

# Ein hochauflösendes $\gamma$ -Spektrometer mit Ge(Li)-Detektor und Feldeffekttransistor-Vorverstärker

S. KALBITZER, W. MELZER, J. KEMMER und P. WALTHER

Max-Planck-Institut für Kernphysik, Heidelberg

(Z. Naturforsch. 21 a, 1178—1183 [1966]; eingegangen am 3. März 1966)

*Herrn Professor Dr. W. GENTNER zum 60. Geburtstag gewidmet*

Die vorliegende Arbeit beschreibt die Herstellung hochauflösender Ge(Li)-Detektoren nach verschiedenen Driftmethoden und den Entwurf eines schnellen Vorverstärkers mit einem Feldeffekt-Transistor in der Eingangsstufe.

Die  $\gamma$ -Strahlung von  $^{60}\text{Co}$  wurde mit 3 keV HWB aufgelöst. Für den Fano-Faktor ergab sich ein Wert von 0,20—0,25 im Energiebereich von 300—2750 keV.

In den letzten Jahren ist die Entwicklung hochauflösender Halbleiter-Detektoren für den Nachweis von Kernstrahlung weit fortgeschritten. Insbesondere sind durch den gleichzeitigen Einsatz von Germanium-Detektoren und rauscharmer Elektronik für die  $\gamma$ -Spektroskopie neue Wege geöffnet worden. So ist eine Energieauflösung von 5 keV (HWB) und besser für 1 MeV- $\gamma$ -Quanten schon verschiedentlich erreicht worden<sup>1, 2</sup>.

Die weitere Entwicklung der nächsten Zeit wird dahin gehen, durch Einsatz besserer Feldeffekt-Transistoren den elektronischen Beitrag zum Rauschen soweit zu verringern, daß die gemessene Linienbreite auch im Bereich niederer Energien (kleiner 100 keV) im wesentlichen von den statistischen Schwankungen des Ionisationsprozesses bestimmt wird.

## I. Herstellung von Li-gedrifteten Ge-Detektoren

Bei der Herstellung von Ge-Zählern wurde die Pulsdrift und die Gleichspannungsdrift erprobt. Die Ge-Kristalle wurden von einer Seite oder von fünf Seiten gedriftet. Mit der Drift von fünf Seiten lassen sich in kurzer Zeit relativ große Volumina kompensieren. Das Ge-Material von den Firmen Sylvania Electric (USA) und Hoboken (Belgien) war p(Ga)-dotiert und hatte einen spezifischen Widerstand von  $10 \Omega\text{cm}$ .

## II. Vorbereitung der Kristalle und Diffusion

Zunächst schneidet man aus größeren Kristallen Stücke der gewünschten Form und Größe heraus. Die

Kristalloberflächen werden geschmiegelt, mit „Air-brasive-Powder“ von  $10 \mu$  Korngröße geläppt und anschließend in Methanol mit Ultraschall gereinigt. Auf eine bzw. auf fünf Seiten wird nun eine dünne Schicht Lithiumemulsion in Öl aufgebracht. Der Kristall wird zur Entfernung des Öls im Röhrenofen unter Argonatmosphäre langsam (ca. 45 Minuten) auf etwa  $200^\circ\text{C}$  hochgeheizt\*. Durch schnelles Herausziehen kühlt der Kristall so schnell ab, daß genügend Li in Lösung bleibt. Nach Ablösen der Li-Kruste mit Methanol und nach kurzem Schmiegeln und Läppen kann man durch elektrolytisches Anfärben mit Kupfersulfat die Drifttiefe messen. Die Dotierung mit Li ergibt sich aus der Messung des Oberflächenwiderstandes.

Die mit Li dotierten Kristalle werden nun in einer Mischung von 3 Teilen  $\text{HNO}_3$  und 1 Teil HF geätzt. Ätzeit und Menge der Säure richten sich nach der Größe der Kristalle. Ein ca.  $4 \text{ cm}^3$  großer Kristall wird z. B. 4-mal hintereinander 1—2 Minuten lang mit je  $100 \text{ cm}^3$  Säure behandelt und anschließend mit deionisiertem Wasser gespült.

## III. Pulsdrift

Anfänglich wurde nach dem Pulsdriftverfahren von MILLER et al.<sup>3</sup> gearbeitet. Abb. 1 zeigt eine schematische Darstellung der experimentellen Anordnung. Hierbei wird ein Kondensator auf eine feste Hochspannung (gewöhnlich 500—1000 V) aufgeladen, der sich nach Öffnen des Ladekreises über die Germaniumdiode entlädt. Man stellt die gewünschte maximale Verlustleistung der Diode mit der Ladefrequenz ein. Ein Regelkreis steuert die Badtemperatur so, daß eine vollständige Entladung des Kondensators stattfindet.

Von Vorteil ist, daß man fortlaufend die Strom-Spannungs-Kennlinie während der Drift oszillographisch

<sup>1</sup> G. T. EWAN u. A. J. TAVENDALE, Can. J. Phys. **42**, 2286 [1964].

<sup>2</sup> F. S. GOULDING, UCRL-16 231 AEC-Contract No. W-7405-eng-48.

\* Dann wird die Temperatur auf etwa  $400^\circ\text{C}$  erhöht und bei dieser Temperatur das Li je nach gewünschter Dicke der  $n^+$ -Schicht 4—8 Minuten eindiffundiert.

<sup>3</sup> G. L. MILLER, B. D. PATET u. S. WAGNER, IEEE Trans. Nucl. Sci. NS **10**, (Jan.) [1963].



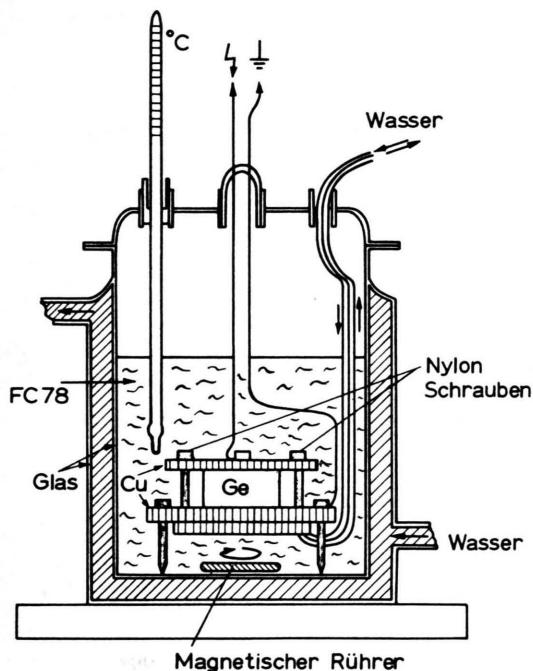


Abb. 1. Experimentelle Anordnung zum Driften von Germanium. Über den inneren Kühlkreislauf wird die Bodenelektrode gekühlt; die Kontaktflüssigkeit (Fluorcarbon Nr. 78) steht im Wärmeaustausch mit der wassergekühlten Doppelwandung des Glasgefäßes. Zur Einstellung höherer Drifttemperaturen wird die Wasserzufluhr gedrosselt.

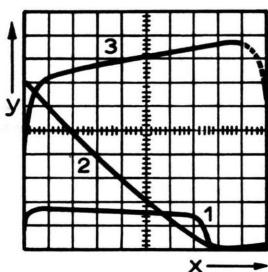


Abb. 2. Typische Oszilloskopbilder von der Pulstdrift. Die Kurven stellen dar:

1. den zeitlichen Verlauf des Sperrstroms,  
 $[x] = 1 \text{ msec/cm}; [y] = 10 \text{ mA/cm}$ ;
2. den zeitlichen Abfall der Kondensatorspannung,  
 $[x] = 1 \text{ msec/cm}; [y] = 100 \text{ V/cm}$ ;
3. die Strom-Spannungs-Charakteristik der Diode,  
 $[x] = 80 \text{ V/cm}; [y] = 2 \text{ mA/cm}$ .

beobachten und aus dem zeitlichen Verlauf des Spannungsabfalls und des Entladestromes (s. Abb. 2) Rückschlüsse auf den Driftvorgang und Störeffekte (z. B. Oberflächenströme) ziehen kann.

Es ist jedoch im Vergleich zur Gleichspannungsmethode etwa die doppelte Spannung anzulegen, damit gleiche Driftgeschwindigkeiten erzielt werden. Eventuell lassen sich gelegentlich beobachtete Zersetzungerscheinungen der Driftflüssigkeit (Fluorcarbon) auf die

höhere Spannungsbelastung zurückführen. Jedenfalls wurden solche Erscheinungen bei der im folgenden beschriebenen Gleichspannungsdrift nicht mehr beobachtet.

#### IV. Gleichspannungsdrift

Während der Drift sind die Kristalle, wie aus Abb. 1 ersichtlich, zwischen zwei Elektroden eingeklemmt und zur Wärmeabfuhr in ein Gefäß mit Fluorcarbon (FC 78) getaucht. Ein magnetisches Rührwerk sorgt für eine gleichmäßige Temperatur innerhalb der Kontaktflüssigkeit. Die Wärmeabfuhr erfolgt durch eine regulierbare Wasserkühlung der Bodenelektrode und des Driftgefäßes. Das Gefäß ist zu diesem Zweck mit einer Doppelwandung versehen. Die mit dieser Apparatur abgeführte Leistung lag maximal bei 60 Watt, stellt aber noch keine obere Grenze dar.

Zu Beginn der Drift wird die Strom-Spannungs-Kennlinie der Diode gemessen. Übersteigt der Sperrstrom der Diode einige  $\text{mA/cm}^2$ , so wird erneut geätzt. Es ist vorteilhaft, die Drift mit niedriger Spannung (50 V) zu beginnen, da die meisten Dioden einige Zeit benötigen, bis sich ihr Stromverhalten stabilisiert. Oft sank innerhalb einiger Stunden der Strom auf einen Bruchteil des Anfangswertes.

Der Sperrstrom der Diode ist sehr temperaturempfindlich. Hohe Sperrströme können einen Kristall örtlich sehr stark aufheizen und zu einer Beschädigung der Diode führen. Aus diesem Grunde wurde es vorgezogen, bei niedriger Temperatur (etwa  $20^\circ\text{C}$ ) und hoher Spannung (400 V) zu driften.

Die Drift schreitet bei konstanter Spannung bis zu einem einstellbaren Maximalstrom fort. Von diesem Zeitpunkt an wird mit konstantem Strom weitergedriftet und dadurch ein thermisches Weglaufen der Diode verhindert.

Nach längerem Driften verschlechtert sich oft die Oberfläche und auch die  $n^+$ -Schicht. In diesem Fall muß der Kristall erneut geätzt bzw. mit Li dotiert werden.

Die Dicke der kompensierten Schicht läßt sich während der Drift durch elektrostatisches Niederschlagen eines Pulvers hoher Dielektrizitätskonstante (wie Glas) markieren. Nach Erreichen der gewünschten Drifttiefe werden die Kristalle geläppt, geätzt und zum Testen in eine kühlbare Apparatur eingebaut.

#### V. Entwurf der Vorverstärker-Schaltung

Das hohe energetische Auflösungsvermögen eines Germanium-Detektors kann nur dann ausgenutzt werden, wenn der Vorverstärker ein besonders günstiges Signal-zu-Rausch-Verhältnis bei kleinen Eingangskapazitäten (ca. 10 pF) und eine hohe Stabilität aufweist.

Für allgemeine Anwendungen (ungekühlte Si-Detektoren,  $dE/dx$ -Detektoren, Koinzidenzexperimente) ist weiter eine geringe Abhängigkeit des

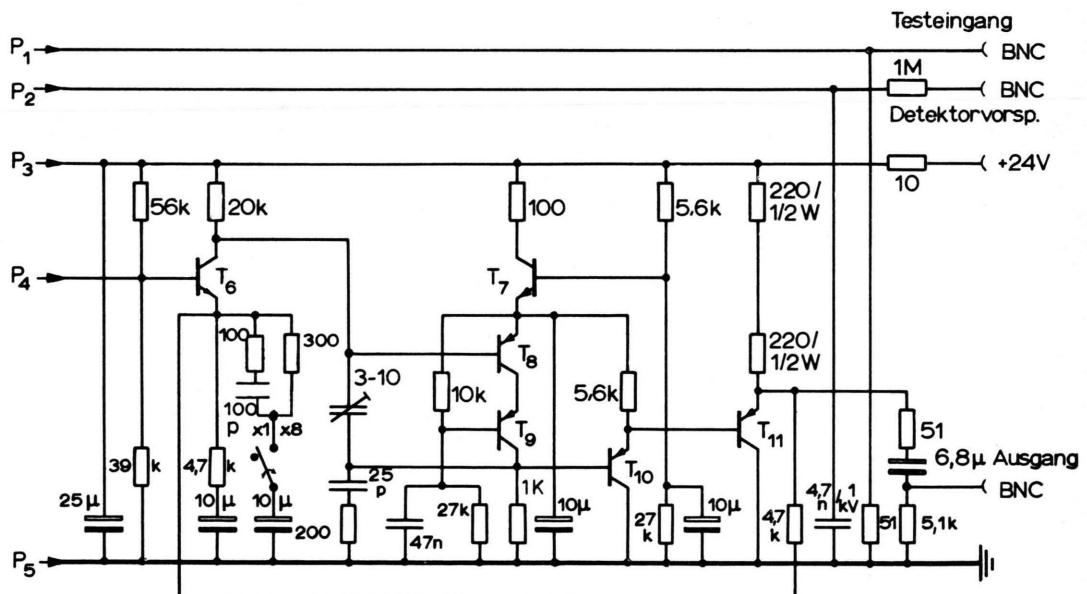
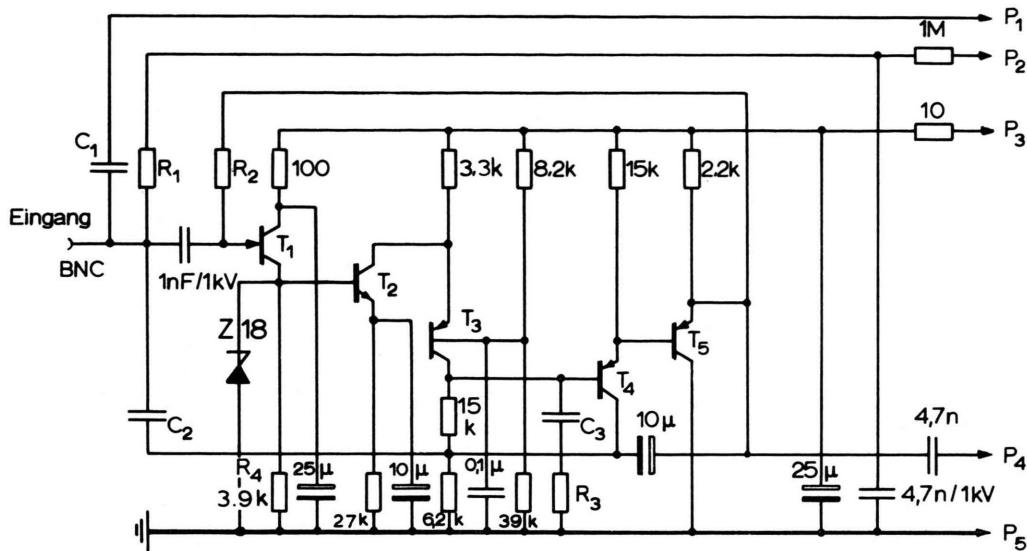


Abb. 3. Schaltbild des Vorverstärkers;  $T_1$  = FET 2N3822 (Texas Instruments, USA);  $T_2$ ,  $T_6$ ,  $T_7$  = 2N 708;  $T_3$  –  $T_5$  = 2N2906A bzw. Af139, s. VII);  $T_8$  –  $T_{10}$  = 2N2906A;  $T_{11}$  = 2N2904

SR-Verhältnisses von der Eingangskapazität und eine kurze Anstiegszeit notwendig.

Im Vorverstärker-Eingang verwendet man Röhren<sup>4</sup>, bipolare Transistoren<sup>5</sup> und Feldeffekt-Transistoren (FET, <sup>6</sup>).

<sup>4</sup> R. L. CHASE, W. A. HIGINBOTHAM u. G. L. MILLER, IRE Trans. Nucl. Sci. NS **8**, (No. 1) 147 [1961].

<sup>5</sup> T. L. EMMER, IRE Trans. Nucl. Sci. NS **9**, (No. 3) 305 [1962].

<sup>6</sup> V. RADEKA, Instrumentation Techniques in Nuclear Pulse Analysis, Nat. Academy of Science Nat. Res. Council Publication 1184.

Im Hinblick auf die gestellten Anforderungen ist der FET den anderen Verstärker-Elementen überlegen. Durch Kühlung des FET lassen sich die Rauschwerte noch weiter herabsetzen<sup>7</sup>. Außerdem ist in nächster Zeit mit verbesserten FET-Typen zu rechnen.

Der VV wurde so dimensioniert, daß nur eine Versorgungsspannung von +24 V nötig ist. Abb. 3 zeigt das Schaltbild des VV.

Die erste Stufe stellt wegen des Gegenkoppel-Kondensators  $C_2$  einen ladungsempfindlichen Verstärker dar. Das Eingangssignal wird auf das Gitter des als Kathodenfolger betriebenen FET gegeben. Durch diese Betriebsart wird eine kurze Anstiegszeit der Impulse erreicht. Dem FET folgt eine mit den Transistoren  $T_2$  und  $T_3$  bestückte Kaskode. Die zweite Verstärkerstufe ist ein spannungsempfindlicher Verstärker. Für Ge- und gekühlte Si-Detektoren wurde eine Vorverstärker-Ausführung (VV-1) mit folgenden Schaltelementen dimensioniert:  $R_1 = 1000 \text{ M}\Omega$ ,  $R_2 = 1000 \text{ M}\Omega$ ,  $R_3 = 2,2 \text{ k}\Omega$ ,  $C_1 = C_2 = 1 \text{ pF}$ ,  $C_3 = 4,7 \text{ pF}$  ( $= 0 \text{ pF}$  siehe VII.).

Für nichtgekühlte Detektoren gilt (VV-2):  $R_1 = 100 \text{ M}\Omega$ ,  $R_2 = 50 \text{ M}\Omega$ ,  $R_3 = 300 \text{ }\Omega$  ( $1 \text{ k}\Omega$  siehe VII.),  $C_1 = 1 \text{ pF}$ ,  $C_2 = 4,7 \text{ pF}$ ,  $C_3 = 22 \text{ pF}$  ( $6,8 \text{ pF}$  siehe VII.).

## VI. Abschätzung der Rauschwerte

In der folgenden Abschätzung wurde das  $1/f$ -Rauschen sowie der Einfluß von Rauschkorrelationen nicht berücksichtigt. In Abb. 4 ist das Ersatzschaltbild für die wesentlichen Rauschquellen des VV angegeben.

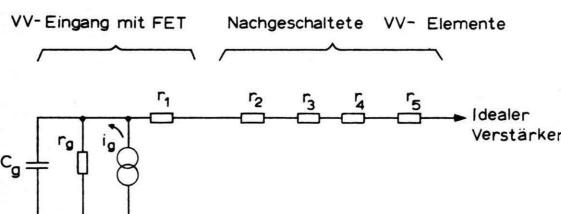


Abb. 4. Ersatzschaltbild für die wesentlichen Rauschquellen des VV;  $C_g = C_d$  (Detektorkapazität + Zuleitungskapazität) +  $C_v$  (Eingangskapazität des FET + Streukapazität des VV-Eingangs).  $i_g$  Gitterstrom des FET,  $r_g$  Ohmscher Eingangswiderstand;  $r_1$  bis  $r_5$  äquivalente Rauschwiderstände 1) des FET, 2) von  $R_4$ , 3) der Emitter-Basisdiode von  $T_2$ , 4) der Rekombination von Ladungsträgern in der Basis von  $T_2$  und 5) des Basiswiderstandes von  $T_2$ .

<sup>7</sup> O. MEYER, Nucl. Instr. Methods 33, 164 [1965].

<sup>8</sup> A. VAN DER ZIEL, Proc. IRE 50, 1808 [1962].

äquivalenter Rauschwiderstand (Formel)	äquivalenter Rauschwiderstand (Wert) $\text{m}\Omega$
$r_1 \sim 0.7/S_1$	155
$r_2 \sim 1/R_4 S_1^2$	15
$r_3 \sim 0.5/S_2$	25
$r_4 \sim S_2(r_{bb} + 1/S_1)^2/2\beta$	10
$r_5 \sim r_{bb}$	50
$R = r_1 + r_2 + r_3 + r_4 + r_5$	255

Tab. 1. Äquivalenter Rauschwiderstand des Verstärkers.

Die Betriebsdaten des VV betragen: Steilheit des FET  $T_1$  (2N 3822)  $S_1 = 4,5 \text{ mA/V}$ , Steilheit von  $T_2$  (2N 708)  $S_2 = 20 \text{ mA/V}$ , Basiswiderstand von  $T_2$   $r_{bb} = 50 \text{ }\Omega$ ,  $R_4 = 3,9 \text{ k}\Omega$ , Stromverstärkung von  $T_2$   $\beta_2 = 70$ .

Tab. 1 zeigt die äquivalenten Rauschwiderstände, die mit den in der Literatur<sup>8, 9</sup> angegebenen Rauschformeln abgeschätzt wurden.

Der Rauschwert in keV HWB, bezogen auf Silizium, ergibt sich aus folgender Formel<sup>6</sup>:

$$E = 2,35 \cdot \sqrt{0,8 \cdot 10^{-2} R C_g^2/t + 0,16 i_g t + 8 t/r_g}$$

$R$  = äquivalenter Rauschwiderstand (siehe Tab. 1, in  $\text{k}\Omega$ ),

$C_g$  = gesamte Eingangskapazität (pF),

$t$  = Integrations- und Differentiationszeit der Pulsformung ( $\mu\text{s}$ ),

$i_g$  = Gitterstrom des FET (nA),

$r_g$  = ohmscher Eingangswiderstand ( $\text{M}\Omega$ ).

Für  $i_g \sim 0,01 \text{ nA}$ ,  $C_g = 8 \text{ pF}$  und  $t = 3,2 \mu\text{s}$  ergeben sich für  $0 \leq C_d \leq 100 \text{ pF}$  folgende Rauschwerte:

VV-1:  $0,55 \text{ keV} + 0,042 \text{ (keV/pF)} C_d$

VV-2:  $2,20 \text{ keV} + 0,047 \text{ (keV/pF)} C_d$  –

HWB bezogen auf Ge;

HWB bezogen auf Si.

## VII. Messung der Eigenschaften des VV

Das Rauschverhalten des VV wurde für verschiedene Kapazitäten gemessen. Tab. 2 zeigt die Meßwerte für die Vorverstärker-Ausführung VV-1, Tab. 3 für VV-2.

Detektorkapazität + Zuleitungskapazität $C_d$ (pF)	0	15	24	55	98	
Rauschen in keV HWB be- zogen auf Ge	$t = 0,8 \mu\text{s}$	0,9	2,1	2,6	4,9	8,3
	$t = 1,6 \mu\text{s}$	0,9	1,6	2,1	3,8	6,4
	$t = 3,2 \mu\text{s}$	0,9	1,4	1,8	3,0	4,9

Tab. 2. Rauschverhalten von VV-1.

<sup>9</sup> J. P. VASSEUR, Properties and Applications of Transistors, Pergamon Press, London 1964, S. 399 ff.

Detektorkapazität + Zuleitungskapazität $C_d$ (pF)		0	15	24	55	98
Rauschen in keV HWB be- zogen auf Si	$t = 0,8 \mu\text{s}$	2,5	3,7	4,6	7,9	12,0
	$t = 1,6 \mu\text{s}$	2,6	3,3	3,8	6,0	9,9
	$t = 3,2 \mu\text{s}$	3,0	3,2	3,7	5,2	7,5

Tab. 3. Rauschverhalten von VV-2.

Wir betrachten die Übereinstimmung der gemessenen Werte mit den berechneten bei größeren Kapazitäten als gut. Bei kleinen Kapazitäten bleibt das experimentelle Ergebnis hinter den Erwartungen zurück. Die Ursachen sind uns noch nicht bekannt.

Die Spannungsverstärkung der ersten Stufe bei aufgetrennter Gegenkopplung ist größer 4000. Die thermische Stabilität des VV ist besser als  $0,2\%/\text{°C}$ .

Die Anstiegszeit beträgt bei VV-1 50 ns für  $C_d = 0 \text{ pF}$  und 600 ns für  $C_d = 100 \text{ pF}$ . Bei VV-2 lauten diese Werte 40 ns und 150 ns. Verwendet man für  $T_3 - T_5$  den Ge-Transistor Af 139, so kann für VV-1  $C_3 = 0 \text{ pF}$  und für VV-2  $C_3 = 6,8 \text{ pF}$ ,  $R_3 = 1 \text{ k}\Omega$  gewählt werden. Mit diesen Werten beträgt die Anstiegszeit bei VV-1 (VV-2) 40 ns (40 ns) für  $C_d = 0 \text{ pF}$  und 150 ns (80 ns) für  $C_d = 100 \text{ pF}$ . Es ist dann allerdings nötig, unter den Transistoren  $T_3 - T_5$  eine Auswahl vorzunehmen, um die in Tab. 1 und 2 genannten Rauschwerte zu erreichen.

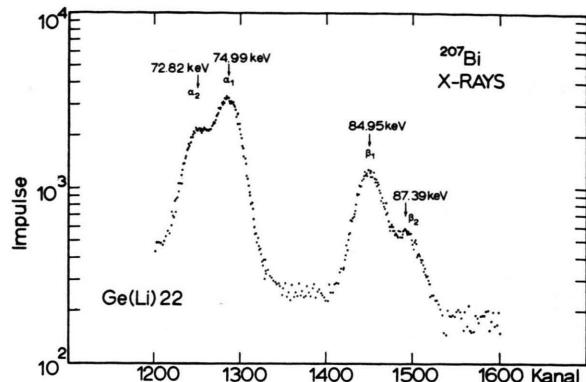
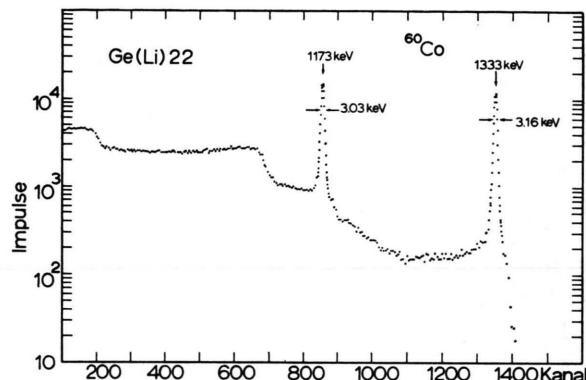
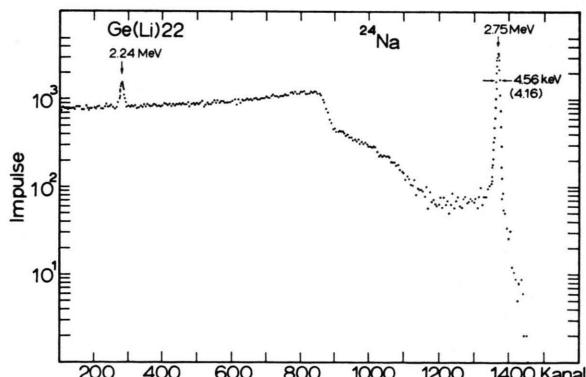
### VIII. Auflösungsvermögen des Spektrometers

Die Messungen wurden mit dem Detektor Ge(Li) 22 vorgenommen. Das aktive Volumen von  $0,7 \text{ cm} \cdot 5 \text{ cm}^2$  wurde im Gleichspannungsdriftverfahren hergestellt. Wir benutzten die VV-Ausführung VV-1 (s. VII.) mit einem FET 2N 3822 (Texas Instruments) in der Eingangsstufe.

Die Meßbedingungen waren:

Differentiations- und Integrationszeit der Pulsformung  $3,2 \mu\text{s}$ , Detektorvorspannung 1000 V, Sperrstrom des Detektors bei  $77 \text{ K}$  0,37 nA, Zuleitungskapazität 8 pF, Detektorkapazität 9 pF. Die Abb. 5, 6, 7 zeigen die mit einem Victoreen 1600-Kanalanalysator gemessenen Spektren der Präparate  $^{207}\text{Bi}$ ,  $^{60}\text{Co}$ ,  $^{24}\text{Na}$ . Zur Messung von  $^{60}\text{Co}$  und  $^{24}\text{Na}$  wurde zusätzlich ein Schwellenverstärker benutzt.

Vergleicht man das Rauschen des VV-1 von 1,5 keV bei einer Kapazität  $C_d = 17 \text{ pF}$  (s. Tab. 2) mit der HWB des Pulsers von 1,75 keV, so wird die scheinbare Diskrepanz durch den gemessenen Detektorstrom von 0,37 nA erklärt.

Abb. 5. RÖNTGEN-Linien des Präparates  $^{207}\text{Bi}$ . Es sind die Linien  $K_{\alpha_1}$ ,  $K_{\alpha_2}$ ,  $K_{\beta_1}$ ,  $K_{\beta_2}$  aufgelöst.Abb. 6. Das Spektrum von  $^{60}\text{Co}$ . Detektorvorspannung 1000 V bei allen Spektren.Abb. 7. Das Spektrum von  $^{24}\text{Na}$ . Die 2,75 MeV-Linie ist auf der niederenergetischen Seite verbreitert. Der eingeklammerte Wert für die Auflösung wird erhalten, wenn die Linie symmetrisch zur hochenergetischen Seite ergänzt wird.

Der gesamte elektronische Rauschbeitrag stieg von 1,75 keV auf 2,0 bis 2,4 keV, wenn der Schwellenverstärker zum Spreizen der Spektren eingesetzt wurde.

Zur Untersuchung des statistischen Anteils der Linienbreite wurden die  $\gamma$ -Linien der Präparate  $^{133}\text{Ba}$ ,  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{60}\text{Co}$ ,  $^{24}\text{Na}$  mehrfach gemessen. Jeweils mit der entsprechenden Linie wurde eine konstante Ladungsmenge mit einem Ortec 204-Pulser eingespeist. Verstärkungsschwankungen sollten deshalb in erster Näherung ausgeschaltet sein. Weiterhin blieb die Temperatur auf etwa  $0,5^\circ\text{C}$  konstant.

Wir ermittelten im Energiebereich von 300 bis 2750 keV einen FANO-Faktor von  $0,20 - 0,25$  für eine effektive Ionisierungsenergie von  $2,94\text{ eV}^2$ .

\* **Nachtrag b. d. Korr.**: Inzwischen wurde durch Kühlung des Feldeffekttransistors das Rauschen des Vorverstärkers für  $\text{Cd}=0$  pF auf 400 eV erniedrigt. Damit

Da in näherer Zeit \* durch Verbesserungen der Meßapparatur der elektronische Rauschanteil weiter gesenkt werden kann, wird eine genauere Bestimmung des FANO-Faktors möglich sein.

Wir möchten Herrn Prof. W. GENTNER für die Förderung dieser Arbeit herzlich danken.

Für die Hilfe beim Aufbau des Vorverstärkers danken wir Herrn K. MAIER, für die Mitarbeit bei der Herstellung des Germanium-Detektors Herrn U. BÜTTNER.

dürfte die gesamte Spektrometeranordnung eine Auflösung kleiner 1 keV ermöglichen.