

P13-2008-74

Ю. Б. Гуров<sup>1,2</sup>, В. С. Карпухин<sup>2</sup>, С. В. Розов<sup>1</sup>,  
В. Г. Сандуковский<sup>1</sup>, Д. Борович<sup>1,3</sup>, Я. Квиатковска<sup>3</sup>,  
Б. Райхл<sup>3</sup>, Я. Юрковски<sup>1,3</sup>

## ПАССИВАЦИЯ **HPGe**-ДЕТЕКТОРОВ

Направлено в журнал «Приборы и техника эксперимента»

---

<sup>1</sup>Объединенный институт ядерных исследований, Дубна

<sup>2</sup>Московский инженерно-физический институт (государственный университет), Москва

<sup>3</sup>Институт ядерной физики ПАН, Краков, Польша

Гуров Ю. Б. и др.  
Пассивация HPGe-детекторов

P13-2008-74

Представлены результаты исследования защитного окисного покрытия  $p-n$ -переходов германиевых детекторов, которое, в частности, позволяет их использование без капсулирования в среде жидкого азота. Описан простой и технологичный способ формирования такой защитной пленки за счет обработки детекторов в метаноле. Показано, что защитное покрытие надежно предохраняет  $p-n$ -переходы детекторов от влияния окружающей среды. С помощью рамановского метода рассеяния света исследованы характеристики защитного покрытия.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем им. В. П. Дзелепова ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна, 2008

Gurov Yu. B. et al.  
Passivation of HPGe Detectors

P13-2008-74

The results of research of the oxide protective covering for  $p-n$  junction of HPGe detectors are presented. In particular this covering makes it possible to use detectors in the environment of liquid nitrogen without capsulation. The simple technological method of formation of protective layer due to processing detectors in the methanol is described. This protective layer reliably protects  $p-n$  junction of detectors from influence of an environment. The characteristics of protective oxide film are investigated by means of Raman effect of dispersion of light.

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

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna, 2008

## ВВЕДЕНИЕ

Область применения полупроводниковых детекторов (п.п.д.) с каждым годом не только расширяется, но и требует новых технологических решений. В настоящее время создаются установки, в которых детекторы из сверхчистого германия (HPGe) планируется эксплуатировать без капсулирования непосредственно в среде жидкого азота и аргона [1]. Для стабильной работы этих приборов в таких условиях необходимо специально защитить их чувствительную поверхность специальными покрытиями.

Для защиты поверхности HPGe-детекторов от влияния внешней среды (атмосферы), как правило, используются тонкие пленки окиси кремния или аморфного германия [2–4], которые создаются на поверхности детектора термическим распылением в вакууме. Наши исследования показали, что после нескольких (3–5) термоциклирований у планарных HPGe-детекторов с такими защитными покрытиями заметно ухудшаются параметры. Данные результаты были получены в ходе тестовых испытаний различных многослойных спектрометров на основе HPGe-детекторов [5, 6], предназначенных для экспериментов на ускорителях и в подземных низкофоновых лабораториях.

Поверхность германия всегда окислена. При этом окисные пленки на германии, образующиеся в обычных условиях, имеют пористую структуру и подвержены проникновению из внешней среды различных ионов, которые, адсорбируясь на поверхности германия, создают различные энергетические уровни в виде ловушек заряда [7]. Преобладание того или иного типа таких состояний зависит от технологии изготовления и условий окружающей среды.

В данной работе представлен простой способ формирования окисной пленки на поверхности германиевых детекторов с использованием метанола. Как показали исследования, такая пленка заметно уменьшает вероятность образования поверхностных состояний и надежно защищает *np*-переходы от влияния окружающей среды.

## МЕТОДИКА ИЗГОТОВЛЕНИЯ И ПАССИВАЦИИ ДЕТЕКТОРОВ

Защитные свойства окисных пленок, полученных путем обработки материала в метаноле, проверялись на четырех HPGe-детекторах. Исходным

материалом для получения детекторов служил германий  $p$ -типа проводимости с разностной концентрацией примесей  $\sim 1,5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-3}$ . Детекторы имели чувствительную площадь  $0,5 \text{ см}^2$  и толщину  $6 \text{ мм}$ .

Для изготовления детекторов применялась традиционная технология [8]:  $np$ -переходы на образцах создавались диффузией лития, а противоположный омический контакт  $p^{++}$  формировался окислением в смеси  $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{HF}$  с последующим напылением золота. Далее образцы травились в смеси кислот  $\text{HF} + \text{HNO}_3$ . После травления один образец (№ 1) промывался стандартным способом с помощью деионизованной воды, а три других образца (№№ 2–4) по окончании травления сразу заливались метиловым спиртом. При этом время выдержки в метаноле варьировалось от 1 до 2 мин. Однако дальнейшие измерения показали, что свойства защитной пленки практически не зависят от длительности этого процесса. На завершающем этапе изготовления детекторов выполнялась кратковременная промывка в метаноле для удаления следов от кислотостойкой ленты, которая использовалась для защиты металлизации контактов во время травления. Перед исследованием влияния внешней среды на характеристики детекторов было измерено исходное энергетическое разрешение, которое составило  $170\text{--}165 \text{ эВ}$  для  $E_\gamma = 5,9 \text{ кэВ}$ .

## РЕЗУЛЬТАТЫ ТЕСТИРОВАНИЯ

Одним из основных эксплуатационных параметров HPGe-детекторов является напряжение полного обеднения  $U_0$ , которое определялось при облучении исследуемых детекторов с помощью  $\gamma$ -источника  $^{241}\text{Am}$ . Для примера на рис. 1 показана зависимость скорости счета  $\gamma$ -квантов с  $E = 60 \text{ кэВ}$  от напряжения смещения для детектора № 2. Напряжение, при котором указанная зависимость выходила на плато насыщения, считалось  $U_0$ , которое для всех детекторов оказалось равным  $270 \text{ В}$ .

Следует отметить, что, как правило, наилучших спектрометрических и временных параметров на HPGe п.п.д. можно достигнуть при напряжении, в  $1,5$  раза превышающем напряжение полного обеднения. Поэтому для оптимальной эксплуатации таких детекторов желательно, чтобы нижняя граница диапазона рабочих напряжений была не ниже указанной величины.

Для того чтобы понять, как влияет погружение в жидкий азот на качество детекторов, изготовленных по стандартной технологии, были проведены испытания с п.п.д. № 1. На рис. 2 приведены вольт-амперные характеристики (ВАХ) указанного детектора. Видно, что уже после первого погружения верхняя граница диапазона рабочих напряжений не превышает  $300 \text{ В}$ , а повторная процедура приводит к уменьшению данного параметра до  $200 \text{ В}$ . Следовательно, детекторы, полученные традиционным способом, нельзя использовать в криогенных жидкостях, если п.п.д. не защищены внешней герметичной ка-

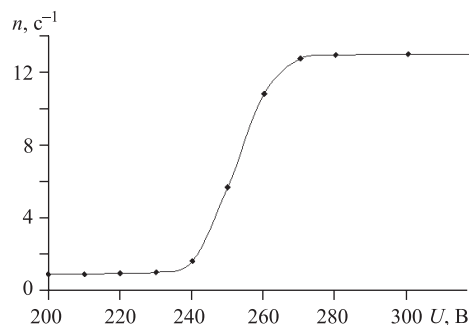


Рис. 1. Зависимость скорости счета  $\gamma$ -квантов ( $E = 60$  кэВ) от напряжения смещения при облучении HPGe п.п.д.

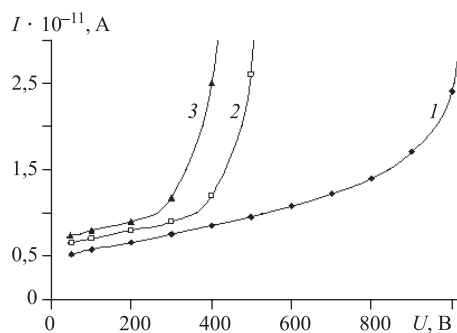


Рис. 2. Вольт-амперные характеристики детектора № 1. 1 — исходная зависимость; 2, 3 — после однократного и двукратного погружения в жидкий азот соответственно

псулой (камерой). Следует отметить, что для исследований использовался обычный промышленный жидкий азот, который получался из атмосферы и не подвергался какой-либо специальной очистке.

Для проверки стабильности работы детекторы №№ 2–4 подвергались различным испытаниям: многократному погружению в жидкий азот, промывке обычной водой с последующей обработкой метанолом. На рис. 3 показаны типичные вольт-амперные характеристики после этих операций, измеренные на детекторе № 2. Эти исследования выполнялись с детекторами, помещенными после воздействия окружающей среды в криостат. Видно, что значение обратного тока и диапазон рабочих напряжений у пассивированных детекторов незначительно изменяются после различных внешних воздействий.

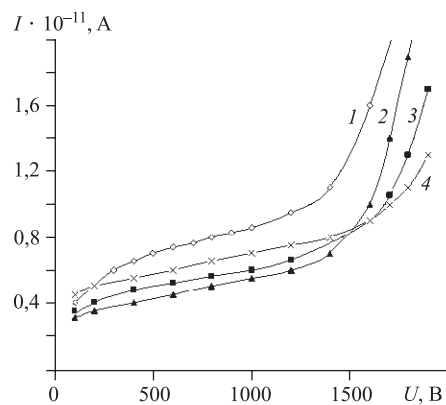


Рис. 3. Типичные вольт-амперные характеристики, полученные после различных операций на п.п.д. №3: 1 — до пассивации; 2 — после пассивации; 3 — после десятикратного погружения в жидкий азот; 4 — после промывки в обычной воде

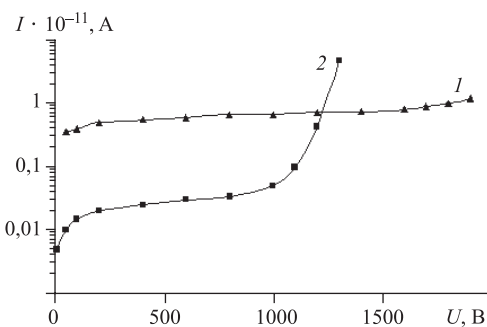


Рис. 4. Вольт-амперные характеристики, измеренные с детектором №4 в криостате (кривая 1) и в жидком азоте после десятикратного погружения (кривая 2)

Следовательно, полученное окисное покрытие позволяет надежно защищать чувствительную поверхность п.п.д. от загрязнений и дает возможность эксплуатировать НРGe-детекторы без заметного изменения обратных токов при больших перенапряжениях.

Аналогичные измерения были сделаны при погружении детекторов непосредственно в жидком азоте. Конструкция корзины, в которой кристалл контактировал с жидким азотом, была снабжена специальными электрическими выводами для этих исследований. На рис.4 дано сравнение вольт-

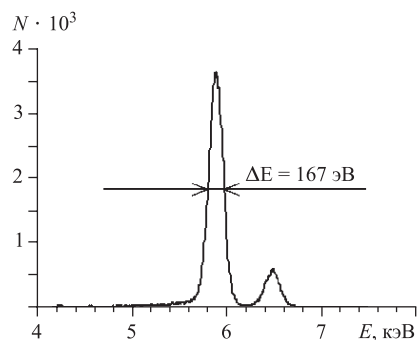


Рис. 5. Спектр  $\gamma$ -квантов  $^{55}\text{Fe}$ , измеренный с помощью п.п.д. №4. Измерения выполнены по завершении испытаний

амперной характеристики детектора №4 в различных условиях: 1 — ВАХ после десятикратного погружения в жидкий азот (измерения в криостате); 2 — аналогичные зависимости, измеренные в жидком азоте.

Более высокие значения обратного тока на кривых 1 обусловлены разностью температур кристалла, находящегося непосредственно в среде жидкого азота ( $-197^\circ\text{C}$ ) и криостате ( $-176^\circ\text{C}$ ). В свою очередь, меньший диапазон рабочих напряжений при измерениях в жидком азоте обусловлен низкой чистотой используемого сжиженного газа. Важно отметить, что после установки детекторов в криостат их параметры восстанавливались.

На детекторах с окисным покрытием по завершении всех операций было определено энергетическое разрешение с помощью  $\gamma$ -источника  $^{55}\text{Fe}$  ( $E = 5,9$  кэВ), которое совпало с исходными значениями (рис. 5).

### СВОЙСТВА ОКИСНОЙ ПЛЕНКИ

Для изучения свойств поверхности монокристаллов НРGe с пассивацией и без нее использовался метод комбинационного рассеяния света (рамановские спектры). Комбинационное рассеяние света возникает при облучении вещества лазерным излучением. При этом в измеряемом спектре появляются дополнительные спектральные компоненты, частоты которых определяются колебаниями молекул облучаемого вещества. Анализ рамановского спектра, т. е. сдвигов относительного возбуждающего излучения по частоте, дает возможность определять собственные частоты колебаний молекул рассеивающего вещества, что, в свою очередь, дает информацию о его химическом составе и структуре.

Рамановские спектры регистрировались при комнатной температуре в диапазоне  $150\text{--}800\text{ см}^{-1}$  на спектрометре ALMEGA XR, который обеспечивал сканирование поверхности лазерным пучком диаметром  $1\text{ мкм}$  с точностью  $0,1\text{ мкм}$ . Возбуждение осуществлялось излучением с длиной волны  $532\text{ нм}$ . Мощность лазера составляла  $25\text{ мВт}$ . По результатам измерений спектра было определено положение отдельных пиков и выполнена идентификация соответствующих химических связей.

Типичные рамановские спектры поверхности германиевого образца (детектор № 3) до (1) и после пассивации (2) представлены на рис. 6. Хорошо видны четыре пика. Наиболее интенсивный пик при  $k = 300\text{ см}^{-1}$  ( $k$  — волновое число) связан с Ge. Пики с максимумами при  $k = 163\text{ см}^{-1}$ ,  $566\text{ см}^{-1}$  обусловлены оксидом германия ( $\text{GeO}_2$ ), а при  $k = 477\text{ см}^{-1}$  — модой  $\text{Ge}_4\text{O}_4(\text{Ge-O})$ . После пассивации (2) видно, что структура спектра не изменилась, а его интенсивность возросла в  $\sim 2$  раза. Полученный результат указывает на увеличение толщины оксидной пленки и уменьшение ее электропроводности, а следовательно, на уменьшение чувствительности детектора к состоянию поверхности.

Следует указать, что анализ спектров, полученных из облучений поверхности лазерным пучком под разными углами, показал, что толщина полученной оксидной пленки составляет  $\sim 0,1\text{ мкм}$ .

Таким образом, показан простой и технологичный способ формирования защитной пленки на чувствительной поверхности детекторов из сверхчистого германия. Полученное окисное покрытие значительно уменьшает вероятность образования поверхностных состояний и надежно защищает поверхность  $n$ -перехода от влияния различных загрязнений. Применение предлага-

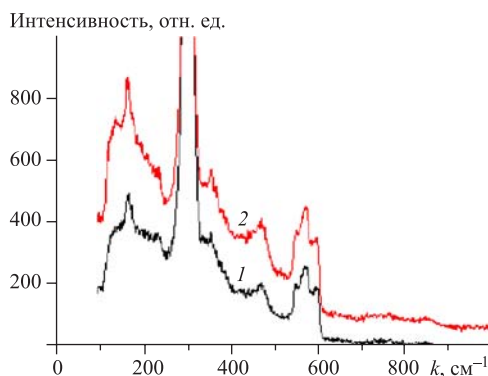


Рис. 6. Рамановские спектры поверхности НРGe: 1 — до пассивации; 2 — после пассивации



емого способа позволяет изготавливать детекторы, которые могут с успехом эксплуатироваться без капсулирования в жидком азоте.

Работа выполнена при поддержке гранта «Ведущая научная школа» (НШ-3489.2008.2) и гранта полномочного представителя правительства Республики Польша в ОИЯИ.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. *Schonert S., Abt I., Altman M. et al.* // ЯФ. 2006. Т. 69. № 12. С. 2146.
2. *Ewins J., Llacer J.* // Nucl. Instr. Meth. 1972. V. 98. P. 461.
3. *Haller E. E.* // IEEE Trans. on Nucl. Science. 1982. V. NS-29. P. 1109.
4. *Бельцаж Е., Брыловска И., Калинина Н. Н. и др.* Сообщение ОИЯИ Р6-87-518. Дубна, 1987.
5. *Бруданин В. Б., Рухадзе Н. И., Бриансон Ш. и др.* // Изв. РАН, сер. физ. 2003. Т. 67, № 5. С. 618.
6. *Bargholtz C., Geren L., Гребнев В. Н. и др.* // ПТЭ. 2006. № 3. С. 14.
7. *Бехштейн Ф., Эндерлайн Р.* Поверхности и границы раздела полупроводников. М.: Мир, 1990. С. 484.
8. *Горнов М. Г., Гуров Ю. Б., Осипенко Б. П. и др.* // ПТЭ. 1990. № 4. С. 83.

Получено 22 мая 2008 г.

Редактор *М. И. Зарубина*

Подписано в печать 11.07.2008.

Формат 60 × 90/16. Бумага офсетная. Печать офсетная.

Усл. печ. л. 0,5. Уч.-изд. л. 0,6. Тираж 315 экз. Заказ № 56230.

Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований  
141980, г. Дубна, Московская обл., ул. Жолио-Кюри, 6.

E-mail: [publish@jinr.ru](mailto:publish@jinr.ru)

[www.jinr.ru/publish/](http://www.jinr.ru/publish/)