

УДК 539.1.074

К. х. н. З. Ф. ТОМАШИК¹, к. х. н. И. Б. СТРАТИЙЧУК, д. х. н. В. Н. ТОМАШИК¹,
к. ф.-м. н. С. И. БУДЗУЛЯК¹, к. х. н. И. И. ГНАТИВ¹, д. т. н. В. К. КОМАР², Н. Г. ДУБИНА²,
А. П. ЛОЦЬКО¹, д. ф.-м. н. Д. В. КОРБУТЯК¹, к. ф.-м. н. Л. А. ДЕМЧИНА¹, к. ф.-м. н. Н. Д. ВАХНЯК¹

Украина, г. Киев, ¹Институт физики полупроводников им. В. Е. Лашкарёва НАНУ;
г. Харьков ²Институт монокристаллов НАНУ.

E-mail: tomashyk@isp.kiev.ua

ОСОБЕННОСТИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ $Cd_{1-x}Zn_xTe$ -ДЕТЕКТОРА ИОНИЗИРУЮЩЕГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Разработан способ изготовления рабочего элемента $Cd_{1-x}Zn_xTe$ -детектора ионизирующего излучения с высокой чувствительностью к низкоэнергетическому γ -излучению радиоактивного изотопа америция ²⁴¹Am. Предложенная методика двухэтапной химической обработки поверхности с использованием новых бромвыделяющих полирующих травителей значительно улучшает качество детекторного материала и способствует увеличению его удельной чувствительности к ионизирующему излучению, а также позволяет использовать меньшие по размеру пластины $Cd_{1-x}Zn_xTe$, что приводит к снижению стоимости детекторов.

Ключевые слова: детектор ионизирующего излучения, полупроводник, химическое травление, химико-динамическое полирование, химико-механическое полирование.

В настоящее время разработана технология изготовления полупроводниковых детекторов ионизирующего излучения на основе высокоомного теллурида кадмия [1].

По сравнению с аналогичными приборами, в которых в качестве активного элемента использованы кремниевые $p-i-n$ -диоды, устройства, созданные на основе $CdTe$ - и $Cd_{1-x}Zn_xTe$ -детекторов, обладают рядом преимуществ: более низким (до 20 кэВ) пределом диапазона регистрируемых энергий; большей чувствительностью (приблизительно в 3 раза для γ -квантов с энергией 662 кэВ) на единицу объема; большей стабильностью в широком диапазоне температур. Однако их чувствительность недостаточна, например, при необходимости регистрации малых низкоэнергетических потоков γ - или X -излучения по причине несовершенства поверхности под контактами.

Изготовленные в соответствии с [2] полупроводниковые детекторы γ - и X -излучения с применением лазерных технологий нанесения контактов характеризуются удовлетворительным качеством, но недостаточно чувствительны к низкоэнергетическому излучению, например к γ -излучению радиоактивного изотопа америция. Для достижения достаточной чувствительности необходимо использовать образцы больших размеров (примерно $5 \times 10 \times 2$ мм). Это связано с тем, что на поверхности детектора под контактами происходит большая потеря носителей заряда, поскольку используемые травители не дают возможности точно контролировать процесс снятия нарушенного слоя, действуют слишком жестко и недостаточно однородно. Кроме того, стандартные травители, содержащие элементарный бром,

чрезвычайно токсичны, характеризуются значительной летучестью и неустойчивостью. Все вышеуказанное обуславливает высокую стоимость детекторов и приводит к возникновению проблем при создании миниатюрных детекторов и дозиметров на их основе.

Целью настоящей работы является изготовление $Cd_{1-x}Zn_xTe$ -детектора ионизирующего излучения, более чувствительного к низкоэнергетическому γ -излучению радиоактивного изотопа америция ²⁴¹Am при использовании, к тому же, полупроводниковых пластин меньших размеров (а значит, и меньшей стоимости) за счет повышения удельной чувствительности материала.

Исследуемые образцы

Для изготовления детекторов γ - и X -излучения использовали высокоомные (с удельным сопротивлением $\rho \approx 10^9$ Ом·см) монокристаллы $Cd_{1-x}Zn_xTe$ (при $x=0,1$), выращенные методом Бриджмена под высоким давлением, с достаточно высоким значением произведения подвижности носителей заряда μ на время их жизни τ : для электронов $\mu\tau \approx 5 \cdot 10^{-4}$ см²/В, для дырок $\mu\tau \approx 5 \cdot 10^{-5}$ см²/В. После разрезания монокристалла на пластины толщиной примерно 2 мм их механически шлифовали водными суспензиями абразивных порошков М-10, М-5 и М-1 в порядке уменьшения зернистости до достижения толщины 1 мм. Процесс шлифования проводили на стеклянном шлифовальнике, поочередно обрабатывая пластины с обеих сторон в течение 3 мин, после чего их тщательно промывали в теплой дистиллированной воде с добавлением небольшого количества поверхностно-активных веществ, затем несколько раз дистиллированной

водой, изопропиловым спиртом и высушивали на воздухе.

При механической обработке монокристаллов $Cd_{1-x}Zn_xTe$ образуется нарушенный слой, толщиной несколько десятков микрометров. Однако поверхностные свойства материала часто преобладают над объемными и играют доминирующую роль в характеристиках полупроводниковых детекторов ионизирующего излучения. Поэтому для улучшения электрофизических и спектральных характеристик полупроводниковых приборов в приборостроении особое внимание обращают на состояние поверхности. После всех этапов механической обработки, на конечных этапах обработки пластин полупроводниковых материалов обязательной является их обработка жидкофазным травлением с целью удаления нарушенного слоя и достижения заданной толщины. Во время химического травления происходит постепенное растворение дефектной части (нарушенного слоя), что является типичным примером гетерогенных химических процессов и представляет собой отдельный случай растворения твердых тел в жидкостях [3, 4].

В настоящей работе вместо стандартного жидкофазного полирующего травителя на основе элементарного брома предложено использовать бромвыделяющую смесь азотной, бромистоводородной и винной кислот. Методом химико-динамического полирования (ХДП) при помощи разработанного нами универсального жидкофазного бромвыделяющего полирующего травителя $HNO_3-HBr-C_4H_6O_6$ [5] со скоростью травления $v \approx 35$ мкм/мин удаляли образовавшийся в результате механического полирования нарушенный слой толщиной 100–150 мкм. Скорость травления определяли по уменьшению толщины пластин после травления при помощи многооборотного индикатора типа 1МИГП с точностью $\pm 0,5$ мкм. В отличие от стандартного полирующего травителя, предложенный нами травитель менее токсичен и менее агрессивен, является более эффективным, удобным и безопасным в процессе использования и при этом может хранить длительное время.

Следующим этапом обработки пластин является химико-механическое полирование (ХМП), которое обеспечивает достижение достаточно качественной поверхности детектора благодаря управлению скоростью удаления материала при помощи изменения давления на пластину и скорости вращения полировального устройства. При проведении этой операции необходимо учитывать, что ХМП осуществляется при помощи как химического растворения, которое происходит при взаимодействии поверхности кристалла с травильным раствором, так и механического взаимодействия этой же поверхности с полировальником, в результате которого также происходит удаление слоев полупроводника.

В работе использовали стеклянный полировальник, обтянутый синтетической тканью, устойчивой к полирующим суспензиям, механическому износу и сдвигу при полировании и имеющей однородные свойства и одинаковую толщину по всей рабочей зоне полировальника. ХМП пластин проводили в течение 3 мин другим разработанным нами травильным раствором $H_2O_2-HBr-C_2H_4(OH)_2$ при скорости полирования 1 мкм/мин. По окончании процесса ХМП образцы промывали сначала водным раствором $Na_2S_2O_3$ с концентрацией 0,1 М, потом большим количеством дистиллированной воды и высушивали в потоке сухого воздуха [6].

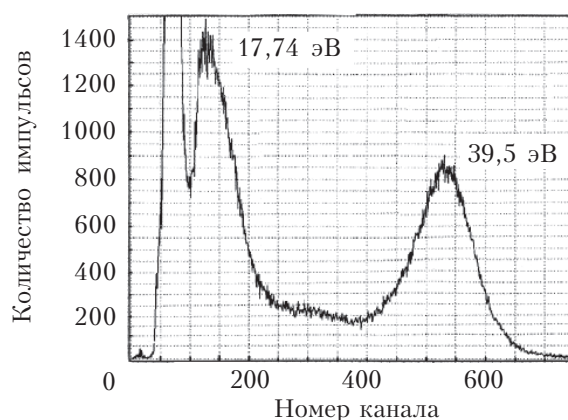
Обработанную пластину $Cd_{1-x}Zn_xTe$ разрезали на образцы размерами 5×5 мм. Таким образом, объем детектора на основе полученных образцов (5×5×1 мм) уменьшается примерно в четыре раза по сравнению с обычно используемыми детекторами размером 5×10×2 мм.

Нанесение контактного металла на полученные образцы осуществляли методом лазерного сплавления [2].

Измерение спектра γ -излучения радиоизотопа ^{241}Am

На рисунке представлена спектральная чувствительность изготовленного предложенным способом детектора на основе высокоомного $Cd_{1-x}Zn_xTe$ к γ -излучению радиоизотопа ^{241}Am . Отметим, что без проведения операции ХМП детектор был вообще не чувствителен к излучению этого изотопа. После ХМП на спектре четко проявлялись пики, которые связаны с γ -излучением америдия. При приложении рабочего напряжения в 300 В соотношение сигнал/шум составляло 12:1.

Как показали проведенные исследования, предложенные бромвыделяющие травильные композиции воздействуют на материал чрезвычайно щадяще, однородно и равномерно как во время снятия нарушенного слоя, так и при про-



Спектральная чувствительность детектора на основе высокоомного $Cd_{1-x}Zn_xTe$ к γ -излучению радиоизотопа ^{241}Am (возле пиков указаны значения их энергии)

ведении ХМП для финишного формирования полированной поверхности пластин $Cd_{1-x}Zn_xTe$, оптимальной для нанесения контактов и создания рабочих элементов детектора ионизирующего излучения.

Полученные детекторы применительно к γ -излучению радиоизотопа ^{241}Am характеризуются энергетическим разрешением (на энергии изотопа 59,5 кэВ) примерно 20% и дискретной чувствительностью около 300 импульс/мкР. (Более подробно результаты исследований характеристик $Cd_{1-x}Zn_xTe$ -детекторов будут опубликованы в отдельной работе.)

Проведенные исследования показали, что благодаря использованию в качестве полирующего травителя бромвыделяющей смеси азотной, бромистоводородной и винной кислот и дополнительно проведению химико-механического полирования полупроводниковой пластины бромвыделяющим травителем на основе смеси пероксида водорода, бромистоводородной кислоты и этиленгликоля стало возможным изготовление $Cd_{1-x}Zn_xTe$ -детектора ионизирующего излучения, более чувствительного к низкоэнергетическому γ -излучению радиоактивного изотопа америция ^{241}Am , чем детектор, описанный в [2]. За счет повышения удельной чувствительности полупроводника были использованы меньшие по толщине полупроводниковые пластины $Cd_{1-x}Zn_xTe$, что привело к уменьшению объема детектора приблизительно в 4 раза и, соответственно, к его удешевлению.

ИСПОЛЬЗОВАННЫЕ ИСТОЧНИКИ

1. Корбутяк Д. В., Мельничук С. В., Корбут Е. В., Борисюк М. М. Телурид кадмію: домішково-дефектні стани та детекторні властивості. — Київ: «Іван Федоров», 2000. [Korbutyak D. V., Mel'nichuk S. V., Korbut E. V., Borisyuk M. M. Telurid kadmiyu: domishkovo-defektni stani ta detekturni vlastivosti. Kiev: «Ivan Fedorov», 2000]
2. Декл. пат. на винахід 46513А України. Спосіб виготовлення детектора γ - та X-випромінювання на основі високоомних напівпровідників CdTe та CdZnTe / Д. В. Корбутяк, Я. В. Бобицький, С. І. Будзуляк та ін. — 2002. — Бюл. № 5. [Dekl. pat. na vinakhid 46513A Ukraini. / D. V. Korbutyak, YA. V. Bobits'kii, S. I. Budzulyak ta in. 2002. Byul. N 5]
3. Сангвал К. Травление кристаллов: Теория, эксперимент, применение. — Москва: Мир, 1990. [Sangval K. Travlennye kristallov: Teoriya, eksperiment, primeneniye. Moscow: Mir, 1990]
4. Никифорова-Денисова С. Н. Механическая и химическая обработка. Серия «Технология полупроводниковых приборов и изделий микроэлектроники», кн. 4. — Москва: «Высшая школа», 1989. [Nikiforova-Denisova S. N. Mekhanicheskaya i khimicheskaya obrabotka. Seriya «Tekhnologiya poluprovodnikovyykh priborov i izdelii mikroelektroniki», kn. 4. Moscow: «Vysshaya shkola», 1989]
5. Томашик З. Ф., Гнатив И. И., Томашик В. Н., Стратийчук И. Б. Химическое растворение монокристаллов CdTe и твердых растворов $Cd_{1-x}Zn_xTe$ в бромвыделяющих травильных композициях системы H_2O_2 -HBr-этиленгликоль // Журн. неорган. химии. — 2006. — Т. 51, № 8. — С. 1406—1409. [Tomashik Z. F., Gnativ I. I., Tomashik V. N., Stratiichuk I. B. // Zhurn. neorgan. khimii. 2006. Vol. 51, N 8. P. 1406]

6. Tomashik Z.F., Tomashik V.M., Stratiychuk I.B. et al. Chemical-mechanical polishing of CdTe and $Zn_xCd_{1-x}Te$ single crystals by $H_2O_2(HNO_3)$ -HBr-organic solvent etchant compositions // J. Electron. Mater. — 2009. — Vol. 38, N 8. — P. 1637—1644.

Дата поступления рукописи
в редакцию 11.10 2012 г.

Tomashik Z. F., Stratiichuk I. B., Tomashik V. N., Budzulyak S. I., Gnativ I. I., [Komar V. K.], Dubina N. G., Lots'ko A. P., Korbutyak D. V., Demchina L. A., Vakhnyak N. D. **Features of manufacturing $Cd_{1-x}Zn_xTe$ ionizing radiation detector.**

Keywords: radiation detectors, semiconductor, chemical etching, chemical-dynamic polishing, chemical-mechanical polishing.

The article describes a newly-developed method of manufacturing of an operating element of the $Cd_{1-x}Zn_xTe$ -detector of ionizing radiation with high sensitivity to low-energy gamma radiation of the americium ^{241}Am radioactive isotope. The proposed two-step method of chemical surface treatment with the use of new bromine releasing polishing etchants significantly improves the quality of the detector material and increases its specific sensitivity to ionizing radiation. This allows to use smaller $Cd_{1-x}Zn_xTe$ plates, which results in lowering of the cost of detectors.

Ukraine, Kiev, V. E. Lashkaryov Institute of Semiconductor Physics of NASU; Kharkov, Institute for Single Crystals of NASU.

Томашик З.Ф., Стратийчук І.Б., Томашик В. М., Будзуляк С. І., Гнатів І. І., [Комар В. К.], Дубина Н. Г., Лоцько А. П., Корбутяк Д. В., Демчин Л. А., Вахняк Н. Д. **Особливості виготовлення $Cd_{1-x}Zn_xTe$ -детектора іонізуючого випромінювання.**

Ключові слова: детектор іонізуючого випромінювання, напівпровідник, хімічне травлення, хіміко-динамічне полірування, хіміко-механічне полірування.

Розроблено спосіб виготовлення робочого елемента $Cd_{1-x}Zn_xTe$ -детектора іонізуючого випромінювання з високою чутливістю до низькоенергетичного γ -випромінювання радіоактивного ізотопу америцію ^{241}Am . Запропонована методика двоетапної хімічної обробки поверхні з використанням нових бромвиділяючих поліруючих травників значно покращує якість детекторного матеріалу та сприяє збільшенню його питомої чутливості до іонізуючого випромінювання. Це дозволяє використовувати менші за розміром пластини $Cd_{1-x}Zn_xTe$, що призводить до зниження вартості детекторів.

Україна, м. Київ, Інститут фізики напівпровідників ім. В. Є. Лашкарьова НАНУ; м. Харків Інститут монокристалів НАНУ.