

# Tecnología de fabricación de detector de Silicio-Litio con juntura superficial

A. E. Cabal Rodríguez, A. Díaz García  
C. Noriega Scull\*

**L**os sensores de radiaciones nucleares con base en Silicio, transforman la carga producida dentro de este semiconductor, producto de la incidencia de partículas y rayos X, en pulsos de voltaje a la salida del preamplificador. El detector planar de Silicio-Litio con juntura superficial es básicamente un diodo de estructura PIN. Por medio de la difusión y deriva del Litio en el Silicio, se crea la zona compensada, donde interactúan las radiaciones incidentes, produciendo una señal eléctrica proporcional a la energía depositada en el detector. El proceso tecnológico comprende diferentes etapas, algunas de ellas complejas y de larga duración, las cuales exigen además un control sistemático.

Se realizó la puesta a punto del proceso tecnológico de fabricación de detectores de este tipo, caracterizándose eléctricamente en los diferentes pasos. Un dispositivo fue encapsulado y montado dentro de un criostato para trabajar a temperatura del nitrógeno líquido. El detector fue evaluado con un sistema espectrométrico y cuenta con una resolución energética de 180 eV para la línea de 5,9 KeV de la fuente de Fe-55, lo que ha permitido trabajar con él en fluorescencia de rayos X dispersiva en energía.

The Silicon nuclear radiation detectors transform the charge produced within the semiconductor crystal, product of the impinges of particles and X rays, in pulses of voltage at the output of the preamplifier. The planar Silicon-Lithium [Si(Li)] detector with superficial junction is basically a PIN structure diode. By mean of the diffusion and drift of Lithium in the Silicon a compensated or depletion region was created. There the incident radiation interacts with the Silicon, producing an electric signal proportional to the detector's energy deposited in the semiconductor. The technological process of fabrication this kind of detectors comprises several stages, some of them complex and of long duration. They also demand a systematic control.

The technological process of Si(Li) detector's fabrication was carried out. The detector's electric characteristics were measured in some steps. An obtained device was mounted in the holder within a cryostat, in order to work to temperature of the liquid nitrogen. The energy resolution of the detector was measured and the value was 180 eV for the line of 5.9 KeV of an Fe-55 source. This value has allowed to work with the detector in energy disperse X-rays fluorescence.

\* Centro de Estudios Aplicados al Desarrollo Nuclear (CEADEN), La Habana, Cuba.

## 1. Introducción

Las radiaciones ionizantes interactúan con el Si produciendo pares de electrones-huecos libres en la zona empobrecida. Producto del campo eléctrico existente los portadores de carga se moverán hacia los extremos, generando, luego de la recolección, una señal eléctrica. Esta señal producida por las radiaciones es proporcional a la cantidad de energía depositada en el detector. Si la radiación es completamente absorbida en la zona empobrecida, entonces será proporcional a la energía de la radiación incidente. Al caer las radiaciones en los contactos no se produce una señal eléctrica, a esta zona se le denomina área muerta y a la zona empobrecida o compensada, área activa.

Para la detección de partículas altamente ionizantes y de recorrido libre corto se utilizan como zona empobrecida las junturas p-n, por ejemplo la juntura metal-semiconductor (Barrera de Schottky) [1]. Las radiaciones X y  $\gamma$  tienen un poder de ionización pequeño y además poseen una longitud de recorrido libre mediana (al igual que las partículas  $\beta$ ). Por eso cuando interactúan con el Si necesitan zonas activas de varios mm de espesor para depositar toda su energía. En ausencia de Si intrínseco se utiliza este semiconductor con conductividad compensada. Uno de los métodos más utilizados es el desarrollado por Pell [2], el cual consiste en la compensación de la conductividad del Silicio tipo "p" por medio de la deriva de iones de Litio en presencia de un campo eléctrico fuerte.

El detector planar de Si(Li) se emplea fundamentalmente en la detección de partículas  $\beta$  y rayos X. Es básicamente un diodo con una juntura gruesa, de estructura PIN (Figura 1), al cual se le aplica voltaje en inversa. Por medio de la difusión y deriva del Litio en el Silicio tipo "p", se logra la compensación de sus impurezas y se crea la zona empobrecida de

portadores, donde interactúan las radiaciones incidentes. El contacto N+ se forma producto de la evaporación al vacío de una capa delgada de oro - Au sobre la de Litio difundido a elevadas temperaturas. El contacto P+ es típicamente un contacto de barrera superficial creado por la deposición al vacío de una capa fina de Au en la superficie pulida de Silicio, después de haberse realizado el ataque químico.

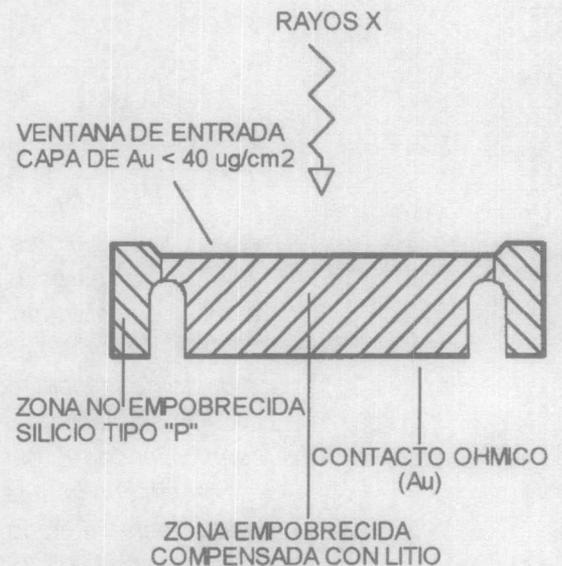


Figura 1. Detector planar de Si(Li).

## 2. Proceso tecnológico para la fabricación de detectores de Si(Li)

### 2.1 Aspectos generales

Como mencionamos anteriormente el detector planar de Si(Li) es una estructura PIN. Para su fabricación requiere de un proceso tecnológico complejo con diferentes etapas, algunas de ellas de larga duración, las cuales exigen además un control sistemático.

A diferencia del Silicio utilizado en microelectrónica, el material de partida para la fabricación de detectores de radiaciones nucleares tiene exigencias adicionales.

1. Se necesita Silicio de alta resistividad ( $300 \Omega \cdot \text{cm} - 10\text{K} \Omega \cdot \text{cm}$ ) con orientación  $\langle 111 \rangle$ .
2. El tiempo de vida de los portadores minoritarios debe ser elevado ( $\tau > 300 \mu\text{s}$ ).

Esta última condición exige un proceso tecnológico que emplee operaciones a temperaturas moderadas ( $< 400^\circ\text{C}$ ), ya que al calentar el Silicio de alta resistividad a temperaturas mayores se afecta el cristal y el tiempo de vida de los portadores decrece.

En la Figura 2 se muestran los diferentes pasos del ciclo tecnológico.

### CICLO TECNOLÓGICO DE FABRICACION DE DETECTORES SEMICONDUCTORES DE Si(Li).

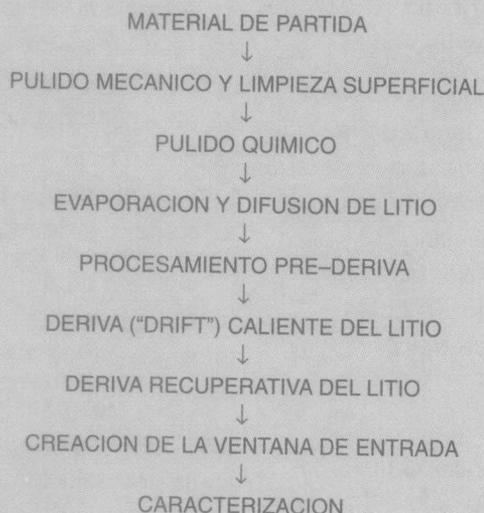


Figura 2. Proceso tecnológico de fabricación de detectores de Si(Li).

## 2.2 Material de partida

Los requisitos que debe cumplir el Silicio para la construcción de detectores de Si(Li) son:

- Silicio monocristalino tipo "p". Dopado con Boro.

- Crecimiento por fusión zonal con orientación  $\langle 111 \rangle$ .
- Resistividad  $\rho$  entre  $300 - 3\ 000 \Omega \cdot \text{cm}$ .
- Concentración de oxígeno entre  $10^{15} - 10^{16} \text{cm}^{-3}$ .
- Número de dislocaciones  $< 10^4 \text{cm}^{-2}$ .
- Tiempo de vida de los portadores minoritarios  $\tau > 300 \mu\text{s}$ .

## 2.3 Pulido mecánico y limpieza superficial

La barra de Silicio se corta en obleas. Producto de esta operación el grosor de la capa dañada (ralladuras del corte y defectos superficiales) alcanza  $10 \mu\text{m}$  y más [3].

Para eliminar esta capa las obleas se pulen manualmente utilizando polvos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de diámetros  $20 \mu\text{m}$ ,  $14 \mu\text{m}$  y  $7 \mu\text{m}$  consecutivamente. Utilizando un microscopio se determina la calidad de la superficie pulida. Se realiza la limpieza físico - química como conclusión de este paso.

## 2.4 Pulido químico

Esta operación persigue eliminar la capa deteriorada después del pulido mecánico y llegar a la red cristalina ideal.

Antes de la difusión se ataca químicamente la oblea con una solución  $\text{HF}:\text{HNO}_3:\text{CH}_3\text{COOH}$  en una relación 1:3:2. La concentración de los ácidos es la siguiente:

$\text{HNO}_3$  - 70% ,  $\text{HF}$  - 48% ,  $\text{CH}_3\text{COOH}$  glacial puro.

Se interrumpe la reacción con abundante agua desionizada y se procede a secar bien la oblea con un flujo de aire seco.

## 2.5 Evaporación y difusión del Litio

Dentro de este proceso tecnológico el paso de difusión del Litio es uno de los que

tiene más requerimientos, pues es la operación que se realiza a más temperatura. Ocurre al vacío.

Se escogió al Litio debido a que su energía de ionización es pequeña 0.033 eV y se ioniza casi a temperatura ambiente. Además el Litio tiene un núcleo pequeño y por esta razón se difunde de forma intersticial y no se va a encontrar en los nudos de la red cristalina. El coeficiente de difusión del Litio depende de la concentración de oxígeno en el Silicio. Esta dependencia exige un nivel de  $O_2$  en el Si de  $10^{15} - 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ .

La selección de la temperatura de difusión es muy importante, se necesita llegar a un compromiso pues de ella depende la concentración de Litio dentro del Silicio y que no se afecte el tiempo de vida de los portadores. A mayor temperatura aumenta la solubilidad del Litio en el Silicio, sin embargo al calentar el Silicio a temperaturas mayores de  $400^\circ\text{C}$  el tiempo de vida de los portadores decrece.

La oblea de Silicio se introduce en un soporte especial de Aluminio y dentro de la cámara de vacío se calienta hasta una temperatura de  $400^\circ\text{C}$ . Posteriormente el Litio se evapora térmicamente al vacío ( $10^{-5}$  Torr). Inmediatamente después se pasa al régimen de difusión, manteniendo la oblea a una temperatura de  $380^\circ\text{C}$  durante 7 minutos.

Como se ha demostrado experimentalmente [3] la repetibilidad del proceso de difusión depende no sólo del régimen de difusión, sino además del régimen de enfriamiento de la muestra. Nosotros enfriamos las obleas dentro de la cámara de vacío durante 15 minutos y luego entramos aire a la campana. De esta forma evitamos tener una velocidad de enfriamiento tan alta que produzca rajaduras debido al cambio brusco de temperatura y al mismo tiempo se hace rápido, para que no disminuya la concentración de Silicio en la superficie.

Finalmente las obleas se sumergen en una mezcla de agua y alcohol etílico para disolver el exceso de Litio en la superficie.

## 2.6 Procesamiento pre-deriva

Consta de varias operaciones muy necesarias, las cuales preparan al detector para el paso de la deriva del Litio. Ellas son:

- a. Niquelado.
- b. Creación de las canales.
- c. Pulido químico de las canales.

La capa de níquel es necesaria para la futura deriva de los iones de Litio a través de todo el grosor de la zona activa del detector. Para lograr una mejor adhesión del Ni, se pule ligeramente la superficie de la oblea con polvo fino ( $5 \mu\text{m}$ ). Las obleas se sumergen durante 3 - 5 minutos en una solución para niquelado [3] calentada hasta  $95^\circ\text{C}$ .

Al concluir el niquelado a las obleas se les hacen unas canales, en la cara donde se difundió el Litio, de una profundidad de  $2/3$  del ancho del detector. Estas canales permitirán obtener un campo eléctrico más homogéneo dentro del detector y disminuir las corrientes de fuga de estos dispositivos.

Con ayuda de máscaras de cinta adhesiva especial se cubren la zonas que se desea permanezcan intactas.

Luego las canales son atacadas químicamente con una mezcla de las siguientes soluciones:

1.  $\text{HF} : \text{HNO}_3 : \text{CH}_3\text{COOH}$  en una relación 1 : 3 : 0,5,
2.  $\text{HF} : \text{HNO}_3 : \text{CH}_3\text{COOH}$  en una relación 1 : 3 : 1 preparada con yodo metálico.

Esto se hace con el objetivo de eliminar la capa dañada producto del corte. El ataque se interrumpe como explicamos en el punto 2. 4. Se levanta la cinta adhesiva y se secan las obleas con un flujo de aire seco.

Se les mide la característica I - V a estos dispositivos y en los casos donde a 100 V la corriente es menor de 1 - 10  $\mu\text{A} / \text{cm}^2$  se pone en el horno para realizar la deriva. En caso contrario es necesario nuevamente atacar químicamente los canales.

## 2.7 Deriva caliente del Litio

En el proceso de deriva de iones de Litio en el Silicio a las obleas se les aplica un voltaje en inversa a una temperatura entre 110° - 120°C. De esta forma tenemos que en presencia de una temperatura alta y un campo eléctrico fuerte en la juntura p-n (600 V), los iones de Litio se mueven en la zona p y compensan la carga volumétrica de los aceptores. Esto lleva a una redistribución del campo eléctrico.

Como resultado se iguala la concentración de los iones de Litio y la de las impurezas aceptoras, disminuyendo así el campo eléctrico. Como el voltaje externo es constante los iones de Litio continúan difundándose en la zona p, y de esta forma se logra la completa compensación de la zona activa del detector.

El proceso de deriva se controla conociendo la profundidad de la zona compensada W. Uno de los métodos más utilizados es la medición sistemática de la característica C - V y su comparación con la hallada teóricamente por el nomograma de los parámetros de los detectores de Silicio [4].

## 2.8 Deriva recuperativa

A diferencia del método de la deriva del Litio a temperatura constante [5], nosotros utilizamos además de la deriva en caliente un paso de deriva recuperativa (50°-70°C). Se realiza para lograr una compensación uniforme y más completa.

En el proceso de deriva en caliente los iones de Litio compensan no solamente la carga producida por el Boro, sino la de la

corriente de generación - recombinación a través del detector. Para la compensación completa se utiliza un régimen, en el cual la corriente a través del dispositivo es la mínima para una velocidad de deriva aceptable. Pero para lograr que la corriente de deriva no disminuya significativamente se eleva el voltaje del detector hasta 3 KV.

El control de esta deriva se realiza midiendo la característica I - V y C - V. De acuerdo a los resultados de las mediciones se determina la culminación de la deriva, o sea cuando se alcance en la característica C - V la saturación a un voltaje cercano a los 50 V.

## 2.9 Creación de la ventana de entrada

Para detectores de estructura PIN y W como grosor de la zona activa, por medio del pulido de la zona p se pueden obtener detectores espectrométricos de barrera superficial.

Primeramente se comprueba la terminación de la deriva aplicando a la oblea una solución de  $\text{CuSO}_4$  y HF, la cual se ilumina fuertemente. Posteriormente se pule la superficie con polvos  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 14  $\mu\text{m}$  de diámetro y para finalizar con polvos de 7  $\mu\text{m}$ , garantizando la calidad de la superficie. El detector se limpia como se explica en el punto 2.3.

El detector se ataca con una solución HF :  $\text{HNO}_3$  :  $\text{CH}_3\text{COOH}$  en una relación 1 : 3 : 2 [1]. Se desbasta hasta obtener una superficie espejo. Como mencionamos anteriormente se interrumpe la reacción con bastante agua desionizada.

Finalizado el proceso de ataque el detector es puesto por 24 horas en un ambiente seco, con la finalidad de hacer crecer una fina capa de óxido en la superficie de la ventana de entrada. La misma permite la formación de la juntura p-n.

Posteriormente a dicha superficie le es evaporada una capa de oro de 40  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ,

obteniéndose un espesor de 500 Å [1]. El contacto óhmico N<sup>+</sup> se crea evaporando una capa de oro del mismo grosor sobre la zona donde anteriormente fue evaporado el Litio. Posteriormente se encapsulan en soportes especiales en dependencia de su aplicación.

### 3. Resultados y discusión

En el Cuadro 1 se muestran las características físicas de cuatro dispositivos D1, D2, D3, D4.

Estos dispositivos fueron caracterizados eléctricamente con curvas I-V y C-V en las diferentes etapas del proceso tecnológico. Algunas de ellas se mostrarán a continuación. Además a los dispositivos fabricados se les comprobaron sus características espectrométricas como detectores de radiaciones con fuentes de rayos X (Hierro Fe-55) y Beta (Fósforo P-32).

La Figura 3 muestra las diferentes curvas C-V en dependencia del tiempo de deriva. Se hicieron las mediciones luego de transcurridos 7, 15, 30 y 40 días respectivamente del inicio del proceso de deriva del Litio. Se muestra además cómo el valor mínimo de la capacidad del dispositivo varía en dependencia de su área (comparando los valores de capacidad de los dispositivos D2 y D3 a 500 V).

Analizando en la Figura 3 el inciso c se nota que después de los primeros siete días la curva C-V se mantuvo con valores muy altos. Esto se debió a problemas con el voltaje aplicado a la posición del horno donde estaba el dispositivo D4. Luego de cambiarlo de posición en la segunda medición ya la curva C-V se comportó como se esperaba.

La Figura 4 muestra las curvas I-V de los diferentes dispositivos concluida la deriva recuperativa. Los valores obtenidos son buenos, aunque actualmente en la literatura [6,7,8] se reportan valores inferiores de las corrientes de fuga, debido al empleo de nuevas técnicas de pasivación para este tipo de detectores como son el recubrimiento con Silicio amorfo [6] y polímeros [7].

Luego de caracterizados eléctricamente los dispositivos D3 y D4 fueron encapsulados en un soporte especial para medir radiaciones Beta a temperatura ambiente.

Se emplearon como contadores de partículas Beta de alta energía (Fósforo 32) con resultados satisfactorios. Se hicieron algunas pruebas para detectar partículas Beta de baja energía (C-14 y S-35), pero para lograrlo es indispensable disminuir los valores actuales de las corrientes de fuga de estos detectores.

**Cuadro 1.** Características físicas de los dispositivos fabricados.

Dispositivo	Diámetro zona activa (mm)	Diámetro exterior (mm)	Grosor (mm)
D1	5	11	4,3
D2	5	11	5
D3	18	27	4,8
D4	18	27	7,2

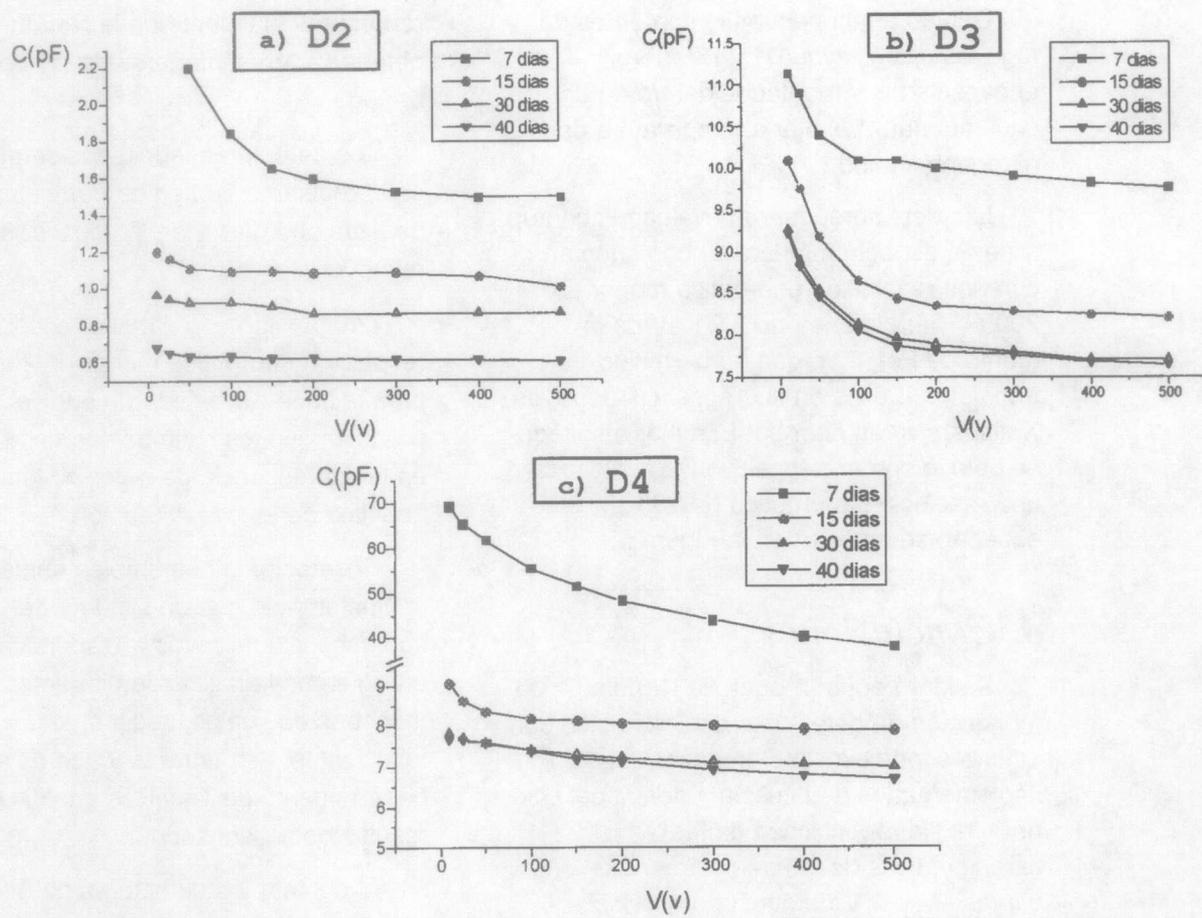


Figura 3. Variación de las características C-V de los detectores D2, D3, D4 en dependencia del tiempo de deriva.

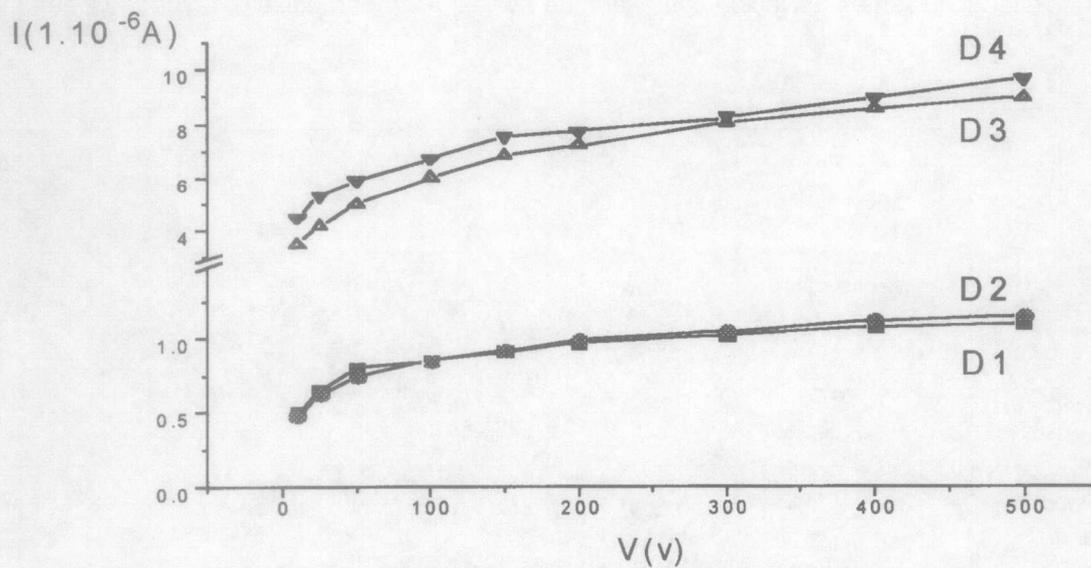


Figura 4. Característica I-V de los detectores de Si(Li) fabricados.

Debido a sus pequeñas corrientes de fuga los dispositivos D1 y D2 fueron encapsulados y montados dentro de un criostato para trabajar a temperatura del nitrógeno líquido.

Los detectores fueron evaluados con un sistema espectrométrico, ambos cuentan con una resolución energética menor de 200 eV para la línea de 5.9 KeV de la fuente de Fe-55, lo que ha permitido trabajar con ellos en fluorescencia de rayos X dispersiva en energía. El mejor resultado se obtuvo con el dispositivo D2 al alcanzar una resolución energética de 180 eV, el espectro se muestra en la Figura 5.

#### 4. Conclusiones

Se logró poner a punto la tecnología de fabricación de detectores de Silicio-Litio con juntura superficial. Los procesos implementados de difusión y deriva del Litio permiten la repetibilidad de las características de los detectores. Las curvas I-V y C-V demuestran que los dispositivos obtenidos tienen buenas características eléctricas, se lograron obtener dispositivos con bajas corrientes de fuga para este tipo de proceso tecnológico. Debemos pasar al empleo de nuevas técnicas de pasivación como las que se

reportan actualmente en la literatura para obtener valores inferiores de las corrientes de fuga.

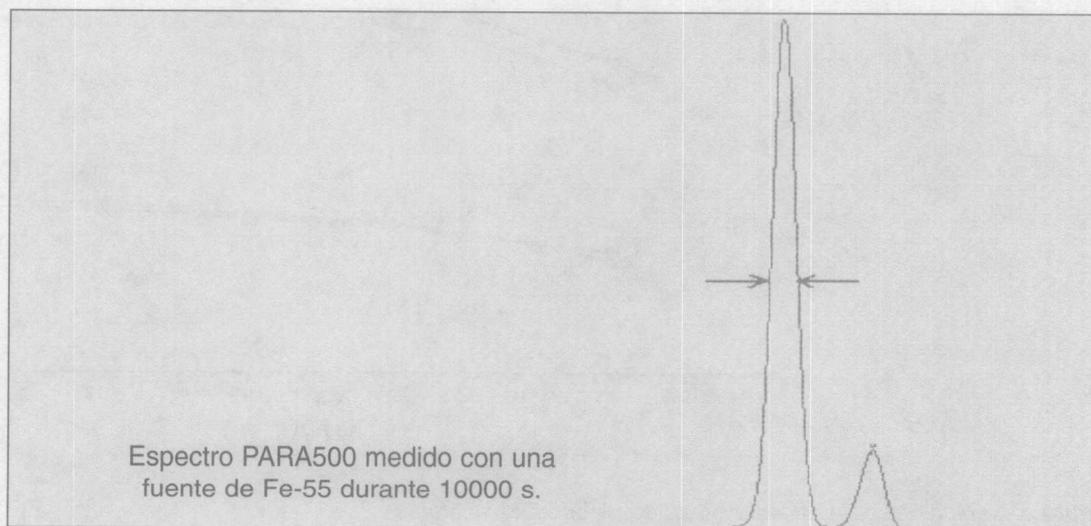
Los detectores fabricados se utilizaron en el registro o conteo de partículas tipo  $\beta$  de altas energías y en la espectrometría de rayos X.

La obtención de detectores con una resolución energética menor de 200 eV para la línea  $K\alpha$  del Mn de 5,9 KeV posibilita que los mismos sean empleados en la fluorescencia de rayos X, técnica analítica de amplia utilización.

El detector D2 se emplea actualmente conjuntamente con un sistema de fluorescencia de rayos X dispersiva en energía en el análisis de diferentes tipos de muestras de suelos, sedimentos, fertilizantes, tierras raras y aceros en un departamento de Técnicas analíticas con resultados satisfactorios.

Al obtener los detectores de Si(Li) logramos ampliar la variedad de detectores semiconductores fabricados por nuestro grupo, posibilitando la medición de diferentes tipos de radiaciones tanto partículas pesadas de recorrido corto, como partículas  $\beta$ , rayos X y  $\gamma$  de baja energía.

**Fig. 5.** Espectro obtenido en el sistema espectrométrico FRAX703 utilizando el dispositivo D2 como detector de rayos-X.



## 5. Bibliografía

- [1] A. Díaz, A.E. Cabal y otros, *Nucleus*, No.10, pp. 21-23, 1991, Cuba.
- [2] B.P. Osipenko, *Tejnologiya izgotovleniya poluprobodnikovyy detectorov* (Dubná, 1992).
- [3] Azimov S.A., Muminov R.A. y Chamirzaev S., *Kremnii- litievie detektori yadernogo izlucheniya* ("Fan", Tachkent, 1981).
- [4] Knoll G. F., *Radiation detection and measurement* (John Wiley and sons, USA, 1976).
- [5] R.P. Sharma, A.S. Divatia, *Pramana J. Phys.*, Vol.26, N° 3, March 1986, pp. 191-203, India.
- [6] Walton J.T., Pehl R.H. y otros, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, Vol NS-31, No.1, February 1984
- [7] M. Jantunen, S.A. Audet, *Nuclear Inst. and Methods*, A 353 (1994), pp. 89-92.
- [8] Kalinka G., *Nuclear Inst. and Methods*, B75 (1993), pp. 91-98.