

JAERI-M

6 6 2 8

常温長期放置・不能Ge(Li)検出器の再生回復

——通電による結晶の直接加熱法の応用と、
Q-値によるクリーン・アップ度合の推定——

1976年7月

河原崎 雄 紀

日本原子力研究所
Japan Atomic Energy Research Institute

この報告書は、日本原子力研究所が JAERI-M レポートとして、不定期に刊行している研究報告書です。入手、複製などのお問合せは、日本原子力研究所技術情報部（茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。

JAERI-M reports, issued irregularly, describe the results of research works carried out in JAERI. Inquiries about the availability of reports and their reproduction should be addressed to Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken, Japan.

常温長期放置・不能 Ge(Li) 検出器の再生回復

(通電による結晶の直接加熱法の応用と、
Q一値によるクリーン・アップ度合の推定)

日本原子力研究所東海研究所物理部

河 原 崎 雄 紀

(1976年6月25日受理)

研究室規模での、Ge(Li)検出器の、より簡便な製作法、再生回復の技術について検討し、2つの新しい方法を考案した。その1つは、Liの蒸着・熱拡散の過程で用いられるもので、通電による結晶の直接加熱と電界によるLi蒸着効率を高める方法である。他の一つは、検出器製作の最終段階であるクリーン・アップ過程において、この処理の進行状況をQ一値によって推定しようとするものである。

この2つの手法を取り入れたテストの結果、常温に長期間放置したLiドリフト剤結晶は検出器として再生回復した。この手続きは、高速中性子などの照射により劣化した検出器の再生回復に直ちに利用出来るものである。再生回復の手順、経緯、結果を詳しく報告した。

JAERI-M 6628

Re-activation of an Inactive Ge(Li) Detector

left for Long Time at Room Temperature

(Application of direct heating of the crystal by
flowing electric current and estimation of the
characteristic by measuring Q-factor)

Yuuki KAWARASAKI

Division of physics, Tokai, JAERI

(Received June 25, 1976)

The two techniques of re-activating or fabricating a Ge(Li) detector simpler than the usual ones are presented. One is applied in the first stage, which is Li-evaporation onto Ge-crystal and thermal diffusion into the crystal. The crystal is heated directly by an electric current and the Li-evaporation efficiency is raised by means of electric fields applied between the crystal and the evaporators and between these two and the surrounding reflector electrode. The other is applied in the final stage of the so-called "clean-up" process. The Q-factor as a function of the applied bias voltage measured simultaneously with a capacitance can be used as a measure of the degree of quality(characteristic) which governs the detector resolution.

By the techniques, re-activation was successfully carried out of an inactive detector left for long time at room temperature.

They are applicable to re-activation of the deteriorated detector due to bombardment of fast neutron or charged particles.

The procedure of re-activation and the results are described.

目 次

1. まえがき.....	1
2. Ge(Li)検出器の製作手順の復習と より簡単な方法の検討.....	3
3. 常温長期放置Ge(Li)結晶の回復試験.....	12
4. あとがき.....	32
参考文献.....	33

1. まえがき

γ -線スペクトロスコピーの実験的研究分野において、Ge(Li)検出器の開発・利用は、画期的な事件と云えよう¹⁾。Ge(Li)検出器の性能の良さ——エネルギー分解能が秀れていて、かつ明るさもNaI(Tl)検出器に較べて、さほど劣らないこと——のため、開発初期においては多くの研究室やメーカーの人々によって盛んに研究されて来たが、現在ではメーカーによって大量に作られ市販されていて、製作法それ自体は既に確立されていると云える²⁾。このような訳で、価格も大分安くなっているが、一方、Ge単結晶メーカーも、Ge(Li)検出器用素材自体をこれまで世界的規模で大量に製造し、市販している³⁾。これは、画一的な仕様の市販の検出器では、研究目的に合致せず、研究者自身が、その研究目的に適した検出器を設計し、製作し、それを用いて実験を行なう必要が常に替在していることを示している。つまり、Ge(Li)検出器自身の改良も含めて、より広い範囲への利用・応用、新しい計測法の開発なども、当然考えられていて、実験・測定に最も適した大きさ、配位、組合せなどにおいて、市販既製のものでは、その目的に合わないからであろう。

しかし、上記したように積極的な検出器の改良、利用範囲の拡張、新しい計測法の開発などを目的にしたものでなくとも、次に述べるような実験に用いる場合には、研究室単位ないしはグループの規模で、製作法を確立しておく必要のある場合がある。半導体検出器は、速い中性子や、高エネルギー・イオンの照撃によって、性能が次第に劣化して、使用不能になることが報告されている⁴⁾。したがって、この種の線源が、測定しようとする γ -線中に混在するような実験を試みようとする際は、検出器の安定確保が常に問題になる。このような事例に属するものとして、連続スペクトルの中性子源を利用する中性子捕獲ガンマ線スペクトル測定の実験がある。現段階では、主として経済的な理由ではあるにせよ、この目的のために全てのGe(Li)検出器を購入して賄うわけには行かない。半導体検出器に対する放射線損傷の問題は、それ自身研究対象になっているが、我々の場合は、なるべく性能が劣化しないよい測定条件を見つけ出すとか、性能が劣化してしまった場合の対策を検討して、準備しておくなどである。同じ文献⁴⁾に、速い中性子の照射によって、分解能が著しく劣化した検出器も、再ドリフト過程の処理をほどこせば回復することが報告されている。再ドリフトとは、簡単に云えば、Li-drifted Ge 検出器を作るのと同じ手続きを経るということである。当研究室では、Ge検出器の製作が、その初期の頃から行なわれていた^{5), 6)}、また他の研究室でも行なわれているので⁷⁾、それらの基礎の上に、この研究室ないしは、グループに適したGe(Li)検出器の再生回復の方法を確立することが次の課題になる。

現在は、連続スペクトル中性子源を利用した中性子捕獲 γ 線スペクトルの測定が始まればかりなので、中性子照射によって検出器の劣化は未だ認められていない。しかし、上記のごとく、再生回復の手続きは、いづれにも共通したものであるから、常温に長期間放置したドリフト済の結晶の、検出器としての再生回復の試験を通じて、技術的基礎づけを行なった。この結晶は、かつては検出器として稼動したものであるが、取扱い不注意のため、真空洩れを生じ、不能になったもので、2年間以上も、常温・大気中に放置したものである。したがって、新しい素材から検出器を製作する場合よりも、放射線損傷によって劣化した検出器の再生回復のケ

ースに類似しているし、また、このように長期間放置したドリフト済結晶が、もと通り再生回復するか、どうか、たとえ回復したにせよ、以前よりも、ずっと悪い性能しか発揮出来ないのではないかなど興味ある問題点も含んでいる。

このレポートでは、再生回復の記録だけではなく、実際的な立場からの製作法に関する検討を行ない、改良点を指摘し、それに対する新しい方法に達する過程についても述べている。さらに、これらの方法の有効なことを、再生回復の試験を通して確かめている。

2. Ge(Li)検出器の製作手順の復習とより簡便な方法の検討

リチウム・ドリフテッド・ゲルマニウム (Lithium drifted germanium—Ge(Li)と略す) 検出器の製作法については、とりわけ開発初期において、多くの研究報告¹⁾がなされているので、個々についての詳細な記述は省くことにする。その中で、素材の選択についての議論も多くなされているが、現在では、ベルギーの Hoboken 社³⁾が、世界的規模で、かつ独占的に Li-drift 用 Ge 単結晶素材を供給しているので、この点も省略出来る。これらの素材は検出器製作上の目安となる諸点（形状、総量、比抵抗、エッチ・ピット、ライフ・タイム、ドリフト度合、価格など）についても試験済であって、購入時に、それらの諸点を参照して目的とする素材を選ぶわけである。このようなわけで、検出器の大きさと形状は、既に素材購入時に決っているので、所要の大きさ・形状への整形加工の手続きは、現在では殆んど不要になっている。

したがって、具体的な製作手順の第一段階として、

(1) N-層となるべき結晶の側面へのリチウムの拡散の作業が挙げられる。我々の場合、専ら真同心柱状 (true coaxial 型) の検出器を用いるので、円柱状結晶の側面へのリチウム拡散になる。

この過程にも、2,3 の方法が考案されている。

1-1) その最も簡単な方法として、lithium-in-oil-suspension を N-層となるべき側面に塗り、不活性ガス雰囲気中で 400 °C 程度に加熱して、リチウムの拡散を行なう方法が挙げられる。しかし、この方法は、リチウムの側面への一様塗布が、むづかしいことゝ、余剰リチウムが Ge と合金コンパウンドを作ってしまって、滑らかな表面が失なわれてしまう欠点がある。

1-2) 次の方法は、真空中で、側面に Li を蒸着させ、後に不活性ガスを導入して、加熱して拡散させるものである。真空中で加熱する際は、輻射による分のみが寄与するだけで、能率的ではない。

1-3) 第 3 番目の方法は、溶解リチウム塩中の電気渡金によるものであるが、U-型検出器（側面と底面が N-層になるようにした）の製作には適しているが、true coaxial 型には適しているとは云えない。

(2) 第 2 の作業としては、Ge 結晶中に熱拡散した Li^+ イオンを電解の作用で P 型領域に移動させ真性領域 (Intrinsic region) を形成させる、いわゆる Li-ドリフトをしなければならない。これには、P-N 接合に対して逆バイアス電圧を印加して、 Li^+ を移動させるわけであるが、ドリフトの厚さ W は、ドリフトしている時間 t の関数として、

$$W = \sqrt{2 V \mu_{\text{Li}} t}$$

で与えられる。こゝで、V は、印加される逆バイアス電圧、 μ_{Li} は、その時の結晶温度におけるリチウム・イオンの易動率である。

実際問題としては、 μ_{Li} が、入手した素材によって異なるし、ドリフト時の温度が常に一定し

ているわけでもないので、上の式は大体の目安を与えるものと見なすべきものであろう。新規にドリフトする場合、I-層の厚さが10 mm以上にするためには、1ヶ月程度または、それ以上の時間を要する。しかし、この程度は、ドリフト装置系が適当に整備されていれば、通電状態のまゝで放置すればよく、あまり手数を要するものではない。したがって、ドリフト装置系として、どのようなものを用意し、安定に稼動させるかと云う点にその問題点がある。我々はN-ペンタン(沸点39°C)中で、このドリフトを行なっている。

(3) ドリフト過程が終了して、所要のI-層領域が形成されば、次は真空槽内へのマウントの作業に移ることになる。新規に検出器を製作する場合には、結晶の大きさ、形状と共に、冷却用 dewar を含めた真空槽の設計が重要な仕事になる。しかし、こゝで述べるような再生回復の場合には、真空槽および冷却用 dewar は既存のものとして考えているから、ドリフト済結晶のエッティング、洗滌に続いて、コールド・フィンガーについているマウント台座へのマウント・固定が次の作業手順になり、マウント後、真空槽内の排気の過程に移る。

こゝで、プロセスの順序として、今述べた(3)のマウント作業の前に、クリーン・アップ・ドリフト(コールド・ドリフトとも云う)の一部を行なう場合もあり得る。

これまで述べて来たドリフト過程は、クリーン・アップ(コールド・一)ドリフトと区別するため、ホット・ドリフトと呼ばれている。このホット・ドリフトでは、比較的高い温度で、つまりLiイオンの易動度 μ_{Li} を大きくして、兎に角バルクにおいて擬似真性領域層の形成を目的としている。したがって、微視的ないしは局所的には完全に compensateされていない部分が多く存在しているものと考えられる。ある微少領域について見れば、under-compensateで、なお、P-型であり、隣りの微少領域は、逆にover-compensateで、N-型になってしまうような場合である。ホット・ドリフトだけの結晶を用いて、 γ -線を測定した場合、出力として得られるパルス波高は低くなるし、またピークの形も非対称になって、低いエネルギー側へのテーリングが見られる。このような現象は、charge collection(荷電収集)が完全でないことに基因するものと説明されている。入射した γ -線が、真性領域中で、その全エネルギーを電子-正孔対創成に費した時、その電子と正孔が少しの損失もなく全部、N-、P-極に吸引されて電気信号となれば、入射する γ -線のエネルギーに全く比例し、かつ最大であるようなパルスが得られるのであるが、電極に吸引されて行く過程で、電子-正孔対が再結合(recombination)したり、または結晶内のある個処(trapping center)に捕獲されたりすれば、その分だけ、出力信号の大きさは減じてしまうわけである。一般に、同じエネルギーの γ -線を入射しても、出力パルスの大きさは、クリーン・アップ・ドリフトの程度や、結晶に印加するバイアス電圧に依存して変わる。同様に、エネルギー分解能も、上記した事柄に大きく依存している。バイアス電圧を高めると、パルス出力も大きくなる。このことは、再結合や、捕獲される割合が、減少するためである。実際問題として、ホット・ドリフトだけでは、分解能の点から云つても、実用にならない位で、クリーン・アップ・ドリフトが必要になってくる。この過程は別名コールド・ドリフトと呼ばれるように、ホット・ドリフトに比べて、低い温度で、比較的高い逆バイアス電圧を印加して行なう処理で、Liのドリフト自体よりも既にドリフトされている領域を均斎にするためのものと考えられる。したがって、低い温度と云ったが、この設定温度

も、1点のみではなく、数点でクリーン・アップ処理を行なうのが望ましい。何故ならば、不均斎の生ずるのは、主に熱的擾乱によるものであるから、順次温度を下げるクリーン・アップ処理が理想的であるが、実際には、数点の設定温度で行なうことになる。具体例として、ホット・ドリフト後、結晶温度0°C程度で数100ないし千ボルト程度のバイアス電圧で数時間から数10時間の第1回目のクリーン・アップ・ドリフトを行ない、続いて、マイナス20~30°Cの温度で第2段目のクリーン・アップを行なうなどが挙げられる。つきの第3段目として、温度をさらに下げる、-50~-70°C位いで行なうこともある。このように、クリーン・アップ・ドリフトの設定温度はあって行くので、実際的な意味では、最も便利な仕方で行なえばよいことになる。例えば、第1段階目の0°Cでの処理は、ホット・ドリフト後、同じ装置を利用しても行ない得るが、それ以後のさらに低温でのクリーン・アップは、真空槽内にマウントし、排気過程を経た後の方がずっと仕易くなる。我々の場合、クリーン・アップ・ドリフトは、マウント・排気後に行なうことにして、特性試験と平行して行なうこととした。

ところで、ホット・ドリフトが完了した結晶を真空槽内にマウントする前に、結晶のI一層面を極めて清潔にしておかなければならない。後でも述べるように、この面層の電気抵抗は、 10^{12} Ω以上なければ、実用的な分解能は得られない。つまり、バイアス電圧を印加したときリーク電流が、2~3nA以下でなければならない。このリーク電流の原因は、結晶のバルクとしてのもの、すなわちダイオード形成が不完全なことによるものと、I一層の表面状態によるものがある。前者は、素材にも依存するが、現在では、適当な素材であれば、Li一蒸着、Li一熱拡散時の不手際によるものが多い。一方、後者は、マウント直前に行なう表面処理（エッティングと洗滌）と、マウント後の排気過程の進み具合に依存するものと考えられる。マウント直前のエッティングと洗滌については、エッティング液の成分、温度、時間や、クエンチング液の成分、乾燥方法などについても、多くの研究が報告されている。しかし、この問題は、恐らく数モレキュラー層の状態に関するだけに、微妙な点をもっている。

最後の手順は、先程一寸ふれたように、クリーン・アップと特性試験である。この段階になると、標準γ-線源などによって、実際にスペクトルを測定出来るようになるが、所要時間としては、新規のホット・ドリフトを除いた他のプロセスに較べて長くかかる。また試験の手数もかかるが、いわばGe(Li)検出器製作の大詰とも云ってもよい段階もある。かいづまんで、この過程の概要を述べると次のようになる。クリーン・アップの出来具合で、検出器の特性主に、エネルギー分解能が変って来る。このエネルギー分解能は、また使用する前置増幅器の性能にも関係てくるが、こゝでは検出器自体を問題にする。エレクトロニクス系を含めた全体の分解能 R_{TOT} （ピークの半値巾の形で表す）は、検出器自体の分解能 R_{DET} と、回路系の分解能 R_{ELEC} に分解出来て、次の関係にある。

$$R_{TOT}^2 = R_{DET}^2 + R_{ELEC}^2$$

こゝでは、検出器自体の分解能 R_{DET} のみを問題にするが、 R_{DET} は、統計的な性質上、或る一定のエネルギー E_f に対しての最小値 R_{DET}^{min} が存在する。すなわち、究局分解能である。Fを

Fano係数とすれば、

$$R_{DET}^{\min} = 2355 \sqrt{F \cdot E_{\gamma} \cdot \epsilon_{Ge}}$$

で与えられる。ここで、 ϵ_{Ge} は、Ge結晶中で1電子-正孔対を創成するのに要するエネルギーで、 $\epsilon_{Ge} = 2.96 \text{ eV}(77^\circ\text{K})$ である。charge collection(電荷収集)が完全であっても、このエネルギー E_{γ} の入射 γ 線に対しては、上記の R_{DET}^{\min} 以下にはなり得ないが、係数Fについても、不確定な点もあるようである。例えば、Fano係数 $F = 0.1$ とし、 $E_{\gamma} = 1.33 \text{ MeV}(C_0 - 60 \text{ から } \gamma\text{-線})$ とすれば、

$$R_{DET}^{\min} = 1.48 \text{ keV}$$

になる。

しかし、実際問題としては、これまで述べて来たように、クリーン・アップ処理をほどこさない検出器では、ずっと悪い分解能しか得られないのが通常であり、一般にこの過程の出来具合が分解能を左右すると云っても過言ではない。

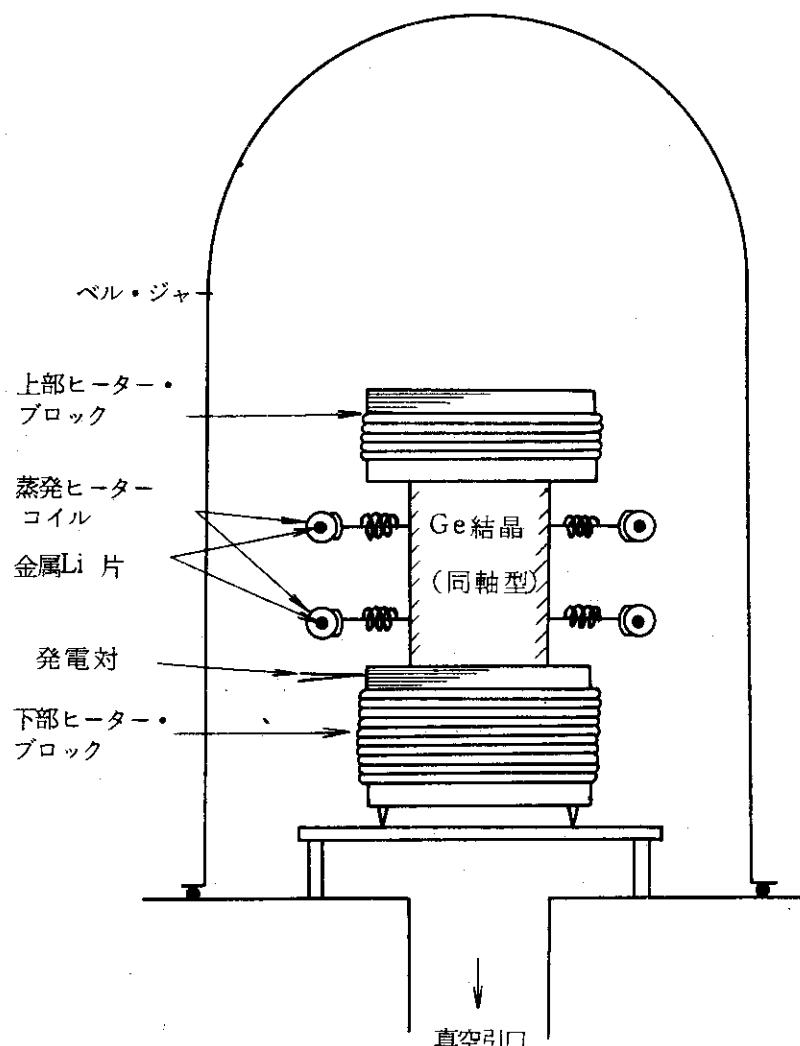
クリーン・アップ・プロセスは、上記の如く重要な処理過程であり、低い温度でのいわゆるコールド・ドリフトの操作である。しかし、如何なる温度で、何ボルトの印加電圧で、何時間行なえば、どの程度分解能が向上するかなどの定量的推定は困難で、いわば経験的に、大体の目安が与えられると云った方がよい。これは、ホット・ドリフト時のドリフトの仕易さ(driftability)と同様、素材それ自身に関係するからと考えられる。したがって、新規製作や、再生回復のような実際的な仕事においては、クリーン・アップ過程の各段階毎に、標準 γ -線源などを用いて、特性試験をして見なければならないわけである。さらに、細い点について云えば、或る低い温度に設定して、クリーン・アップを行なうと云っても、現実問題としては、温度設定が容易でない場合が多いし、その温度に結晶を長時間保持することも容易でないことが多い。そのようなわけで、クリーン・アップに関して、定量的な記述は一般に出来にくいのが実状ではあるが、検出器利用の立場からは、クリーン・アップ処理中に温度が多少変化したり、印加バイアス電圧が変化したとしても、最終的に実用可能な分解能が得られれば目的を達したと見ることも出来よう。勿論、クリーン・アップ過程の進行に対してなるべく詳細なデータが取れれば、大いに参考になることは云うまでもない。

以上は、リチウム・ドリフト型ゲルマニウム検出器の製作手順の、原理的な面から見た、極く大雑把な説明である。これらの過程を実際に遂行していく時に、様々な技術的な問題に遭遇する。一方、既に数社のメーカーによって、大量に製作され、市販されている現状では、そのような問題も、メーカー側に立てば、解決され、実用的になっているとも云える。しかし、改良の余地が残されていないと云うわけでもなく、また“まえがき”でも述べたように、再生回復を主にした技術や、新しい測定法のために検出する検出器製作のように、研究室単位、グループ単位、さらには個人で行なう場合の技術には、当然前者との間に差異があるであろう。さらに、今までの経験を基にして、一寸した工夫でもよいから新しいものを重ねて、より良いものにして行く努力も必要であろう。このような立場で、これまで、我々の研究室などで行なわ

れて来た方法を詳しく再検討して、より簡便で、確実な方法を見い出そうとしたわけである。したがって、全過程についての検討ではなく、注意を払った2,3の点についての、検討と、その改善策について述べることになる。

先ず最初にLiの蒸着および熱拡散の過程を取り上げてみる。P型結晶素材において、N一層となるべき個處へのLiの拡散の方法にも、前述したように2~3の方法がある。我々の処では、次のような手順で行なっていた。先ず真空中でGe結晶側面にLiを蒸着した後、真空のまゝで、別のヒーターで加熱して、側面に蒸着したLiの結晶内への熱拡散を行なっていた。第1図に、これまで用いて来た方法による、Liの蒸着と、Liの熱拡散の装置の概略を示す。この種の装置を用いての経験は、大略次のようなことである。

真空中で、接触面のみを通しての熱伝導による間接加熱が主であるため、すこぶる能率が悪く、したがって、この系では、数100Wの加熱電力を注入しても、結晶が400°C近くになるには、1時間近くもかかった。しかし、前述した方法のように、不活性ガスを、ベル・ジャ



第1図 これまで用いられて来たLi蒸着、熱拡散装置の概略図。スケールは正確でない。ヒーター・ブロックは、グラファイトにシース・ニクロム線を捲いて作るか、または小型電気コンロの発熱部を利用する。Li蒸着は金属Li片をヒーター・コイル内に挿入しておいて加熱しLiを蒸発させて行なう。

ー内に導入するためには、蒸着装置に、そのための部分を追加装備しなければならないし、ガスの熱伝導による間接加熱であるので、当然ガスが充満しているベル・ジャー内の全てのものも加熱されてしまうので、その対策も考えておかなくてはならないし、ガス圧も当然変って来るるので、その調整機構も必要となるだろう。このような点が、実際問題として沢山出て来て、小人数のグループや、個人で仕事をしようとする場合、隘路になることが多い。また、Liが結晶側面にむらなく一様に、蒸着したLi被膜がはがれ落ちないように、しっかり蒸着させるためには、蒸着前に、結晶表面をきれいにしておかなければならない。そのためには、後で説明するように、結晶を真空中で加熱しなければならない。したがって、Liの熱拡散のためのみに不活性ガスを導入して加熱するこの方法も、あまり良い方法とは云えない。さりとて、真空中での加熱は、前記したような伝導による方法では、極めて能率が悪い。

Liを一様にむらなく蒸着するためには、先ず蒸着面をきれいにしなければならない。蒸着面が汚れていると、その部分だけLi被膜がはげ落ちてしまうことがある。これは、しっかりととは、蒸着してはいない証拠である。このようなことを防ぐには、蒸着する前に結晶の側面に附着している汚れ、すなわち有機物などを取除いて充分清潔にしておく必要がある。このためには、真空中で結晶を加熱して有機物成分を分解して、排気してしまうのがよい。つまり、脱ガス処理である。このように、Li蒸着後の熱拡散のためばかりではなく、蒸着前にも、真空中で結晶の加熱が必要になることが判る。

ところで、第1図に示すような配位で蒸着を行なうとすれば、当然、蒸発ヒーター・コイルに近い部分に濃く、隔れた部分には薄く蒸着されることになる。なるべく均一に蒸着されるようにするためには、図に示してあるようにヒーター・コイルを2段にすると、この点は改善される。一段当りのコイルの数も、4ヶ所より6ヶ所、6ヶより8ヶの方が、良いわけであるが、コイルの数が多くなればなる程、金属リチウム片をヒーター・コイル内に挿入する手数が掛ってくる。金属リチウムは、空気中にさらしておいただけでも、化合物になってしまうから、この作業は出来るだけ素早く終了させたいものである。このようなわけで、ヒーター・コイルの数は出来るだけ少ない方がよいことになる。

ヒーター・コイルに電流を流して加熱すると、コイル中に挿入されたリチウムは、等方的に蒸発して行く。その一部がGe結晶の側面に蒸着する。他に四散したリチウムは、ベル・ジャーのガラス内壁や、構造体に附着して、汚すのみである。この余分なリチウムは、ベル・ジャー内から結晶を取り出す際にも、邪魔になって、少しも益にはならないものである。このような点の改善策として、蒸発するリチウムは、大半 Li^+ イオンになっていると考えられるから、蒸着時に、Ge結晶と、ヒーター・コイル間に電圧を印加しておき、Ge結晶への飛来率を高め、一方、逆方向に飛散する Li^+ イオンに対しては正電圧を印加した反射電極板をおいて、はねかえす方法が考えられる。このようにすれば、Ge結晶とヒーター・コイル間隔も大きくとり得るし、かつ、2段のヒーター・コイルを用いなくとも、充分均一に蒸着出来るものと考えられる。このような配位においては、蒸発するリチウムに方向性をもたせることであるから、四散するリチウムで、ガラス製ベル・ジャーの内壁面の曇りを防ぐことが出来て、最後まで、リチウムの蒸着の様子を観察出来ることになる。今までの方法では、最初にリチウムが蒸発すると、ベル・ジャーが曇ってしまって、それ以後内部の観察は、殆んど不可能に近い状態になってしま

った。

Li の蒸着の前後に行なう Ge 結晶の真空中での加熱方法を何とか工夫しなければならない。真空中であるので、接触面を通して伝導による加熱も原理的には可能であるが、実際問題としては、充分広い面接觸を得ることは非常に困難であって、前述したように、極めて能率の悪い結果しか得ていらない。次に考えられる方法として、輻射に重点をおいた加熱である。今迄の方式においても、伝導と輻射が混在していると見てよい。輻射加熱の能率を上げるには、輻射体の温度をずっとあげる必要がある。あまり真空度のよくない状態では、輻射体の材料にも問題を生じ、また不必要的個処の加熱も問題になってくる。したがって、この方式にした所で、今迄のものと同程度にしかならないと予想される。

一方、Ge 結晶 550 g(約 100 cm³) を、0 °C から 400 °C にするのに要する熱量 Q は、

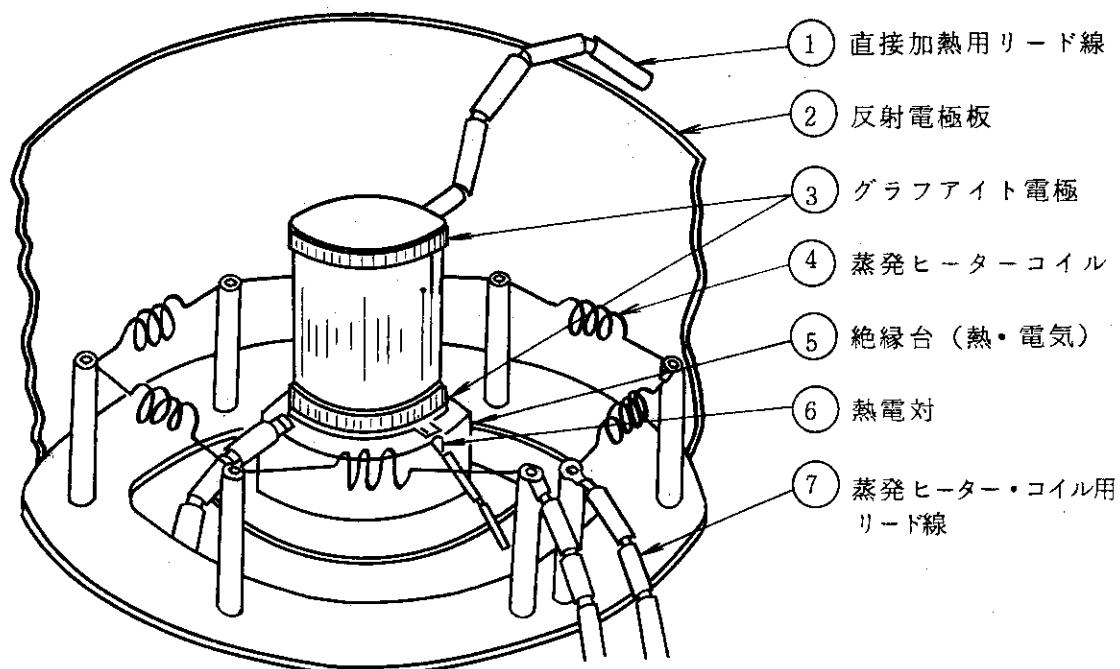
$$Q = 550^{\text{g}} \times 400^{\text{°C}} \times 0.07^{\text{cal/g°C}} = 15400^{\text{cal}}$$

である。これを電力に換算すると 64000 ワット・秒 になる。いま 10 分間で加熱しようすれば、約 110 ワットの電力を注入すればよいことになる、但し、この議論は、注入電力が、少しの損失もなく、Ge 結晶のみの加熱に利用され得ると云う条件が付く。したがって、この問題は、如何にして Ge 結晶のみを有効に加熱する方法を見つけ出すかにある。勿論、この場合、Li の蒸着も出来るような配位を保った状態で、加熱しなければならないことは云うまでもない。

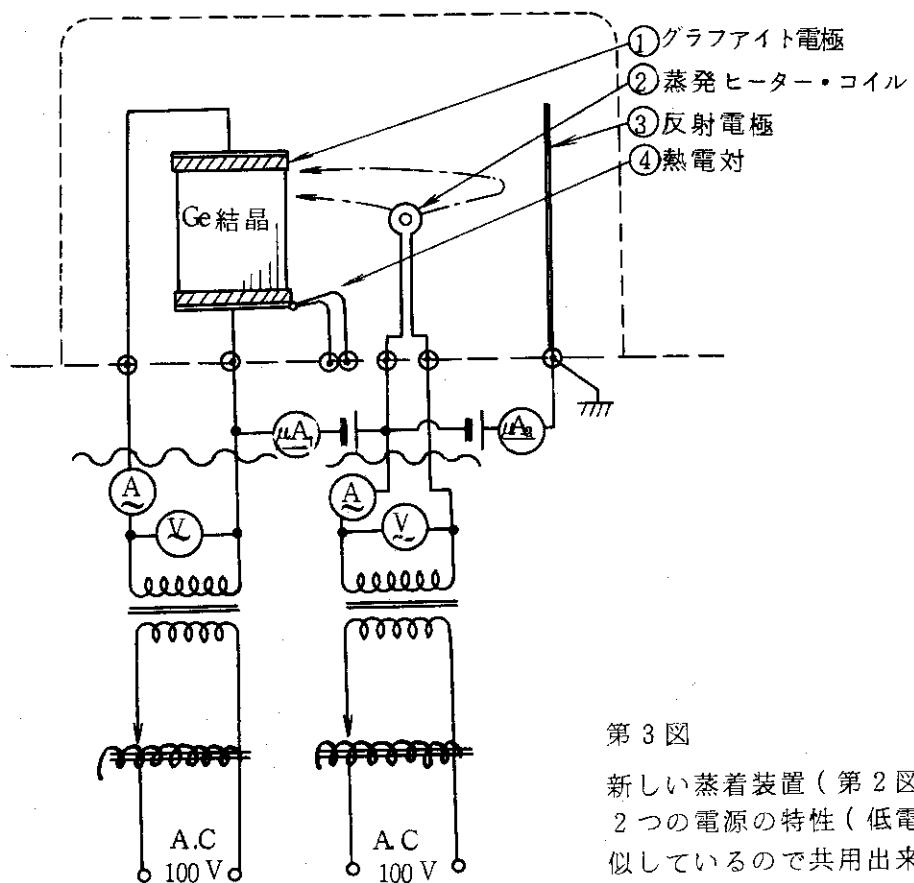
Ge 結晶は、半導体である。常温では、その電気的比抵抗は、不純物濃度にも依存するが、数 10 Ω·cm と高い値を示す。しかし、温度があがってくれば、比抵抗は、指數関数的にさがってゆき、金属のそれに近くなる。このような状態で、いま Ge 結晶に通電すれば、そこで消費される電力は、全て結晶内において熱に変えられる。対象となる結晶の大きさ・形状に従って、適当な電圧を印加すれば、結晶の温度の関数として、ある電流が流れ、電力が注入されて、結晶は加熱されることになる。一方、半導体素子の発熱体としての応用製品が、商品名“シリコニット”と云う名で作られている。これは、シリコンを基にしたものであり、別試料の加熱に用いられるものであるが、Ge 自身を加熱するのに通電方法を採用するヒントになっている。

以上検討した内容をもとにして、Li 蒸着および熱拡散の装置を新に考案し、そのスケッチを第 2 図に示す。これは、通電による直接加熱方式と、電界によって蒸着効率を高める方式を取り入れた Li 蒸着・熱拡散装置である。第 3 図にこの装置に必要な電源配線関係を示す。また、この装置を用いての、実際に試みた結果などについては、次節で詳しく述べる。

次に検討すべき個処として、最後のプロセス、つまり、クリーン・アップと特性試験を取り上げてみる。クリーン・アップ処理のあらましについては、前述したとおりであるが、このクリーン・アップが、どの程度進行したかは、結晶を液体室温度まで冷却して、リーク電流、静電容量を測定・チェックしておき、実際に前置増巾器をとりつけて、標準γ線源などで、スペクトルを調べてみないと判らない場合が多い。この試験で、所要の分解能が得られない時は、再度クリーン・アップ処理を繰返すわけであるが、スペクトルを測定しないでも、クリーン・アップが、どの程度進行しているか、その目安が立てば大いに便利するところがある。特に再生回復の対象になる検出器は、以前に製作されたときの記録があり、それとの比較によって判断されるから、クリーン・アップの目安にも信頼度が増して来る。



第2図 通電による直接加熱方式と電界による蒸着効率を高める方式による
Li蒸着・熱拡散装置のスケッチ。



第3図

新しい蒸着装置（第2図）用の電源回路図。
2つの電源の特性（低電圧、大電流）は類似しているので共用出来る。その際は
~~~~線部で接続変えすればよい。

クリーン・アップの各1段階が終了した時点で、リーク電流と静電容量を印加する電圧を変えながら、測定しているが、静電容量の測定には、我々の場合、共振法によるQ-メーターを用いていた。結晶の静電容量は、一般に印加するバイアス電圧によって変るが、Q-値も同時に変って行く。今迄の経験によると、このQ-値が、検出器の分解能、つまり電荷収集率に關係しているのではないかと思われる点が見つけ出されている。もし、そうであれば、もう少し詳細にQ-値データを取っておき、この相関々係を逆に利用出来るはずである。このような観点から、静電容量測定時にQ-値も測定しておき、次の再生回復作業時の指針にしようと云うわけである。

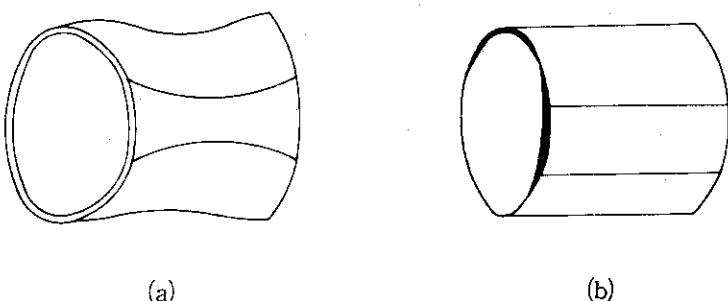
### 3. 常温長期放置 Ge(Li) 結晶の回復試験

前節で述べたように、Li一蒸着時に、Liイオンの吸着率を高め、蒸着の一様性を得るために反射電極に正電圧を、Ge結晶に負電圧を印加してLiの蒸着を行なう方式と、通電によるGe結晶の直接加熱の方法を用いて、Liの熱拡散を実際に試験してみたわけであるが、今一つの目的は、常温に長期間（2年以上）放置したまゝのLiードリフト済結晶が、はたして検出器として再生回復出来るかどうかを試験してみることにあった。このGe(Li)結晶は、ずっと以前には検出器として用いられていたが、真空槽に機械的衝撃が掛り、その際、結晶マウント台の部品が、はづれてしまったのと真空漏れを起してしまったので、結晶を取り出しそのまゝ常温に放置しておいたものである。このようにLiードリフト済Ge結晶を常温に長期放置すればLiが析出してしまって、検出器として要求されるような真性領域は作れないのではないかと云う疑問が生じてくる。

さらにもう一つの目的は、Ge単結晶は、機械的に脆い性質をもつものとされているが、処理・加工工程でどの程度手荒な取扱いに耐えうるものかを調べておくことであった。もし、非常に脆弱であれば、取扱いには充分慎重を期さなければならぬ。従って、作業も困難になってくる。また反対に、それ程脆くないと判れば能率も高まるわけである。実際、検出器製作の途中で、あやまって結晶を床上に落してしまうこともありうるし、机の角などにぶつけてしまうこともありうる。事実、この結晶は床上に落下した履歴をもっている。その際、内部には亀裂は入っておらず、角がかけた程度であり、その個所をlappingして整形しておいた。

この試験で用いた結晶の履歴を簡単に述べておく。この結晶は、Hoboken社から購入したもので、形状は、引上げ法で単結晶化してあるため、真の円柱形ではなく、ビール樽と鼓を重ねたような形であった。Liードリフトして真性層を作るための素材であるから当然P型、GaドープのP型で、比抵抗は、 $14.5$ から $19\ \Omega\text{-cm}$ である。ライフ・タイムは、 $420\ \mu\text{s}$ で、ディスロケーションは、 $3600$ から $1500/\text{cm}^2$ と云うものであった。この素材の全量は、 $680\text{ gr}$ あって、そのまゝでは、大きすぎるので、2つに切断して、各々活性容量約 $60\text{ cm}^3$ と $40\text{ cm}^3$ の検出器を作ることにした。こゝで述べたのは、そのうちの小さい方の素材である。長さは $40\text{ mm}$ 、およよその直径は $35\text{ mm}^\phi$ であった。前述したように、直円柱形ではないので、冷却マウント台への座りをよくするために、側面をカーボランダム研磨材で削り落した。その程度は、第4図(a)に示されている。この加工後、第2節で述べた手順で、Li一蒸着、熱拡散とLiードリフトを行なった。ホット・ドリフトの経過については、後述してあるが、ドリフト期間は36日で、その間、5回の熱処理を行なっている。このホット・ドリフト済の結晶を、エッチングし、洗滌して、真空槽内にマウントし、コールド・ドリフトして、測定に用いた。約2年間、実験に用いた後、先に述べたようなトラブルがあって、そのまゝこれまた2年間以前常温に放置することになった。以上が、この結晶の過去のあらましである。

さていよいよ、この結晶の検出器への再生回復の作業に入るわけであるが、形状が、よくなく、マウントも、しっかりしていなかったことが、破損の原因になっていたので、整形加工し直して、確実なマウントが出来るようにすることにした。したがって、この試験での手順としては、大まかに次の5段階に分けることが出来る。



第4図 結晶の形状

- a) 整形加工前 (N一層は、約1.5mm厚で一様に形成されている)
- b) 整形加工後 (残ったN一層は黒く塗ってある。I一層が直接むき出しになる部分もある)

- 1) 結晶の整形加工
- 2) Li一蒸着とLiの熱拡散
- 3) ホット・ドリフト
- 4) マウントと真空槽の排気
- 5) 特性試験とクリーン・アップ(コールド・ドリフト)

購入した素材の切断には、超音波切断器を用いたが、最初の側面加工は、ガラス上のカーボランダム研磨材を水でときながら、手作業で行なった。しかし、今回の場合、減摩量がずっと多いので、この方法では時間が掛りすぎる。そこで、回転研磨器（回転円板上に紙または布ヤスリを、はりつけ、被研磨体を上から押しつけて研磨する）を用いることにした。この方法は、使用するヤスリのメッシュにもよるが、相当手荒なものである。第4図(b)に示すように整形加工するのに要した時間は、1時間程であった。研磨の際は、相当の力で押しつけた。摩擦熱で数分経つと相当の温度になるので( $\sim 50 \sim 60^{\circ}\text{C}$ )直ちに水で冷却して作業を続けた。ここで注意しておきたい点は、次のようなことである。加工前の結晶では、不規則な側面に約1.5mm厚にN層が形成されていた。加工後では(第4図(b))、このN一層の全部ないしはその一部が残っている部分もあるし、かつてI層であった処が、むき出しになった処もあると云うことである。このような面にLiを蒸着して、はたして均一なN層が形成出来るかどうかは大いに興味のある点である。

次のステップ、2)は、Liの蒸着と熱拡散の仕事である。しかし、ヤスリ上げした素材側面に、そのままLiを蒸着するわけには行かないから、軽くエッチングして、やゝ金属光沢が見える程度にして、蒸着装置内にセットした。加熱は通電による方式を用いるので、両端面は、むしろヤスリ上げそのままの状態の方が良いと思われる。このLi一蒸着と熱拡散は、真空中で行なわれる所以、排気装置(油回転ポンプ、油拡散ポンプ、液体窒素コールド・トラップおよびバルブなどで構成されている)に連結したガラス製ベルジャー内で行なわれた。第2図に素材結晶をセットした蒸着部の見取図を示しておいた。

この過程の細目を列記すると次のようになる。

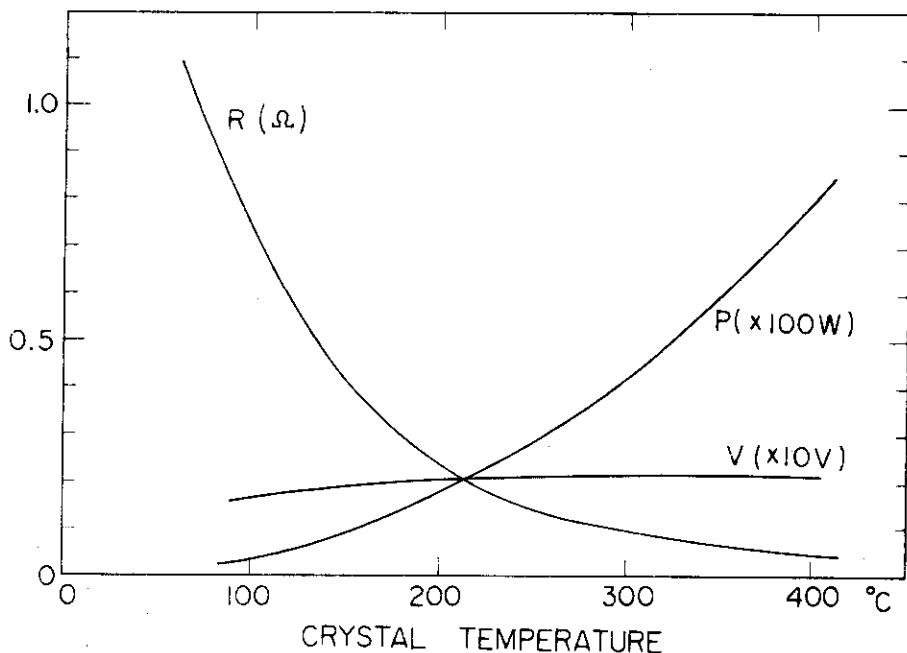
- 2-1) ベルジャーをはづし、結晶を蒸着台にセットし、所要の配線を行なう。蒸着用金属リチウム片（油づけ金属リチウム塊から、長さ 10 から 15 mm, 径 2 ~ 3 mm の片に切り取る）を蒸発ヒータ・コイル内に挿入する。現在のヒータ・コイル部は、図で見るように 6 ケ處にある。
- 2-2) ベルジャーをもとに戻し、排気を開始する。蒸着可能な真空度に達する時間は、排気装置の状態、蒸着装置内の脱ガスの程度に依存している。
- 2-3) Li を Ge 結晶側面に蒸着する前に、この面と他の構造体からのガス出しをするために、結晶に通電して加熱する。Ge 結晶が常温にあるときは、半導体的性質をもっていて、比抵抗が大きいので、最初の印加電圧は、30 V(交流)位いと比較的高い電圧が必要になるが、電力が注入されて少しでも温って来ると急激に抵抗は減少して来る。このようにして、結晶を約 200 °C 位いに加熱して表面の汚れを取り、ガス出しを行なう。印加電圧を零にすれば、結晶温度は指数関数的に下って行く。ガス出しの問題に関連して、Li-蒸発用ヒーター・コイルも同様の処置をしておくのが良い。新しいニクロム線を用いた場合相当のガス放出が見られる。また、前述したように金属リチウムは油中に保存されているので、ヒータ・コイル内に挿入されたリチウム片にもこの油が附着している。したがって、先ずヒータをリチウムが蒸発しない程度に加熱して、この有機物を取り去ってやるのが良い。  
さて、いよいよリチウムの結晶側面への蒸着に移るわけであるが、その前に、既に述べたように蒸着効率を上げるために、Ge 結晶 — ヒータ・コイル間およびヒータ・コイル — 反射電極間に電圧が印加出来るように配線する。その回路図を第 3 図に示しておいた。
- 2-4) リチウムの蒸着が完了すれば、結晶中への熱拡散の過程に入る。ドリフトに必要な排気台や、反射電極は、接地電位にしてあるから、ヒータ・コイルと結晶の電位は、各々 -90 V, -180 V になる。電源としては、簡便のため、90 V 乾電池を利用した。このようなセット・アップで、ヒータを加熱すると、Li の結晶への蒸着が行なわれるわけであるが、この模様を定量的に記述するのは困難である。しかし、定性的には、電流計  $\mu A_1$  の針が振れ、 $Li^+$  電流の流れるのが判る。また、ガラス製ベルジャー内壁が、少しづゝ灰色になって行く。反射電極のため、着色模様が現われる。電極反対面への着色は少なく、その上部と下部が濃くなつて、反射電極の効果を示している。さらに、良いことには、これまで行って来たように、電圧印加も行なわらず、反射電極も用いずに蒸着するのに比べて、ずっとベルジャー内面の曇り方が少なくなったことである。これまでの例だと、蒸着後は殆んど、この曇りのため内部観察が出来ない位いであった。蒸着進行中における電流計  $\mu A_1$  の針の振れは、ヒータ・コイル温度に依存して数  $\mu A$  から  $m A$  近くまで変わるのが見られた。なおコイル：反射電極間に接続してある電流計  $\mu A_2$  の針も  $\mu A$  程度に振れるのが見られる。これは主として熱電子によるものと思われる。ヒータ・コイル全体に印加した電圧は、たかだか 10 V 程度であり、1 つのコイル当りの電圧は  $1/6$  の 1.6 V であるにもかゝわらず Li 蒸発時に、1 つのコイル全体を覆い包むような、紫色がかかったピンク色のグロー放電が見られた。この現象は、前にも見られたことがあったが、Li プラズマが形成されているものと思われる。

2-4) リチウムの蒸着が完了すれば、結晶中への熱拡散の過程に入る。ドリフトに必要な

Liを含み、N一層を形成するには、加熱温度400°Cで、数分間の熱拡散が必要である。前述したように、こゝでは、通電による直接加熱方式を用いた。結晶は、蒸着前のガス出し加熱を行なっているので、なほ、100°C近い温度にある。したがって、電導率も高いまま保れている。電圧を徐々に上げて行くと、電流も比例して増して行くが、注入電力のため結晶温度が上り、電導率も増々高くなって行く。電圧を一定にしておいても、電流は増え続けるが、結晶からの熱流出と、電源の内部抵抗のため或る電流値に留るようになる。結晶が熱的に完全に孤立系であれば、温度は上り続けるが実際にはそのようなことはない。400°C近くまでに加熱するのに、この方法を用いると10分足らずで済んでしまう。今までの間接加熱式では、随分時間もかかり、また蒸着装置全体も温まり、ベルジャーは特にその影響が大きく危険であった。この方式では、このようなことはない。

供給電力と、その時熱平衡になる温度の関係は、結晶からの熱流出量に依存する。すなわち、結晶をどのような熱的導体または不導体に置くか、輻射損失がどの程度かによって決るが、こゝで試みた結晶( $32^{\text{mm}} \times 15^{\text{mm}} \times 1^{\text{mm}}$ , 同軸型)で、第2図のような配位にして、真空中においては、ほど第5図に示すような関係になる。熱絶縁体を変更すれば当然この曲線は変ってくる。一方、結晶の比抵抗の温度依存の大まかなデータも第5図に示されている。

これからも判るように、注入電力としては、100W以下で間に合うが、電源としては低電流、高電流のものが必要となり、配線も、その電流に耐えるようにしなければならない。しかし、これは、一般に高電圧配線に比べれば簡単なことであるし、電源も入力100Vの変圧器(出力10V, 50A程度)と、スライダックのみである。

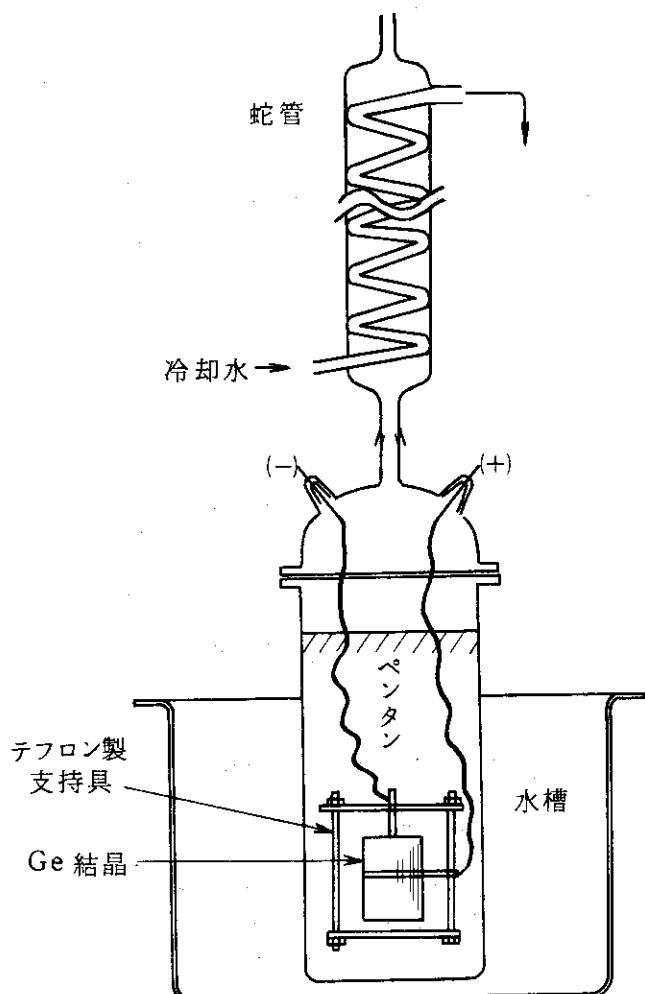


第5図 直接加熱時の温度と印加電圧、注入電力および抵抗値との関係。縦軸は、共通のスケールにしてあるから、実際の印加電圧Vは、×10倍(volt)である。抵抗Rは、温度上昇と共に急激に減少する。電力は、400°Cで約80Wである。

通電を切れば、結晶温度は、指数関数的に下ってき、10分位いで150°C程度になる。ベルジャー内に空気を入れて更に冷却する。この時、結晶面に蒸着しているリチウムの色、ベルジャー内面のリチウム膜の色が変る。ベルジャーをはづし、結晶を取り出し水に入れて冷却すると共に余分な金属リチウムを除去する。この際、結晶の取扱いには注意しなければならない。1) 冷えて来ているとは云え、この段階では、結晶温度は未だ相当高い(100°C近い)、2) 金属リチウムが表面に残っている。

以上で、リチウムの蒸着と熱拡散の過程は終了した。次は、いわゆる“ホット・ドリフト”を行なうわけであるが、その前に結晶の両端面を軽くラッピングする。これは、通電の際、多少放電による跡が残る場合があるからである。ラッピング後は、3:1のHNO<sub>3</sub>:HF液でエッティングして、純水(イオン交換水か、蒸溜水)よく洗滌してから、空气中に放置して乾燥させる。

ホット・ドリフトは、n-ペントン中で行なうことにしているが、第6図に示すような結晶支持具に装荷して、ペントン中に沈める。ペントン容器は、流量約1ℓ/minの水道水が流入するところの、さらに大きい容器に入れて冷却する。蒸発するペントンを凝縮するためにペントン容器の上には、蛇管をつけてある。このようなホット・ドリフト系においても、結晶に入る



第6図  
ホット・ドリフト装置  
ホット・ドリフト中のペントンの消費料は、主に蛇管の効率(水温と大きさ)に依存する。夏期を除いて冷却水に水道水を用いてもペントン消費料はあまり多くない。

電力は、温度に対して正の係数をもっている。すなわち、電圧を一定にしても、温度が上れば注入電力も増加し、さらに温度を高めるように働く。このドリフトに用いた電源は、ブリッジ整流式直流出力電圧 0 ~ 500 V、電流容量 2 A で、入力側のスライダックで電圧調整をするようにした簡単なものであるが、先程述べた正帰還を防ぐために、直列に電球（100 V 用）数ヶを接続してある。この電球の個数と大きさは、ドリフトの条件によって変わってくる。

この結晶について、ドリフト電圧・電流は、外部冷却水温度 26 °C のとき、200 V 印加で、0.05 A 程度であった。電流値は、外部温度によって変化するが、結晶温度が変わなければ、印加電圧を上げても電流は殆んど増加しない（ダイオード特性）。しかし、注入電力のため結晶温度が上昇すれば、電流は急激に増加して行く。直列接続してある電球間の電圧が増し、その分だけ結晶の印加電圧は減り、したがって注入電力も減少して、或る平衡が保たれる。このようにして、ホット・ドリフトを行ない、I 一層の厚さが所要値に達するまで継続するわけであるが、この間の手間は殆んど不要である。

新規にドリフトする場合には、この間の期間は 1 ヶ月以上必要になる場合があるが、今の場合のように、既にドリフトした履歴をもつものは、2 ~ 3 日でもとの厚さまでドリフト出来る。

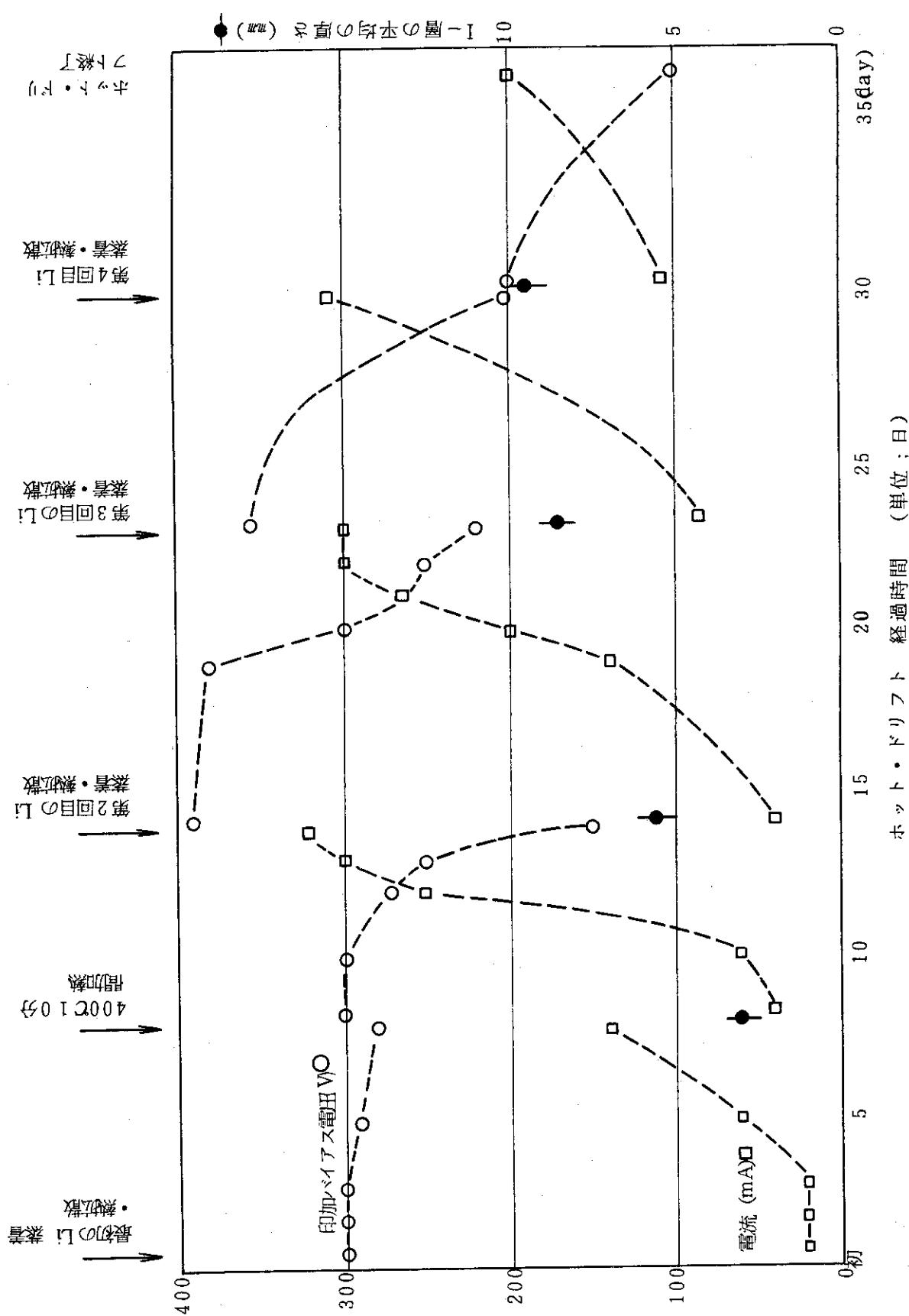
参考のために、この結晶の新規初期のホット・ドリフトの記録を第 7 図に示す。横軸は、“日”単位のドリフト・経過時間で、縦軸は、印加バイアス電圧と流れる電流および、形成された I 一層の厚さである。上部に、Li の蒸着・熱拡散を行なった時が示されている。ドリフトの進行具合は、Cu-Stain 法と呼ばれる銅渡金パターンの観察で行なわれる。これは、被試験ドリフト結晶を硫酸銅液中にしたし、数ボルトの逆電圧を印加すると、P-、I- および N- 層で銅渡金される比率が異なるため、層に応じた銅色パターンが生ずることを利用したものである。ドリフト開始から 3 日目に、ドリフト装置から引き上げて、この Cu-Stain を行なった。観察しやすくするために、端面を軽くラッピングするとよい。P- 層の厚さ  $9 \sim 10^{\text{mm}}$ 、N- 層の厚さ  $\sim 1^{\text{mm}}$  が、くっきりと観察出来たので、ドリフトは完了したものと判定した。

こゝで注意しておきたい点は、前にも述べたように、この結晶は不規則円柱状だったので、マウントの便のため真円柱状に、さらに台との接触面積を広げるために整形加工し、その際古い N- 層の残っている部分と残っていない部分があったことである（第 4 図参照）。それにもかゝわらず、ドリフト後の端面における Cu-Stain パターンでは、N- 層は殆んど一様の厚さで形成されていた。

これまで、手順 3) の過程が終了したことになる。ホット・ドリフトが済むと、次の段階として、塩を混ぜた氷でベンタン容器を冷却して、“コールド・ドリフト”とか“クリーン・アップ”などと呼ばれている処理を行なう場合もあるが、今の場合、この処理は真空槽内にマウントした後に行なうことにしてあるので直ちにマウントに移る。

#### 手順第 4 のマウントと真空槽の排気

ホット・ドリフトの完了は、Cu-Stain のパターンを観察して判定したので、結晶の両端面には、銅が附着しているし、ラッピングしたまゝになっているので、エッチングして、この両面を極めて清潔に洗滌する必要がある。もし、洗滌が不充分であり、この端面の一部に残留成分があって、リバース電圧を印加した際、このために生ずるリーク電流が数 nA ( $10^{-9}$  A) 以上



第7図 この結晶の新規(初期)ホット・ドリフトの記録。一般に、ドリフトが或る程度進むと、電流が増えるようになる。Liを蒸着しないで、熱処理だけでも電圧の掛りがよくなる。(第2回目の処理)

あっては実用にならないからである。勿論、全体としてのリーク電流は、この表面リークのみに帰因するものではないが、表面状態は非常に不安定な要素をもつていて、リーク電流への寄与が大きいと考えられる。この電流値(1nA)は、使用バイアス電圧を仮に2000Vとすれば、抵抗値 $2 \times 10^{12} \Omega$ (2テラオーム)の抵抗を流れる電流である。日常よく経験するように、2000V程度に印加されたテスター(Simpson meter)のリード線の絶縁管部や、ビニールまたはゴム被覆の表面を指でふれゝば、外気湿度の状況にもよるが、数10nAのリーク電流の流れる。したがって、Ge(Li)検出器製作のむづかしさの1つは、如何にしてこのリーク電流を低くし得るかと云う点にある。しかし、極めて清潔に洗滌すると云っても、無用に手数を掛け、不必要的洗滌液を用いても意味はない。たとえば、エッティング前にどれ程大量の純水またはアルコールで洗滌してみても全く無意味であるし、アルコール洗滌の場合も、不必要に大量のアルコールを使用しても効果は同じである。

その目安としては、大略次のようにするのが良いように思われる。洗滌用アルコール(メチル・アルコール、一級または特級)を4ヶのビーカーに入れておく。容量は結晶の大きさによって決るが、40cm<sup>3</sup>位いまでは、150c.c.程度でよい。大容量の結晶は一般に長くなるので、大きいビーカーが必要で、アルコール量も増してくるが、取扱いの点からは、ビーカーよりも舟底型の容器の方が良い。

テスターで抵抗を測るスイッチ位置にして、2本のリード線端子をなるべく距離をはなしてアルコール内につけてみる(白金線を用いるのが理想的であるが、実際の作業ではなかなかそのようには運ばない)。その時、瓶から取り出したばかりの純アルコールでも、針は振れて、1.5V電圧で数100KΩ程度の抵抗値を示す。エッティングの終った結晶を一番目のアルコール入りビーカーに入れて、クエンチと洗滌を行なう。このアルコールの抵抗を測ってみると、その値はずっと小さくなっている。こゝで、結晶をアルコール中で揺動させて洗滌が一様に行なわれるようにして、二番目のアルコールを入れる。このアルコールの抵抗値は、一番目のものより大きい。このようにして、第四番目のビーカーまで来れば、抵抗値は殆んど変らないか、極く僅か減る程度になる。洗滌は、これで充分と思われる。

以上述べたところは、マウント直前の結晶の洗滌についてあるが、実際の作業としては、それ以前にエッティング処理を行なわなければならない。I一層がむき出しになっている両端面の表面状態は、エッティングと上記した洗滌作業と、次の排気過程の進行状況に極めて敏感に依存していると云って過言ではない。ところで、ホット・ドリフトが完了した結晶には、軽くラッピングした面上にCu-Stainをほどこしたまゝであるので、エッティングしなければならないのは当然である。マウント前の最終エッティングとしては、先ず側面をマスキング・テープで保護し、3:1のHNO<sub>3</sub>:HF液で、強くエッティングし(液温にもよるが、10分~15分位), 次にマスキング・テープを取り去り、5:1のエッティング液で軽く(1分間位)する方が良いとされているが、こゝでは、最初からマスキング・テープなどはせず、また5:1溶液のエッティングなどもせずに済ませた。エッティングの際は、P一層、I一層、N一層の順序で、エッチされる度合が弱くなる(P一層が最も強くエッチされる)ので、マスキング・テープの保護なしでも、側面のN一層が、エッチされる量は、P-, I一層に比べて極く僅かであるし、マスキング・テープを側面に巻いたとしても、側面と端面の境界部のN一層は保護は出来ない。

さらに、また 1 mm 厚程度の N-層の一部に、半導体的意味でピン・ホールが生ずるとは考えられないからである。

3 : 1 HNO<sub>3</sub> : HF エッティング液中に、ドリフト済の結晶を入れると、さかんに細い泡が発生し、液はそのため乳白色見える。細い泡の発生は、両端面において激しいが、次第に泡の大きさが大きくなり、数も減って来て、端面が鏡面のようになってくる。これは、攪拌棒の影を映して見ればわかる。このエッティングに要する時間は、液温によって変るが、約10分間位である。エッティング液から結晶を引きあげて、大気中にさらすと、時として被膜が生ずることもあるので、素早く一番目の洗滌用アルコール中に投入する。洗滌過程については既に述べてある。

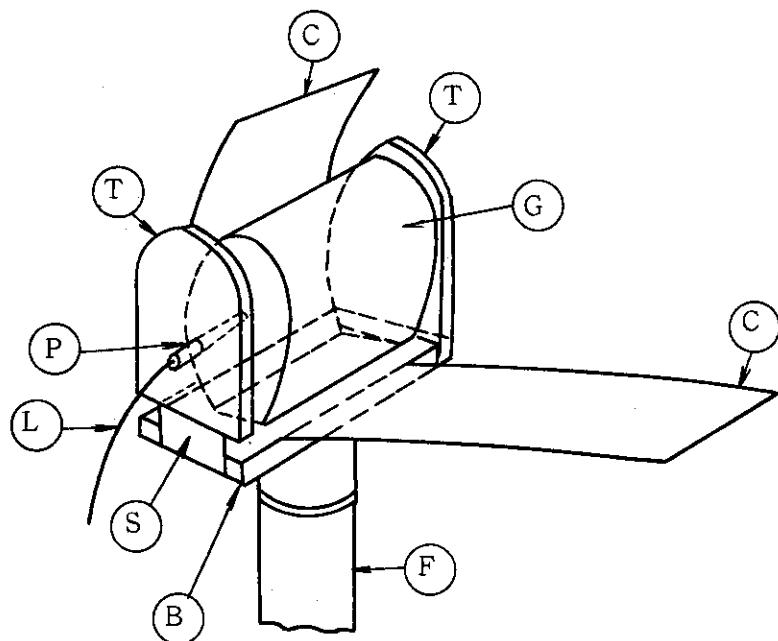
次の段階は、いよいよ真空槽内のコールド・フィンガーに取付けてあるマウント用台座（いづれも銅製）上にマウントし、固定する作業である。洗滌用の第4番目のビーカーの中にアルコールとともに入れられている結晶を、I-層がむき出しになっている両端面に触ることなく取り出して、そのまま空气中で乾燥させる。ここで乾いた窒素ガスを吹きつけて乾燥させるのがよいとの説もあるが、この処置は行なわなかった。アルコールが気化する際、潜熱をうばうため結晶は冷えて、空気中の水分が結晶に凝縮する。この水分中に不純分があれば、当然表面リークの原因になろうがこのような成分は、真空中で再び結晶の温度を室温程度にすれば飛散する場合が多い。乾燥した結晶のマウントをなるべく簡単に素早く出来るように準備しておくことは好ましいことではあるが、実際問題としては、マウントが5分間で完了するか、20分間かかるかの違いのように思われる。但し前にも述べたように、I-層部表面へのとれにくい不純物の附着や、傷を付けることには充分注意しなければならない。

台座への結晶の固定は第8図のような方式を採用した。リード線のP-層との接触は、スプリング方式で行ない、特にGa-In固溶体などは用いなかった。真空槽のハーメチック・シールから、P-極接触部間のリード細には極く細い（40番線）導線を用いた。以上のようにして、マウントを完了して、真空槽のアルミ・キャップをかぶして、予備排気に入る。排気には、表面のよごれるのを防止する点からも oil-free の排気系を用いるのが理想的ではあるが、しかし、この価値を定量的に明確に記述するのは一般に困難である。

我々が用いた予備排気系は、旧式のリーク・デテクターをそのまま転用したものである。このリーク・デテクターには、油廻転ポンプとコールド・トラップ付油拡散ポンプからなる排気装置が含まれている。この意味からは oil-free のものではないが、真空槽のリークの検出と予備排気を兼ねる点で便利である。槽の排気容積が小さいことと、配管やバルブを含めた接続部のコンダクタンスが小さいことなどで、この系で充分予備排気として利用出来るからである。第9図に予備排気系の概略を示す。

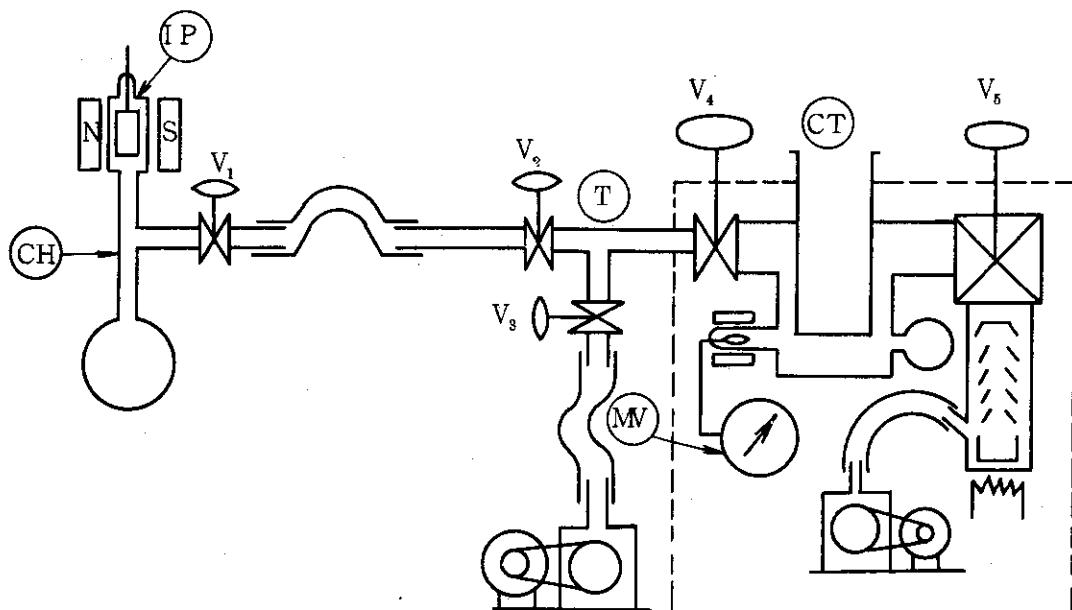
この系を用いて予備排気に入るわけであるが、リーク・デテクターの排気系は、全体の排気を要する時間を出来るだけ短かくするために、既に充分に作動している状態になっているので、そのままバルブV<sub>2</sub>を開くわけには行かない。そこでバルブV<sub>3</sub>のついた枝管Tを通して油廻転ポンプで荒引きをする。この系には、コールド・トラップはついていない。図を見れば排気の手順はすぐに判る。

最後は真空槽についているイオン・ポンプによる本排気を行なうわけであるが、イオン・ポ



第8図 結晶の台座へのマウントの方式図

(F) コールド・フィンガー・ロッド先端部, (B) 台座ベース(銅製),  
 (S) スプリング板, (T) テフロン板(両端面に平行に), (P) 中心電極  
 (P一極端子), (L) リード線(極細銅線, ハーメチック端子に接続),  
 (C) 薄銅板(結晶固定と熱伝導用として, 結晶を巻き包み, その上を  
 銅線で縛りつける), (G) ドリフト済Ge結晶



第9図 予備排気系の概略図。旧式リーク・デテクターを転用している。左の(CH)が、検出器真空槽、(IP)が、イオン・ポンプ(排気容量 1 l)である。検出器としては、バルブV<sub>1</sub>までが含まれる。右の点線内が、リーク・デテクターである。(T)は荒引き用T字枝管、(MV)は、リーク・デテクター内蔵の真空計である。(CT)コールド・トラップ

ンプの稼動真空度に到達するまでの予備排気時間は、槽の容積、内部の状態や、排気導管のコンダクタンス等に依存する。我々の場合、リーク・デテクターの真空計 VM の読みが  $10^{-5}$  Torr になるまでの時間は、20~30分であった。しかし、メーターの読みが仮に  $10^{-5}$  Torr であっても、検出器真空槽内の真空度は1桁以上悪いものと思われる。この段階から、槽内の真空度を良くするには所要時間が指數関数的に延びてしまうので、実際問題としては、適当な処で妥協せざるを得ない。このような状態で、イオン・ポンプを作動させると、一般には排気以上の量のアウト・ガス放出が見られて、メーターの針も大きく振れ、槽内の放出ガス圧が著しく高くなることを示す。このことは、結晶の各側面へのアウト・ガス分子の衝突を意味し、時として、I-層表面を極度に汚してリーク電流の原因になることもある。これを防ぐ意味で、マウント時に結晶両端面に直接アウト・ガス分子が照撃しないようにアルミ・ホイルで、全体をおおうようにすることも一策とは思われるが、今の場合には、この処置はしていない。しかし、イオン・ポンプから直接結晶を望むような配位にはなっていないし、第7図に示すように、両端面に平行に約 5 mm の距離をへだてて結晶支持と、リード接点保持を兼ねたテフロン板の衝立がある。

排気の過程で、一番厄介なのが、このイオン・ポンプの始動である。 $1 \ell$  ポンプ<sup>註)</sup>を用いて、 $1 \ell$  用電源では、この始動は一般に困難な場合が大いので、多少の無理をおかして、 $8 \ell$  用電源<sup>註)</sup>を用いた。リーク・デテクターの真空計が  $10^{-5}$  Torr を示していても、イオン・ポンプ電源を ON にすると、電流はオーバー・カレントになり、この時ポンプに注入される電力は数 10 ワット ( $500^V \times 150mA = 75^W$ ) にもなり、相当発熱する。この加熱で、ポンプ側でのアウト・ガスィングが、一段と促進されて真空度は益々悪くなる。ここで一旦電源を OFF にすると、メーター指示は急速によくなる。このようなプロセスを何回か繰返すことになる。しかしこの過程は、イオン・ポンプを用いる点では、程度の差こそあれ、やむを得ないものである。以上のような過程で、イオン・ポンプの動作点まで到達したとき、この系では、電流値  $5 \sim 7 mA$  が平衡点であった。すなわち、この時真空槽のバルブ  $V_1$  を閉じて、真空計を分離すれば、イオン・ポンプの働きで真空槽の排気が出来るようになる。これよりも電流値が大きい場合は、バルブ  $V_1$  を閉じると、電流は増えて行って、スイッチ投入直後と同じ状態に近くなる。

このように、イオン・ポンプの始動が出来ればよいが、コールド・フィンガー部や、マウント台座および結晶が常温のまゝでは、ポンプ始動が困難な場合がある。そこで、コールド・フィンガー部を液体窒素につけ冷却して、アウト・ガス量を減らしてポンプを始動する方法も用いた。この際、冷却部にガスが吸着することを利用しているから、当然、結晶の面への吸着も考えられる。しかし、結晶の冷却されて行く速度は、コールド・フィンガーに比べて遅いので、端面への吸着汚染率は、大分弱められるものと考えられる。したがって、排気と冷却が同時に進行なわれることになる。このようにイオン・ポンプ始動が困難な理由は、真空槽が前以って充分脱ガス処理をしてなかったことであるが、この真空槽のパッキングには、ネオプレーンの O-リングを用いるので充分高温で脱ガスが出来ない事情もあった。とは云え、赤外ランプで加

註) ここで用いているイオン・ポンプは、日本電気 K.K. 製のものである。イオン・ポンプを作動させるための電源電圧は排気容量にはあまり依存しない。しかし、流れる電流は容量に比例する。 $1 \ell$  用電源では、最大  $\sim 30 mA$  まで、 $8 \ell$  用電源では、最大  $\sim 250 mA$  まで流し得るように作られている。

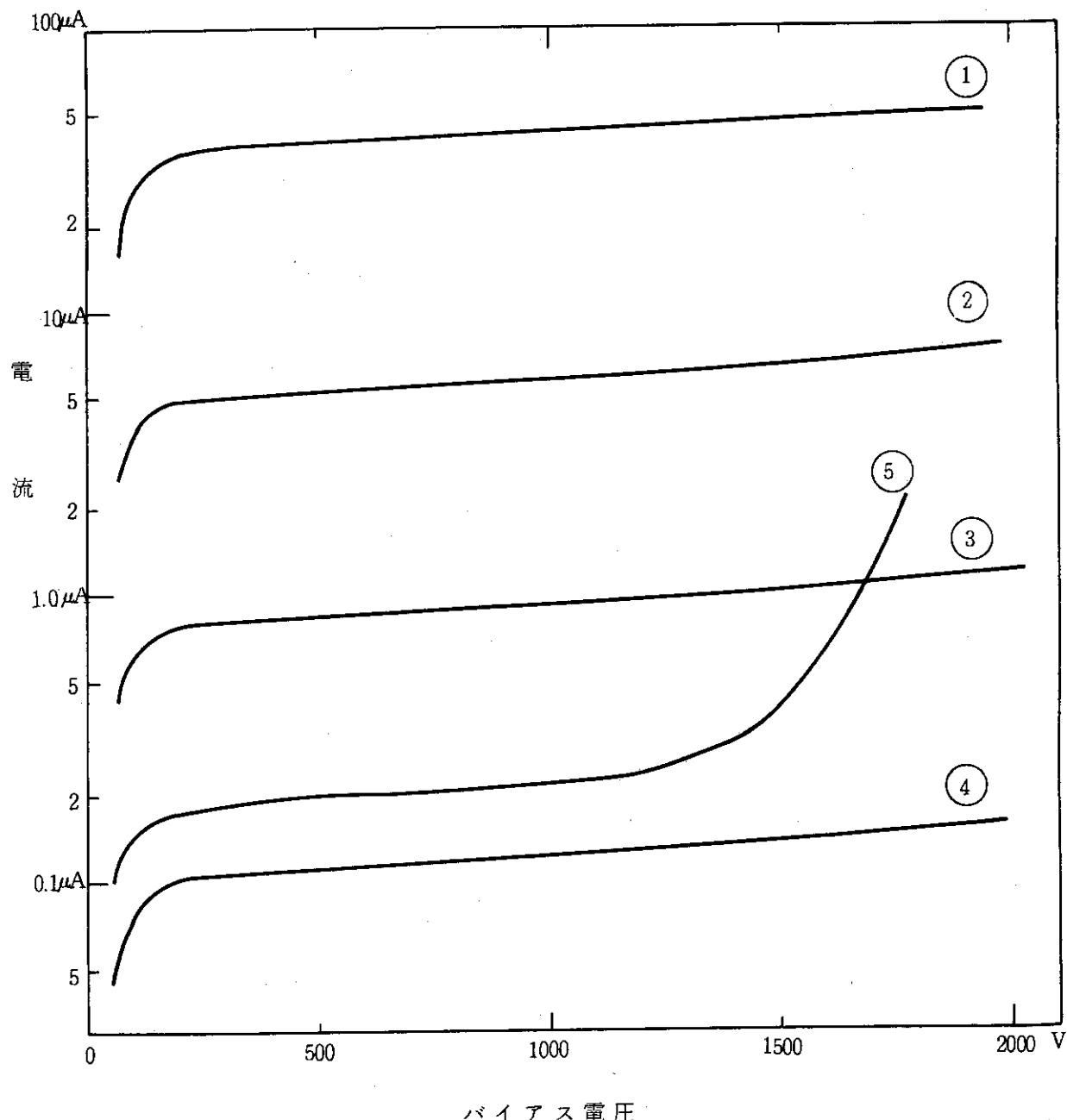
熱して一応の脱ガス処理は、ホット・ドリフト期間中、引続いて行なった。脱ガス処理の不充分さは、後で述べるクリーン・アップ過程で、再度にわたって真密度、ないしはイオン・ポンプの稼動の点で、わざらわされることになるが、真空槽に用いている材料の点で致し方ないことであろう。新規に真空槽を設計するときは、この点に充分留意すべきであろう。

とにかく、コールド・フィンガー部を冷却しながら、イオン・ポンプで排気を続けて  $10^{-6}$  Torr程度の真密度になり、結晶の温度も充分冷えてくれば（-150°C以下）結晶のダイオード特性や、リーク電流の測定が出来るようになる。この状態になるまでの時間は冷却とイオン・ポンプ始動から約1時間であった。リーク電流の測定には、可変電圧印加型の高抵抗計を用いた。マイクロ・マイクロ・アンメータまたは、高抵抗計は、Ge検出器製作に必要な計測器の一つである。第1回目は、マウントし、排気・冷却した直後に行なった。この時のリーク電流値は、3桁程大きすぎて、全く駄目であった。このリーク電流は、恐らく排気・冷却の際に吸着したアウト・ガスに帰因するものが主であると考えられる。もし、そうであれば、低温で吸着したガス分子は、それ以上の温度になれば離脱すると思われる所以、もう一度結晶を室温近くまで温めて、再冷却することを試みた。

ここで、結晶温度を室温近くまで戻す際、真密度をどのようにして良いまゝに保つかゞ問題になる。つまり、最初にマウントしてから、排気して真密度を充分高めるために、やむを得ずコールド・フィンガーなどの冷却吸着による排気作用の助けを借りて、イオン・ポンプを作動させたこともある。イオン・ポンプだけの排気で、結晶およびコールド・フィンガーを室温近くまで温めることは出来ない。したがって、前述した予備排気系の助けを借りた。その際は、イオン・ポンプ電流はオーバー・カレント状態になるので、電源はOFFしておいた。

結晶温度を常温に戻すには、順方向（検出器として働かせるためには逆方向—バイアス印加であるが）に電流を流し、加熱用の電力を注入する。我々の場合、50V印加すると、～200mAの電流が流れ、10Wの電力が注入出来る。この電力は、印加電圧を極く少し高めることで増加し得るが、極細のリード線を用いているため、500mA以上の大电流はリード線焼損の危険がある。10W程度の電力でも、結晶温度は急速に上昇する。コールド・フィンガー部を、液体窒素から抜き出して、室温にさらしておくと、吸着ガス放出が始まり、イオン・ポンプの作動限界になる。その時、イオン・ポンプ電源をOFFして、予備排気系に切り替える。結晶温度が変わって行っても、順方向の特性は殆んど変わらないが、極性を変えて逆方向の電流を測ってみると大体の温度の見当がつく。例えば、ホット・ドリフト（約40°C）では、50mA～100mAであった。温度が、20～30°C低下する毎に、電流値は1桁下る。mAの領域では、thermal generation currentが主であって、nAの表面リークは問題にならないし、また電圧依存度が小さいから特に温度速定のためのものは設けなかった。このようにして、再び結晶を常温近くまで温め、第1回目と同じの排気の手続きで真密度を上げ、冷却した後、リーク電流を測定した。

この回も、冷却を併用してイオン・ポンプ始動を行なったが、初回よりもイオン・ポンプ始動は容易になって来ていた。第II回目の結果も、リーク電流値は2桁程悪く実用にはならない。しかし、この回では、冷却途中での特性（温度をパラメーターとして印加電圧と電流；V-I特性）を測定しておいた。これを第10図に示す。この場合、結晶の温度が下るにつれて、電流値も低って行くが、或る温度からは逆に電流値は増えダイオード特性も悪くなることを示し



第 10 図 冷却途中における電圧一電流特性。  
この図は、大体の傾向を示すもので、①～⑤の順に結晶の温度は低って  
行く。④と⑤の間で逆転が生じ、また、⑤では、zenor-breakdown が  
見られる。

ている。

第Ⅲ回も第Ⅰ回、第Ⅱ回と同じ手順の処理を行なった。この時は、充分結晶の冷えた状態で、コブのあるV-I特性を示した。このコブのある電圧範囲は、10~30 Vであって、それ以外では正常であった。上記した事柄は、I-層の表面状態に關係していて、結局真空槽の脱ガス処理不充分な点によっているものと思われる。つまり、排気装置であるイオン・ポンプも含めて、再三再四にわたって、脱ガス過程を繰り返し、その都度、端面状態が変って行くと思われる。しかし、前述したように、使用している材料と、マウント時には大気中に曝さなければならぬことから、このプロセスも必須のものであると考えられる。要は、この過程を如何に短縮するかと云う問題になるであろう。

第Ⅲ回目でもリーク電流が要所の値にまで下げられなかつたので、再び第Ⅳ回目の同じプロセスの処理を行なつた。冷却後のリーク電流値は数 nA であったので、 $\gamma$ -線測定試験に移ることにした。検出器としての使用可能なリークは、通常 2 nA 以下とされているが、分解能をあまり問題にしなければ 10 nA 以下ならば利用出来なくはない。この試験の主目的は、常温で長期間放置したまゝの結晶が回復再生出来るか否かを見ることであり、また前にも述べたような方法で整形加工し、直接加熱で Li の熱拡散を行なつたものであるから、 $\gamma$ -線パルスの観測は、大いに興味をもたれるものであった。したがつて、特にパルス観測の項目をこゝに挿入したわけである。検出記号は、ハーメチック・シール端子から得られるが、ハーメチック・シールの絶縁部には、光を遮断するためピセインを塗布してある。前置増巾器を、この出力端に接続し、適当なバイアス電圧を印加して、Co-60 標準線源の $\gamma$ -線を入れて、出力パルス（主増巾器出力）を、シンクロスコープで観測した。この観測において、ベース・ライン・ノイズから見て 15 KeV (FWHM) 位の分解能で 2 つのピークが現われていることが判つた。すなわち、分解能は悪いにしても、再生回復される可能性のあることが判つた。分解能を詳しく見るために、出力パルス信号を多重チャネル波高分析器 (PHA) に接続して測定した。その結果は、1.33 MeV  $\gamma$ -線に対して 18<sup>KeV</sup> (FWHM) であったが、ピークの形は極めて非対称で、つまり低エネルギー側への tailing があつて、一見して、電子-正孔に対する電荷収集 (charge collection of electron-hole pair) の悪さが認められた。このことから、コールド・ドリフトまたはクリーン・アップと云われている手続処理の必要なことが判る。

#### クリーン・アップと特性試験

このクリーン・アップは、ホット・ドリフトにおけるよりも、低温でドリフトと同じように逆方向電圧を印加して、低電流を流しておく過程である。しかし、実際問題としては、或る一定温度に保つことが困難な場合が多い。したがつて、我々の行なつたクリーン・アップの過程は、定量的に記述出来ない点を含んでゐる。ともあれ、クリーン・アップを始めるために再び順方向に電流を流し、結晶温度を高め、室温にまで戻す。コールド・フィンガーの一部を液体窒素に浸して、結晶をやゝ冷却する。クリーン・アップ電圧はなるべく高い方が望ましいので 1500 V 以上に保つようにした。温度制御と電流制御がないので、流れる電流値は平均的なものであり、印加電圧も変化している。例えば、1.7 KV の印加電圧で 2 mA の電流が流れるとすれば、注入電力は 3.4 W となる。この時、コールド・フィンガー・ロッドの先端が液体窒素に接

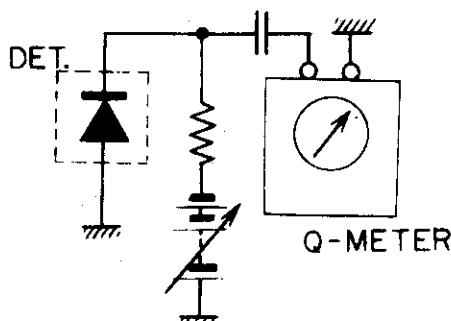
していなければ、結晶温度は上昇していって、流れる電流も増して行く。バイアス電圧を1.0KVに下げて、ロッド先端を液体窒素に浸すと今度は逆に結晶温度が下って、電流も減ってくる。このようなわけで、平衡状態を保って長時間クリーン・アップするのはむづかしかったので、とりあえず2時間程行なって、除々に冷却した。クリーン・アップの効果は、或る意味で積分的であるので、電圧を印加したまゝで冷却しても幾分かは、その効果がある。このようにして、第Ⅰ回のクリーン・アップを行なって再び $\gamma$ -線を測定するわけであるが、プリ・アンプを接続する前に電圧—容量の関係を調べておいた。静電容量の測定には、Q-メーター<sup>註)</sup>を利用した。この際、Q-値も同時に記入しておいた。第11図に、まとめて、各クリーン・アップ過程後のV-C特性を示しておいた。Co-60からの $\gamma$ -線を測定してみると、バイアス電圧2000V(これには、90V乾電池を20ヶ用いたので実際は、少し低い電圧になる)のとき、8~9KeV(FWHM)の分解能で、最初の測定値より改善されているが、ピークの形にはなお、tailingを伴っていて、charge collectionが不充分であることが判る。また、バイアス電圧を変えると、パルス波高も変ることからもさらにクリーン・アップの必要なことが判る。したがって、同様な方法で2mA程度流して、4時間のクリーン・アップを行ない、V-C、Q-値特性を調べ、 $\gamma$ -線スペクトルを測定した。この際、テスト・パルサーのピークも含めることにした。第12図に、バイアス電圧を変えたときのスペクトルを示す。この図から、バイアス電圧を高めると分解能が改善されるのが直ちに判る。増巾度を固定してあるので、パルサー・ピーク位置は変わらないが、 $\gamma$ -線ピーク位置は上方に移り、charge collectionが向上し、かつtailing成分が減ってくるのが判る。

第13図のスペクトルは、更にクリーン・アップを行なった後に、測定したものである。この時のクリーン・アップの条件は、1.8KVで、0.8mA程度流れる状態から出来るだけゆるやかに冷却してゆくものであった。したがって、今の場合には、平衡点ではなく、除々に電流が減少するようなクリーン・アップで、ほゞ1時間程度のものである。しかし、これだけの短時間のクリーン・アップでも、比較的顕著な効果が見られ、Co-60 1.33MeV  $\gamma$ -線に対し、ピークの分解能として約3KeVの実用的段階にまで進んで来たことを示している。テスト用パルサー・ピークの巾は約2KeVであるので、勿論なお改善の余地は残っている。

さて、これまで実際のクリーン・アップの進み具合を見るためには、エレクトロニクス系を接続し、標準線源などの $\gamma$ -線スペクトルを測定して、その程度を判断して来た。しかし、途中の段階で、いちいちこのテストを行なうのは、手数と時間が掛ってしまう。何か別の、たとえその方法があまり厳密なものでなくとも、手軽な方法があると便利である。我々は、クリーン・アップが一段落した後、印加電圧—容量特性を調べると共に、その時のQ-値も記録しておいた。容量を測定する際、Q-メーターを利用すると最大の針の振れる点を見つけなければならないが、このメーターのスケールは、Q-値そのものである。ところで、このQ-値は、電気回路においては、

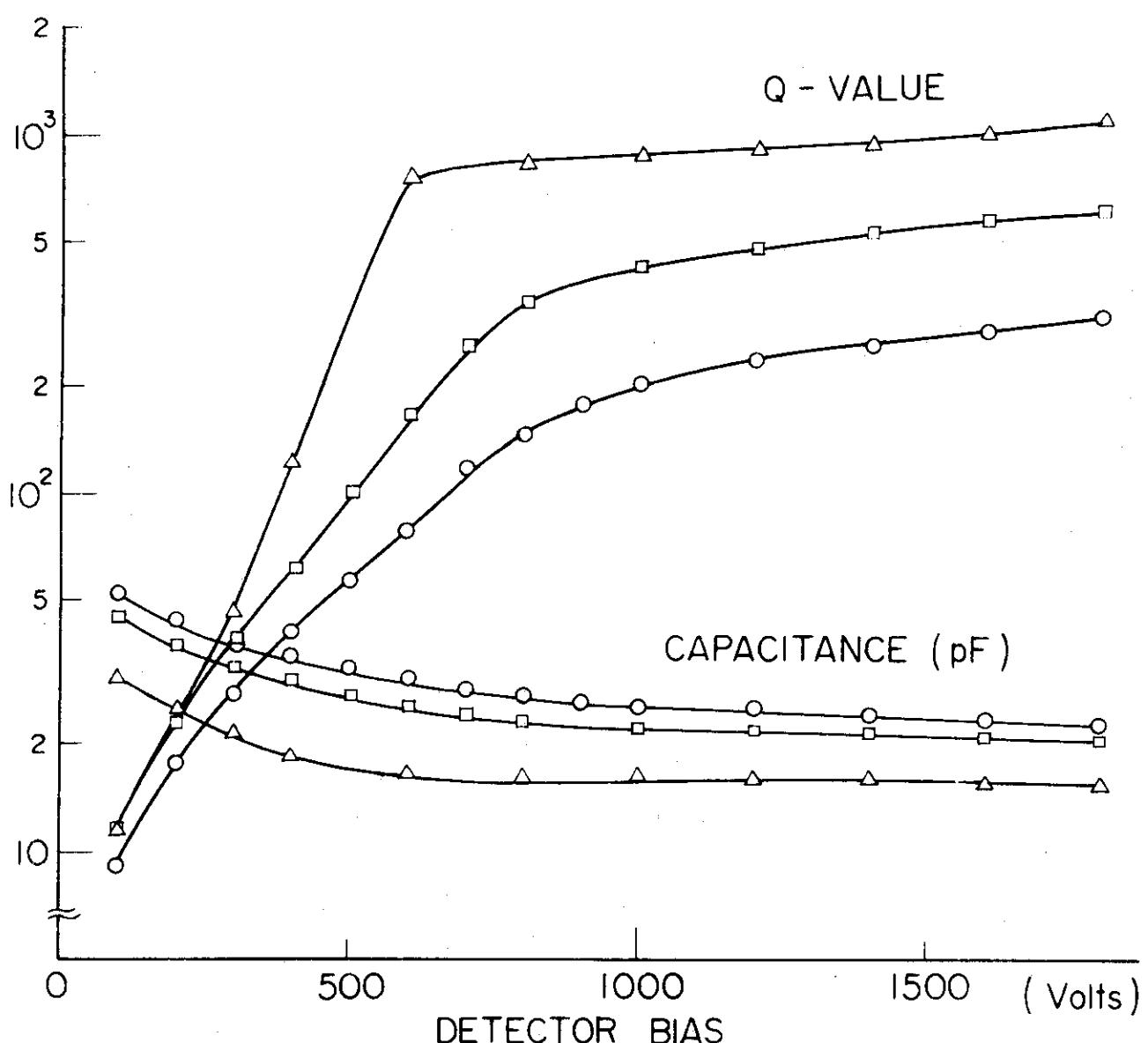
$$Q = \frac{\omega}{4\omega} = \frac{f}{4f}$$

註) Q-メーターでは、共振周波数fの定決や、コイルのインダクタンスL、コンデンサーの容量Cの測定も出来る。共振回路のQ-値は、共振の強さ、鋭さを量的に表わしている。

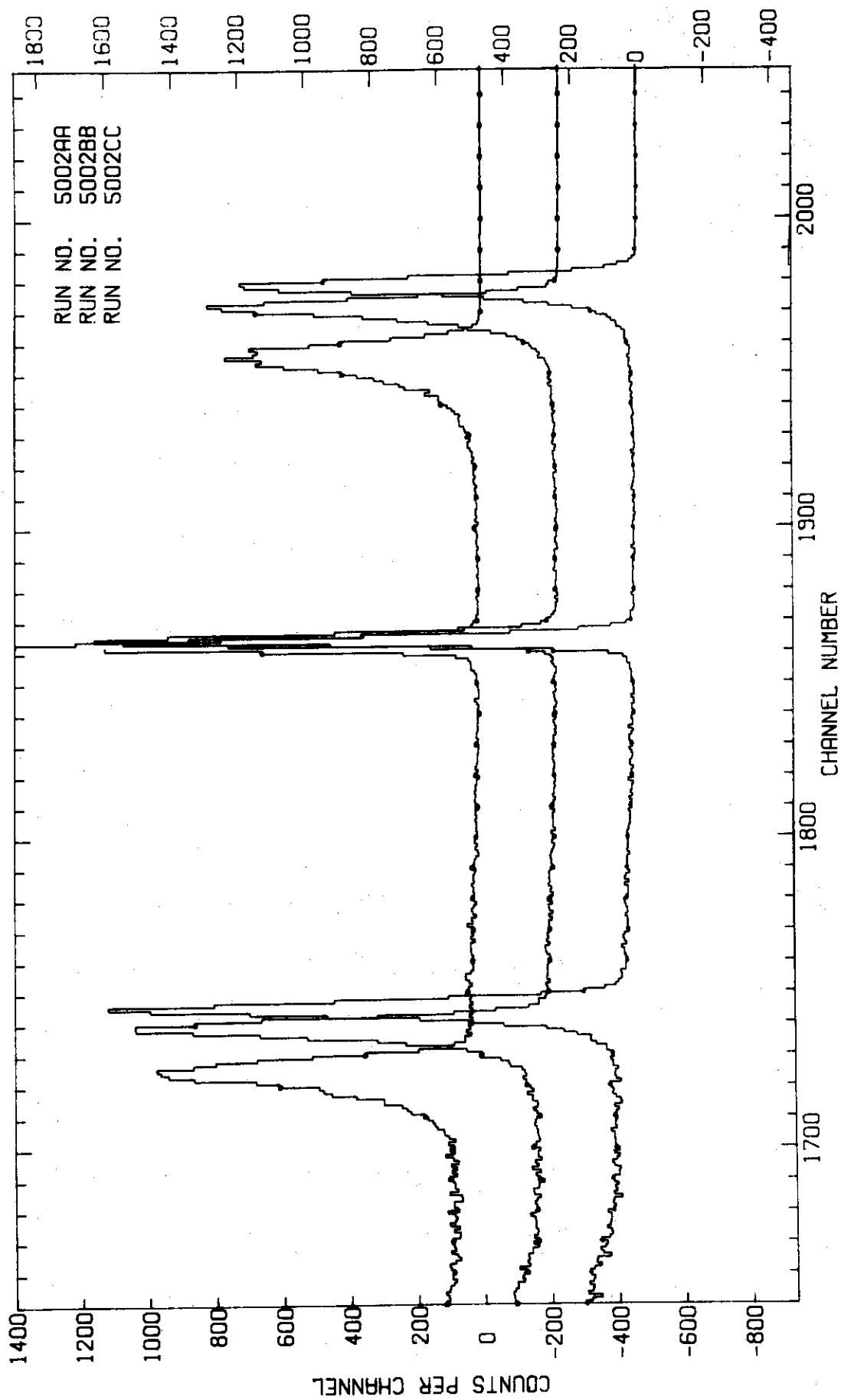
$C_c \gg C_{DET.}$ 

$$\frac{1}{Q_m} = \frac{1}{Q_0} + \frac{1}{Q_{DET.}}$$

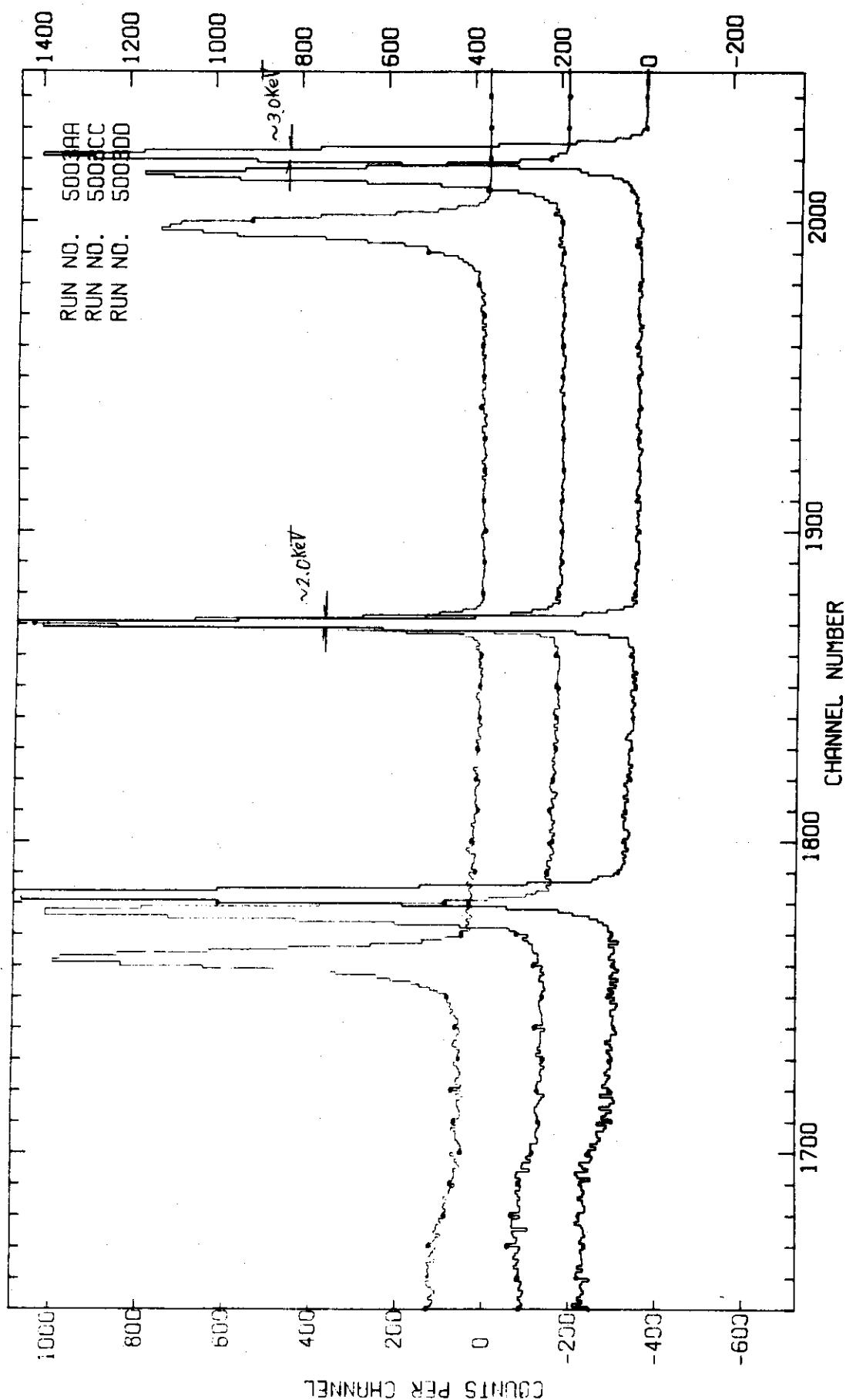
$$\left\{ \begin{array}{l} f_0 \approx 900 \text{ KC} \\ Q_0 \approx 70 \end{array} \right.$$



第 11 図 各クリーン・アップ処理後の電圧 — 静電容量と電圧 — Q—値特性。  
静電容量、Q—値測定の回路は、上部に示されている。□印で示される  
第 2 回目の処理後の特性は、次の第 12 図のスペクトルに、また△印で示  
される第 3 回目のものは、第 13 図のスペクトルに、それぞれ対応している。



第 12 図 第 2 回目クリーニング・アップ処理後の  $\gamma$ -線とテスト・パルサーのスペクトラ。V-C, V-Q 特性は、前の第 11 図中の□印で示されるものに対応している。一番上のスペクトルは、バイアス電圧 1000 V, 中央は、2000 V, 最下は、2500 V, それぞれ、印加した時のものである。



第13図 第3回目クリーン・アップ処理後の $\gamma$ -線とテスト・パルサーのスペクトラ。V-C, V-Q特性は第11図中の△印で示されたものに対応している。一番上のスペクトルは、バイアス電圧1000V, 中央は, 2000V, 最下は, 2500V, それぞれ印加したときのものである。2500V印加時, Co-60 1.33 MeV  $\gamma$ -線に対して, 約3 keV, テスト・パルサーに対して約2 keVの分解能を得ている。

の関係がある。ここで、 $\omega$ は回路の共振周波数に $2\pi$ を乗じたものであり、 $4\omega$ は、共振強度が半分になる巾の半分である。（共振強度は $\omega \pm 4\omega$ の処で半分になる）。また、Q-メーターそのもののQ-値を $Q_0$ （利用する共振コイルによって異なってくる）と、結晶と真空槽全体のQ-値を $Q_x$ とすれば、それらを含めた測定値 $Q_m$ は、

$$\frac{1}{Q_m} = \frac{1}{Q_0} + \frac{1}{Q_x}$$

の関係で $Q_x$ が与えられる。 $Q_0$ は、今の場合、検出器端子にリード線を接続しないで求めたものである。第11図に、各段階のクリーン・アップ後の電圧—Q-値の関係が示されている。このV-QおよびV-C関係の第11図と、スペクトル（第12図と第13図）を総合して眺めると、V-Q特性がクリーン・アップの進み具合の一つの目安になることが判る。

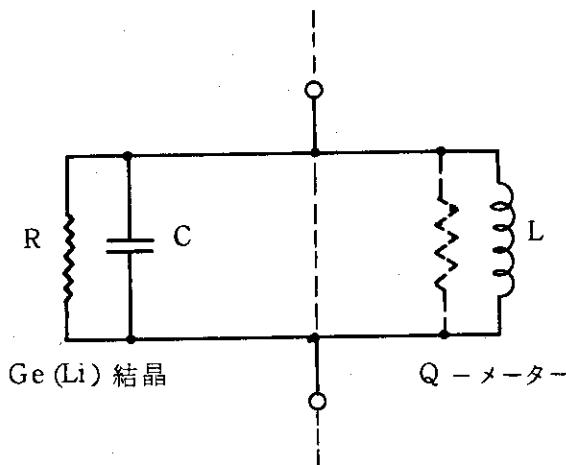
我々が使用した周波数 $f$ は、約1MHzであり、その時の $Q_0$ は、 $Q_0 \approx 70$ 程度であった。一方、結晶の方のQ-値は、印加電圧に依存して変るが、1000V以上では、ずっと大きい値を示し、実測値 $Q_m$ から $Q_x$ を精度よく求めることはむづかしい。しかし、今の場合、大よその目安になる傾向を知るために利用しているのであるから、特に高い $Q_0$ を基にするようなことはしなかった。

$Q_x$ は、さらに結晶本来のもの $Q_{crys}$ と、真空槽のハーメチックなどの個別での寄与分 $Q_{cham}$ の合成であるから、

$$\frac{1}{Q_x} = \frac{1}{Q_{crys}} + \frac{1}{Q_{cham}}$$

と分解出来るが、 $Q_{cham} \gg Q_{crys}$ であろうから、省略してもよいだろう。したがって、 $Q_{crys} \approx Q_x$ とした。

$Q_x$ の電圧特性と、クリーン・アップ・プロセスの完了の度合や；charge collectionの関係については、さらに物性物理的に研究されるべきものであろうが、極く大雑把には、電気回路との類比で、定性的な議論をすることが出来る。今第14図のような共振回路があるとする。こ



第14図 Q-値測定における等価回路

Ge(Li)結晶は、点線より左の容量Cと抵抗Rに等価的に分解出来る。この抵抗Rは、直流通じるものでなく、charge collectionに関係するものである。

の系の結晶側に損失成分  $R$  を並列に含んでいる。 $R = \infty$  のときは、この系の  $Q$  は  $\infty$  になるが、 $R$  が或る有限な値を持てば、 $Q$  値も有限な値になる。 $R$  の値が次第に小さくなると、 $Q$  値もそれにつれて低って行く。 $R$  が有限値を持てば、共振回路中の電気エネルギーは、この  $R$  内で熱エネルギーに変換される。これは、丁度、結晶中に生じた電子一正孔対が消滅して熱エネルギーに変るのに対比させることが出来る。したがって、 $R$  の値は、(これは  $Q$  一値に関係するが) 電子一正孔対を消滅させる要因——トラップとか、再結合中心——の量に対応させることが出来る。したがって、或るエネルギーの  $\gamma$  一線が入射して、その全エネルギーを電子一正孔対生成に消費した際、全ての電子一正孔対が、対応する電極に損失なく到達したときが、 $R = \infty$  に対応し、クリーン・アップが理想的に完了した場合で、最大のパルス波高値を与える。そうでなくて、電極に到る前に消滅し最終的に熱エネルギーになってしまふ時は、 $R$  が有限値をもつてのに対応し、パルス波高もその分だけ低くなってしまう。

#### 4. あとがき

前節までに、長期間常温に放置したドリフト済 Ge 結晶を検出器としての再生回復の経緯を述べた。この手続きは、真空槽の設計・製作を除けば新規に Ge (Li) 検出器を製作する過程と同じである。こゝでは、より確実で、かつ簡便な方法を検討し、実際に試み、その有効性を確かめている。その第一は、Li の真空蒸着とその後の熱拡散を行うための加熱方式の改良である。結晶の加熱には、通電による直接加熱法を採用し、蒸着では、反射電極を設け、電界によって蒸着効率をあげる試みをした。このような方法は、既に誰かによって提案され、試みられているかも知れないが、筆者の知る範囲では見当らなかった。第二の点は、クリーン・アップ・過程の進行状況の推定に Q- 値を用いることである。結晶の静電容量の測定には、Q- メーターが便利に用いられている。Q- メーターを用いれば、Q- 値も測れるわけである。劣化検出器の再生回復では、それ以前のデータと比較することによって、クリーン・アップの進み具合が判る。しかし、この方法は、未だ現象論的な比較法によっている。電荷集収と等価回路における Q- 値の関係は、物性論的に調べるべきものであろう。

再生回復手続は、新規に Ge (Li) 検出器を作る時の手続の大部分を占めているので、製作その自体についての、実際的な事柄を詳しく記述しておいた。これらは、今後同種類の作業をする際、参考になるものと思われる。

この仕事を遂行するに当って、当研究室・浅見室長からは、多大の支持を受けたこと、また、進行過程において、当研究室の水本元治氏、田村務氏から有益なアドバイスや、助力を受けたことに感謝します。同様に、現在は核融合に移られた熊谷勝昭氏からも、多くのデータや、協力を受けたことに感謝します。

## 参 考 文 献

- 1) 半導体検出器について、その性能、製作法、利用応用および評価に関する多くの研究・技術論文や、評論およびシンポジウムのプロシーディングがあるが、全般的な半導体検出器に関する解説書として、  
G. Bertolini and A. Coche, eds.; Semiconductor Detectors (North-Holland and Publ. Co., Amsterdam, 1968)  
Adams and Dams, Applied Gamma-Ray Spectrometry (Pergamon Press, N. Y., 1970)  
などが挙げられる。
- 2) Ge(Li)検出器メーカーとして、外国では、ORTEC, Princeton  $\gamma$ -tech, Nuclear Diode, Elscint, Phillips, 国内では、堀場製作所などがある。
- 3) ベルギーのHoboken社。日本の輸入業者はニッコーシ株式会社（東京都中央区日本橋室町2の1）である。
- 4) G. RIEPE and D. PROTIC, Nucl. Instr. and Methods 101(1972)77
- 5) M. Ishii, T. Tamura, N. Shikazono and H. Takekoshi, JAERI-1131
- 6) 竹腰秀邦, KURRI-TR41(1967)
- 7) 熊谷勝昭, 私信