

KFK-328

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Mai 1965

Gesellschaft für Kernforschung m. B. H.
Zentrum für Kernphysik

KFK 328

Zyklotron-Laboratorium

20. AUG. 1965

Herstellung und Untersuchung von dicken basisfreien
Oberflächen-Sperrschicht-Zählern

O. Meyer, H.-J. Langmann



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE

Kernforschungszentrum Karlsruhe

Mai 1965

K F K 328

Zyklotron-Laboratorium

HERSTELLUNG UND UNTERSUCHUNG VON DICKEN BASISFREIEN
OBERFLÄCHEN-SPERRSCHICHT-ZÄHLERN

von

O. Meyer, H.-J. Langmann

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe

Abstract

Surface barrier detectors have been fabricated with depletion layers up to 3 mm. Some special construction details, necessary to produce fully depleted counters, are given. Fully depleted counters usable in a stack diminish the pulse rise time and stop high energy particles. A reproducible measuring the resistivity of the bulk material is described. The best energy resolution, obtained with a 2 mm thick liquid air cooled counter for 1 MeV electrons was 2.1 keV. The Fano factor for electrons resulted to have a value of $0,13 \pm 0,02$ confirming a value reported before.

Mit "basisfrei" werden hier solche Halbleiter bezeichnet, deren Feldzone sich vom pn-Übergang an dem Kontakt der Vorderseite bis zum Rückkontakt erstreckt. Trifft auf einen basisfreien Zähler ein geladenes Teilchen, dessen Reichweite im Zählermaterial so groß ist, daß es den Kristall durchquert, so wird die gesamte im Zähler vom Teilchen durch Ionisation abgegebene Energie in einen Ladungsimpuls umgewandelt. Bleibt hingegen noch eine Basiszone vor dem Rückkontakt bestehen, so wird die in dieser Zone abgegebene Energie nicht mit erfaßt.

Basisfreie Halbleiterzähler sind in der kernphysikalischen Meßtechnik für verschiedene Anwendungen von besonderem Interesse. Sie können eingesetzt werden

1. als dE/dx - Zähler,
2. als hochauflösende Detektoren für energiereiche Teilchen in Teleskopzählern,
3. als Zähler mit kurzer Impulsanstiegszeit
4. als Zähler für den Nachweis ungeladener Teilchen (γ oder Neutronen) ohne "Randeffekte".

Sie sind bisher im wesentlichen nur als dE/dx -Zähler benutzt worden.

Als solche wurden sie erstmals von H.E. Wegner (1) eingesetzt.

Basisfreie Zähler mit Kristalldicken von mehr als 0,3 mm herzustellen, ist nicht ganz einfach. Wir schildern deshalb nachfolgend unsere Erfahrungen bei der Fabrikation basisfreier Zähler. Das zentrale Problem bilden dabei die Kontakte und die Oberflächenbehandlung. Anschließend beschreiben wir das Verfahren, nach dem wir die Spannung bestimmen, bei der die Basis völlig abgebaut ist. Am Schluß berichten wir über einige experimentelle Ergebnisse.

Alle Versuche wurden ausschließlich mit Oberflächen-Detektoren aus hochohmigem n-leitenden Silizium gewonnen (10 - 20 kohm cm, Wacker Chemie, München).

1. Kontakte

Verfahren zur Herstellung von Oberflächen-Detektoren sind genau beschrieben (2) bis (4). Hier sollen nur einige Besonderheiten beim Aufbringen der Kontakte beschrieben werden. Das übliche Verfahren, die Zählfläche zu kontaktieren, besteht darin, daß der Kristall nach dem Ätzen mit Gold bedampft wird. Der Kontakt auf der Rückseite wird bei den meisten Laborverfahren mit

Silberpaste, Gold- oder Aluminium-Bedampfung oder Nickelplattierung hergestellt.

Unsere Versuche zeigten, daß es nicht möglich ist, die Feldzone bis in die Nähe des Rückkontaktes zu ziehen, wenn durch diesen selber Inhomogenitäten in das Material vor dem Kontakt hereingebracht werden. So haben wir z.B. das Verfahren, den Kontaktdraht mit einem selbsthärtenden Kitt auf der frisch-geätzten Oberfläche zu befestigen und danach mit Gold zu bedampfen (3), aufgegeben. Auch mit einer Goldplattierung (5) haben wir keinen Erfolg gehabt. Die Zähler waren nicht spannungsstabil und hatten einen höheren Strom als Zähler mit aufgedampften Kontakten. Wir haben deshalb sowohl den Rückkontakt als auch den Vorderkontakt aufgedampft. Wenn beide Seiten des Kristalls mit Gold bedampft wurden, erhielten wir dabei auf beiden Seiten auch pn-Übergänge. Dieses Verfahren hat den Vorteil, daß der rauschärmere und spannungsstabilere der beiden pn-Übergänge als Zählkontakt benutzt werden kann. Bei etwa 80% der auf diese Weise hergestellten Zähler konnte die Feldzone fast völlig durch den Kristall durchgezogen werden. Der Sperrstrom ist bei Zählern mit Goldkontakten im Durchschnitt etwas niedriger, als bei Zählern mit Rückkontakten aus Aluminium (6). Trotzdem ist diese Kontaktierungsmethode für die Herstellung von basisfreien Zählern aus 2 Gründen ungeeignet:

- a) erreicht die Feldzone den Rückkontakt, dann setzt ein starker Stromanstieg ein, der eine weitere Erhöhung der Sperrspannung nicht zuläßt (s. unten),
- b) der Zähler wirkt in diesem Bereich wie ein pnp-Zählertransistor mit freihängender Basis und ist dann für eine hochauflösende Teilchenspektroskopie ungeeignet.

Um diese Schwierigkeiten zu umgehen, wurden für den Rückkontakt andere Materialien aufgedampft, nämlich Zinn sowie Aluminium (vgl. auch (7)). Einige Versuche mit Lithium gaben keine guten Ergebnisse. Zinn und Aluminium sollten auf n-leitendem Silizium sperrfreie Kontakte ergeben (8) und somit das Auftreten des Zähltransistoreffektes verhindern. Mit Zinn erhält man nur dann einen sperrfreien Kontakt, wenn die Bedampfung sofort nach dem Ätzen durchgeführt wird. Auch durch "Abglimmen" vor der Bedampfung läßt sich ein sperrfreier Kontakt herstellen. Bei etwa 40 % der hergestellten Zähler mit Rückkontakten aus Zinn oder aus Aluminium von 0,2 bis 3mm Dicke gelang es uns, die Betriebsspannung des Zählers soweit zu erhöhen, daß die Feldzone tatsächlich bis an den Rückkontakt vorgetrieben wurde. Bei diesen Zählern konnte die Spannung sogar noch über diese kritische Betriebsspannung hinaus erhöht werden, also "Überspannung"

angelegt werden, ohne daß der Strom exzessiv wurde. Bei den anderen Zählern stieg der Strom im allgemeinen kurz bevor die Feldzone den Rückkontakt erreichte so stark an, daß die kritische Spannung nicht erreicht wurde. Zur Abnahme der Impulse von den Kontaktflächen haben wir anfangs die Zuleitungsdrähte mit Silberpaste auf die Kontaktfläche oder mit einem kleinen Kunstharztropfen auf den Kristallstab gekittet. Bei unseren Versuchen zeigte sich, daß diese Kontakte einer stärkeren thermischen Beanspruchung nicht gewachsen waren. Wir verwenden daher besondere Druckkontakte: eine kleine Stahlfeder mit einer Teflonspitze drückt einen Golddraht von 0,1 mm \emptyset auf die Kontaktfläche. Diese Druckkontakte sind leicht zu montieren, ergeben immer gleich gute Kontakte und sind vor allem auch gegen starke Temperaturspannungen mechanisch stabil.

Die Zähler wurden mit kalthärtendem Araldit (3) in Halterungen aus Lavit eingekittet. Dies Verfahren ist an sich wenig vorteilhaft, wenn man die Zähler kühlen will. Versuche, die Zähler ohne Kitt in Halterungen aus Teflon zu fassen, waren nicht erfolgreich. Wir sind deshalb bei den Ringen aus Lavit und Araldit als Kitt geblieben.

Die auf die Vorder- und Rückseite der Kristalle aufgedampften Kontaktflächen waren bei unseren Zählern immer kreisrund. Der Durchmesser war unterschiedlich. Es wurden sowohl Schutzringzähler als auch Zähler mit einfachen Kontaktflächen hergestellt. Wir haben mit Schutzringzählern nach Fox und Borkowski keine guten Erfahrungen gemacht, da uns die Stabilisierung der Oberflächenleitfähigkeit durch Kochen in Dichromatlösung nicht gelungen ist. Die Behandlung mit Dichromat hatte bei uns ein erhöhtes Zählerrauschen zur Folge. Bei Zählern ohne Schutzringkonstruktion, bei denen also auf die Vorder- und die Rückseite der Kristallplättchen (Durchmesser von 20-23 mm) kreisrunde Kontaktflächen von 5 bis zu 14 mm Durchmesser aufgedampft waren, hatten wir diese Schwierigkeiten im allgemeinen nicht. Die Oberfläche der Zähler zwischen den Kontaktflächen und dem Kitt am Rand blieb unbehandelt. Trotzdem konnten an Zählern aus hochohmigem Material in einigen Fällen Spannungen von über 2000 V angelegt werden, ohne daß der Strom zu sehr anstieg. Das Potential nimmt von dem Rand des Vorderkontaktes zum Rand des Kristallplättchens offenbar so gleichförmig ab, daß es nicht zum Spannungsdurchbruch kommt. Der Kriechstrom längs der Oberfläche ist im allgemeinen klein gegenüber dem Generationsstrom (6). Wir haben dies dadurch gemessen, daß wir einige Schutzringzähler gebaut haben, bei denen (anders als bei Fox und Borkowski) die Kontaktfläche des Schutzringes auch nur einen äußeren Durchmesser

von etwa 12 mm hatte, d.h. die Oberfläche der Kristalle zwischen dem Schutzring und der Halterung blieb unbedampft. Der innere Kontakt hatte dabei einen Durchmesser von 5 mm. Diese Zähler waren geometrisch den von uns sonst verwendeten Zählern sehr ähnlich, wenn man den Schutzring und den zentralen Zählkontakt zusammennimmt. Aus dem Verhältnis der Sperrströme an den beiden Kontakten, das gleich dem Verhältnis ihrer Flächen sein sollte, kann man eindeutige obere Grenzen für den eigentlichen Oberflächenstrom angeben. Zähler dieser Konstruktion haben wegen der kleineren Kapazität und der besseren Definiertheit der Geometrie der Raumladungszone für quantitative Messungen Vorteile. Sie sind allerdings experimentell schwerer zu handhaben.

2. Messung der Impulshöhe bei Einschluß durch den Rückkontakt

Bei allen quantitativen Untersuchungen der Eigenschaften der Halbleiterzähler ist es ein großes Problem, den spezifischen Widerstand des Materials genau zu messen, aus dem der jeweilige Zähler gefertigt ist. Die vom Hersteller gemachten Angaben sind im allgemeinen zu ungenau. Ein Verfahren, den spezifischen Widerstand zu bestimmen, besteht darin, daß man bei angelegter Spannung U_A die Kapazität mißt. Hieraus kann man dann die Dicke der Feldzone und daraus den spezifischen Widerstand berechnen. Da die Kapazität von Oberflächen-Sperrschicht-Zählern aber frequenzabhängig ist und zudem noch eine vom Zählflächendurchmesser abhängige Flächenkorrektur auftritt, ist es sehr schwer zu einigermaßen richtigen Ergebnissen zu kommen (wird veröffentlicht).

Bei basisfreien Zählern kann man den spezifischen Widerstand relativ genau dadurch bestimmen, daß man die Spannung U_d mißt, bei der die Feldzone gerade den Rückkontakt erreicht. Da man die Dicke d des Kristallplättchens leicht genau messen kann, läßt sich aus d und U_d der spezifische Widerstand des Materials errechnen. U_d wird bei diesem Verfahren dadurch bestimmt, daß man α -Teilchen durch den Rückkontakt in den Zähler einschießt und mit einem ladungsempfindlichen Verstärker die Höhe der Impulse mißt (14). Man erhält die ersten Impulse, wenn die Feldzone etwa 300μ vom Rückkontakt endet. Zunächst sieht man Gruppen von Impulsen unterschiedlicher Höhe, die aber mit zunehmender Spannung immer mehr zusammenlaufen. Die Höhe der Impulse, die man beim Einschluß von vorne mißt, wird erst erreicht, wenn die Arbeitsspannung um 50 - 100 V über U_d liegt.

In Abb. 1 ist in Abhängigkeit von der am Zähler liegenden Spannung U_A die Impulshöhe der größten Impulse aufgetragen, die bei Einschluß von hinten wie

oben beschrieben erhalten werden. U_d läßt sich aus einer Extrapolation wie in Abb. 1 gezeigt - eindeutig und reproduzierbar bestimmen.

Man kann den Effekt, daß die Impulse beim Einschuß von hinten erst allmählich die volle Höhe erreichen, auch wenn die Feldzone bereits bis an den Rückkontakt reicht, erklären. Mißt man nämlich die Anstiegszeit dieser Impulse, wenn z.B. $U_A = U_d$ ist, so stellt man fest, daß diese von der Größenordnung $1/\mu\text{sec}$ ist (9). Sowohl durch die Rekombination im Plasmaschlauch der Ionisationsspur als auch durch die impulsformenden Zeitkonstanten des Verstärkers wird daher die Impulshöhe reduziert. Erst wenn die Feldstärke am Rückkontakt einige tausend V/cm erreicht, fällt dieser Effekt weg. Man beobachtet ähnliches auch beim Einschuß von vorne bei sehr kleiner Arbeitsspannung U_A .

Zu beachten ist, daß die Rekombination am Rückkontakt einen Einfluß auf die gemessene Impulshöhe haben wird, solange $U_A < U_d$ ist. Da die Rekombinationsgeschwindigkeit von der Vorbehandlung des Zählers abhängig ist, wird die Steilheit des Anstiegs der Impulshöhe mit der Arbeitsspannung etwas von den Versuchsbedingungen abhängig. Dies bringt für die Bestimmung von U_d jedoch keine größere Unsicherheit als etwa $\pm 1\%$. Die starke Verbreiterung der Impulse beim Einschuß von hinten, solange nicht $U_A > U_d$ ist, zeigt, wie wichtig es bei der Spektroskopie durchdringender geladener Teilchen ist, daß die Basis völlig abgebaut wird und eine gewisse "Überspannung" am Zähler liegt. Dies gilt besonders für den Fall, daß man mehrere Zähler als Teleskop hintereinanderschaltet und die Impulse der einzelnen Zähler dann addiert.

3. Das Auflösungsvermögen dicker Si-Zähler

Die nachfolgenden Messungen wurden mit ladungsempfindlichen Verstärkern (10,11) gemessen, deren Rauschen ohne angeschlossenen Detektor einer Energieunschärfe bei der Messung der Energie eines ionisierenden Teilchens von 1,0 bzw. 1,6 keV (Halbwertsbreite) entspricht. Die Messung wurde mit Konversionselektronen von dünnen Bi^{207} und Cs^{137} -Präparaten durchgeführt.

Abb. 2 zeigt das Spektrum eines Bi^{207} -Präparates, gemessen mit einem Zähler von 1,5 mm Dicke, dessen Feldzone bis an den Rückkontakt reicht. Wegen des relativ hohen Sperrstromes (die Kühlung war nicht ausreichend) hatten die Konversionselektronen eine Halbwertsbreite von 7,8 keV. Bei Zimmertemperatur betrug die Halbwertsbreite etwa 15 keV.

Zwei weitere Zähler mit Feldzonendicken von 1,96 mm ergaben bei guter Kühlung Halbwertsbreiten von 2,0 bzw. 2,1 keV (Abb. 3 und Fig. 3 in (11)), wobei hierbei die Halbwertsbreite des elektronischen Rauschens (mit angeschlossenenem Detektor!) jeweils zwischen 1,6 und 1,7 keV lag. Die bessere Auflösung als in Abb. 2 wurde dadurch erreicht, daß durch ausreichende Kühlung der Sperrstrom unter $2 \cdot 10^{-10}$ A gedrückt wurde. Außerdem war die Kapazität der Zähler etwa eine Größenordnung kleiner. Aus den Messungen, deren Ergebnis die Abbildung 3 und Fig. 3 in (11) zeigen, erhielten wir für den Fano-Faktor einen Wert, der zwischen 0,11 und 0,15 liegt (vergl. auch (10,11)).

Abschließend sei noch das Auflösungsvermögen von Zählerteleskopen gezeigt. In Abb. 4 ist das Impulshöhenspektrum wiedergegeben, bei der die Konversionselektronen eines Bi^{207} -Präparates mit zwei hintereinander gestellten Zählern gemessen wurde. Der erste Zähler war 0,28 mm dick, der zweite 2 mm. Beide Zähler waren mit Eiswasser gekühlt. Die Impulse der beiden Zähler wurden auf den selben Verstärker gegeben. Die mit den einzelnen Zählern gemessene Halbwertsbreite für Konversionselektronen betrug 10 keV bzw. 12 keV. Die gemessene Halbwertsbreite für den Summenimpuls betrug 16,5 keV und war daher nur 11% größer, als nach der quadratischen Addition der einzelnen Halbwertsbreite zu erwarten wäre.

In Abb. 5 ist ein ähnlicher Versuch für Deuteronen mit einer Energie von 51 MeV aus dem Karlsruher Zyklotron gezeigt. Es handelte sich hierbei um erste Messungen, bei denen der Zyklotronstrahl noch nicht optimal eingestellt war. Die unter 20° an einem Al-Target ($270 \mu\text{g}/\text{cm}^2$) gestreuten Deuteronen werden in drei hintereinander unter 44° zum Streustrahl angeordneten Zählern völlig abgestoppt. Alle Zähler wurden während der Messung mit "Überspannung" betrieben, damit war sichergestellt, daß keine tote Restdicke bzw. keine Rekombination das Auflösungsvermögen der Meßanordnung verschlechterte.

Insgesamt standen somit 8 mm Feldzone zur Verfügung. Die Reichweite von 51 MeV Deuteronen beträgt in Silizium 7,45 mm. Wegen der Anisotropie des spezifischen Energieverlustes im Silizium-Einkristall (12) wurden die Zähler so ausgerichtet, daß die Strahlrichtung des Streustrahls weder parallel zu einer Kristallachse noch in einer Kristallebene verlief (13). Die elektronische Halbwertsbreite der Meßanordnung während des Zyklotronbetriebes war kleiner als 70 keV.

Diese Versuche zeigen, daß es möglich ist, mit basisfreien Zählern in Teleskopanordnungen die Energie auch von Teilchen mit großer Reichweite mit guter

Energieauflösung zu messen. Insbesondere an Beschleunigern ist diese Möglichkeit von großem Interesse, weil diese Halbleiterzähler zusätzlich den Vorteil haben, daß die Anstiegszeit der Impulse von der Größenordnung 20 nsec ist (9).

Bei der Herstellung der Zähler und der Auswertung der Meßergebnisse war uns die Mitarbeit von Fräulein G. Korde eine große Hilfe.

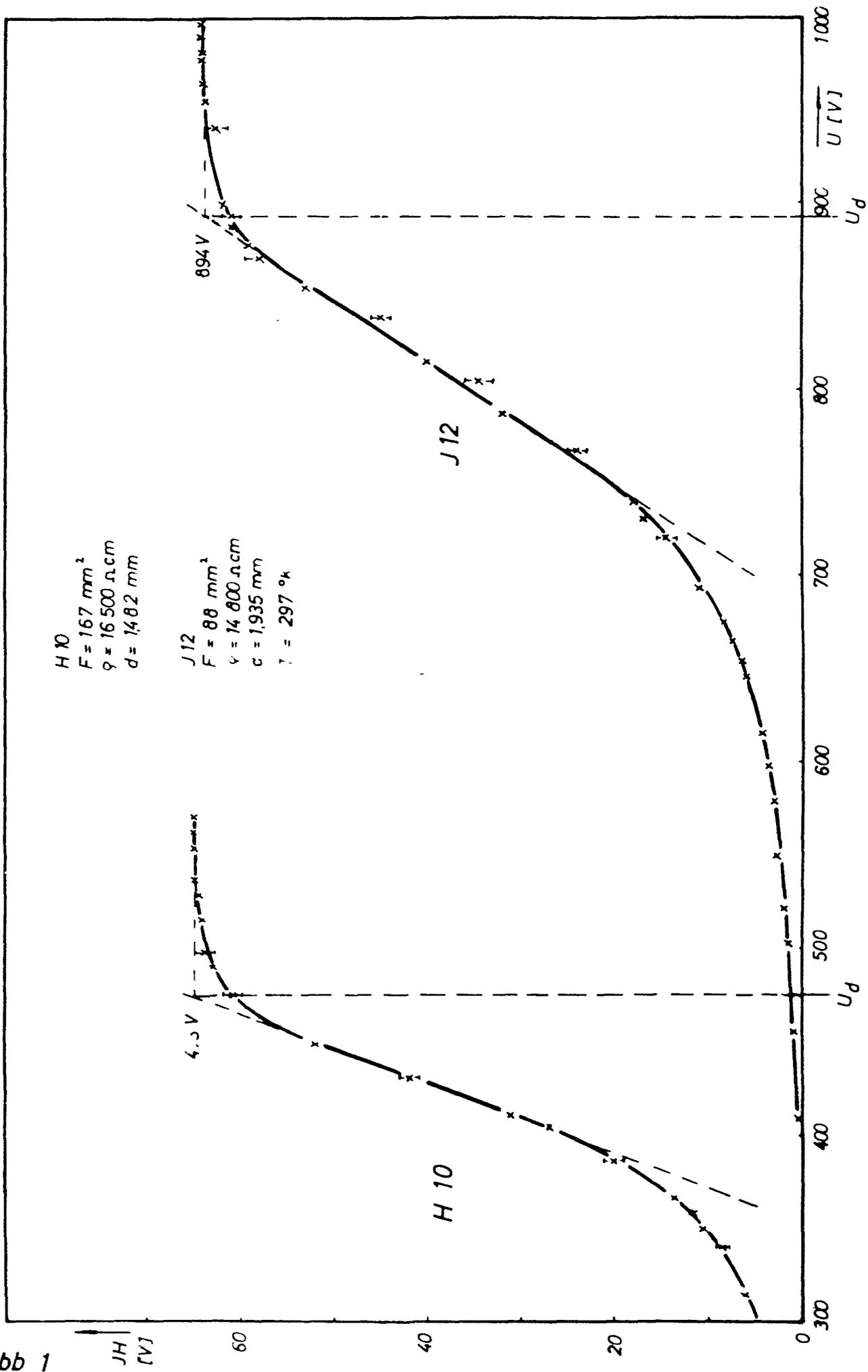


Abb 1

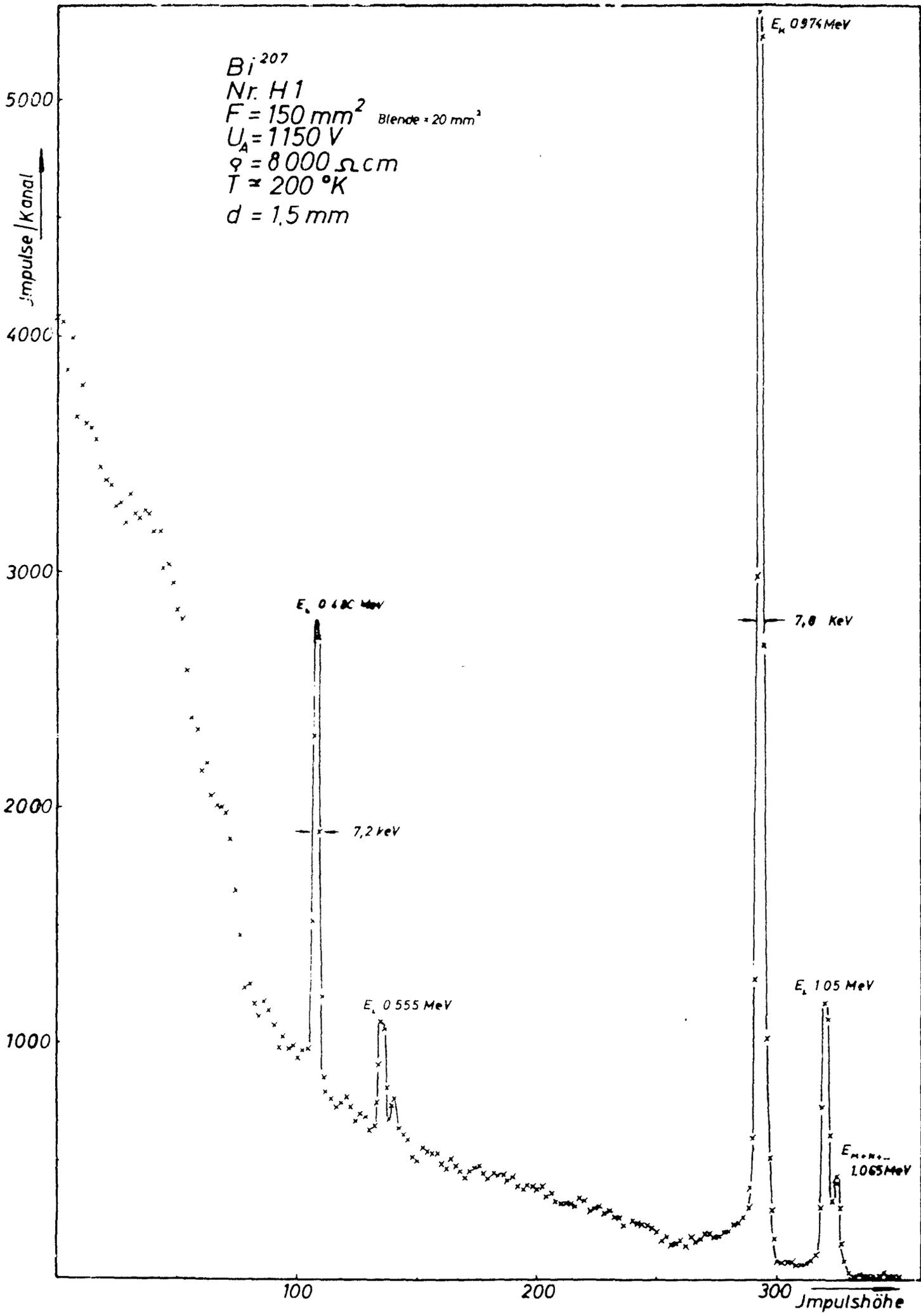
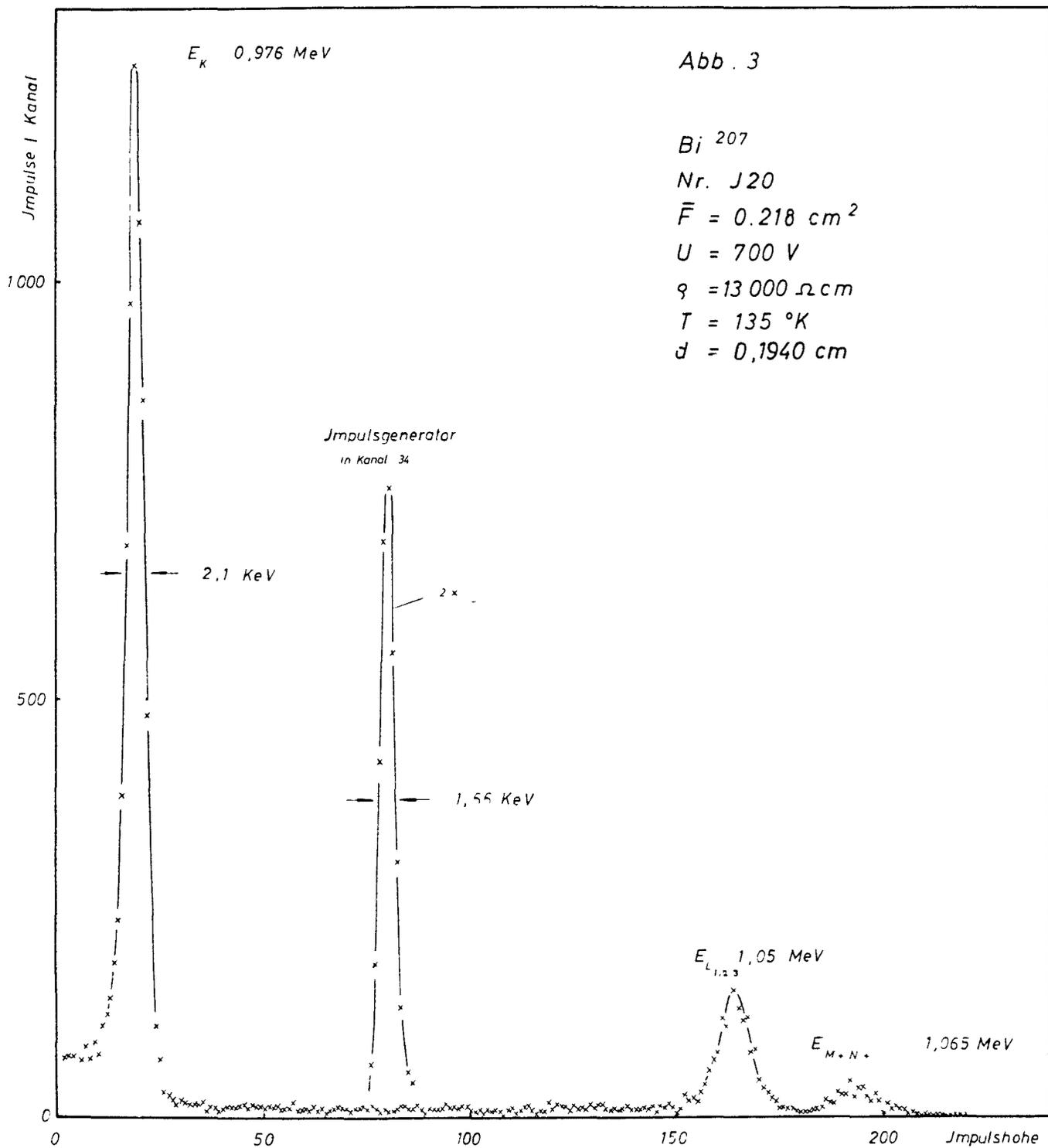


Abb. 2



Teleskopanordnung.

Bi ^{207}

Nr. E 6

$F = 87 \text{ mm}^2$

$\rho = 10\,000 \Omega \text{ cm}$

$U_A = 41 \text{ V}$

$U_d = 26 \text{ V}$

Zähler 1

Nr. J 14

$F = 94 \text{ mm}^2$

$\rho = 15\,000 \Omega \text{ cm}$

$U_A = 400 \text{ V}$

Zähler 2

$E_x = 0,974 \text{ KeV}$

16,5 KeV

$E_x = 0,480 \text{ KeV}$

$E_L = 0,555 \text{ KeV}$

$E_L = 1,05 \text{ KeV}$

Impulshöhe

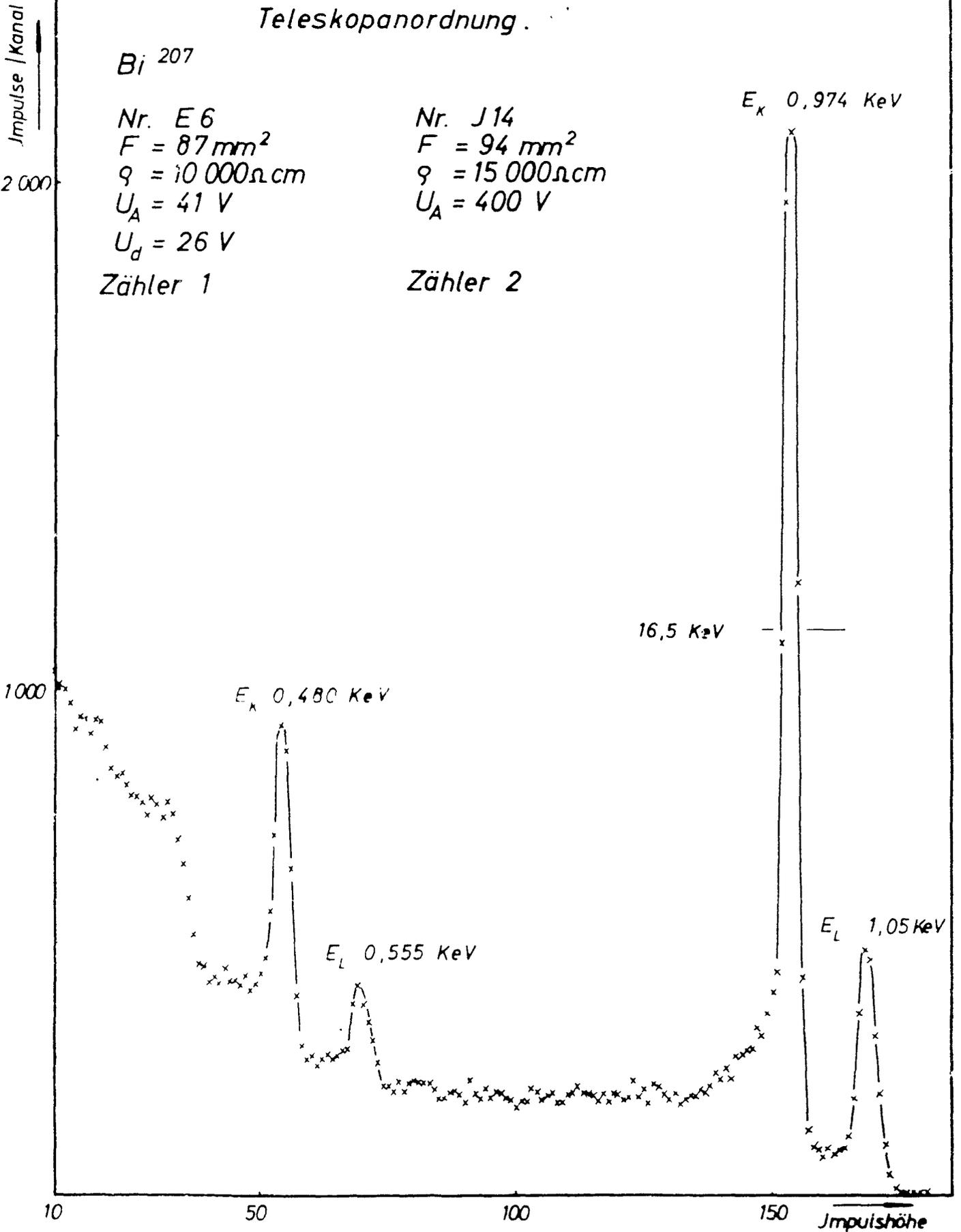
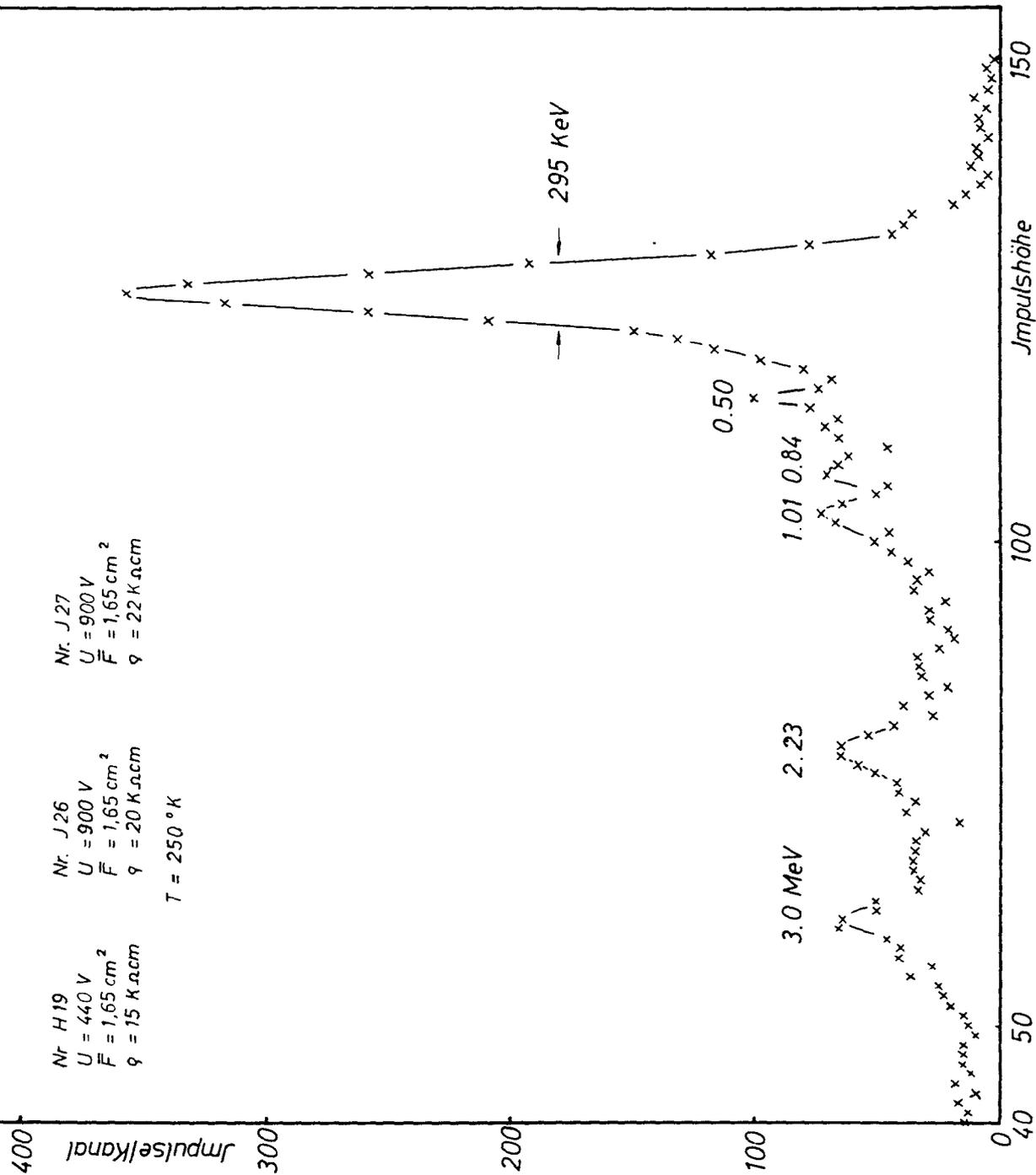


Abb. 4

Fig. 5 Streuung von 51 MeV-Deuteronen an Al²⁷ unter 20°



Literatur

- (1) H.E. Wegner
dE/dx and E Semiconductor Systems for 25 MeV He³
an α -Particles. IRE Transactions on Nucl. Science NS8 Jan. 1961 No. 1
- (2) G. Dearnaley and A.B. Whitehead
The Semiconductor Surfaces Barrier For Nuclear Particle Detection
AERE - R 3662
- (3) R.J. Fox and C.J. Borkowski
Silicon Surfaces Barrier Detectors with high reverse breakdown Voltages
IRE Transactions on Nuclear Science NS 9 - June 1962, Nr. 3
- (4) E.D.Klema
Preparation of high-resistivity Silicon Surface-Barrier Detectors for
use at large reverse bias Voltages
Nucl. Instr. and Methods 20 (1964) 205-208
- (5) H.M. Mann and F.J. Janarek
Adherent Gold Plating on Silicon
The Review of Scientific Instruments, Vol. 33, Nr. 5 May 1962
- (6) H.J.Langmann and O. Meyer
Der Sperrstrom von Oberflächen-Sperrschicht-Zählern
(wird veröffentlicht)
- (7) P.T. Andrews (Editor J.B. Birks)
Thin surface barrier counters Proceedings of the Symposium on Nucl.Instr.,
Harwell 1961, London 1962
- (8) L.P. Hunter
Handbook of Semiconductor Electronics
ME-Graw-Hill 1962
- (9) O. Meyer and H.J.Langmann
Die Beweglichkeit "heißer" Elektronen und ihr Einfluß auf die Anstiegs-
zeit der Impulse von Halbleiterzählern aus n-Silizium ,Nucl.Instr.a.Meth.34,
1965,77
- (10) H.J.Langmann and O. Meyer
Ein rauscharmer ladungsempfindlicher Vorverstärker für Halbleiterzähler
Nucl. Instr. and Methods 30 (1964) 135
- (11) O. Meyer
Ein rauscharmer ladungsempfindlicher Vorverstärker mit Feld-Effekt-
Transistoren
Nucl. Instr. and Methods 33 (1965) 164
- (12) G. Dearnaley
The channeling of ions through silicon detecotrs IEEE Transaction
Nuclear Science NS 11 June 1964, No. 3
- (13) C Erginsoy, H.E.Wegner, W.M. Gibsen
Anisotropie Energy loss of light particles of Mev Energies in thin
silicon single crystals
Physical Review Letters Vol.13, No. 17 530
- (14) J.W. Mayer
the "State-of-Art" in Nuclear Particle Detectors
IRE Trans. on Nucl. Science NS-9, June 1962

- Abb. 1 Impulshöhe in Abhängigkeit von der Sperrspannung bei Einschluß
in die Rückseite.
Bestimmung des spez. Widerstandes aus der extrapolierten
Spannung U_d .
- Abb. 2 Impulshöhenspektrum der Konversionselektronen von Bi^{207} ,
gemessen mit einem basisfreien 1,5 mm dicken Oberflächen-
Sperrschicht-Zähler.
- Abb. 3 Impulshöhenspektrum der Konversionselektronen von Bi^{207} ,
gemessen mit einem basisfreien 2 mm dicken Oberflächen-
Sperrschicht-Zähler
- Abb. 4 Impulshöhenspektrum der Konversionselektronen von Bi^{207} ,
gemessen mit einer Teleskopanordnung von zwei Oberflächen-
Sperrschicht-Zählern.
- Abb. 5 Impulshöhenspektrum gestreuter 51 Mev Deuteronen, gemessen
mit einer Teleskopanordnung von drei basisfreien Oberflächen-
Sperrschicht-Zählern.