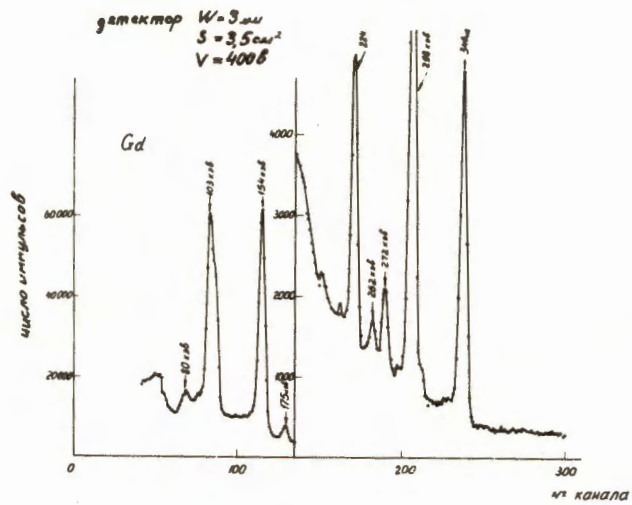


Рис. 14.

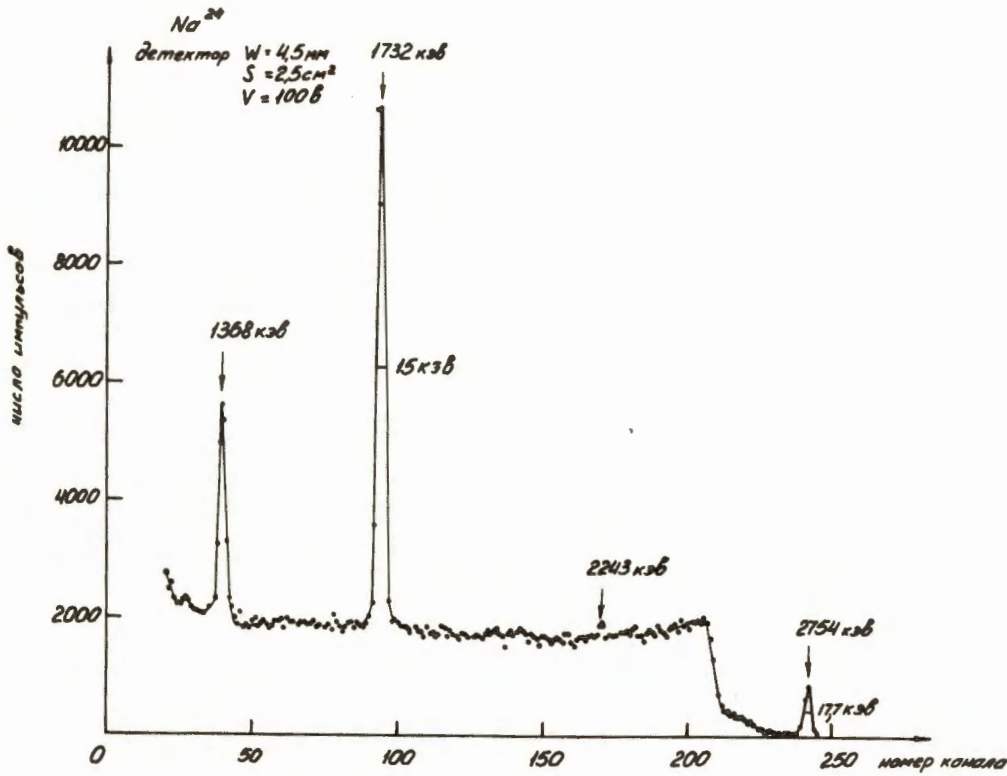


Рис. 15.

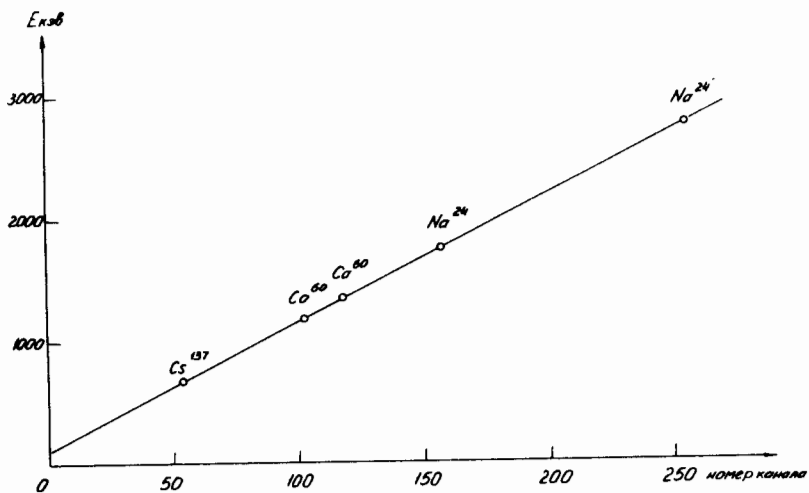


Рис. 16. Энергетическая зависимость амплитуды импульсов спектрометра.

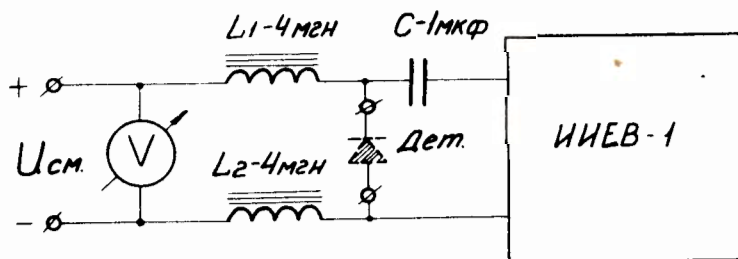


Рис. 17. Схема для измерения емкости.