УДК 537.311.322

А. В. Тишевский, В. Г. Федорков

Стационарные инжекционные токи в монокристаллическом CVD алмазе детекторного качества

Методом токов, ограниченных пространственным зарядом (стационарного инжекционного тока), исследованы монокристаллические структуры синтетического CVD алмаза, показавшие чувствительность к γ -излучению. При напряжении смещения U < 250 B значения инжекционных токов составляют менее 1 pA. Измеренные токовые характеристики структур показали стабильность во времени. Одна из исследуемых структур может быть рекомендована к использованию в качестве чувствительного элемента детектора ионизирующих излучений, в том числе для медицинского оборудования — клинических дозиметров.

Ключевые слова: охлаждаемые детекторы, широкозонный полупроводник, инжекция носителей, Au, CVD технология, синтетические материалы, ионизирующее излучение.

Об авторах

Тишевский Алексей Викторович – студент 2-го курса магистратуры кафедры нанотехнологий и новых материалов Государственного университета «Дубна». *E-mail:* 12326123@mail.ru.

Федорков Виктор Георгиевич – директор открытого акционерного общества «Институт физикотехнических проблем» Государственной корпорации по атомной энергетике «Росатом», кандидат технических наук. 141980 Московская обл., г. Дубна, ул. Курчатова, д. 4. *E-mail: fedorkov@iftp.ru*.

Вследствие уникальных физических свойств алмаз является перспективным материалом твердотельной электроники. Алмаз находит применение как материал для детекторов ионизирующих излучений [5]. Для изготовления детекторов применяются природные алмазы (ПА) типа Па по физической классификации алмазов, т.е. алмазы с низким содержанием примесей.

В настоящее время стали доступны монокристаллы синтетического алмаза, изготовленные по технологии осаждения углерода из газовой фазы (sCVD кристаллы алмаза). Синтетические алмазы имеют ряд преимуществ перед природными, такие как возможность изготовления пластин заданной толщины, большей площади, возможность изготовления пластин без примесей, а также проведения легирования в процессе выращивания. Создание промышленного оборудования для синтеза алмазов и достижения в области качества синтезированного алмазного материала позволили поставить вопрос о применении искусственных алмазов для детекторов ионизирующих излучений [1; 3]. В детекторах роль чувствительного элемента выполняет алмазная пластина с нанесенными на базовые грани контактами (рис. 16). Для детектирования важными являются токовые, счетные и спектрометрические характеристики. Однако не все алмазные пластины подходят для применения в детекторах ионизирующего излучения.

Целью данной работы является исследование электрофизических характеристик пластин sCVD алмаза, демонстрация идеализированной теории токов, ограниченных пространственным зарядом (ТОПЗ) и отнесение полученной при комнатной температуре вольтамперной характеристики пластин алмаза к теории.

Экспериментальные структуры изготавливались на основе монокристаллических пластин CVD алмаза производства фирмы *Element Six Ltd (UK)* по технологической схеме:

- 1) входной контроль пластины,
- 2) очистка пластины,
- 3) формирование масок для создания контактов,
- 4) создание контакта методом термического напыления Au,
 - 5) отжиг,
 - 6) выходной контроль.

Исследование

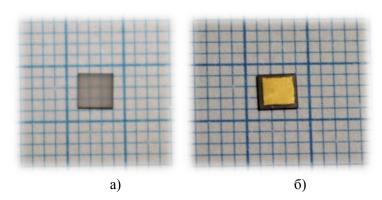


Рис. 1. Алмазная sCVD пластина: без контактов (a), с напылёнными контактами (б)

		-	-			
№ пластины (структуры)	Масса, мг карат	Толщина, мм	Размер, мм х мм	Площадь, Мм²	Объем, мм ³	Плотность, г/см ³
1-30	10,00 0,05	0,32	3,1 X 3,05	9,46	3,0	3,36
2-30	10,70 0,05	0,325	3,05 X 3,05	9,30	3,0	3,54
1-26	8 0,04	0,31	2,70 x 2,65	7,16	2,2	3,60
2-26	7,60 0.04	0,31	2,70 x 2,75	7,43	2,3	3,30

Таблица 1. **Характеристики sCVD пластин**

В табл. 1 указаны результаты входного контроля. Были измерены геометрические параметры и массы образцов.

После химической обработки методом термического распыления Au в вакууме создавались контакты на базовых гранях пластин. Далее изготовленные структуры подвергались отжигу в атмосфере кислорода воздуха для удаления случайных загрязнений и передавались на дальнейшие исследования.

Измерения спектрометрических характеристик

Исследование включало в себя изучение счетных и спектрометрических характеристик структур. На структурах измерялся амплитудный спектр альфа-излучения источника ²³⁹Pu. Образец и альфа-источник находились в вакуумной камере, откачиваемой форвакуумным насосом. Время формирования импульсов составило 1мкс.

На исследованных образцах sCVD алмаза наблюдались пики при измерении амплитудного спектра. Однако исследованные образцы обладали довольно низкими счетными характеристиками. Соответственно, на них не наблюдалось и удовлетворительных спектрометрических характеристик.

Исследование детекторных характеристик (токовых)

Детекторные характеристики sCVD структур в аналоговом режиме работы измерялись в поле излучения блока гамма-источников БГИ-14 (Cs-137, $E=662~\mbox{kg}$) при мощности дозы $P=3,24~\mbox{Гр/мин}$. Токи измерялись электрометром PTW~UNIDOS~E. Эксперименты проводились при комнатной температуре в атмосфере воздуха. Относительная влажность воздуха при проведении измерений составляла не более 70%~[2]. Результаты измерений детекторных и электрофизических характеристик sCVD структур показаны в табл. 2.

№ пластин (структур)	Чувствительность, $10^{-8} \cdot \text{Кл/Гр} + 20\text{B}$ -20B		Темновой ток, (pA) +20B –20B		Остаточный ток, (pA) +20B –20B		Изм. чувств. во времени +20В —20В	
1-30	6,4	4,4	0,005	0,013	3,2	5,0	рост	рост
2-30	9,0	10,0	0,003	0,13	1,8	1,0	рост	спад
1-26	3,5	3,3	0,801	15	3,9	23,0	рост	нестаб.
2-26	3,7	10,8	0,002	0,013	0,3	5,0	стаб.	рост

Таблица 2. Детекторные и электрофизические характеристики sCVD структур

Для демонстрации детекторных характеристик выбрана структура № 2-26. Данная структура имеет лучшие показатели: по остаточному и темновым токам и средние по

чувствительности. Структура показала себя наиболее стабильной, при напряжениях смещения 20В положительной (рис. 2) и отрицательной (рис. 3) полярности.

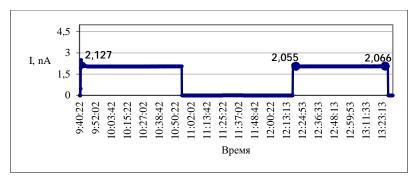


Рис. 2. Детекторная характеристика структуры № 2-26 при напряжении смещения 20В положительной полярности

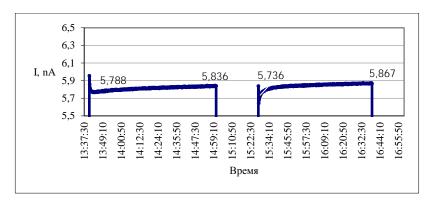


Рис. 3. Детекторная характеристика структуры № 2-26 при напряжении смещения 20В отрицательной полярности

Аналогичные измерения проводили для этого же образца при напряжении смещения $U = [-400\mathrm{B}, 0\mathrm{B}]; [0\mathrm{B}, +400\mathrm{B}].$ Данная мера была принята для исследований пове-

дения структуры при больших напряжениях (рис. 4). Больший интервал напряжений смешения наиболее необходим для работы чувствительного элемента в детекторах.

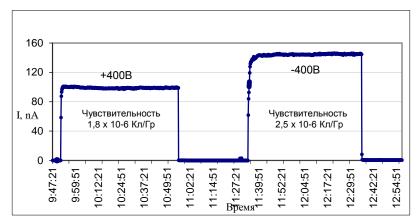


Рис. 4. Токовая характеристика при напряжении смещения ±400В

Предельные случаи токов, ограниченных пространственным зарядом

Метод основан на измерении постоянного тока I через изолятор при различном напряжении U между контактами [1]. Представленные предельные случаи (рис. 5) демонстрируют: (1) ток в идеальном изоляторе, не учитывающий объёмный заряд свободных носителей и носителей, захваченных на центрах захвата; (2) ток через структуру с

учетом только объемного заряда свободных носителей (линейная зависимость); (3) инжекционный ток в структуре с учетом объемного заряда свободных носителей и объемного заряда носителей на центрах захвата. Так же согласно теории, в случае резкого роста тока представляется возможным подсчет концентрации центров захвата свободных носителей.

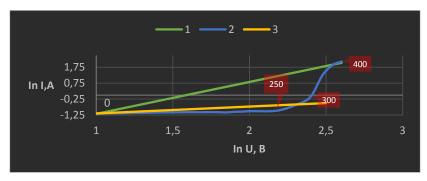


Рис. 5. Инжекционные токи в структурах (идеализированная модель ТОПЗ)

$$I = 1,125 \, \epsilon \mu \frac{s}{D^3} U^2, \qquad (1)$$

$$I = \theta \epsilon \mu \frac{s}{D^3} U^2, \qquad (2)$$

$$I = e n_0 \mu \frac{s}{D} U, \qquad (3)$$

$$I = \theta \varepsilon \mu \frac{s}{D^3} U^2, \tag{2}$$

$$I = e n_0 \mu \frac{s}{r} U \,, \tag{3}$$

где: I – ток; U – напряжение на образце; S – площадь контакта; D – толщина пластины; ε – диэлектрическая проницаемость; μ – подвижность электронов; θ – отношение плотностей свободных и захваченных на носителей ловушках заряда; e — заряд электрона; n_0 — равновесная концентрация электронов.

Экспериментальные результаты и обсуждение

На экспериментальной кривой ВАХ (рис. 6) при малых значениях U наблюдается линейная зависимость I = f(U), которая при увеличении U переходит в квадратичную. Линейная функция отвечает случаю $n_0 > n_{\pi}$, где n_0 - концентрация свободных носителей заряда, $n_{\scriptscriptstyle \rm II}$ – концентрация носителей, захваченных центрами захвата; квадратичная зависимость соответствует случаю $n_{\text{л}} > n_0$. При полном заполнении ловушек при некотором значении U_{π} должен наблюдаться резкий рост тока (в наших экспериментах он не был виден).

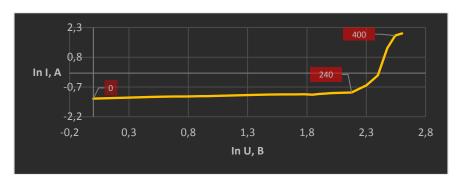


Рис. 6. Экспериментальная зависимость инжекционного тока в sCVD структуре

Испытания включали в себя изучение счетных, спектрометрических, токовых или детекторных характеристик sCVD структур в аналоговом режиме. У исследованных образцов не наблюдалось удовлетворительных спектрометрических и счетных характеристик. Однако структуры показали малую чувствительность и стабильные токовые ха-

рактеристики, что позволяет отнести используемый кристалл к кристаллу детекторного качества. Данный факт является достаточным условием для создания детектора ионизирующего излучения. Основные сведения о монокристалле синтетического CVD алмаза и созданного на его основе чувствительного элемента указаны в табл. 3.

Таблица 3. Характеристики структуры № 2-26 sCVD пластины

Контакты	Au – Au
Спектрометрия	отсутств.
Счет	отсутств.
Симметрия прямой и обратной ветвей инжекционных токов	наблюд.
Инжекционный ток при $U = +20 B$, pA	0,002
Чувствительность к γ -излучению, при U = $+20$ B, $x10^{-8}$ Кл/Гр	3,7
Изменение чувствительности по времени при U = +20 В	отсутств.
Напряжение перехода инжекционного тока от линейной зависимости к квадратичной, В	250
Область резкого роста тока при U <400 B	отсутств.
Инжекционный ток при $U = +400 \text{ B}, \text{ pA}$	47
Чувствительность к γ -излучению при $U = +400 \text{ B}, \text{ x}10^{-6} \text{ K}\pi/\Gamma \text{p}$	1,85
Радиационно-стимулированная электролюминесценция при U = +400 B	отсутст.

На вольтамперной характеристике (см. рис. 6) образца № 2–26 ток пропорционален напряжению в области до 250 В, в этой области ток ограничивается объемным зарядом свободных носителей.

Темновой ток при 20 В соответствует требованиям к алмазным детекторам. В диапазоне 250–400 В имеет квадратичную зависимость от напряжения, в этой области объёмный заряд носителей, захваченный ловушками, преобладает над величиной объемного заряда свободных носителей.

В области смещения до 400 В на всех исследованных структурах не наблюдается участок резкого роста тока. Данный факт не позволяет произвести расчет концентрации ловушек. В этой области явление электролюминесценции не наблюдалось.

Представленные результаты соотносятся с работой великобританских коллег фирмы *Diamond Detector Ltd*, работавших на подобных алмазных пластинах. В зарубежном исследовании применялись 3 вида напыленных контактов: TiW; Сг или Аи; графит/ Рt или графит/ Au (рис. 7). Инжек-

ционные токи, полученные в работе [7] были на порядок меньше, а напряжение смещения $U = [-1000B,\,0B];\,[0B,\,+1000B].$ Данные по

процессу напыления в журнале опубликованы не были, что не позволяет судить о качестве контактов и их отличии.

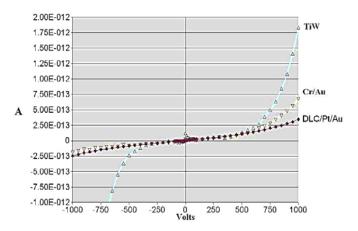


Рис. 7. Инжекционные токи sCVD алмазной структуры фирмы Diamond Detector Ltd

Выволы

Представленная вольтамперная характеристика совпадает с идеализированной моделью ТОПЗ.

Исследованные структуры работают в аналоговом режиме детектирования. Из четырех исследованных структур sCVD алмаза одна структура (\mathbb{N} 2–26) по величине темнового тока, чувствительности, характеру изменения чувствительности по времени и флуктуации величины сигнала может быть рекомендована к передаче на технологическую операцию капсулирования.

Три отбракованные структуры рекомендуется передать на операцию перепыления контактов. В случае повторного отрицательного результата рекомендуется:

- 1) применить технологические операции:
 - а) высокотемпературный отжиг;
- b) уменьшение толщины пластин полировкой;
 - с) травление;
- 2) провести поиск новых областей применения отбракованных структур.

Примером использования детекторов могут служить измерения относительных доз радиации, особенно в тех случаях, когда требуются высокий отклик и высокое пространственное разрешение сигнала, в том

числе и в анализаторах дозного поля медицинских радиотерапевтических установок.

Дальнейший прогресс в производстве синтетических алмазов детекторного качества будет связан с технологией их получения, опирающуюся на объективную метрику таких кристаллов, включающую информацию о природе собственных и примесных дефектов, центрах захвата и рекомбинации, их влиянии на кинетические параметры носителей тока и т.п.

Направления дальнейших работ связаны с проведением исследований температурной зависимости ВАХ, исследований различных контактов к алмазу, sCVD пластин производства России.

Библиографический список

- 1. Вечерин П.П., Журавлев В.В., Квасков В.Б. Природные алмазы России. М.: Полярон, 1999. 304 с.
- 2. Квасков В.Б. Алмаз в электронной технике. М.: Энергоатомиздат, 1990.
- 3. Козлов С.Ф. Алмазные детекторы ядерных излучений. М.: Энергоатомиздат, 1990. 126 с.
- 4. Ламперт М., Марк П. Инжекционные токи в твердых телах. М.: Мир, 1973.
- 5. Новикова Н.В. Физические свойства алмаза. Киев: Наукова думка, 1987. 20 с.
- 6. Пыхтунова А.И., Шарапежникова Н.И. Активные полупроводниковые приборы на основе алмаза. М.: ФГУП «НПП «Пульсар», 2007.

7. Galbiati et al. Performance of Monocrystal-line Diamond Radiation Detectors Fabricated Using

TiW, Cr/Au and a Novel Ohmic DLC/Pt/Au Electrical Contact // IEEE TNS. 2009. V. 56, N 4 (August).

Поступила в редакцию 23.09.2016