6759

СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
Дубна

ЭКЗ. ЧИТ. ЗАЛА

Р13 - 6759

Ц.Вылов, И.Н.Егошин, М.Г.Маринов, Т.М.Муминов,
Б.П.Осипенко, В.Г.Сандуковский, Д.Срнка,
Я.Юрковски

ИЗГОТОВЛЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЯ Ge(Li) -ДЕТЕКТОРОВ

ЛАБОРАТОРИЯ ЯДЕРНЫХ ПРОБЛЕМ

1972

P13 - 6759

Ц.Вылов, И.Н.Егошин, М.Г.Маринов, Т.М.Муминов,
Б.П.Осипенко, В.Г.Сандуковский, Д.Срнка,
Я.Юрковски

ИЗГОТОВЛЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЯ Ge(Li) -ДЕТЕКТОРОВ

ОИЯИ
БИБЛИОТЕКА

Современный уровень техники позволяет изготовить *Ge(Li)* - детекторы с параметрами, близкими к предельно достижимым. Наиболее важными из них являются:

- энергетическое разрешение;
- эффективность;
- временное разрешение;
- отношение фотопика к комптону;
- толщина мертвого слоя.

Энергетическое разрешение, являясь одним из важнейших параметров детектора, в основном зависит от качества исходного материала, технологии изготовления, конструкции счетчика и регистрирующей электроники. Так как в выборе исходного материала имеются очень ограниченные возможности, то основные усилия были направлены на разработку технологии изготовления. В работе коротко описаны технологические приемы и частично оборудование, используемое при изготовлеиии *Ge(Li)* -детекторов и измерении их характеристик.

1. Отбор материала и подготовка к диффузии

Для изготовления детекторов использовался германий марки ГДД 10-40 и зарубежной фирмы " *Hoboken* ". Отбор производился по сертификатам, имеющимся на каждый слиток. Форма и размер детектора выбирались в зависимости от назначения, при этом отношение длины к диаметру кристалла стремились приблизить к единице, а отношение внешнего диаметра к диаметру нерабочей области сделать максимальным. Резка производилась на специальном станке стальными полотнами. Вырезка круглых заготовок и сверление отверстий проводились стальными цилиндрическими сверлами на станке типа сверлильного /1/. Шлифовка выполнялась вручную

последовательно порошками М20, М14, М7. После обезжиривания в растворителях с помощью ультразвука и промывания в дистиллированной воде кристаллы травились в смеси азотной и плавиковой кислот /3:1/. Части поверхности, где не должна иметь место диффузия *Li*, защищалась аквадагом.

2. *Диффузия лития*

Для создания *p–n* перехода в германии *p*-типа проводилась диффузия лития при температуре, близкой к 400 °С. В зависимости от размеров и формы кристаллов она осуществлялась тремя способами: напылением в вакууме металлического лития на прогретый кристалл, с помощью литиевой эмульсии в атмосфере аргона, из расплава солей *KCl+LiCl* /55+45%/ [2]. Последний случай потребовал сконструировать установку, показанную на рис. 1. Верхняя часть показанной на рисунке печи служит зоной прогрева кристалла. После того как соли в тигле расплавятся, в зону прогрева вводят корзинку с кристаллом и выдерживают 10-15 минут. Затем кристалл погружается в расплав солей и устанавливается нужный ток через образец. Диффузия проводится в течение 10 мин при плотности тока 20 ма/см^2 /это соответствует глубине диффузии ~1 мм/.

После диффузии кристалл поднимается в зону прогрева, выдерживается в ней несколько минут, чтобы дать возможность остаткам расплава стечь, и охлаждается со скоростью не больше 20 град/сек. При достижении температуры ~150 °С образец вынимается из печи. Остатки солей на его поверхности растворяются водой; места, где не должно быть диффузионного слоя, сошлифовываются, и методом осаждения меди проявляется глубина *p–n* перехода. Протравленный образец устанавливается в автоклав для дрейфа.

3. *Дрейф лития*

В целях формирования нужной чувствительной области детектора используется дрейф ионов лития в сильном электрическом поле *p–n* перехода для компенсации объемного заряда акцепторов. Время дрейфа на требуемую глубину зависит от подвижности ионов лития при данной температуре и величины приложенного к *p–n*– переходу напряжения.

Для автоматического поддержания заданных режимов дрейфа была разработана специальная установка. Она состоит из автоклавов с системой охлаждения, системы стабилизации тока через образец, системы аварийной сигнализации и устройства для автоматического подключения образцов к аккумуляторной батарее в случае снятия сетевого напряжения.

Автоклав /рис. 2/ выполнен в виде латунного никелированного стакана с герметической крышкой, охлаждаемой водопроводной водой. Клапан на крышке рассчитан на давление 1,5 атм. При необходимости обеспечивается теплосъем с образца до 500 вт.

С помощью описанной установки часто удается проводить дрейф в материале с плохой подвижностью ионов лития.

Система стабилизации и сигнализации описана в работе /3/. В качестве стабилизирующей температуру жидкости используется фреон 113 / $T_{кип}$=46 °С/ или пентан / $T_{кип}$=36 °С/. Как правило, для дрейфа на глубину до 20 мм проводится одна диффузия. Перед установкой образца на выравнивание, в случае, когда глубина дрейфа 10 мм и более, проводится повторная диффузия и дрейф в течение нескольких часов.

Ориентировочное время определяется по номограммам, а глубина чувствительного слоя - по емкости детектора, измерение которой проводится в процессе дрейфа.

Точная глубина продрейфованного слоя определяется осаждением меди. После достижения требуемой глубины образец медленно охлаждается до температуры водопроводной воды /путем увеличения протока воды в системе охлаждения/ и выдерживается в таких условиях в течение суток, после чего переносится в установку для выравнивающего дрейфа.

4. Выравнивающий дрейф

Так как в процессе дрейфа ионов лития компенсируются не только равномерно распределенные в объеме акцепторы, но и заряд, обусловленный градиентом подвижных носителей, распределение ионов лития в компенсированной области будет повторять распределение заряда. Уменьшение градиента подвижных носителей достигается снижением тока через образец /обычно путем снижения температу-

ры/. Чтобы сильно не уменьшать скорость ионов лития и сохранить разумное время "холодного дрейфа", увеличивали напряженность поля на $p-i-n$ переходе.

Для проведения выравнивающего дрейфа была разработана установка, состоящая из холодильного агрегата, охлаждающего теплоизолированную ванну с жидкостью, замерзающей при низкой температуре /этиловый спирт/, и источников питания. В крышке ванны имеются гнезда для автоклавов. Регулировка температуры возможна от комнатной до -20° С. Критерием полного выравнивания служит вольтамперная и вольтфарадная характеристики. Процесс выравнивающего дрейфа завершен, если характеристики выходят на насыщение при напряжении 100-200 в.

5. *Подготовка криостатов*

Для нормальной работы детектора необходимо иметь температуру, близкую к температуре жидкого азота, и особую чистоту поверхности детектора. Поэтому криостат должен обеспечивать высокий вакуум /лучше 10^{-6} тор/ без следов паров масла и других загрязнений.

Обычно параллельно с изготовлением кристалла ведется подготовка криостата. Криостат после тщательной отмывки в органических растворителях в разобранном виде помещается в специальную вакуумную печь и отжигается в течение нескольких часов при T = =500 °С. После проверки на натекание криостат с установленным в него сетчатым патроном с заранее отожженным цеолитом вновь откачивается с прогревом патрона до 400° С. После окончательного обезгаживания цеолита криостат помещается в жидкий азот и выдерживается несколько дней. Вакуум уже через несколько часов устанавливается на уровне 10^{-7} тор. Обычно после нескольких циклов обезгаживания и охлаждения давление в криостате до охлаждения и после него остается практически одинаковым /измерения проводятся при комнатной температуре/.

Одновременно с тренировкой криостата идет изготовление, проверка и обезгаживание рабочей крышки криостата и оправки, в которой устанавливается детектор.

После окончания тренировки криостата закрывается отсечка [4], монтируется электроника /случай, когда детектор монтируется вместе с первым каскадом предусилителя/, производится проверка разъемов на утечки и проверка первого каскада предусилителя.

6. Монтаж детектора в криостат

После выравнивания детектор нагревается до комнатной температуры, травится и упаковывается в подготовленный криостат. В зависимости от формы кристалла приемы травления могут быть разными. Коаксиальные детекторы травятся с помощью полиэтиленовой пипетки. Полирующий травитель *(3:1, HNO_3 :HF)* пипеткой наносится на $p-i-n$ переход, через 1-2 мин часть травителя удаляется другой пипеткой и наносится свежий. Травление прерывается интенсивной струей деионизированной воды. Для сушки и стабилизации $p-i-n$-перехода кристалл обрабатывается струей особо чистого ацетона. Затем на p-область, в том месте, где прижимается вывод, наносится точка индий-галиевой эвтектики, детектор закрепляется в оправку и устаналивается в криостат. После откачки до вакуума не хуже 10^{-5} тор /в течение 10-15 мин/ в криостате открывается отсечка и он помещается в азотный дьюар. Откачку целесообразно вести на безмаслянной вакуумной откачной установке /состоящей из сорбционных и титанового насосов/.

Измерение характеристик детектора начинается через 3-5 часов после охлаждения.

7. Измерение характеристик

<u>Вольтамперные характеристики</u> измеряются на всех детекторах. Так как промышленность не выпускает приборов, пригодных для измерения малых токов при потенциале прибора относительно земли больше 2 кв, то был изготовлен простой измеритель тока на полевых транзисторах - рис. 3. Корпус прибора двухслойный: внешний слой изготовлен из мягкого железа и соединен с землей источника питания и детектора, внутренний - из фторопласта. Ручки управления выведены через надежные изоляторы. Диапазоны измерения - 10^{-6} - 10^{-12}а. Если величина тока детектора не превышает 10^{-9} а при напряженности поля ~150 в/мм, то измеряются следующие характеристики.

Вольтфарадные характеристики измеряются с помощью ИИЕВ-1 через приставку, которая позволяет разделить постоянную и переменную составляющие цепей источника питания и прибора, а также скомпенсировать емкость источника питания. Емкость измеряется только на детекторах без охлаждаемого первого каскада предусилителя. Как правило, в процессе упаковки в криостат детектор практически не изменяет своей емкости. Для иллюстрации на рис.4 показаны вольтамперные и вольтфарадные характеристики коаксиального детектора с чувствительным объемом 44 см^3 и глубиной дрейфа 17 мм. Если вольтфарадная характеристики близка к расчетной, то измеряются разрешение и эффективность детекторов.

Энергетическое разрешение - основной параметр, характеризующий качество детектора. Поскольку такие величины как емкость и обратные токи детектора, влияющие на разрешение, резко отличаются для разных детекторов, то требуется оптимальная схема подключения системы детектор-предусилитель /1,5,6/. Выбор полевых транзисторов для предусилителя имеет существенное значение для получения хорошей разрешающей способности. Зависимость разрешения ΔE от энергии E_γ для нескольких $Ge(Li)$ -детекторов приведена на рис. 5. Прямая линия дает представление о теоретически возможном разрешении детектора при факторе Фано F=0,13 и нулевом вкладе шумов аппаратуры. Рис. 6а показывает, как зависит энергетическое разрешение от объема детектора.

Эффективность детекторов измерялась с помощью калиброванного источника / $^{60}Co - E_\gamma$ = 1332 кэв/, находящегося на расстоянии 25 см от детектора. Измерения проводились для абсолютной эффективности e_a

$$e_a = \frac{N_t}{N_\gamma}, \qquad /1/$$

где N_t - общий счет в фотопике за время t, N_γ - число гамма-квантов в 4π геометрии за время t.

Для сравнения с другими детекторами считалась относительная фотоэффективность e_r

$$e_r = \frac{e_a}{e_{NaJ}}. \qquad /2/$$

Абсолютную эффективность кристалла $NaJ(Tl) - e_{NaJ}$ можно рассчитать с помощью кривых [7], либо измерить /что очень трудно из-за плохого разрешения и возможной неточности установки кристалла в контейнере/. Рис. 6б дает наглядное представление о зависимости эффективности детекторов от его рабочего объема.

Заключение

Описанные технологические приемы и оборудование, используемое при изготовлении $Ge(Li)$ -детекторов, позволяют получить качественные детекторы малого объема для низкоэнергетической области гамма-спектра из германия марки ГДД 10-40 [5] и детекторы больших объемов из германия фирмы "*Hoboken*". Для иллюстрации на рис. 7 и 8 приведены спектры ^{60}Co, снятые с помощью детекторов 40 и 70 см^3.

Увеличение мощности, выделяемой на образце, дает возможность успешно проводить дрейф ионов лития в германии, где при прикладываемой мощности до 100 вт дрейф не идет.

Использование криостатов с отсечкой позволило значительно сократить время откачки криостата с детектором и получить рабочий вакуум в криостате лучше 10^{-6} тор.

Сконструированная установка для выравнивающего дрейфа позволяет проводить более тщательно эту операцию.

Пикоамперметр, выполненный по описанной схеме, дает возможность надежно измерять ток детектора при напряжениях смещения, значительно превышающих 2 кв.

Монтирование первого каскада предусилителя в криостат вместе с детектором позволяет улучшить энергетическое разрешение /для детекторов до 40 см^3 / примерно на 30%.

Авторы благодарят Н.Н. Калинину, С.И. Минькова, В.М. Голикова, принимавших участие в некоторых технологических операциях и изготовлении криостатов и технологических установок.

Литература

1. *Ц.Вылов, В.В.Кузнецов, Б.П.Осипенко, Д.Срнка, Я.Юрковски. ОИЯИ, 13-6389, Дубна, 1972.*
2. *D.Srnka. Preprint UJV 1873 (1967).*
3. *И.Н.Егошин, М.Г.Маринов, Б.П.Осипенко. ОИЯИ, 6-6063, Дубна, 1971.*
4. *Э.В.Васильева, Б.И.Воронов, А.М.Говоров. ОИЯИ, Р13-6103, Дубна, 1971.*
5. *Ц.Вылов и др. ОИЯИ, 13-6440, Дубна, 1972.*
6. *Б.Амов, Ц.Вылов и др. ОИЯИ, Д6-5783, Дубна, 1971.*
7. *R.I.Heath. "Scintillation Spectrometry, Gamma-Ray Spectrum Catalogue", 2-nd addition, vol.I, IDO-16380-1 (1964).*

Рукопись поступила в издательский отдел
19 октября 1972 года.

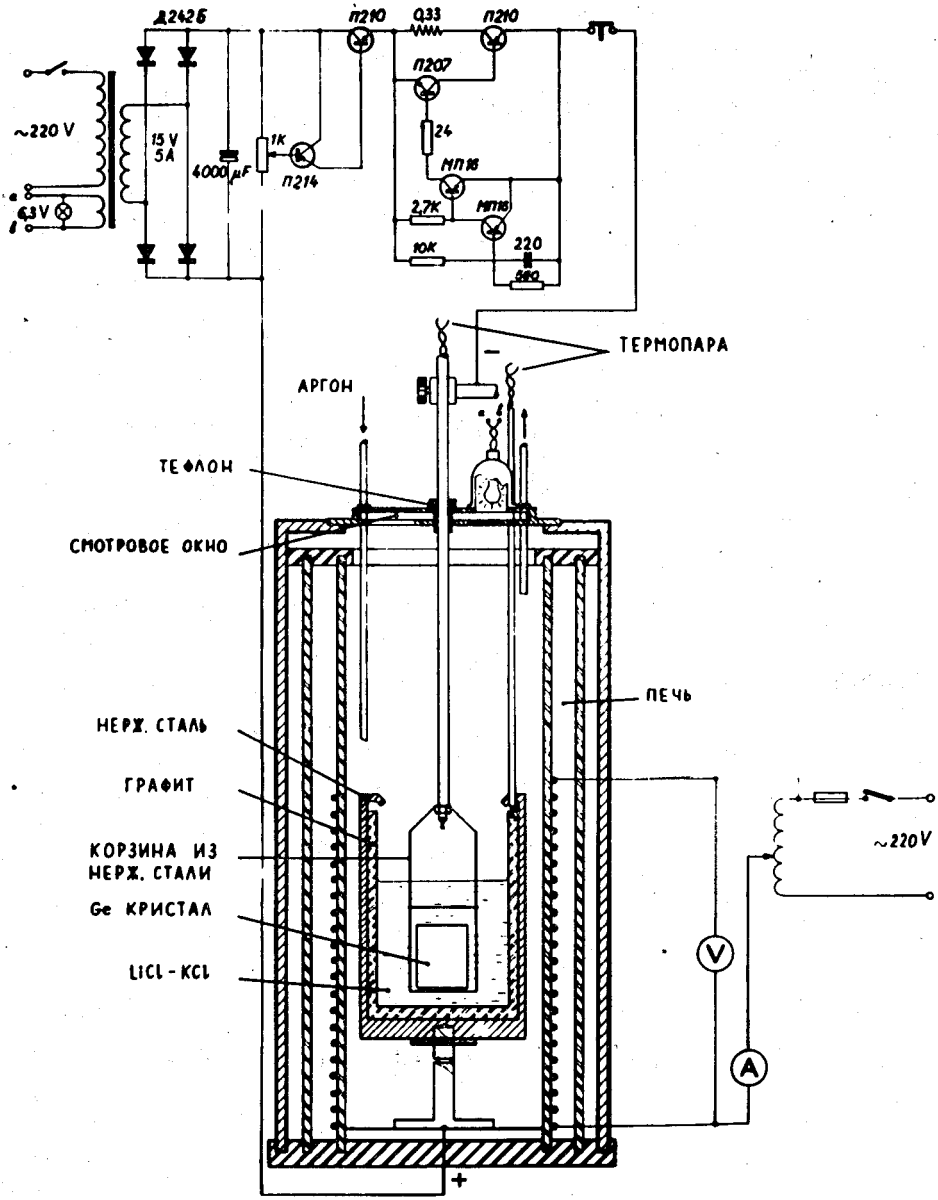


Рис. 1. Принципиальная схема установки для диффузии лития из расплава $KCl + LiCl$.

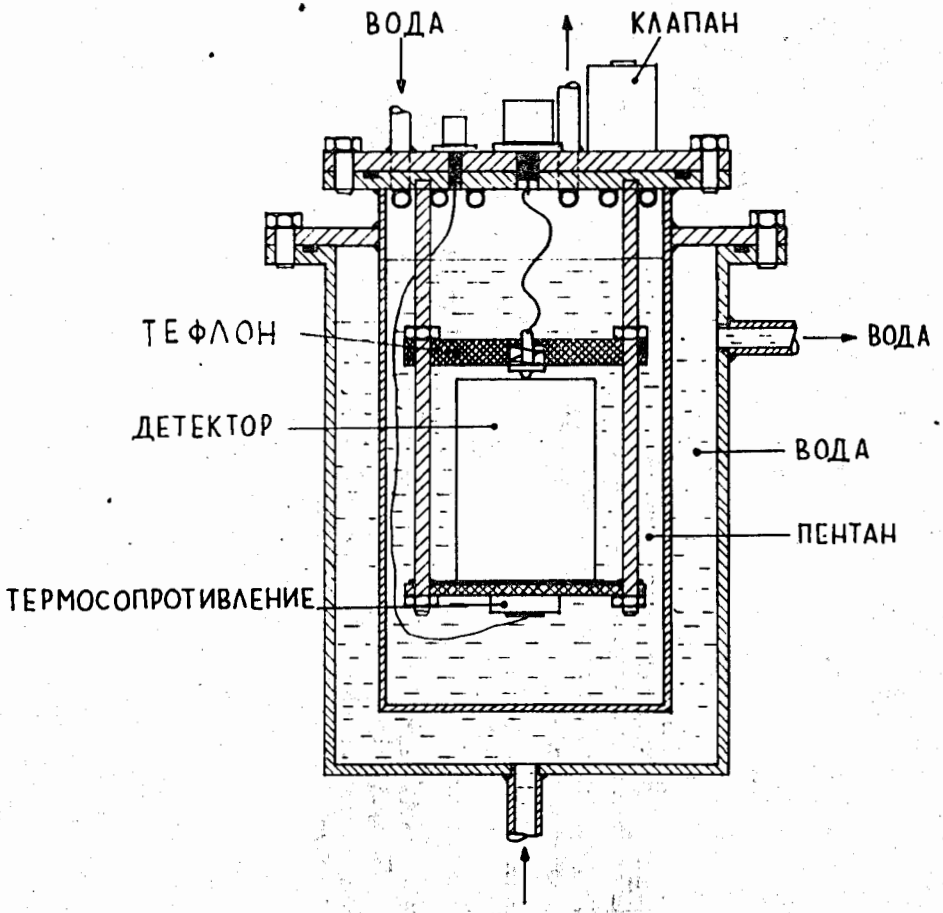


Рис. 2. Автоклав для дрейфа лития в германии.

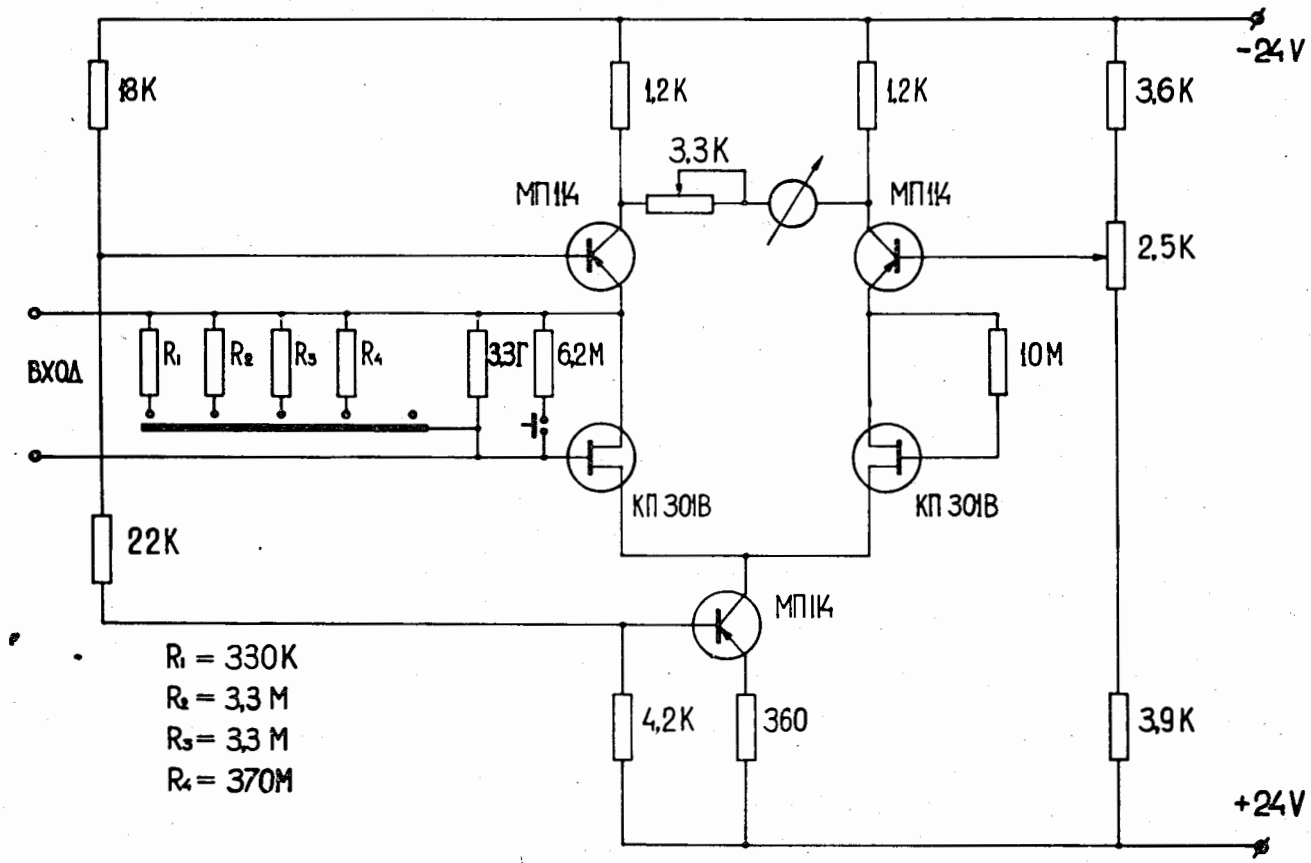


Рис. 3. Схема измерителя малых токов /10^{-6}- 10^{-12}а/.

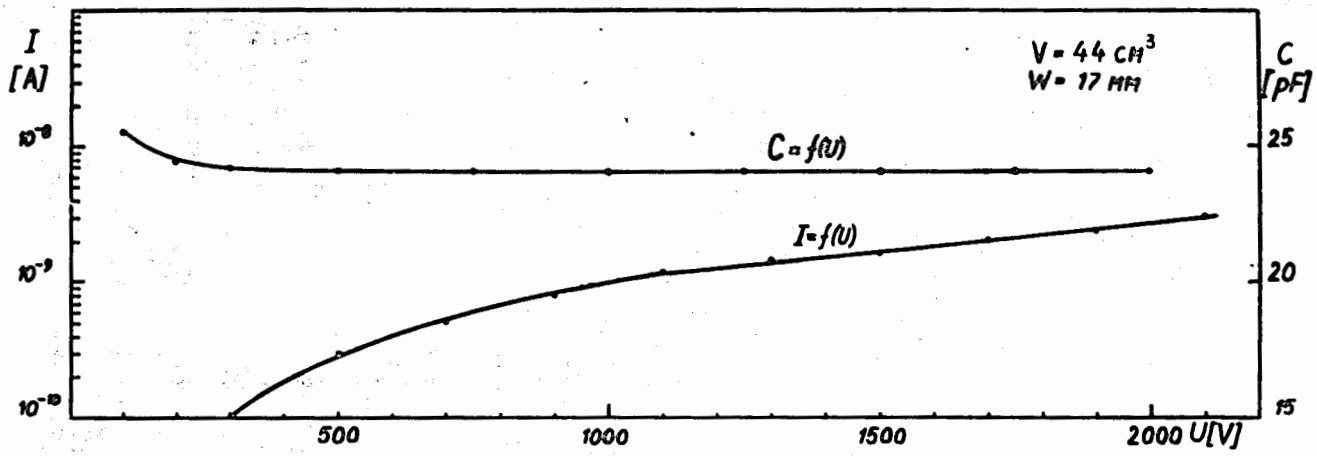


Рис. 4. Вольтамперная и вольтфарадная характеристики *Ge(Li)* - детектора.

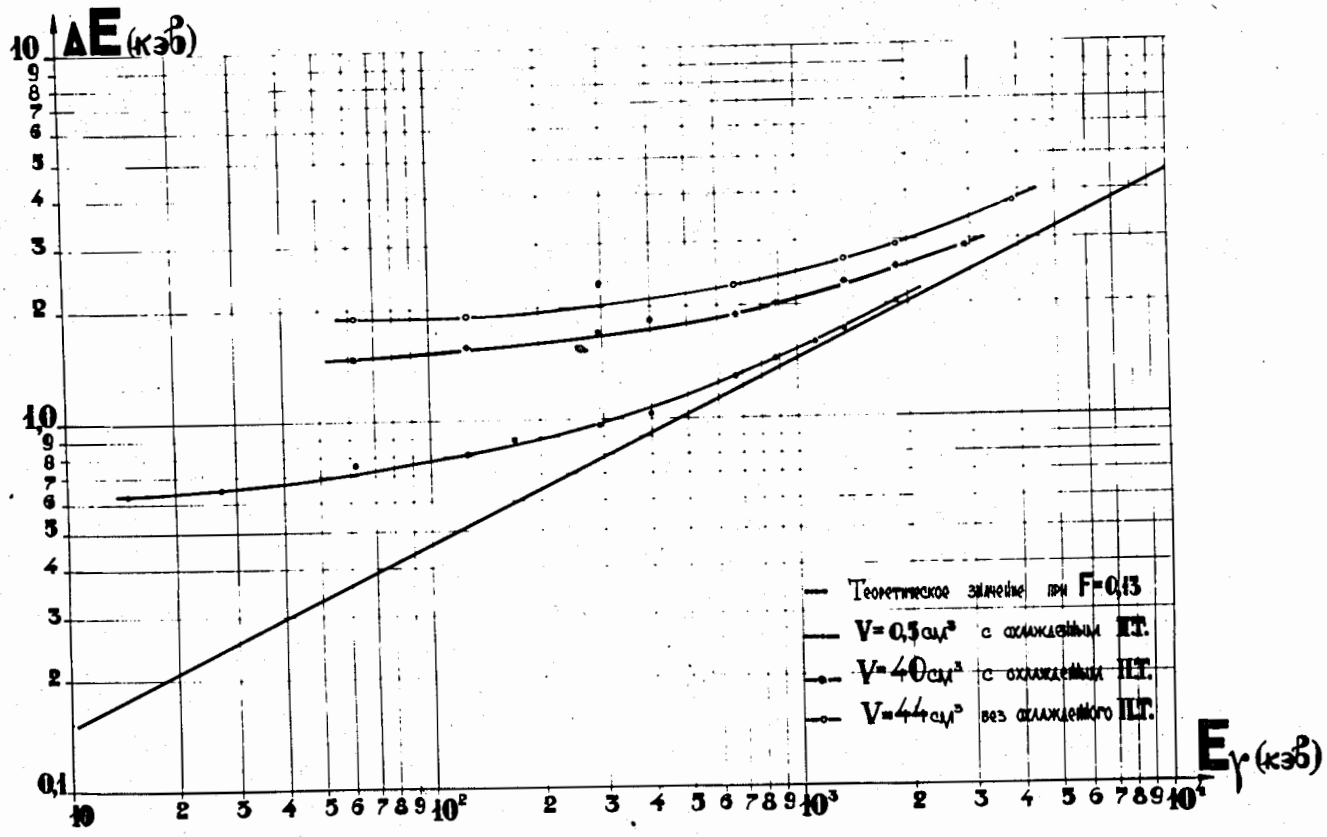
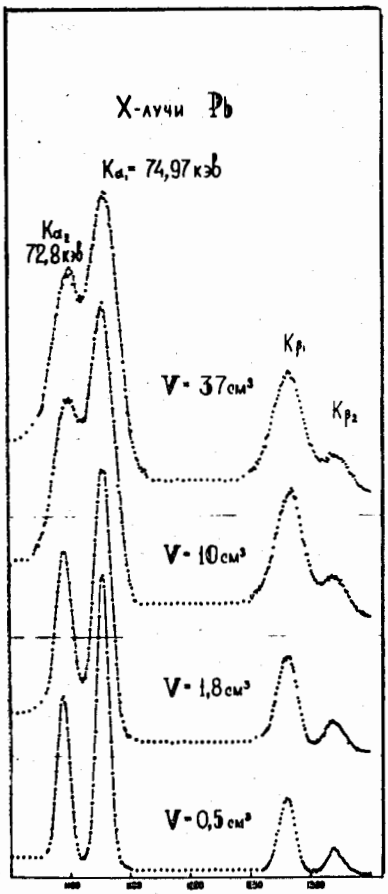
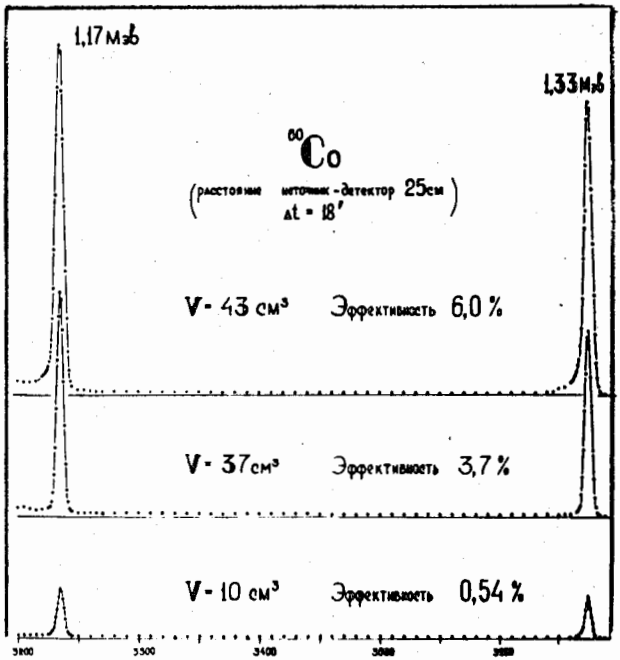


Рис. 5. Зависимости разрешения разных объемов от энергии гамма-квантов.



а/



б/

Рис. 6. Изменение а/разрешения и б/эффективности от объема детекторов.

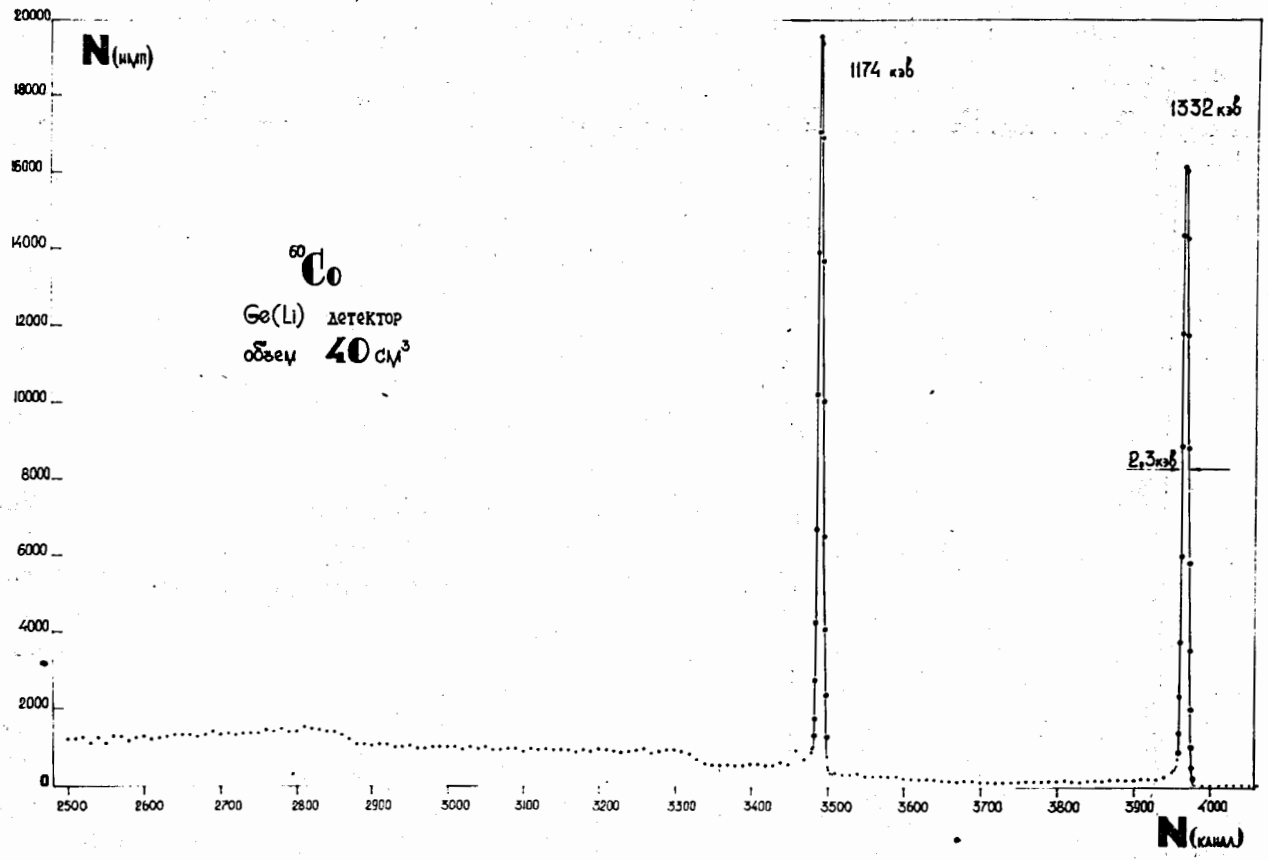


Рис. 7. Спектр ^{60}Co ,полученный с помощью $Ge(Li)$ -детектора объемом 40 см^3 .

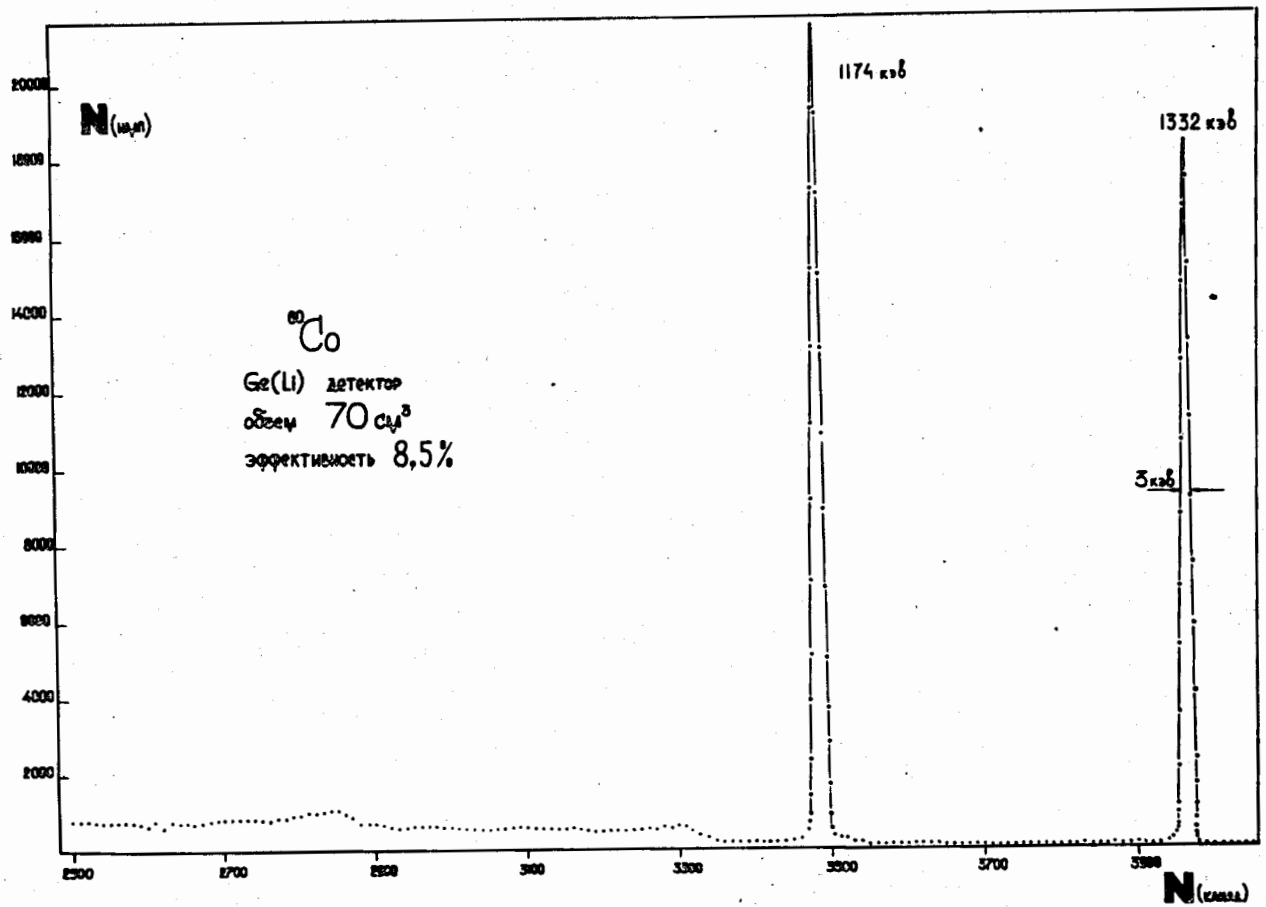


Рис. 8. Спектр ^{60}Co, полученный с помощью $Ge(Li)$ -детектора объемом 70 см^3.