

**CNEA 469**  
Informe

ISSN 0325 - 1403

# Reactivación de Detectores de Ge(Li)

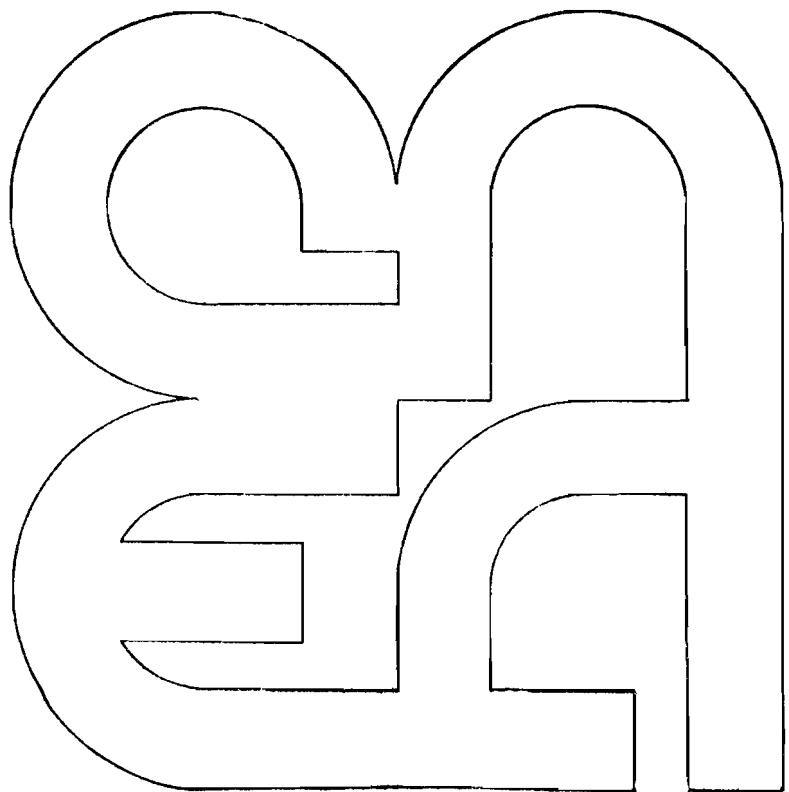
Julio Nicolai  
Guillermo Marti

J. M. Riso  
Carlos Giménez

Comisión  
Nacional  
de Energía  
Atómica

República Argentina

Buenos Aires, 1981



INIS CLASSIFICATION AND KEYWORDS

E41

LI-DRIFTED GE DETECTORS  
CRYOSTATS  
PHYSICAL RADIATION EFFECTS  
CRYSTAL DEFECTS  
MAINTENANCE  
ENERGY LOSSES

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA  
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

**REACTIVACION DE DETECTORES DE Ge(Li)**

Julio Nicolai\*; Guillermo Martí\*; J.M. Riso\* y Carlos Giménez\*  
Trabajo presentado en Marzo de 1978.

**RESUMEN**

En el presente trabajo, se describe un método para regenerar las características de los detectores de Ge(Li) dañados que ha sido aplicado con éxito en nuestro laboratorio. El procedimiento consiste en calentar el cristal sin extraerlo del crióstato, hasta temperaturas entre 10°C y 30°C, con el objeto de limpiar su superficie. Posteriormente se lo somete a un enfriamiento hasta temperatura de nitrógeno líquido seguido por uno o más corrimientos "clean-up". Este trabajo resume los resultados obtenidos con varios detectores de los cuales se han podido extraer algunas conclusiones generales.

**ABSTRACT**

*Lithium germanium detectors reactivation*

A known convenient method, used, to regenerate the characteristics of damaged Ge(Li) detectors has been applied in our laboratory and is described here. The procedure consists of warming-up the crystal in its cryostat, to temperatures between 10°C and 30°C, over room temperature in order to clean its surface. Subsequent cooling down to liquid nitrogen temperature followed by one or more clean-up drifting processes are applied to the crystals.

\* CNEA - Dpto. de Física.

This paper summarizes the results obtained with several detectors from which some general conclusions are extracted.

#### INTRODUCCION

Los detectores de Ge(Li) deben permanecer durante su vida útil en un ambiente de características especiales. En primer lugar durante su operación es conveniente mantener su temperatura cercana a la del nitrógeno líquido para disminuir el ruido generado térmicamente y para evitar la migración indeseada de los iones  $\text{Li}^+$  dentro del cristal<sup>(1)</sup>. Además, los cristales de Ge(Li) deben permanecer en vacío elevado (presión  $10^{-5}$  Torr.) para asegurar su limpieza.

Por estos motivos los cristales son montados en el interior de criostatos, dentro de los cuales se mantiene un vacío elevado por medio de una bomba criogénica (en ciertos casos se instala además una bomba iónica en el criostato). Las fallas de hermeticidad del criostato acarrearán un deterioro en las características del cristal debido a la contaminación de su superficie, con el consiguiente aumento de la corriente de fuga inversa. En estos casos crece el nivel de ruido a la salida del preamplificador empeorando la resolución.

Si la corriente es excesiva se produce un corrimiento del punto de trabajo del preamplificador y por lo tanto causa una disminución de su rango dinámico entregando una respuesta no lineal.

Menos frecuentemente y en general debido a accidentes, se deja evaporar el nitrógeno líquido usado como refrigerante con la consiguiente excursión de temperatura del detector. Si éste permanece a temperatura elevada (alrededor de temperatura ambiente) durante un lapso prolongado se pueden dañar severamente las propiedades del cristal, siendo imposible en los casos más graves, restaurar sus características originales. Esto ocurre debido a la precipitación de  $\text{Li}^+$  en la zona  $\text{N}^+$  y la consecuente disminución de su concentración. La juntura  $\text{N}^+\text{I}$  se transforma en un contacto inyector que deteriora la característica corriente de fuga inversa en función de la tensión.

Por otra parte el aumento de temperatura hasta un valor cercano a la temperatura ambiente produce un aumento de la corriente de fuga inversa que alcanza valores que exceden en 4 ó 5 órdenes de magnitud el valor límite para el correcto funcionamiento del preamplificador, por lo cual el detector es inoperable en esas condiciones.

La capacidad del detector que normalmente debiera coincidir con el valor teórico deducido de la geometría del detector e inde-

pendiente de la tensión de polarización, aumenta considerablemente y se vuelve fuertemente dependiente de la tensión. Esto ocurre por que al elevarse la temperatura, en la zona compensada se disocian algunos de los pares  $\text{Li}^+ \text{Ga}^-$  de la red cristalina; la movilidad del  $\text{Li}^+$  aumenta, difundiendo hacia los sitios vacantes de la red donde precipita, pasando a un estado eléctricamente inactivo (2) (3). La región intrínseca invierte su carácter neutro y readquiere las característicasceptoras del material original, disminuyendo sensiblemente de espesor y empeorando la calidad de la zona compensada. Como la capacidad del detector es inversamente proporcional al ancho de la zona intrínseca al disminuir ésta, aumenta la capacidad, empeorando la relación señal ruido del preamplificador, por lo que la resolución se degrada drásticamente. El empobrecimiento de la zona compensada también degrada la eficiencia de colección de carga por lo que la eficiencia relativa y la relación pico-Compton, también se ven afectadas.

Las impurezas que se depositan sobre el cristal en caso de fallas de vacío modifican la estructura de bandas en su superficie, sobre todo el oxígeno que se combina con el Li, modificando la zona intrínseca que invierte su carácter neutro tornándose levemente aceptora (tipo P). Así se crean canales superficiales conductores entre la zona  $\text{N}^+$  y la zona  $\text{P}^-$  aumentando la conductividad inversa del cristal(4).

#### EVALUACION DE DAÑOS

Para evaluar la degradación de los detectores y las causas que lo provocan, se analizan las curvas de corriente de fuga inversa y de capacidad en función de la tensión. Para un detector que opera en condiciones normales la corriente inversa se debe mantener por debajo de 0,5 nA y deber ser casi independiente de la tensión. Una intensidad de corriente inversa uno o dos órdenes de magnitud por encima de ese valor, indica que la superficie del cristal está levemente afectada por impurezas depositadas sobre ella. Cuando la corriente inversa se encuentra muy por encima de 0,5 nA (1 microampere o más) y además es fuertemente dependiente de la tensión, revela no sólo suciedad superficial sino que hay un aporte de corriente volumétrica provocada por carga espacial térmica no compensada, y por precipitación de Li en la zona  $\text{N}^+$ .

La capacidad adopta normalmente valores entre 20 y 40 pF., dependiendo de la geometría y de las dimensiones del cristal.

Su gráfica en función de la tensión debe alcanzar el plateau a proximadamente con el 30% de la tensión nominal aplicada, en caso contrario indica una sensible disminución del ancho y empobrecimiento de la zona compensada. Los detectores que permanecen algún tiempo sin nitrógeno líquido invariablemente presentan una curva de ca

pacidad muy dependiente de la tensión, cuyos valores están por encima de los que adopta en condiciones normales.

#### DESCRIPCION DEL METODO

El método que vamos a describir se aplicó a varios detectores de diferentes características que habían sufrido daños por deficiencia de vacío o por permanecer algún tiempo a temperatura ambiente. Todos ellos eran de geometría coaxial cilíndrica con volúmenes activos entre 30 y 40 cm<sup>3</sup> y habían sido procesados siguiendo los métodos usuales.

El método consiste en calentar el cristal entre 10°C y 30°C (temperatura ambiente) con tensión inversa aplicada, luego se enfría el tamiz molecular, pero se mantiene la temperatura del cristal durante 2 horas para que se evaporen las impurezas de su superficie las cuales son absorbidas por la zeolita, se logra así disminuir la intensidad de corriente de fuga inversa.

Para corregir la curva de capacidad y mejorar la zona compensada se realizan uno o varios "clean-up-drifts" a diferentes temperaturas y con evacuado permanente con bomba difusora con trampa de nitrógeno líquido.

A continuación se reseñan los pasos a seguir para la aplicación del método:

- 1) Se polariza inversamente el detector con 100 a 300 Volts de tensión continua;
- 2) Se saca el crióstato del termo y se conecta a la bomba de vacío;
- 3) Se calienta el recipiente que contiene el tamiz molecular entre 50°C y 60°C mediante calefactores eléctricos. Como el dedo frío queda expuesto a temperatura ambiente, la temperatura del cristal sube lentamente, al mismo tiempo que el exceso de impurezas de desgase del tamiz molecular es absorbido por el equipo de vacío. Al cabo de 5 horas aproximadamente, la corriente de fuga del detector alcanza los 40 mA, su temperatura está por encima de la temperatura ambiente (30°C) y la tensión aplicada puede ser de 300 Volts, de modo que la potencia disipada es de unos 10 a 15 Watts;
- 4) Se desconecta la bomba de vacío se introduce el crióstato en el termo y se mantiene la corriente del detector en 40 mA por espacio de 2 horas. Al cabo de ese tiempo la tensión se lleva a 10-20 Volts y cuando la corriente decae a 1 mA se vuelve a aplicar lentamente hasta alcanzar la tensión nominal, evitando cuidadosamente la escalada térmica del cristal. Se deja así hasta que la corriente se estabilice y luego se determinan las curvas de corriente y capacidad. En el

caso que ambas adopten la forma y valores adecuados se prueba el detector y si recupera las características normales que tenía antes de ser procesado se da por finalizada la reparación.

En caso contrario puede repetirse el proceso o proceder a realizar uno o varios "clean-up-drifts" como se describe a continuación:

- 1) Se conecta el equipo de vacío y se sumergen el dedo frío, y el recipiente que contiene la zeolita en un baño refrigerante a  $-25^{\circ}\text{C}$ , simultáneamente se polariza inversamente el detector con 200 ó 300 Volts de tensión continua. Se mantiene así durante 24 horas, evitando la escalada térmica del cristal;
- 2) Pasado ese tiempo se lo pasa a un baño refrigerante a  $-80^{\circ}\text{C}$  y se lo deja aproximadamente 2 horas. Durante ese tiempo se puede aumentar la tensión hasta que la corriente se establezca, se desconecta el crióstato del equipo de vacío y se pasa al termo, se le aplica la tensión nominal de operación y se deja así aproximadamente 24 horas hasta que se establezca la corriente. Pasado ese tiempo se determinan las curvas de corriente y capacidad y se decide si se repite el proceso o se prueba el detector.

#### RESULTADOS

A continuación se enumeran algunos de los detectores a los cuales se les aplicó con éxito el método anterior. Todos ellos eran de geometría coaxial cilíndrica con volúmenes aproximados entre  $35\text{ cm}^3$  y  $50\text{ cm}^3$ . En cada caso se resumen los procesos realizados. Las curvas de capacidad y corriente antes y después de ser procesados se observan en las fig. 1 y 2, en el cuadro final se aprecian las características de cada detector en condiciones de operación normal, antes y después de aplicarle el método.

#### DETECTOR N° 1

Se procesó cuando funcionaba deficientemente con +580 V siendo su tensión nominal +1.800 V. La curva de corriente estaba muy deteriorada pero la capacidad era normal. Se le hicieron tres evacuados sucesivos con bombas criogénicas calentando el cristal hasta ( $-50^{\circ}\text{C}$ ) aproximadamente, pero no se obtuvieron resultados satisfactorios.

Finalmente se calentó el cristal hasta temperatura ambiente y fue evacuado con bomba difusora manteniéndose así durante 2 horas con +300 V aplicados y la corriente estabilizada en 40 mA. Posteriormente fue enfriado y al cabo de 5 horas se levantaron las curvas de corriente y capacidad.

#### DETECTOR N°2

Por un accidente se evaporó el nitrógeno líquido y permaneció un mes a temperatura ambiente. Fue calentado hasta aproximadamente 30°C y permaneció durante 2 horas con 200 V y una corriente de 35 mA, posteriormente se realizó un "clean-up-drift" a -25°C durante 24 horas y otro a -80°C durante 2 horas. Finalmente se llevó a temperatura de nitrógeno líquido (-196°C) y se dejó enfriar durante 24 horas.

#### DETECTOR N°3

El termo donde se aloja el crióstato permaneció dos días sin nitrógeno líquido. No entregaba respuesta antes de ser procesado. Se lo trató de forma idéntica que el detector N°2.

#### DETECTOR N°4

Sufrió degradación paulatina de resolución y relación pico-Compton, antes de ser procesado no funcionaba. Se procesó como el detector N°1, excepto que no se hicieron evacuados previos con bombas criogénicas, sino que fue evacuado directamente con bomba difusora.

#### DETECTOR N°5

Por una pérdida en el termo permaneció tres días sin nitrógeno líquido y no entregaba respuesta antes de ser procesado. Se le hicieron los mismos procedimientos que al detector N°2.

### CONCLUSIONES

Además de los detectores enumerados antes, el método se aplicó con éxito a unos 15 detectores más por lo que tenemos estadística suficiente para extraer conclusiones generales.

Los resultados demuestran:

- 1) Que el evacuado con bomba difusora de aceite con una trampa sobredimensionada de nitrógeno líquido es más rápido y eficaz que con bombas criogénicas.
- 2) Se logró disminuir drásticamente el tiempo de reparación del detector, ya que en los casos de anomalías por deficiencia de vacío el detector recuperaba sus características iniciales tan sólo un día después de ser procesado, mientras



que evacuando por crioadsorción eran necesarios por lo menos tres días, lo que insumía un tiempo total de reparación de aproximadamente siete días o más debido a los procesos de regeneración a que se debía someter el tamiz molecular de las bombas entre evacuados sucesivos.

- 3) El método demuestra que en principio es eficaz para regenerar las características de detectores que permanecieron algún tiempo a temperatura ambiente, sin necesidad de extraer el cristal del crióstato.
- 4) Las curvas de corriente y capacidad en función de la tensión son las fuentes de información más seguras para analizar los daños sufridos por los detectores.

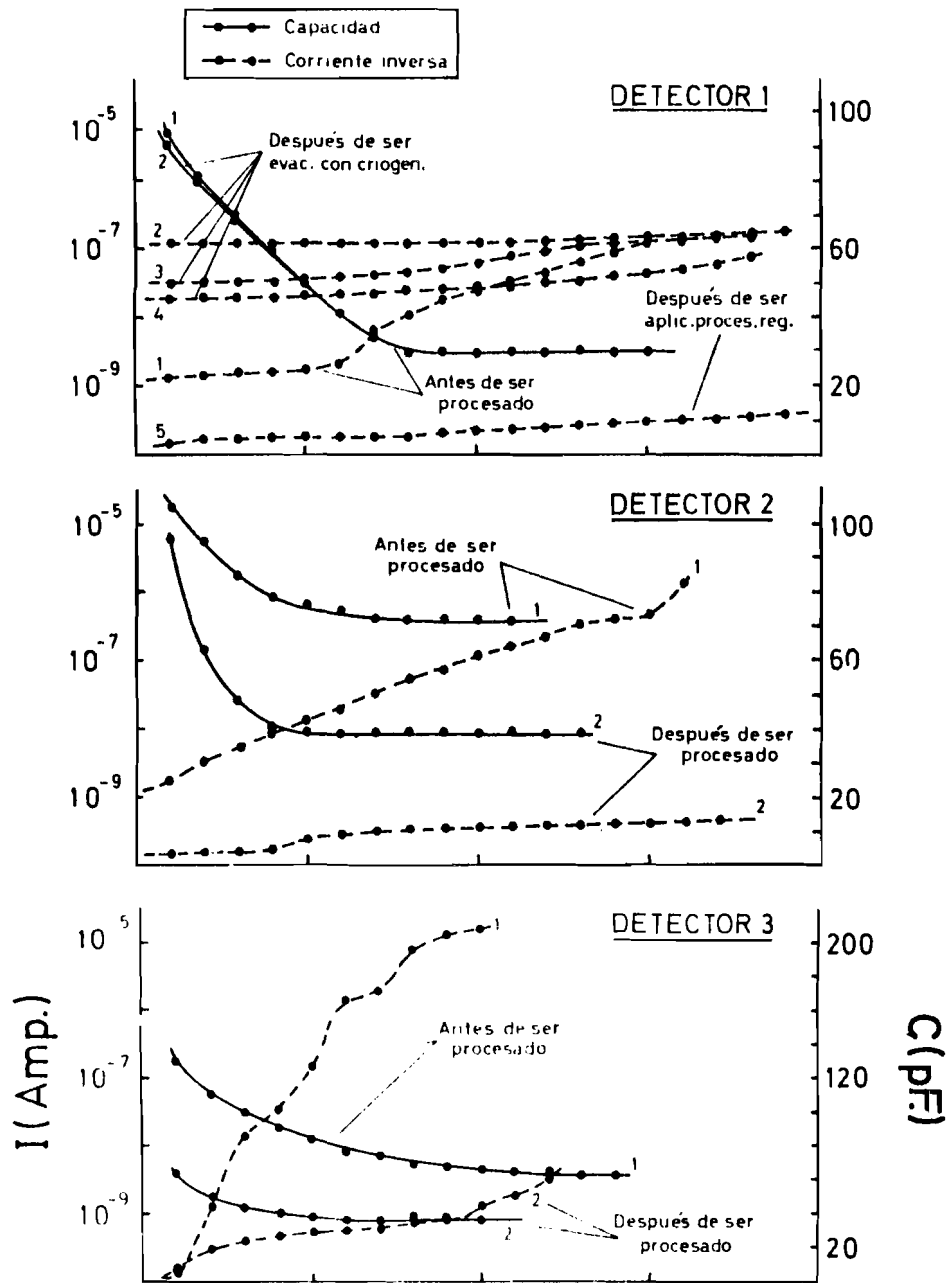


FIGURA 1

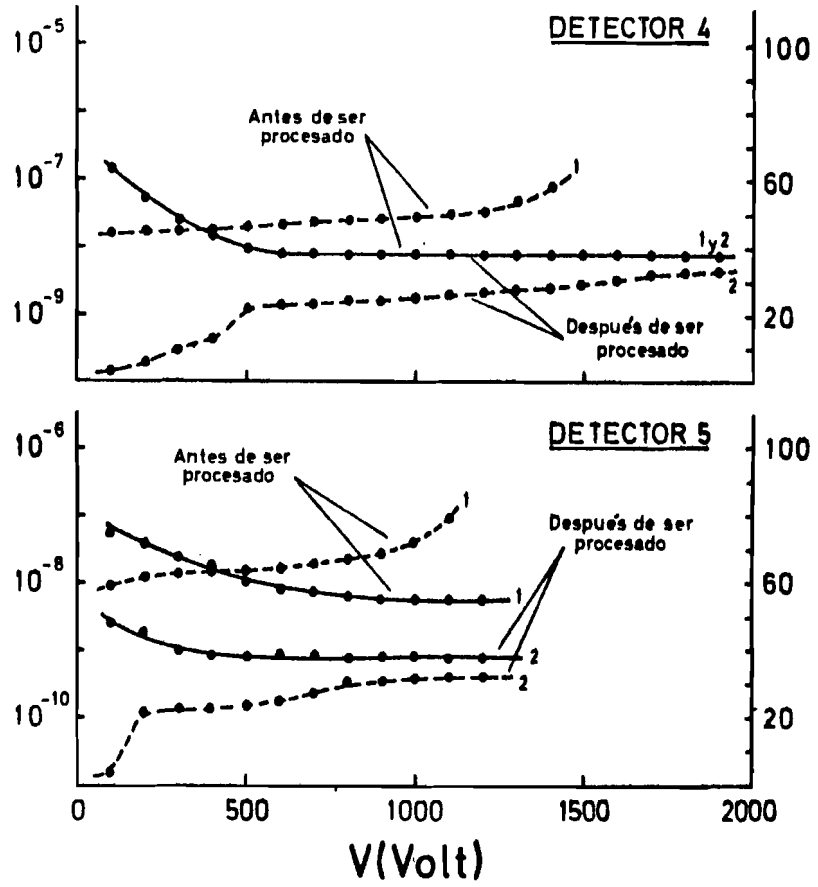


FIGURA 2

DETECTOR		CARACTERISTICAS EN OPERACION NORMAL					CARACTERISTICAS ANTES DE SER PROCESADO					CARACTERISTICAS DESPUES DE SER PROCESADO				
Nº	Marca	Tensión de operación (Volt)	Resol. (keV)	Relac. p/Compton	Eficien.	Tensión de operación (Volt)	Resol. (keV)	Relac. p/Compton	Eficien.	Tensión de operación (Volt)	Resol. (keV)	Relac. p/Compton	Eficien.			
1	Nuclear Diodes	+1.800	2.9	23/1	4.5%		No entregaba señal			+1.800	2.2	26/1	no med.			
2	Nuclear Diodes	-1.750	4.0	13/1	4.0%	- 600	15	2/1	no med.	-1.750	3.8	12/1	4.0%			
3	CNEA	- 700	3.8	12/1	3%		No entregaba señal			- 700	3.8	13/1	no med.			
4	ORTEC	+2.000	2.7	13/1	no med.		No entregaba señal			+2.000	2.7	13/1	no med.			
5	CNEA	- 700	2.7	13/1	3.5%		No entregaba señal			-1.200	2.7	13/1	3.5%			

BIBLIOGRAFIA

- 1) G. ARMANTROUT U.C.R.L. 12245 SM-61/33 "Lithium Drifted Germanium Detectors for high resolution beta and gamma ray spectroscopy" (1965).
- 2) F.J. MORIN and H. REISS Journal of Physics Chem. Solids Pergamon Press 1957 VOL 3 pp 196-209 "Precipitation of Lithium in Germanium".
- 3) P.E. GIBBONS and P. IREDALE Nuclear Instruments and Methods 53 (1967) 1-6 "On the Accuracy of Acceptor Compensation by Lithium ion-drift".
- 4) G. ARMANTROUT U.C.R.L. 14263 CON-1-651001-11 "Ambient Storage effects and mounting problems of very large volume Ge(Li) detectors" (1965).

