

THE INSTITUTE OF ELECTRICAL AND ELECTRONICS ENGINEERS INCORPORATED

SECCION ARGENTINA

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº	AÑO
1	1971

09.71.07

TRABAJOS TECNICOS PRESENTADOS EN LA
XXIII SEMANA DE LA INGENIERIA ELECTRICA
Y ELECTRONICA

13 al 17 de setiembre de 1971

Editado por: IEEE Sección Argentina

Alberto L. Kasulin
Div. Espectroscopía Nuclear
Comisión Nacional de Energía Atómica

SUMARIO

Se describe un proceso de preparación de detectores planares y coaxiales de Ge compensado por corrimiento iónico de Li. Se dan resultados de las técnicas ensayadas y de los detectores obtenidos. En detectores planares se alcanzaron volúmenes entre 1 y 4 cm³. y en coaxiales de 1.8 cm³. Las resoluciones del sistema total para espectroscopía γ estuvieron entre 4 y 5 keV (a 1,333 MeV).

Introducción

La detección de rayos γ mediante cristales semiconductores se desarrolló a partir de la obtención de detectores de Ge. Estos detectores, de alta resolución y baja eficiencia inicialmente, mejoraron notablemente ambas características al perfeccionarse las técnicas del proceso de preparación y del crecimiento de los cristales. La eficiencia está determinada por las características de la interacción de los fotones γ con Ge— decaimiento exponencial con el espesor — y del ángulo sólido abarcado por el cristal; es decir es función del volumen sensible.

El detector consiste en una estructura donar—intrínseco—aceptor polarizada en inversa y enfriada a 77°K. La zona sensible a la radiación es la zona intrínseca en la que la polarización crea un campo eléctrico que colecta los pares electrón-agujero generados por los fotones γ . La cantidad de pares electrón-agujero es proporcional a la energía del fotón incidente y se colecta en forma de un pulso de cargas en los bornes del detector. A 77°K la generación térmica de pares disminuye de modo tal que sus fluctuaciones son despreciables respecto de los pulsos de carga, permitiendo al detector una alta resolución.

Para generar una estructura donar—intrínseco—aceptor se utiliza la técnica de corrimiento iónico. En un cristal aceptor de alta resistividad se difunde litio (donor) a una concentración de 10^{17} átomos/cm³ y una profundidad de juntura de 0,5 mm. Polarizando en inversa el diodo así formado y llevándolo a una temperatura en que los iones donores de litio tengan movilidad suficiente (30 a 60°C; 1 a $40 \cdot 10^{-10}$ cm²/v.seg) estos se desplazan en el campo eléctrico de la juntura, compensando las impurezas aceptoras y generando una zona intrínseca. Una vez generada esta estructura se instala el cristal en un crióstato llevándolo a 77°K. La evaluación de las características del detector se hace en una línea de electrónica nuclear: preamplificador, amplificador-conformador y multicanal.

Para asegurar un proceso de preparación confiable y repetible se puso énfasis en la verificación de los procesos parciales.

Selección del Cristal

En la selección del cristal se tomaron cristales con concentración de impurezas aceptoras activas de 1 a $2 \cdot 10^{14}$ /cm³, tiempo de vida superior a los 400 microsegundos, movilidad de litio a 36°C de 2 a $4 \cdot 10^{-10}$ cm²/volt. segundo y concentración de figuras de corrosión inferior a 3000/cm².

Se controló la resistividad y la distribución de figuras de corrosión, registrándose fotográficamente esta última.

No se encontró correlación entre la calidad del cristal y el detector obtenido en los cristales así seleccionados.

Difusión

En los detectores planares la difusión se hizo en un horno con tubo de cuarzo bajo atmósfera de argón. Se depositó litio en forma de dispersión en aceite, pintando con ésta las áreas a difundir y protegiendo las restantes con grafito coloidal (aquadag). Se evaporó el aceite protector bajo barrido de argón y se llevó a temperatura de difusión.

Para los detectores coaxiales grandes se aplicó litio por evaporación en vacío ($p \leq 10^{-5}$ torr) rodeando al cristal con un filamento de tungsteno con arrollamientos de litio metálico, (figura 2). Calentando a temperatura de difusión el cristal desde un calefactor-base sobre el cual se apoya, se evaporó sobre él litio desde el filamento, efectuándose la difusión simultáneamente.

En ambos casos la temperatura de difusión fue de 410- 420°C y el tiempo entre 15 y 20 minutos.

La difusión se controló por medición de la resistividad de la capa difundida, por anodizado de ésta y por cobreado de la juntura p-n.

Las resistividades obtenidas fueron de $0,04 \Omega$ a $0,1 \Omega$ con profundidades de juntura entre 0,4 y 0,8 mm. valores satisfactorios tanto para proveer litio para la compensación posterior como para obtener un contacto n^+ no inyectante.

Una vez obtenida una difusión satisfactoria se procedió al corrimiento iónico para generar la zona intrínseca.

Corrimiento iónico

La difusión de litio donador en el cristal aceptor crea una distribución de concentración de impurezas como la de la figura 1 a). Aplicando un campo eléctrico los iones de litio se desplazan adoptando una distribución como la de la figura 1b). En el rango de temperaturas considerado (30 a 60°C) las corrientes de generación en la zona intrínseca son del orden de varios miliamperes por centímetro cúbico y los campos necesarios para producir la compensación de un volumen sensible adecuado (10 a 100 cm³.) en tiempos razonables (1 a 2 meses) son de algunos cientos de voltios por centímetro. Esto lleva a limitar la velocidad de avance de la zona compensada por la capacidad de extracción de calor del equipo de compensación.

Para detectores planares se utilizó la transmisión por contacto a una masa de cobre. Esta fue refrigerada por un circuito cerrado de freón del tipo convencional controlado por la corriente del diodo en compensación. La transmisión térmica se optimizó mediante una lámina delgada de indio colocada entre el cristal y el cobre. El corrimiento iónico se efectuó en atmósfera seca apoyando la cara difundida con Li sobre la barra de cobre. Se aplicó la tensión de corrimiento con una fuente controlada por amplificador magnético, regulada por potencia a partir de un límite prefijable de corriente máxima. La operación del refrigerador fue controlada por el mismo límite de corriente de modo de mantener al cristal permanentemente en el entorno de máxima potencia de corrimiento. Este sistema se autorregula en temperatura maximizando en cada instante la potencia entregada al cristal. La compensación final se llevó a cabo regulando la corriente límite de la fuente, con lo que el equipo de refrigeración llevó y mantuvo a temperatura adecuada al cristal.

En los detectores coaxiales se refrigeró por ebullición de freón 113 manteniendo sumergido el cristal en proceso de corrimiento y condensando los vapores en condensadores convencionales de destilación. La tensión de corrimiento, dadas las altas corrientes y la estabilidad inherente a este proceso, provino de una fuente no estabilizada con protección a fusible.

El avance de la zona compensada se controló por cobreado electrolítico. Aplicando una diferencia de potencial de algunas decenas de voltios entre la zona n^+ y la zona p y sumergiendo la superficie en una solución de SO_4Cu_2 se deposita cobre en la zona aceptora remanente, demarcando la juntura intrínseco-aceptor.

Se consiguieron en cristales planares profundidades de 13 milímetros y de 11 mm. en los coaxiales.

Para eliminar gradientes residuales de compensación debido a portadores en tránsito cuya carga espacial es compensada conjuntamente con las impurezas aceptoras, se procedió a aplicar tensión al cristal a temperaturas decrecientes minimizando paulatinamente el gradiente de compensación. En los detectores planares esto se logró modificando la corriente límite del equipo. En los detectores coaxiales se pasó a un baño de solvente freón MF a 5°C hasta estabilizar la corriente del cristal y luego se llevó a -40°C para completar la compensación final. El grado de compensación obtenido se controló midiendo la característica tensión-capacidad.

Crióstatos

Paralelamente se diseñaron y construyeron los crióstatos en los que se operan los detectores siguiendo las técnicas en uso en el Laboratorio Nacional de Brookhaven, adaptándolas a las posibilidades y nivel tecnológico de la industria nacional. Las soldaduras se hicieron sin aporte de material bajo plasma de argón las de pared de espesor inferior a 0,5 milímetros y bajo arco de argón las de pared superior a 1,5 milímetros. La transición cobre-inoxidable se hizo con soldadura de plata comercial. Se controlaron las eventuales pérdidas de vacío con un detector de helio con una sensibilidad de 10^{-10} torr.lt/seg. No se encontraron pérdidas en las soldaduras aún luego de cicladas térmicamente entre temperatura ambiente y nitrógeno líquido.

La operación satisfactoria de los crióstatos en cuanto a presión residual y aislación térmica requirió un prolongado y cuidadoso degasado posterior a una prolija limpieza. Cumplido el control de operación de los crióstatos, estos estuvieron listos para recibir al cristal.

Montaje de los Detectores

Completada la compensación de la zona intrínseca y asegurada la existencia de contactos n^+ y p no inyectantes, se decapó el cristal cuidando de minimizar el efecto de las impurezas residuales en la corriente inversa y en el ruido del dispositivo finalmente obtenido. Esto se logró lavándolo luego de decaparlo hasta asegurarse que no quedaban residuos ácidos y secándolo con soplos de nitrógeno seco. Se lo instaló en el crióstato evacuando éste y poniéndolo a operar a temperatura de nitrógeno líquido.

El crióstato se evacuó de presión atmosférica a 10^{-4} torr. con un equipo libre de aceite en base a zeolitas enfriadas a temperatura de nitrógeno líquido de tres etapas - sendas bombas sucesivamente operadas por válvulas de bajo degasado. (figura 3). Ocasionalmente se ayudó con una bomba iónica de 8 lt/seg. para bajar la presión al rango de 10^{-5} torr. pero no se encontraron diferencias en el comportamiento del detector, arriesgando en cambio eventuales contaminaciones del cristal por la operación de la bomba iónica.

Estabilizada la temperatura del cristal alrededor de 77°K se controló la característica tensión-corriente evaluando el tratamiento químico final, el nivel de contaminación debido a gases residuales en el crióstato y el cuidado de manipulación durante el montaje. Para evitar el comportamiento errático de la característica tensión-corriente en función del tratamiento químico final se cuidó que nada tocara la superficie expuesta n - i - p entre el decapaje y el montaje en el crióstato.

Los desplazamientos, reacomodamientos y la precipitación de litio en la zona intrínseca durante el decapaje y el montaje dan lugar a fluctuaciones en el nivel de compensación que se traducen en fluctuaciones del campo eléctrico en la zona intrínseca. En el dispositivo final estas fluctuaciones provocan variaciones en la aptitud de colección de pares electrón-agujero producidos por la radiación ionizante, es decir alteraciones locales en la relación lineal entre la energía del fotón incidente y la carga depositada en los bornes del detector. Estas variaciones locales provocan un ensanchamiento del fotopico degradando la resolución del detector. Para evitar que esto afecte el comportamiento del detector el proceso de montaje se hizo en un tiempo corto (40 minutos) sincronizando los diversos procesos involucrados. El control del desajuste en el nivel de

compensación se hizo mediante la medición de la característica tensión-capacidad. Se encontró que después de montado, la tensión de polarización a 77°K produce un rea-comodamiento residual de la distribución de litio en la zona intrínseca y que la evolución de los gases provenientes de desgasados residuales en el crióstato afecta a las características de los detectores durante los primeros meses después de montado y evacuado.

Mediciones

Una vez obtenidas características tensión-corriente-capacidad satisfactorias se evaluó la aptitud del detector como tal. Acoplado a un preamplificador realimentado por capacidad, de modo de hacerlo sensible a cargas, se conectó la salida del preamplificador a un amplificador lineal con conformador - primer diferenciador, integrador y segundo diferenciador con constantes de tiempo variables independientemente - cuya salida alimentaba una unidad convertidora analógica a digital de 4096 canales como unidad perisférica de entrada a una computadora utilizada como multicanal. Las mediciones se hicieron con ^{60}Co optimizando las constantes de tiempo del conformador según las características de cada detector, midiendo el ancho a mitad de altura del fotopico correspondiente a la transición de 1,333 MeV y calibrando con la diferencia entre éste fotopico y el correspondiente a la transición de 1,173 MeV.

La capacidad del convertidor analógico digital permitió desplegar los 1333 keV de la transición de mayor energía del ^{60}Co de modo de operar con una separación del orden de 0,33 keV/canal. Para evaluar la influencia del preamplificador - amplificador - conformador en la resolución total del sistema se inyectaron en los bornes del detector pulsos de carga de amplitud constante ($\Delta A = 2/10.000$) y equivalente a la carga que deposita en estos bornes una radiación con energía del orden de 1,3 MeV. La fluctuación con que este pulso, inicialmente de amplitud fija, se recibe en el multicanal es medido como un ensanchamiento de un pico originalmente monocanal. Su ancho a mitad de altura indica el aporte de la línea electrónica a la resolución del sistema. Este ancho fue del orden de 3 keV para los preamplificadores- amplificadores acoplados a los detectores medidos.

Resultados

Para detectores planares y coaxiales se obtuvieron resoluciones (anchos a mitad de altura) entre 4 y 5 keV para el sistema total, aportando el detector entre 3 y 4 keV suponiendo que se sumen cuadráticamente las fluctuaciones de colección con las fluctuaciones de amplificación. Los volúmenes de los detectores planares fueron de 1 a 4 centímetros cúbicos y de los coaxiales de 18 centímetros cúbicos. Las eficiencias se correspondieron con las de detectores comerciales de volumen equivalente.

La duración de los detectores estuvo determinada por la calidad de los crióstatos utilizados. A partir del desarrollo de crióstatos según las técnicas anteriormente mencionadas, no se ha encontrado limitada esta duración. Un detector de 18 centímetros cúbicos y resolución (ancho a mitad de altura) de 3,5 keV (a 1,333 MeV) propios se encuentra operando desde hace seis meses sin inconvenientes (figura 4). Un segundo detector de gran tamaño en etapa de puesta a punto no presenta inconvenientes emergentes de su crióstato.

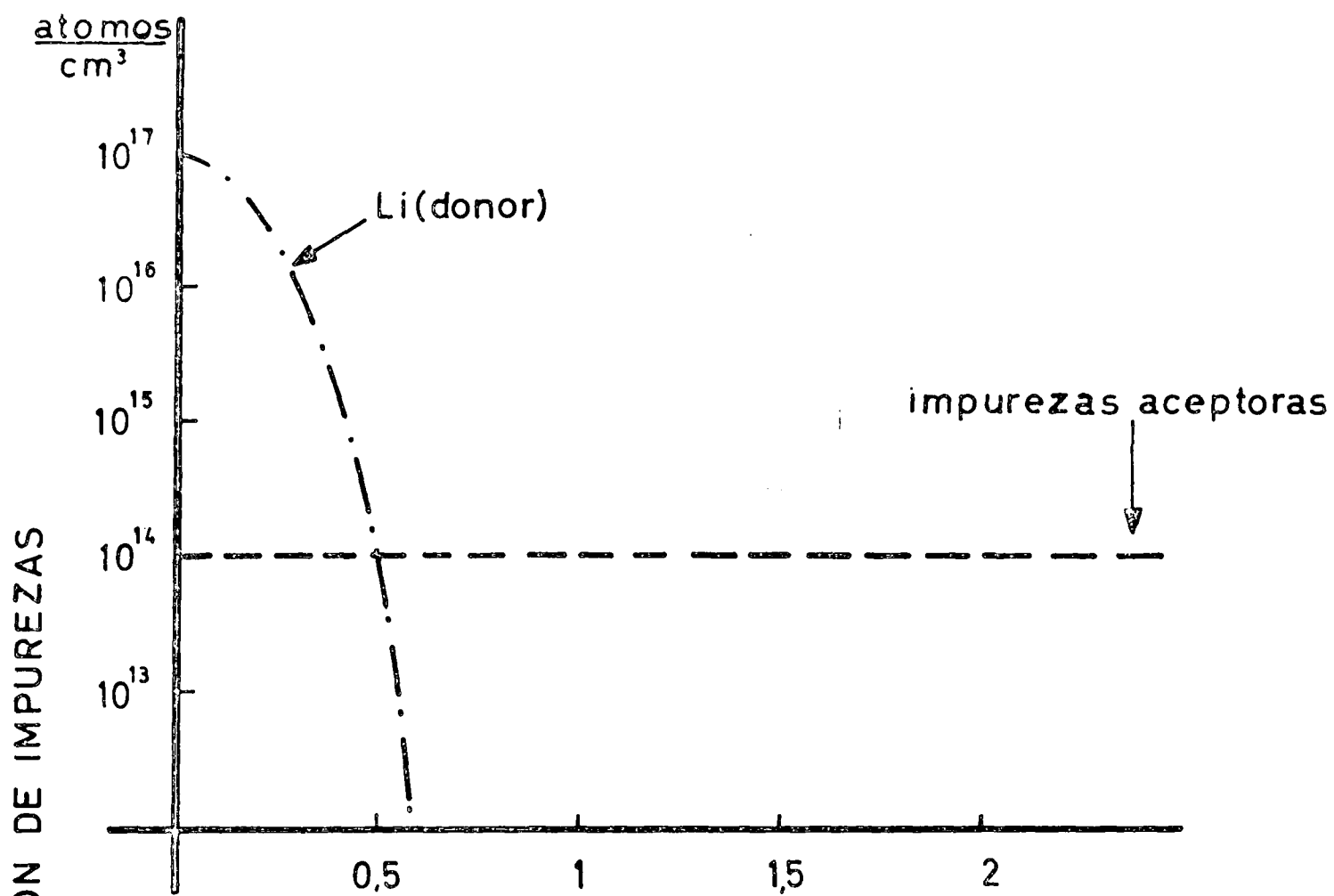


FIGURA 1a)

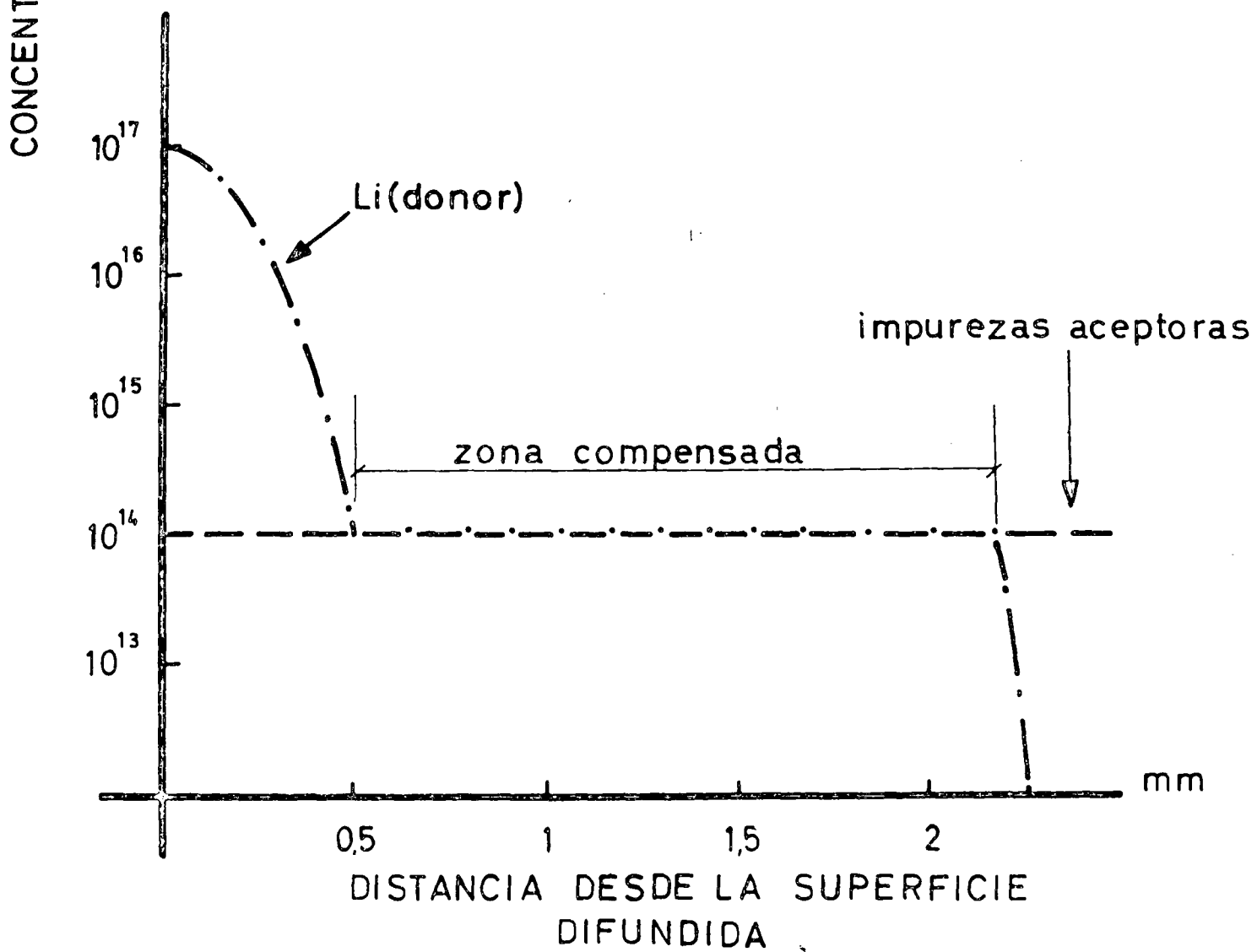


FIGURA 1b)

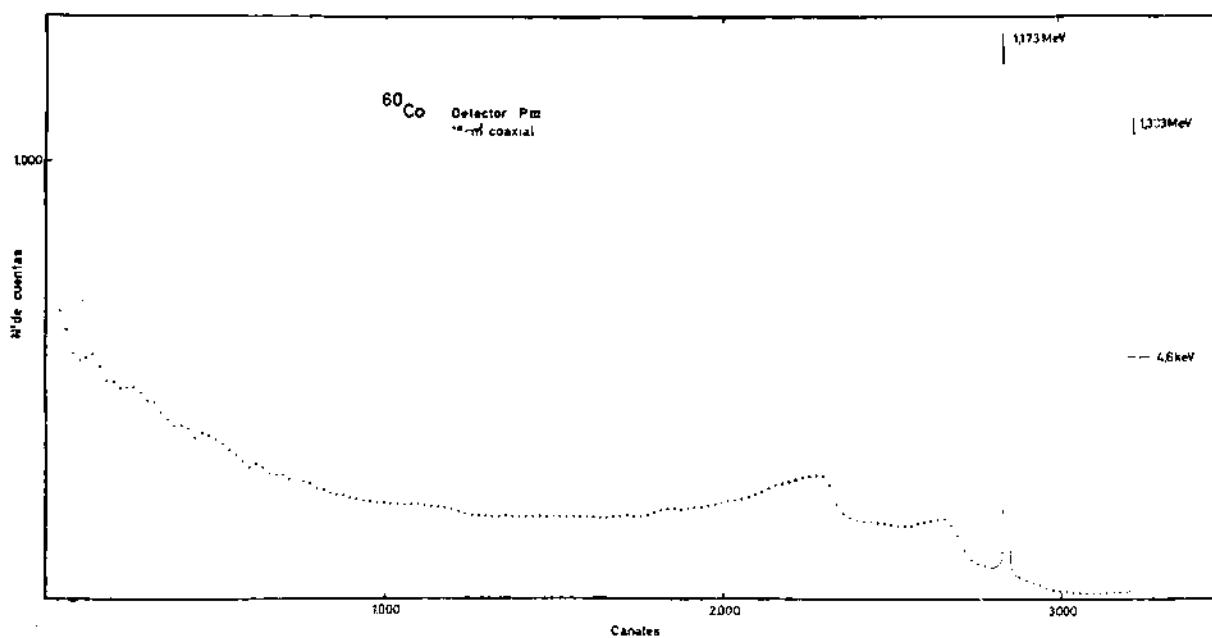


FIGURA 4

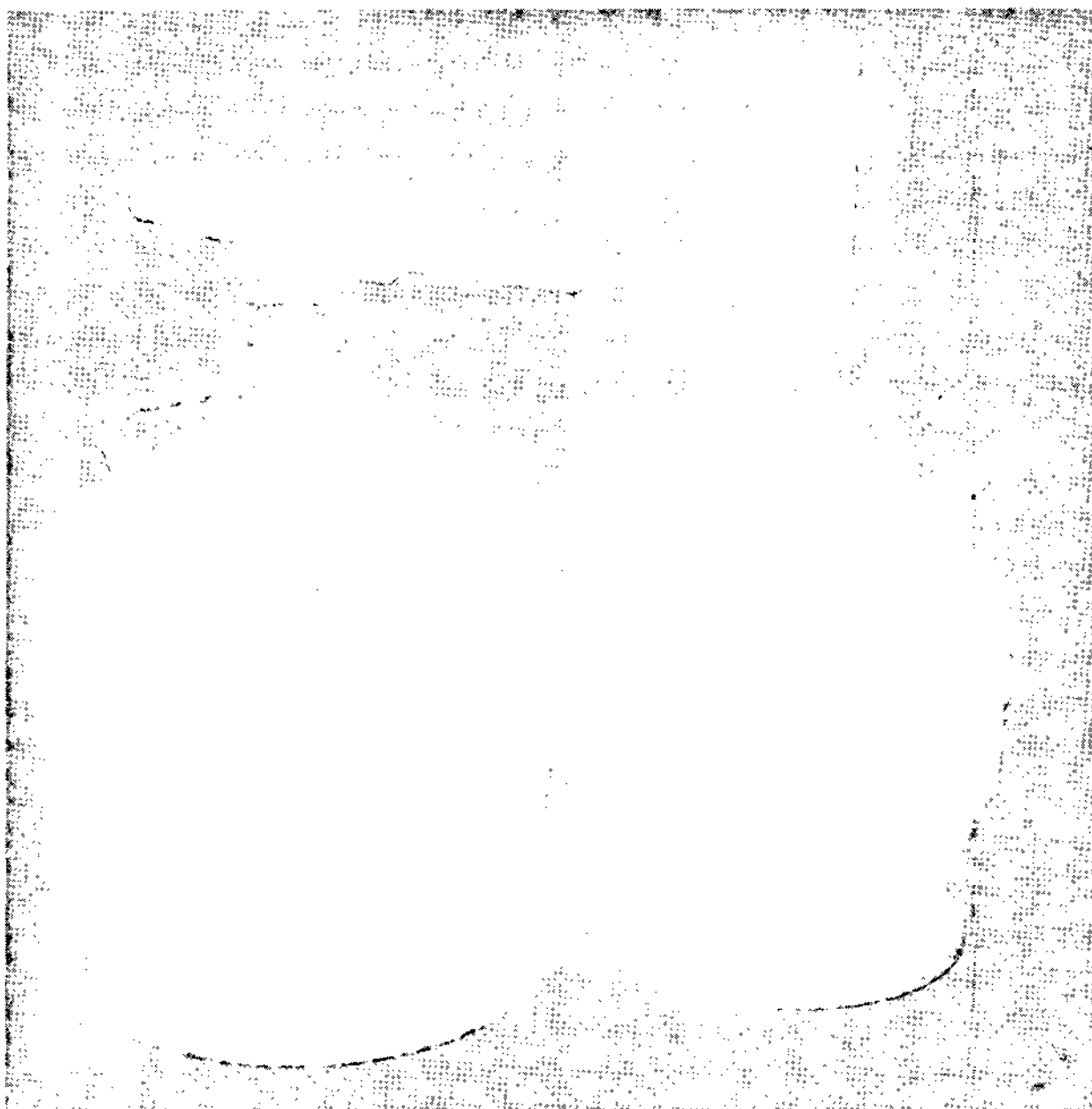


FIGURA 5