

TECNICAS DE FABRICACION DE DETECTORES DE GE(Li) PARA RADIACION GAMMA

*

Guillermo Martí, Carlos Giménez

Lab. Detectores Semiconductores, Dto. de Física, CNEA

R E S U M E N

Presentamos un método que se emplea actualmente en el laboratorio para fabricar detectores de Germanio-Litio con volúmenes de hasta 50 cm³.

Se describen detalladamente las técnicas utilizadas en las distintas etapas del proceso y se muestran los resultados obtenidos con varios detectores construidos siguiendo esa metodología.

Se lograron resoluciones entre (2,7 y 5,5) keV y eficiencias entre (3 y 8 %) para 1,33 MeV de energía. Se intentó relacionar dichos parámetros y las dificultades encontradas durante la fabricación de los detectores, con las características del material de partida, con el propósito de sentar criterios que nos permitan reconocer los cristales más fácilmente compensables y que una vez terminados se obtenga de ellos la mejor resolución y eficiencia.

Se resumen las características y detalles constructivos más importantes de los detectores manufacturados y se muestran algunos espectros obtenidos con los más relevantes. Finalmente, se discuten los resultados y se extraen algunas conclusiones.

I. INTRODUCCION

Dado que los detectores de Ge(Li) han desplazado casi totalmente a los centelladores de cristal de INa en la obtención de espectros de radiación gamma y teniendo en cuenta que su importancia se ha visto incrementada por el amplio uso en mediciones rutinarias tales como análisis por activación, análisis isotópico y de elementos combustibles, creemos útil reportar la técnica utilizada en su construcción.

Como en la actualidad prácticamente todos los detectores de Ge(Li) que se construyen son de geometría coaxial cilíndrica con los dos extremos abiertos, nos limitaremos a describir la tecnología que usamos para fabricar dichos detectores únicamente. Uno de éstos se muestra esquemáticamente en la Fig. 1.

II. DESCRIPCION DE LAS TECNICAS

1.- Preparación mecánica previa a la difusión de Litio

Una vez que el cristal se cortó a la medida adecuada se pule manualmente con Carborundum en polvo de grano 320 y 600, en ese orden, hasta que sus caras quedan perfectamente paralelas; se lava con tricloretileno en equipo ultrasónico hasta quitar todo vestigio del polvo de pulir; luego se ataca químicamente con una mezcla de 3 partes de NO₃H (70 %) y 1 parte de FH (48 %); se lava con abundante agua deionizada y se enjuaga con Methanol, quedando listo para ser difundido.

2.- Difusión de Litio

Debe reunir dos requisitos:

- a) Lograr una excelente juntura N^+-P rectificante en el material de base.
- b) Producir una zona N^+ con abundante Li^+ , pues será la fuente que ha de suministrar los iones para la posterior compensación.

La difusión¹⁾ se realiza a 400°C en una atmósfera de Ar y dura aproximadamente 10 minutos. El Litio es previamente evaporado sobre la superficie periférica del cristal cuando el vacío es $\approx 5 \times 10^{-5}$ mm de Hg. Luego el cristal se enfría hasta temperatura ambiente en aproximadamente 1 hora, se retira de la campana de difusión y se lava con Methanol y agua deionizada hasta que no quedan vestigios de Litio adheridos a la superficie, se pulen cuidadosamente ambas caras y se procede a chequear el resultado de la difusión. Para ello se sumerge el cristal en una solución de SO_4Cu y agua²⁾, se aplican 20 V en polarización inversa, y cuando se extrae el cristal se observa la formación de un depósito de Cu donde se estableció la juntura que permite medir la profundidad de la difusión. Valores comprendidos entre 0,5 y 1,0 mm son suficientes para compensar entre 5 y 8 mm de material. Finalizada esta operación, las caras del cristal son nuevamente pulidas y atacadas químicamente como se describió antes, luego se monta en un soporte especial para su posterior compensación.

3.- Compensación por ión Litio o corrimiento iónico

Es el proceso mediante el cual se logra la zona sensible del detector³⁾. En dicha región, llamada también intrínseca o compensada, se produce la interacción de la radiación con el cristal y el posterior transporte de carga hacia los electrodos, por eso las características finales del detector dependen fuertemente de la calidad de la zona compensada. Se desea que ésta se comporte como material intrínseco, para lo cual dicha región debe ser tal que la densidad de átomos de Li^+ sea lo más aproximadamente igual a la densidad de átomos aceptores. Esto requiere que durante el corrimiento la corriente de portadores sea lo más baja posible y que el Li^+ no precipite, pues esto produce una disminución de la vida media de los portadores con el consiguiente aumento del ruido por colección de carga que se traduce, finalmente, en pérdida de resolución.

La compensación se logra por migración de los iones de Li^+ a través del cristal por acción de un campo eléctrico que se establece al aplicar una tensión inversa entre las zonas N^+ y P^- . El proceso completo se realiza en dos etapas: la 1era. se denomina "drift" principal o corrimiento caliente, a temperaturas entre 24 y 50°C; la 2da., denominada "annealing" o drift frío, a temperaturas inferiores a 0°C.

Para regular la potencia que se disipa durante el drift se usan líquidos de bajo punto de ebullición y momento dipolar nulo⁴⁾. Los tres más usados son: Freón 113 (47,6°C), Pentano (36°C) y Freón 11 MF (23,8°C). El avance del Litio a medida que procede la compensación se chequea cobreando las caras del cristal tal como se describió antes (técnica del Cooper-staining).

Durante el drift principal la tensión y la corriente permanecen constantes; un aumento de la corriente es indicio de la necesidad de interrumpir el drift para redifundir el cristal y restablecer la capa de Litio periférica que puede estar agotada. Para chequear la cantidad de Li^+ presente se mide la resistividad superficial⁵⁾ de la zona N^+ por el método de las cuatro puntas. Valores de resistividad entre 0,5 Ωcm y 1 Ωcm generalmente se obtienen al cabo de 6 a 8 mm de zona compensada⁶⁾.

Para alcanzar valores típicos entre 10 y 15 mm de zona intrínseca pueden ser necesarias varias difusiones; alcanzada la profundidad deseada siempre

se realiza una difusión antes de proceder con el corrimiento a bajas temperaturas. Al cabo de la difusión se realiza un breve drift (1 a 1 1/2 días) a 10°C para restablecer la compensación en la zona intrínseca (descompensada por la alta temperatura que alcanza durante la difusión) y luego continúa el drift a temperaturas entre -15 y -30°C durante 15 días aproximadamente. En esta etapa es conveniente someter al cristal a valores de tensión elevados (500-1000 V)⁷⁾ lo cual es viable por los bajos valores de corriente (2 a 5 mA).

Continuamente se chequea la capacidad del detector en función de la tensión; cuando esta curva, que se levanta diariamente, es independiente de la tensión, a partir de ≈ 300 V y próxima al valor teórico, se da por finalizada la etapa de drift y se procede al montaje del detector.

4.- Tratamiento superficial y montaje

Antes de ser montado el detector son tratadas ambas caras del cristal químicamente, de modo que contribuyan despreciablemente a la conductividad. A la temperatura de operación (-196°C) la corriente de fuga inversa se debe totalmente a la conductividad superficial, de modo que con el tratamiento de las superficies se debe lograr una corriente que no supere 0.5 nA, sea muy poco ruidosa y prácticamente independiente de la tensión aplicada al detector. Los mejores resultados se han obtenido con un ataque en una mezcla 3:1:6 % (NO₃H, FH, NO₃H fumante rojo 99 %) durante 3 minutos; cuando las caras del cristal son perfectamente especulares, se lava con abundante agua deionizada y luego se sumerge 1 minuto en Methanol, 20" en H₂O₂ y 1 minuto en Methanol; se seca con un chorro de Nitrógeno seco y limpio y se monta rápidamente en su crióstato. Este es evacuado, posteriormente, con una bomba turbomolecular hasta un vacío de $\approx 1 \times 10^{-7}$ mm de Hg; al cabo de 1 1/2 hora se coloca en el termo para Nitrógeno líquido y se deja enfriar; luego se chequea la corriente y la capacidad y, si son aceptables, se testea como detector.

III. RESULTADOS Y CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos se resumen en la Tabla I.

Las primeras cuatro columnas dan las características del material de partida con el que se fabricó cada detector; las seis siguientes describen su comportamiento durante la etapa de drift y en las últimas tres se registran las características operacionales más importantes y el volumen de cada uno de los detectores.

Analizando la Tabla I se pueden extraer algunas conclusiones. La resistividad (ρ) y el tiempo de vida (τ) de los portadores no parecen estar vinculados con la resolución; si comparamos el detector 5B ($\tau > 1000$ μ seg, $\rho = 20$ Ω cm) con el detector 6B ($\tau = 600$ μ seg, $\rho = 14$ Ω cm), vemos que tienen prácticamente la misma resolución a pesar de los valores sustancialmente diferentes de ρ y τ . Comparando los detectores 6A, 6B y 6C, que pertenecen a una misma barra y prácticamente debieran tener, aproximadamente, los mismos valores de ρ y τ , tienen valores de resolución diferentes; lo mismo ocurre con los detectores de la barra 11. A pesar de ello, si debemos elegir, nos inclinamos por los detectores de tiempos de vida elevados ($\tau > 800$ μ seg) ya que demuestran tener menos atrapamiento de portadores que los de tiempo de vida bajos. Los efectos del atrapamiento se ponen de manifiesto por un "apéndice" en los fotopicos del lado de las bajas energías a 1/10 de la altura. En la Fig. 2 se observan los espectros de los detectores 5B y 6B. Se ven claramente los "apéndices" en ambos fotopicos del detector 6B, que es el de menor tiempo de vida. En todos los demás detectores se observó el efecto mucho más acentuadamente, excepto en el 5A.

La uniformidad de la distribución de dislocaciones parece influir fuerte-

mente la performance del detector; los cristales con pésima distribución de dislocaciones (x) [Col. 4, T. I] resultaron muy malos detectores (det. 8A) o inútiles (det. 8B); de los que tienen una distribución regular (xx) se obtuvieron detectores con resoluciones entre 3,5 y 5,5 keV (todos los det. 11 y det. 6C), mientras que los que poseen una distribución muy uniforme (xxx) resultaron detectores con resoluciones mejores que 3,5 keV.

No se encontró diferencia sustancial entre los corrimientos a 24°C y a 47°C en cuanto a la performance de los detectores se refiere, pero sí en el tiempo de drift. Todos los detectores drifteados a 24°C permanecieron un tiempo mucho más corto en el corrimiento a bajas temperaturas (5B, 7 10A y todos los de la barra 11) comparados con los que fueron drifteados a 47°C (5A, todos los de la barra 6 y 8A).

El número de difusiones de Litio no parece influir las etapas de corrimiento ni las características finales del detector. Como ejemplo, tenemos que el detector 5B con 9 difusiones es mejor detector que el 11D o el 11A con solo 4 difusiones.

Finalmente, como conclusión general, podemos decir que la compensación de un cristal es un proceso teóricamente bien establecido³⁾ y que puede lograrse experimentalmente sin mayores dificultades, pero la performance del mismo como detector depende mucho más de las características del material que de las técnicas utilizadas en la construcción.

BIBLIOGRAFIA

- 1) A.J.Tavendale; IEEE, Transactions on Nuclear Science NS-13 N° 6 (1966).
- 2) E.J.Rivet; UCRL 18403 (1968).
- 3) E.M.Pell; Journal of Applied Physics, Vol. 31, N° 2, 291.
- 4) F.Cappellani et al., Nuclear Instruments and Methods 37 (1965) 352-354.
- 5) L.Valdés; Proc. I.R.E. 42 (1954) 420.
- 6) W.L.Hansen y B.V.Jarrett; Nuclear Instruments and Methods 31 (1964) 301-306.
- 7) F.Cappellani et al.; Nuclear Instruments and Methods 47 (1967) 121-124.

C R I S T A L	RESISTIVIDAD	TIEMPO DE VIDA PORTADORES MINORITARIOS	DISLOCACIONES POR cm ²	UNIFORMIDAD DE LA DISTRIB. DE DISLOCACIONES	TEMPERATURA CORRIEMIENTO CALIENTE	NUMERO DE DIFUSIONES	TIEMPO TOTAL EN CORRIEMIENTO CALIENTE	LONGITUD DE LA ZONA COMPENSADA	TEMPERATURA CORRIEMIENTO FRIO	TIEMPO TOTAL CORRIEMIENTO FRIO	RESOLUCION TOTAL PARA 1,33 Mev $R_T^2 = R_E^2 + R_C^2$	VOLUMEN DEL CRISTAL	EFICIENCIA PARA 1,33 Mev
	$\rho(\Omega\text{cm})$	$\tau(\text{seg})$	N/cm ²		T(°C)	n	t(días)	d(mm)	T(°C)	t(días)	$R_t(\text{keV})$	V(cm ³)	$\epsilon(\%)$
5A	20	1.150	3100	xxx	47	6	137	15	-35	60	3,3	50	6,5
5B	20	1.150	2500	xxx	24	9	140	13	-20	18	2,8	60	7,5
6A	14	520	1900-2300	xxx	47	4	60	14	-30	102	3,3	45	3
6B	14	520	2300-2600	xxx	47	4	54	12	-30	45	2,7	45	3
6C	14	520	2600-2900	xxx	47	4	75	12	-30	75	3,5	40	3
7	25	750	2900-3500	xxx	24	6	91	15,5	-25	15	3,4	60	6
8A	19	600	1800-3200	x	47	9	166	15	-30	34	5,5	55	2
8B	19	600	3200-4600	x	24	7	126	12	-25	21	No funcionó como detector		
10A	19	600	1700-1900	xxx	24	5	132	14	-25	15	3,3	45	5
11A	15	600	1900-2000	xx	24	4	73	12	-25	15	3,5	40	4,6
11B	15	600	2000-2100	xx	24	4	110	14	-25	21	5,5	35	2,5
11C	15	600	2100-2200	xx	24	5	72	13,5	-30	16	4,8	35	4
11D	15	600	2200-2300	xx	24	3	50	11	-30	14	4,2	38	3,5
11F	15	600	2500-2600	xx	24	4	85	15,5	-25	21	No funcionó como detector		

*) R_T : Resolución Total del Sistema

R_E : Resolución Electrónica

R_C : Resolución Intrínseca

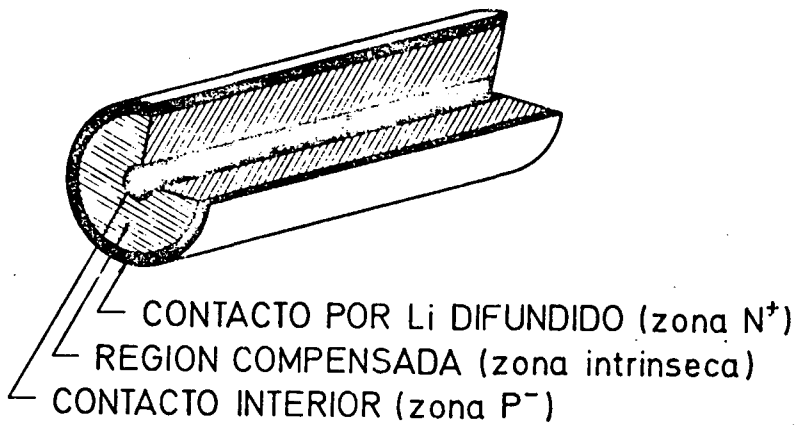


Fig. 1: Detector coaxial de Germanio-Litio

Fig. 2: Espectros obtenidos con los detectores 5B y 6B. Se observan en los fotopicos de este último los efectos de atrapamiento de carga evidenciados por un ensanchamiento a 0,1 de la altura. Este efecto no se observa en los fotopicos del detector 5B.

