

Comitato Nazionale per l'Energia Nucleare
ISTITUTO NAZIONALE DI FISICA NUCLEARE

Sezione di Milano
66/10

INFN/BE - 66/10
17 Ottobre 1966.

G. Di Benedetto, G. Redaelli e L. Zetta: RIVELATORI AL
SILICIO A BARRIERA SUPERFICIALE: METODI DI COSTRU
ZIONE, CARATTERISTICHE E APPLICAZIONI. -

Istituto Nazionale di Fisica Nucleare
Sezione di Milano

INFN/BE-66/10
17 Ottobre 1966

G. Di Benedetto^(x), G. Redaelli⁽⁺⁾ e L. Zetta^(o): RIVELATORI AL SILICIO
A BARRIERA SUPERFICIALE: METODI DI COSTRUZIONE, CARATTE-
RISTICHE E APPLICAZIONI. -

1. INTRODUZIONE -

Il vasto campo di applicazione dei rivelatori a semiconduttore nella fisica nucleare, l'elevato costo con cui vengono messi in commercio, la necessità di disporre di tipi particolari, quanto a forma e dimensioni, giustificano sovente la costituzione in molti laboratori di ricerca di un gruppo tecnologico in grado di preparare rivelatori a stato solido ed in particolare rivelatori a barriera superficiale, in quanto per questi ultimi l'attrezzatura di base è piuttosto semplice.

Molti lavori^(1, 2, 3, 4, 5) sono stati pubblicati su questo argomento: il metodo di costruzione quindi è ormai sostanzialmente noto; soltanto particolari esigenze inducono i costruttori ad apportare qualche modifica. Rispetto ai procedimenti tradizionali di costruzione le modifiche da noi apportate consistono essenzialmente nello speciale trattamento delle superficie (aggiunta di iodio alla soluzione di CP-4), nella realizzazione di tipi particolari di montaggio, e nell'impiego di nuovi tipi di resine.

Nel nostro laboratorio sono stati costruiti rivelatori a barriera superficiale seguendo due tecniche diverse.

(x) - Istituto di Fisica dell'Università di Milano - Gruppo Raggi Cosmici C. N. R.

(+) - Laboratori CISE - Milano

(o) - Istituto di Fisica dell'Università di Milano Gruppo Fisica Nucleare di bassa energia I. N. F. N.

2.

Poichè in misure di fisica nucleare è necessario disporre di rivelatori che possono funzionare a basse temperature e con buona risoluzione, sulle basi del lavoro di Fabri e Redaelli⁽⁴⁾ sono stati realizzati dispositivi con contatti elastici di diversa area utile e spessore. Rivelatori di questo tipo sono stati impiegati per misure di reazioni di "pick-up" indotte da neutroni da 14.08 MeV e per misure di reazioni indotte dal fascio di protoni da 38 MeV del ciclotrone di Milano.

In ricerche di fisica spaziale d'altra parte montaggi robusti e compatti, larghe aree ed elevati spessori della regione di barriera sono caratteristiche indispensabili richieste ai rivelatori. A tale scopo ci siamo anche indirizzati verso l'impiego delle resine epossidiche secondo la tecnica di Fox e Borkwski⁽³⁾ poichè tale tecnica appare offrire attualmente una migliore soluzione a questi problemi.

2. TECNICHE DI COSTRUZIONE -

La qualità del materiale che si impiega è di importanza fondamentale per la buona riuscita dei rivelatori. Si è utilizzato con buoni risultati Si tipo N acquistato presso la ditta Wacker-Chemie GMBH di Monaco avente le seguenti caratteristiche:

- Si monocristallino, tirato a zone, orientazione (1, 1, 1)
- drogato con fosforo
- EPD/cm²: < 30.000/cm²
- resistività da 400 Ω cm fino a 30.000 Ω cm
- vita media dei portatori > 1000 μ sec
- diametro dei dischi: 10 mm - 20 mm - 23 mm
- superficie piane e parallele entro 1 μ m e lappate con Lap Compound 1850.

I dischi lappati sonobolliti in acido nitrico concentrato al fine di eliminare ogni traccia residua di impurezze dovuta alle precedenti lavorazioni. Durante questa operazione si ha cura che il materiale non subisca brusche variazioni di temperatura.

Rivelatori a contatti elastici

Il trattamento chimico della superficie è effettuato secondo il metodo ormai tradizionale: i dischi subiscono un attacco chimico a temperatura ambiente in tre bagni di CP-4 della durata di 2', 2', 1' rispettivamente, in modo da eliminare uno spessore minimo di 150 μ m totali di silicio.

La soluzione di CP-4 consiste di:

5 volumi di acido nitrico^(x), concentrazione 70%
 3 volumi di acido fluoridrico^(x), concentrazione 50%
 3 volumi di acido glaciale acetico^(x), concentrazione 99,5%
 ed è preparato circa 8 ore prima di essere utilizzato.

I tre bagni sono intervallati da lavaggi accurati in acqua distillata normale. L'ultimo bagno acido contiene disciolta una piccola quantità di iodio. Dopo il processo di attacco chimico i dischi di silicio sono ripetutamente lavati in acqua bidistillata deionizzata, curando che non vengano in contatto con l'atmosfera esterna. Dopo essere stati accuratamente essiccati sono mascherati con mica per la metallizzazione di Al in corrispondenza della regione dell'elettrodo positivo. Tale superficie è immersa in una scarica a bagliore in aria secca a bassa pressione ($< 10^{-2}$ torr) per 5 minuti⁽⁴⁾; successivamente su di essa è evaporato a flash uno strato di Al dello spessore di $1 \mu\text{m}^{(o)}$.

Dopo questa operazione la superficie su cui si dovrà depositare lo strato di oro per ottenere il contatto rettificante subisce un ulteriore attacco chimico in un bagno di CP-4 della durata di 1' in cui è disciolto dello iodio. Durante questo bagno si ha cura di proteggere la superficie già metallizzata. I dischi sono poi lavati in acqua bidistillata deionizzata e conservati per almeno due giorni in ambiente secco. Da ultimo si effettua l'evaporazione di uno strato sottile di oro di densità superficiale di $50 \mu\text{g}/\text{cm}^2$, che sarà successivamente rinforzato in corrispondenza della regione di contatto.

Nel caso in cui la barriera dei rivelatori non fosse completamente formata a causa di eventuali strati estranei in superficie (tracce di vapore) si è sperimentato che un trattamento a 120°C per 5 ore in atmosfera pura può essere sufficiente perchè i rivelatori acquistino buone caratteristiche di funzionamento.

Il montaggio dei rivelatori è stato studiato in modo da permettere l'impiego a basse temperature. I dischi vengono montati in contenitori ceramici di stumatite. Tale materiale è fornito dalla Merlin-Gerin di

(x) - I prodotti chimici impiegati sono della classe di purezza "grado elettronico".

(o) - Per la formazione del contatto di tipo ohmico sono state fatte con buoni risultati alcune prove rifacendoci al lavoro di S. L. Matlow e E. L. Ralph⁽⁶⁾. Infatti controllando i cicli di riscaldamento e di raffreddamento attorno alla temperatura dell'eutettivo Al-Si è possibile impedire la formazione della fase β della lega Al-Si sulla superficie del Si. In questo modo si ottiene un contatto di tipo ohmico. Ulteriori prove a questo proposito sono in corso.

S. Vallier. Si tratta di una roccia silico alluminosa che allo stato naturale può essere lavorata con le comuni tecnologie. Dopo essere stata stabilizzata ad alta temperatura non può subire ulteriori processi di lavorazione meccanica per l'elevato grado di durezza acquisito. Le proprietà più interessanti per i nostri scopi sono l'elevata conducibilità del calore per cui sono ridotti i gradienti di temperatura durante i cicli termici, il coefficiente di dilatazione lineare che in un ampio campo di temperature è simile a quello del silicio, l'elevato valore della resistività di volume e di superficie. E' stata sperimentata la temperatura di stabilizzazione alla quale non si verificano modificazioni geometriche del pezzo lavorato. Il valore di tale temperatura risulta di 1150°C . Dopo questo trattamento di stabilizzazione i contenitori da noi preparati (fig. 1) (fig. 2) presentano correnti di perdita superficiale dell'ordine di 10^{-9} A a 1000 V di tensione applicata anche in ambiente umido. Se si vogliono ridurre ulteriormente tali perdite superficiali è necessario immergerli in una soluzione di olio di silicone in tetracloroetilene e quindi cuocerli a 350°C per alcune ore. Si forma in questo modo una sottile pellicola protettiva di un polimero del silicone. A differenza di tutti gli altri tipi di ceramica (Lavite, Sintox) per questo materiale il trattamento di isolamento superficiale mediante la soluzione di olio di silicone in tetracloroetilene sopra descritto può quindi non essere necessario.

Gli elettrodi esterni sono realizzati con contatti elastici ricavati da microrelais. In fig. 1 e 2 sono mostrati i vari componenti prima del montaggio e dopo il montaggio per rivelatori a dE/dx e per rivelatori del tipo integrale, rispettivamente. Tutte le parti metalliche subiscono un processo di deossidazione, sabbiatura e doratura a spessore.

Rivelatori incapsulati con resine epossidiche

Il metodo di montaggio con resine epossidiche è analogo a quello impiegato da Fox e Borkowski. Subito dopo l'attacco chimico effettuato in condizioni simili a quelle dei precedenti rivelatori il cristallo viene incapsulato in un contenitore di stumatite con una resina del tipo amminico (CIBA Araldit D CY230 con Indurente HY951 nel rapporto 10/1). Questa prima resina è lasciata indurire a temperatura ambiente per circa due giorni in presenza di gel di silice ed in ambiente protetto da polvere. Successivamente è applicato uno strato di resina epossidica con indurente di tipo poliamidico per la protezione dei bordi della giunzione (CIBA Araldit E CY232 con Indurente HY840 nel rapporto 2:1). Nei rivelatori integrali l'applicazione dello strato protettivo viene fatta solo sui bordi della superficie trattata chimicamente; nei rivelatori a trasmissione totale (dE/dx) i bordi di entrambe le superficie subiscono il trattamento di protezione come è mostrato schematicamente in fig. 3. Le modalità di indurimento di questo secondo strato sono analoghe a quelle descritte per la resina del primo tipo.

Successivamente è effettuata, per evaporazione sotto vuoto

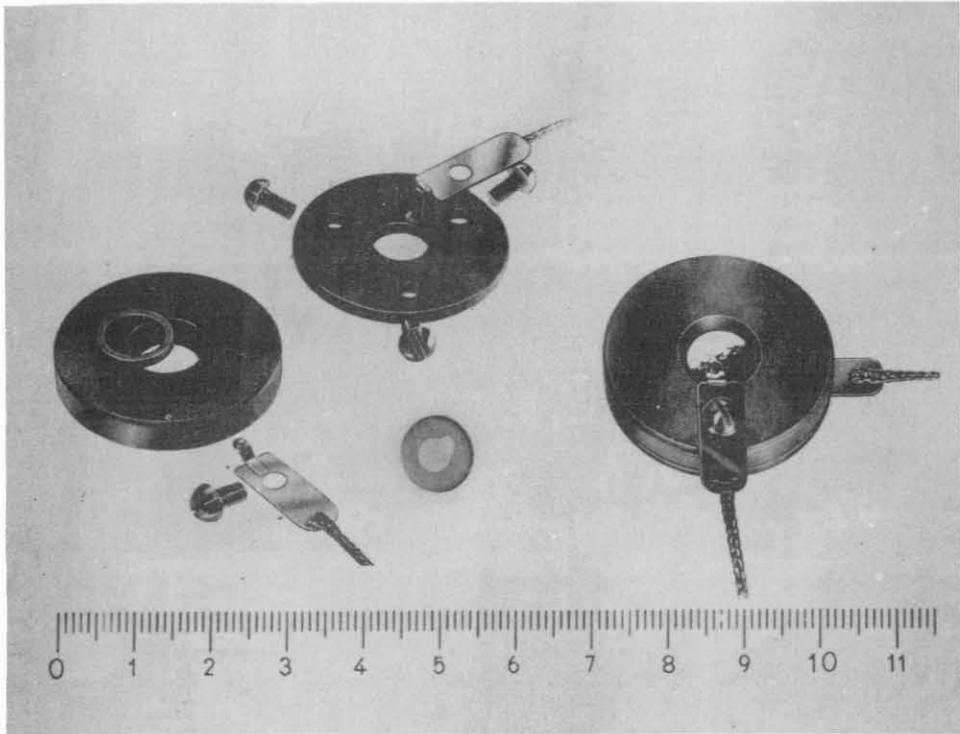


FIG. 1 - Componenti di un rivelatore da utilizzare come dE/dx prima e dopo il montaggio.

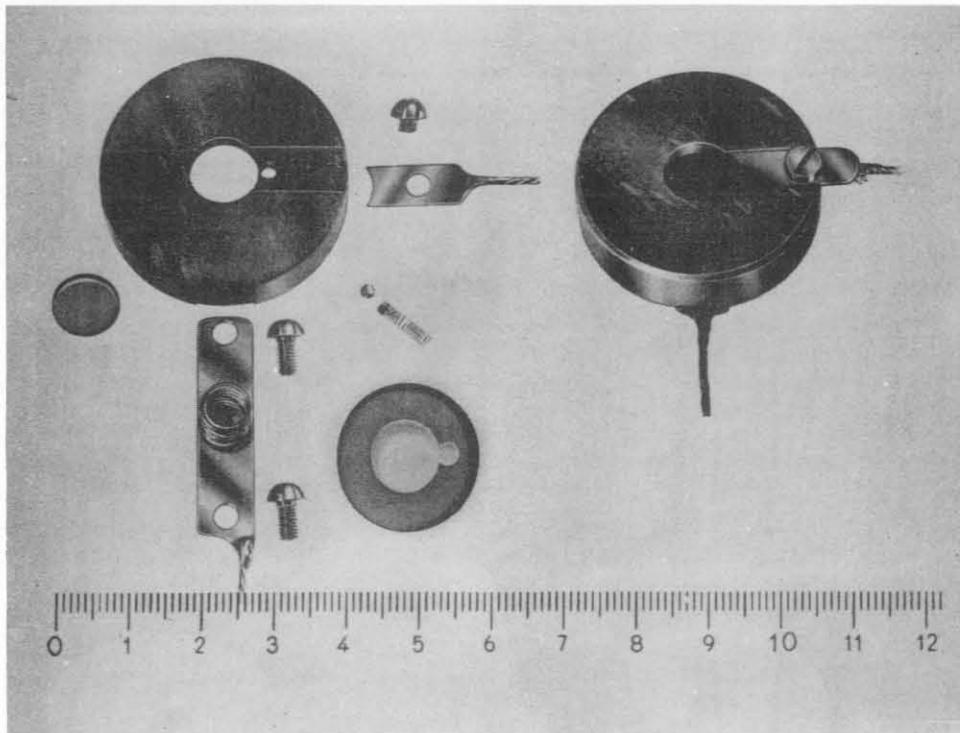


FIG. 2 - Componenti di un rivelatore da utilizzare come integrle prima e dopo il montaggio.

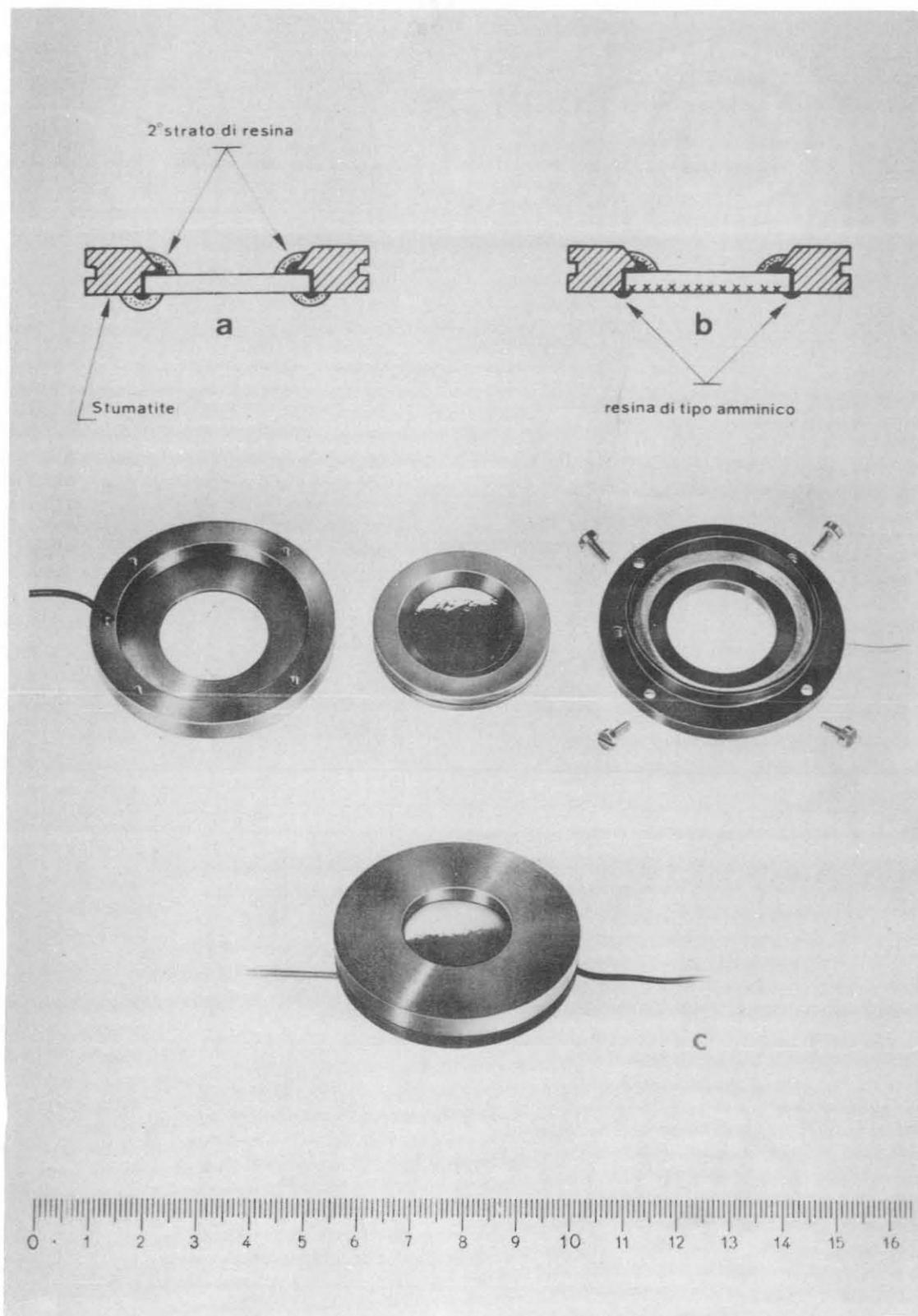


FIG. 3 - a) Metodo usato per incapsulare rivelatori $dE:dx$; b) Metodo usato per incapsulare rivelatori integrali; c) Fotografia di rivelatori incapsulati.

(10^{-5} torr), l'applicazione degli strati metallici per la formazione del contatto rettificante (Au) e di quello di tipo ohmico (Al).

Per avere un robusto contatto esterno dello strato di Au, sui bordi del contenitore è applicata una pasta conduttrice (Silver Print G. C. N. 21-2). E' importante effettuare questa applicazione prima di incapsulare il cristallo.

I rivelatori sono quindi lasciati per circa una settimana in ambiente privo di polvere e ad umidità costante. Questo processo di invecchiamento è di notevole importanza agli effetti di una efficiente formazione della barriera superficiale.

3. CARATTERISTICHE DEI RIVELATORI -

Le caratteristiche corrente-tensione sono normalmente rilevate ponendo il rivelatore in una cella raffreddata alla temperatura dell'acqua corrente (16°C) in presenza di gel di silice, quando si è raggiunto l'equilibrio termico. Nelle figure 4, 5, 6, 7, 8 sono riportate alcune di queste caratteristiche per rivelatori costruiti con materiale di diverse resistività. Si è indicato con una linea tratteggiata la tensione per la quale la regione di carica spaziale occupa tutto lo spessore del disco. Questo valore di tensione può essere approssimativamente valutato in base allo spessore del disco e alla resistività del materiale impiegato. Per una migliore valutazione di questo valore di tensione dato che la resistività dei dischi di silicio in particolare per elevati valori di ρ è conosciuta con una indeterminazione di $\sim 30\%$, si è anche eseguita una misura diretta: si sono iniettate particelle α dell' Am^{241} attraverso il contatto di tipo ohmico e si è riportata in funzione della tensione applicata la posizione sullo spettro del

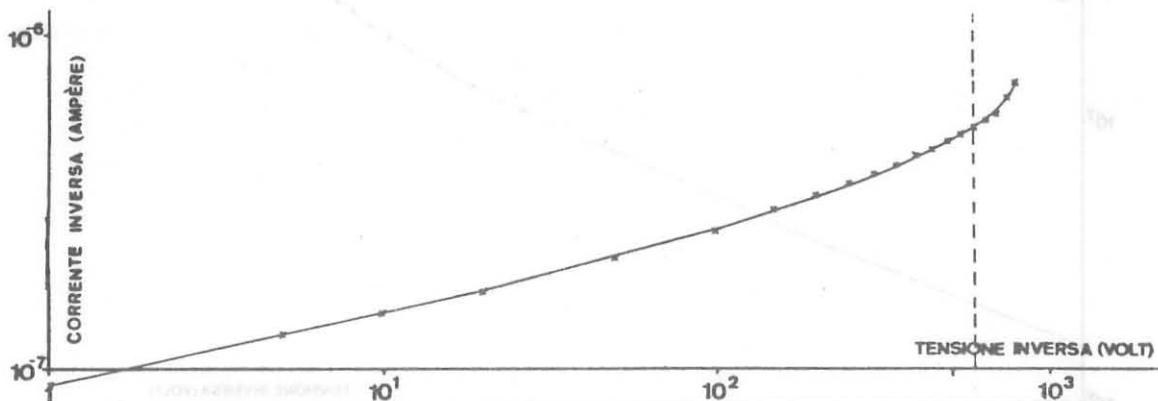


FIG. 4 - Caratteristica corrente-tensione inversa per un rivelatore a contatti elastici rilevata alla temperatura di 16°C . Resistività: 20.000 - 30.000 ohm cm; area utile 68 mm^2 ; spessore $1800 \mu\text{m}$.

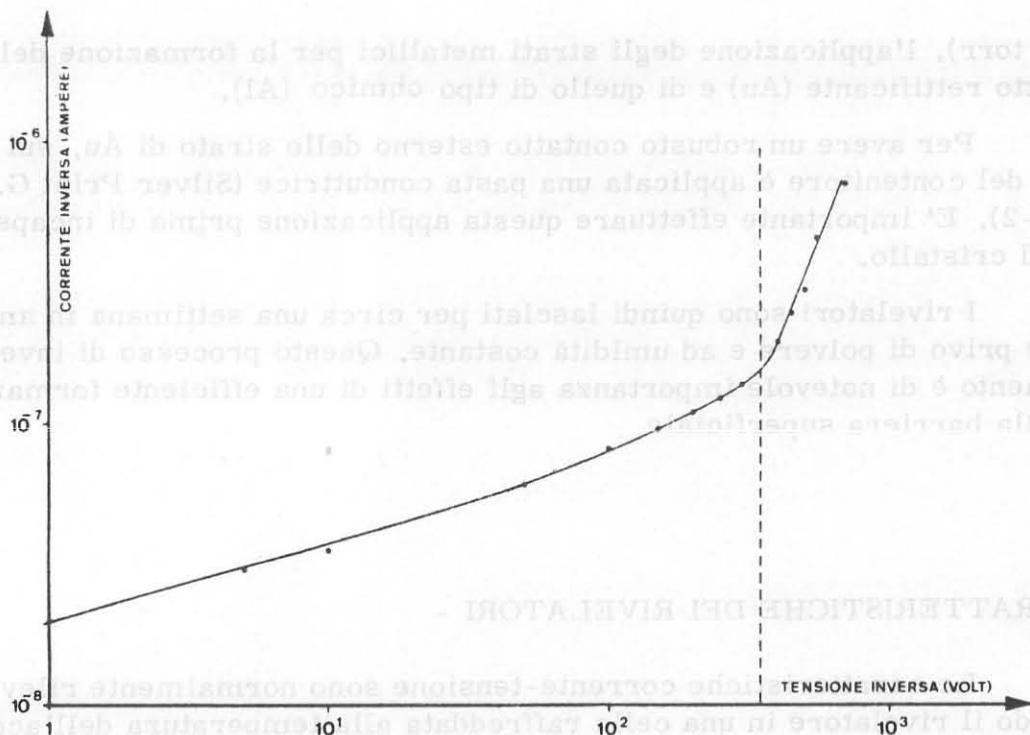


FIG. 5 - Caratteristica corrente-tensione inversa per un rivelatore a contatti elastici rilevata alla temperatura di 16°C . Resistività: 25.000 ohm ; area utile: 12 mm^2 ; spessore: $1500\text{ }\mu\text{m}$.

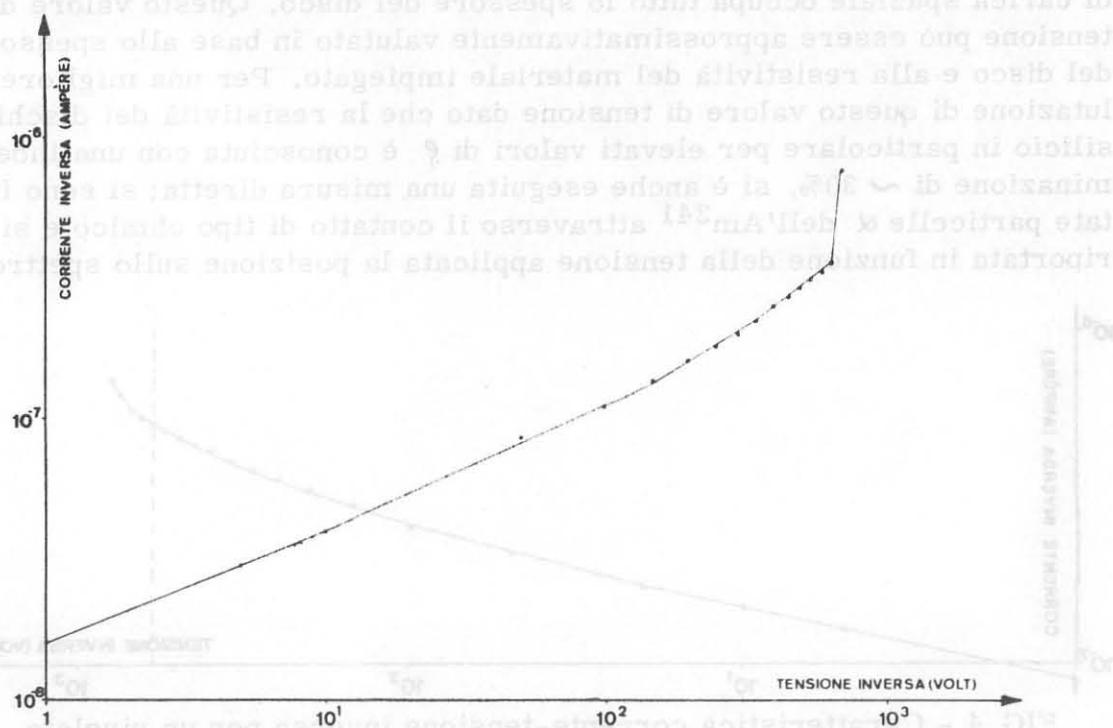


FIG. 6 - Caratteristica corrente-tensione inversa per un rivelatore integrale e incapsulato in resine epossidiche, rilevata alla temperatura di 16°C . Resistività: 10.000 ohm cm ; area utile: 25 mm^2 .

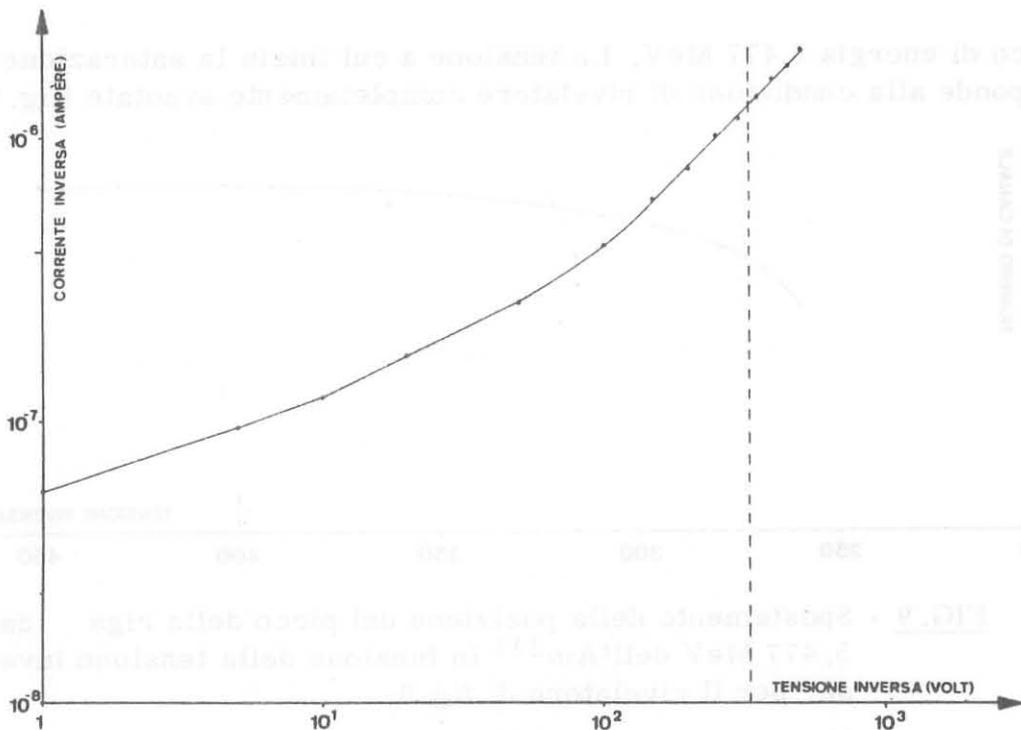


FIG. 7 - Caratteristica corrente-tensione inversa per un rivelatore dE/dx incapsulato in resine epossidiche, rilevata alla temperatura di 23°C . Resistività: 10.000 ohm cm ; area utile: 160 mm^2 ; spessore: $850 \text{ }\mu\text{m}$.

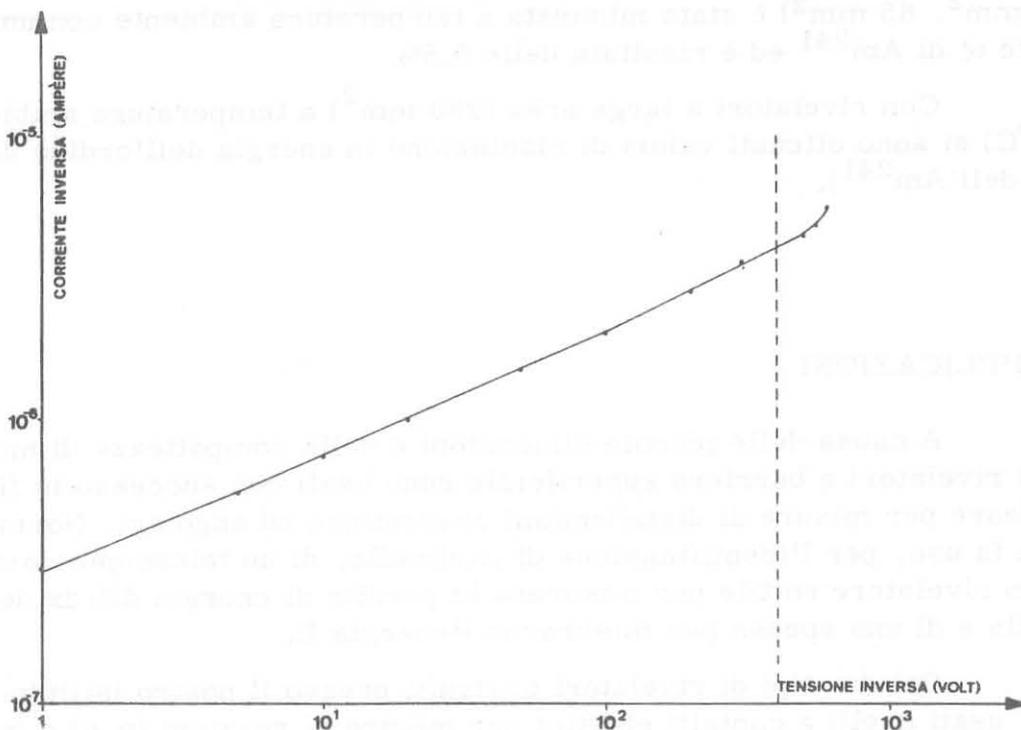


FIG. 8 - Caratteristica corrente-tensione inversa per un rivelatore dE/dx incapsulato in resine epossidiche, rilevata alla temperatura di 23°C . Resistività: $20.000 - 30.000 \text{ ohm cm}$; area utile: 280 mm^2 ; spessore: $1600 \text{ }\mu\text{m}$.

8.

picco di energia 5,477 MeV. La tensione a cui inizia la saturazione corrisponde alla condizione di rivelatore completamente svuotate (fig. 9).

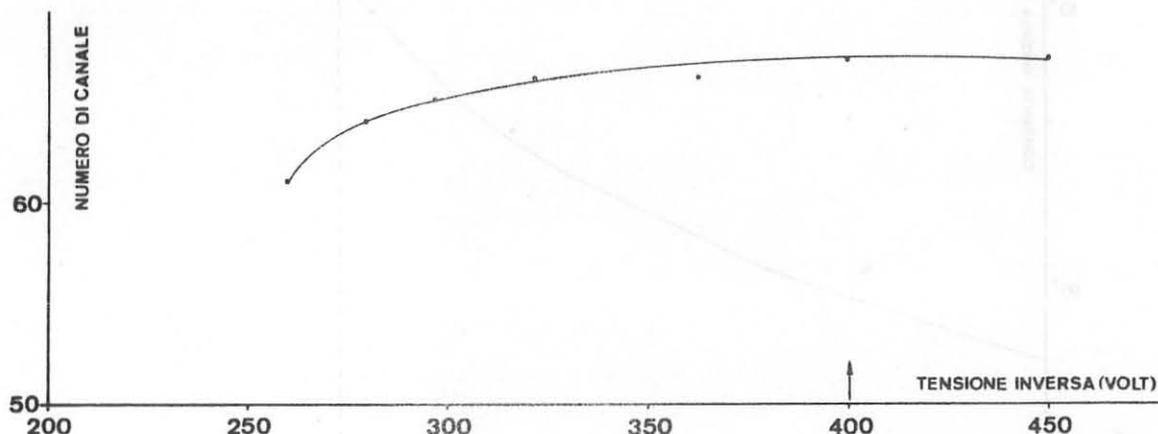


FIG. 9 - Spostamento della posizione del picco della riga da 5,477 MeV dell' Am^{241} in funzione della tensione inversa, per il rivelatore di fig. 8.

Da una analisi delle caratteristiche riportate si nota che per rivelatori del tipo dE/dx è possibile applicare tensioni maggiori di quelle che corrispondono alla condizione di svuotamento totale.

La risoluzione energetica per rivelatori di piccola area utile (12 mm^2 , 65 mm^2) è stata misurata a temperatura ambiente con una sorgente α di Am^{241} ed è risultata dello 0.5%.

Con rivelatori a larga area (280 mm^2) a temperatura ambiente (23°C) si sono ottenuti valori di risoluzione in energia dell'ordine del 2% (α dell' Am^{241}).

4. APPLICAZIONI -

A causa delle piccole dimensioni e della compattezza di montaggio i rivelatori a barriera superficiale sono usati con successo in fisica nucleare per misure di distribuzioni energetiche ed angolari. Normalmente si fa uso, per l'identificazione di particelle, di un telescopio costituito da un rivelatore sottile per misurare la perdita di energia dE/dx della particella e di uno spesso per misurarne l'energia E .

Dei due tipi di rivelatori costruiti presso il nostro Istituto sono stati usati quelli a contatti elastici per misure di reazioni (n, d) e (n, p) . I deutoni ed i protoni emessi nell'interazione dei neutroni da 14,08 MeV con l'elemento che costituisce la targhetta sono rivelati per mezzo di un telescopio costituito da un rivelatore a dE/dx ($80 \mu\text{m}$) e da un rivelatore

integrale E (1800 μm) che permettono di eseguire la discriminazione di massa.

Per ridurre il fondo sono necessarie ulteriori coincidenze realizzate con due contatori proporzionali a gas, uno dei quali posto in coincidenza con i rivelatori dE/dx ed E il secondo in anticoincidenza rispetto ai due rivelatori a stato solido e al primo contatore proporzionale. La miscela di gas usata è costituita dall'84% di A e dal 14% di CO_2 . I rivelatori a barriera superficiale lavorano in presenza di questi gas senza che si sia riscontrato alcun danneggiamento.

In questo tipo di misure con neutroni si è riscontrato che rivelatori del tipo dE/dx costruiti con Si di bassa resistività (400 ohm.cm) hanno caratteristiche stabili nel tempo sotto irraggiamento con neutroni veloci. Al contrario rivelatori costruiti con Si di base a resistività elevata (> 20.000 ohm.cm) mostrano dopo circa due mesi di impiego (dose totale di neutroni veloci 10^{15}n) modifiche di funzionamento caratterizzate da un aumento di un ordine di grandezza della corrente inversa e del rumore di fondo, aumento che ne impedisce ulteriori utilizzazioni.

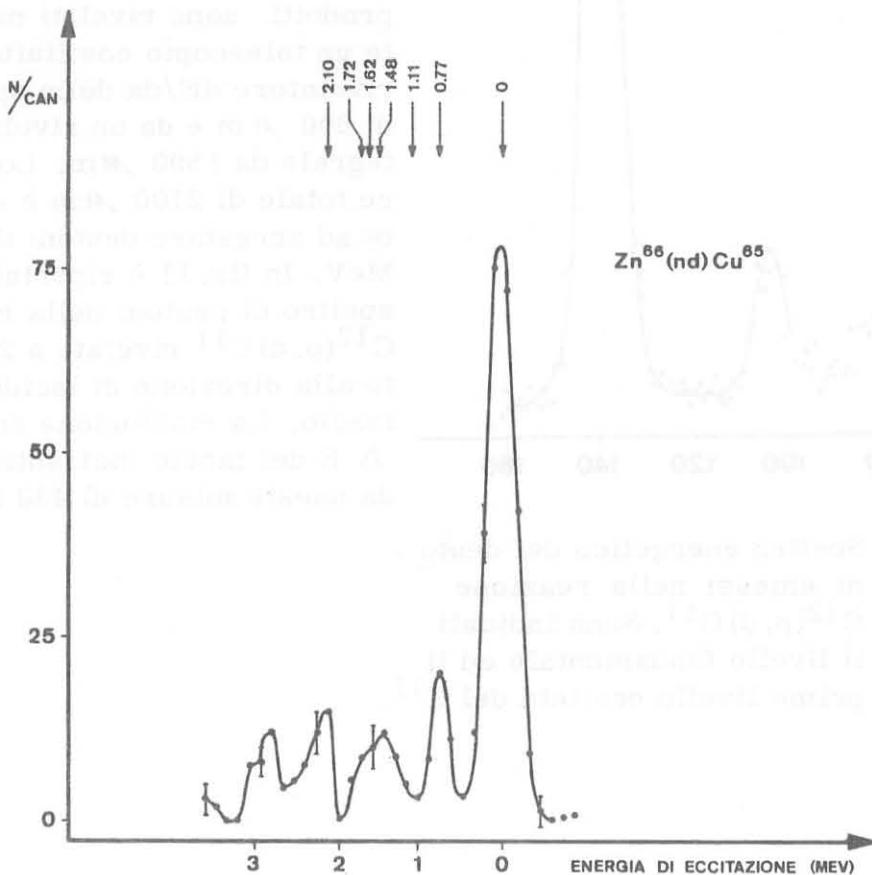


FIG. 10 - Spettro energetico dei deutoni emessi nella reazione $\text{Zn}^{66}(\text{n}, \text{d})\text{Cu}^{65}$. Sono indicati i livelli del nucleo residuo Cu^{65} .

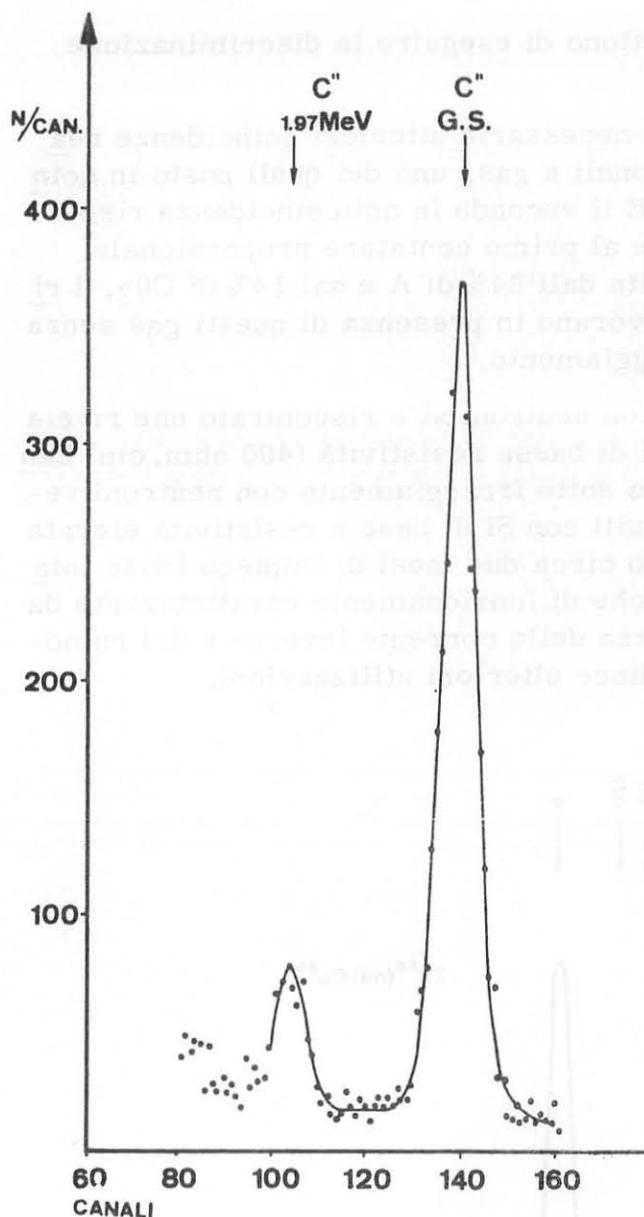


FIG. 11 - Spettro energetico dei deutoni emessi nella reazione $C^{12}(p, d)C^{11}$. Sono indicati il livello fondamentale ed il primo livello eccitato del C^{11} .

In fig. 10 è mostrato lo spettro energetico integrato da 0° a 70° dei deutoni prodotti dalla interazione dei neutroni da 14,08 MeV con una targhetta di Zn^{66} . La risoluzione energetica del sistema di rivelazione è determinata dallo spessore della targhetta, e dall'apertura angolare del telescopio che è compresa fra 11° e 14° .

Con rivelatori del tipo a contatto elastico sono state anche eseguite misure di risoluzione energetica del fascio di protoni da 38 MeV prodotto dal ciclotrone di Milano, mediante la reazione $C^{12}(p, d)C^{11}$. I deutoni prodotti, sono rivelati mediante un telescopio costituito da un rivelatore dE/dx dello spessore di 600 μm e da un rivelatore integrale da 1500 μm . Lo spessore totale di 2100 μm è sufficiente ad arrestare deutoni da 22 MeV. In fig. 11 è riportato uno spettro di deutoni della reazione $C^{12}(p, d)C^{11}$ rivelato a 20° rispetto alla direzione di incidenza del fascio. La risoluzione energetica ΔE del fascio incidente risulta da queste misure di 430 KeV.

Si ringraziano i professori G. P. S. Occhialini e G. Tagliaferri per il costante incoraggiamento e i professori S. Micheletti e M. Pignagnelli e il dottore G. Degli Antoni per le utili discussioni.

BIBLIOGRAFIA -

- (1) - G. Dearnaley and A. B. Whitehead, AERE - R 3437 (1960).
- (2) - N. J. Hansen, IRE Trans. NS-9, 217 (1962).
- (3) - R. J. Fox and C. J. Borkowski, IRE Trans. NS-9, 213 (1962).
- (4) - G. Fabri and G. Redaelli, Nucl. Instr. and Meth. 35, 130 (1965).
- (5) - E. D. Klema, Nucl. Instr. and Meth. 26, 205 (1964).
- (6) - S. L. Matlow and E. L. Ralph, Appl. Phys. 30, 541 (1959).
- (7) - M. Fazio, I. Iori, S. Micheletti, N. Molho and M. Pignanelli, Nuovo Cimento 38, 1938 (1965).
- (8) - M. Fazio, I. Iori, S. Micheletti, N. Molho, M. Pignanelli and L. Zetta, EANDEC (E) - 66-U.