

JAERI-M  
8069

バッファー・リング付高純度  
ゲルマニウム検出器

1979年2月

石井 三彦・大島 真澄・松崎禎市郎\*・武谷 汎\*

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、複製などのお問い合わせは、日本原子力研究所技術情報部（茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしてください。

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.

バッファー・リング付高純度ゲルマニウム検出器

日本原子力研究所東海研究所物理部  
石井三彦・大島真澄・松崎幟市郎\*・武谷 汎\*

(1979年1月9日受理)

高純度ゲルマニウム検出器素子に、特殊な構造「バッファー・リング」を持たせることによって、その逆耐電圧特性を著しく改善することが出来た。この論文では、バッファー・リングを有する素子の製作方法を詳細に述べる。また、これらの素子を用いて $\gamma$ 線検出器を完成させるために、高性能で簡便な真空ポンプ兼クライオスタットを開発し、その概略を述べた。

---

特許出願中につき、営利を目的としてこの方法を無断使用することを禁ず。特許に関しては日本原子力研究所東海研究所業務課特許係 (Tel. 02928-2-5778) に問合せられたい。

\*) 東京工業大学理学部応用物理学科

High-Purity Germanium Diodes with "Buffer Ring" \*

Mitsuhiko ISHII, Masumi OHSHIMA, Teiichiro MATSUZAKI \*\*  
and Hiroshi TAKETANI \*\*

Division of Physics, Tokai Research Establishment, JAERI.

( Received January 9, 1979 )

A special geometric structure "buffer ring" has greatly increased the breakdown voltage of high-purity germanium diodes. A procedure of fabricating the diodes with the buffer ring is described in detail.

For the purpose of constructing gamma-ray spectrometers with these diodes, a convenient vacuum pump combined with the cryostat has been developed.

Keywords: Radiation Detector, High-Purity Germanium Diode, Buffer Ring, Improved Breakdown Voltage, Sorption Pump, Clean Vacuum.

---

\* In application for a patent.

\*\* Department of Applied Physics, Faculty of Science, Meguro, Tokyo.

目 次

序 論 .....	1
1. バッファ・リング付ダイオード .....	2
2. ダイオード特性 .....	12
3. ソープション・ポンプ .....	16

CONTENTS

Introduction .....	1
1. Diodes with a buffer ring .....	2
2. Diode characteristics .....	12
3. Sorption pumps .....	16

## 序 論

高純度ゲルマニウム結晶は、 $\gamma$ 線や飛程の大きな荷電粒子用の検出器の素材として最も重要視されているものの一つである。しかし、実際に検出器を製作したり、実験に使用してみると、いくつかの問題が存在していることが判明する。その一つは $p^+$ 層端での絶縁破壊である。通常 $p^+$ 層は表面に酸化膜を形成することによって作られるか、あるいはアクセプター・イオンを注入することによって作られる。その厚さは $0.05\sim 1\mu\text{m}$ で非常に薄く、その附近でのキャリアの濃度勾配は急峻である。一方、 $n^+$ 層はリシウムを熱拡散することによって作られ、数 $100\mu\text{m}$ の厚さを有する。しかも、不純物濃度はバルクの値から徐々に増加している。したがって、検出器素子に逆電圧を加え素子全体を空乏層化したとき、 $p^+$ 層端での電界強度が $n^+$ 層端のそれに比してはるかに強く、絶縁破壊もその近傍で起り易い。また、漏洩電流は $p^+$ 層端附近の表面状態に強く依存しており、 $p^+$ 層の縁を再現性よく処理することは技術的にも成り難かしい。

第2の問題は、冷却に伴う残留ガス、主として水蒸気の接合部分への凝結である。前にも述べた如く、高純度ゲルマニウム・ダイオードでは電界が局所的に集中するので、その部分への水蒸気の凝結は特性を著しく劣化させる。それ故、真空に対する要請は他の半導体検出器よりも厳しい。これら二つの問題が、製作の段階や応用の際に直面する最も重要なものである。

一般に、半導体デバイスでこの種の問題が生じた時に講じられる方法には二種類ある。一つは素子の表面を不活性化しようという試みであり、他は素子に特別な幾何学的構造を持たせて特性の改善を計るものである。半導体検出器においても、不活性化という手法は表面障壁型シリコン検出器に汎く応用されている。<sup>1,2)</sup> 高純度ゲルマニウム検出器においても一部の商品に活性化の処理を施したものがあるが、その程度はシリコン検出器の場合と比較してかなり低く、安定性を欠く。一方、特殊な構造もいくつか提案され、一部使用されている。例えば、ガード・リング<sup>3)</sup>によって電極の一つを二領域に分割し、大部分の漏洩電流が流れる表面領域からの影響を受けることなく、中心部から信号を取り出す方法がある。これは非常に優れた方法であるが、ガード・リングを作るためにはフォト・エッチングの技術と機材とが必要であり、また素子の使用に際しては補助バイアス回路を要するので、特別な目的を持つ検出器以外には適用されない。また、リシウム・ドリフト型シリコン検出器<sup>4)</sup>の製作には円筒形U字溝を穿つ方法が用いられるが、本来この方法はリシウムの熱拡散による汚染領域を排除し、完全な $p-i-n$ 構造を得ることを目的としたものである。この方法を高純度ゲルマニウム検出器に適用した場合、ダイオード特性に可成りな安定性をもたらすことが出来るが、未だ十分とは言い難い。

この報告で述べるバッファ・リングは、語義通り $p^+$ 層端に電気力線が集中するのを“緩和”し、逆耐電圧を増大させる働きをする。このバッファ・リングは簡単な方法で刻むことができ、しかもダイオード特性の改善の度合も著しい。1章においてバッファ・リングの説明を行い、検出器素子の製作方法について述べる。2章にその特性の測定結果を要約しておく。3章に高純度ゲルマニウム検出器用の高性能で便利なクライオスタットを兼ねたソーブション・ポンプの概略を説明する。

## 1. バッファ・リング付ダイオード

序論で述べた如く、完全に空乏層化した高純度ゲルマニウム素子では  $p^+$  層端に電気力線が集中する。しかも、その周辺にはエッチングによる侵蝕跡や数  $\mu\text{m}$  の鋭い刃状の縁が生じ易く、強い電界に耐えるように処理することは可成り難しい。バッファ・リングはこの問題を解決するために考案されたもので、Fig.1 にその概要を示す。これは 1.6mm の厚さを持つプレナ

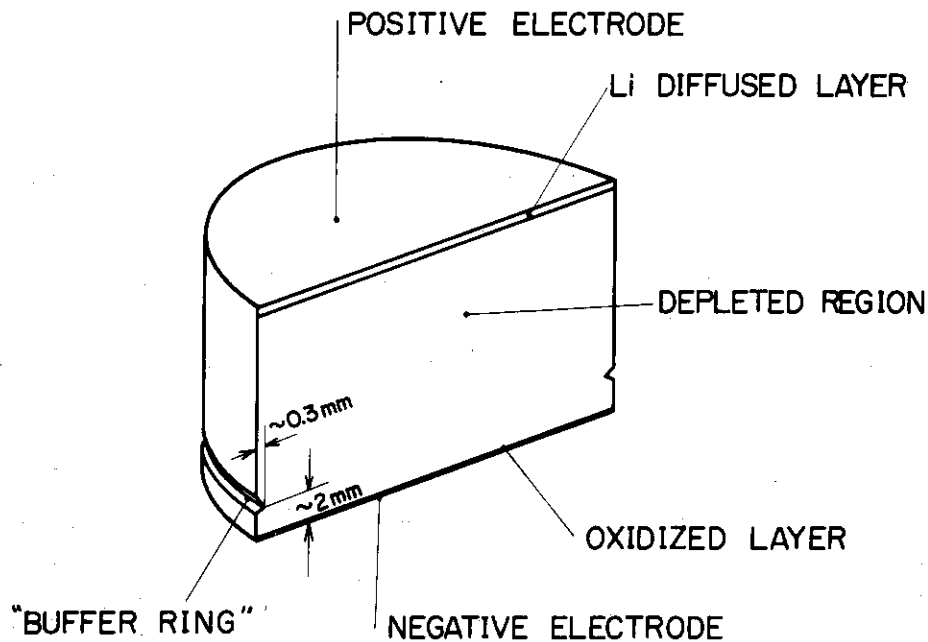


Fig.1. A high purity germanium diode with a buffer ring.

一型素子に施したバッファ・リングの一例である。バッファ・リングのV字溝が素子の表面近くの電気力線を中心方向に偏向させ、それらの  $p^+$  層端への集中を緩和する。V字溝は出来るだけ  $p^+$  層端に近く、鋭い程効果的である。実際にバッファ・リングを刻むには、素子を覆り被覆物の縁でエッチングが加速されることを利用する。この方法で刻むことの出来る適当な溝の深さは 0.5mm が限度である。それ以上深いと、その底の曲率半径が大きくなり効果が減少する。

以下に、バッファ・リング付ダイオードの製作方法を述べる。作業をフローチャート方式で表わし、その詳細を明らかにしておく。

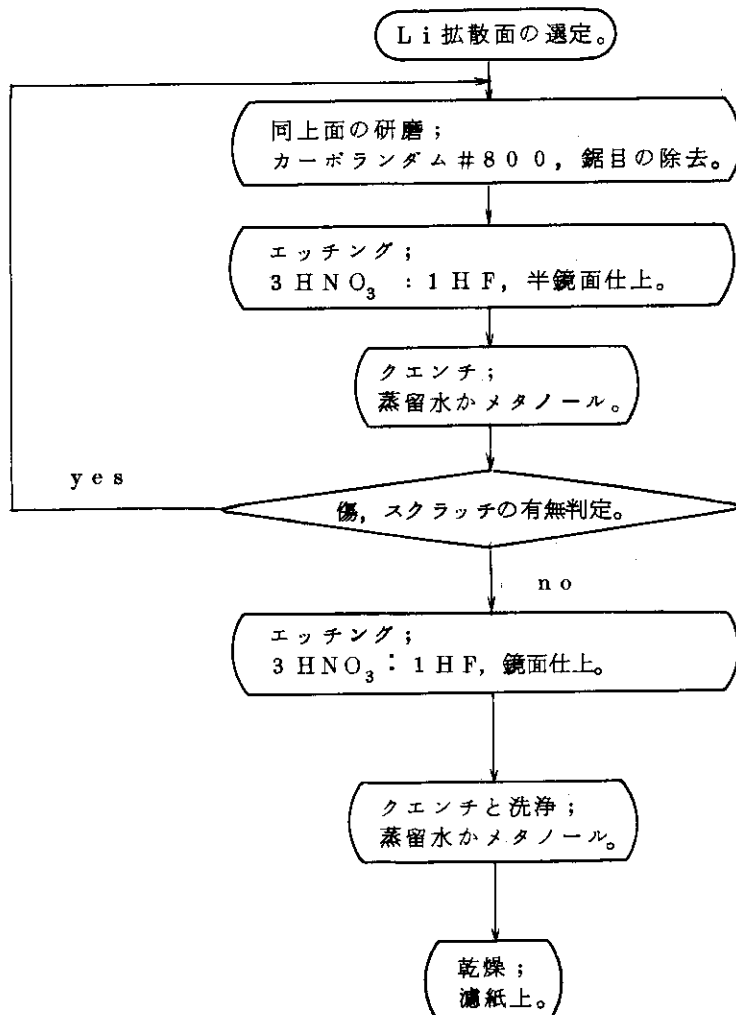
### 1.1 高純度ゲルマニウム単結晶

素材の選定について簡単に述べる。ここでは  $p$  型単結晶からプレナー型素子を作るものとして説明する。先ず完全に空乏層化する層の深さが決ると、それに要する印加電圧を 1mm 当り 100V として概算する。次にこの値に対応する不純物濃度を、ゲルマニウムに対する印加電圧、

空乏層の厚さ、不純物濃度間のダイアグラムから求める。実際には不純物濃度が均一でないことを考慮して、またキャリアのトラップによる影響をできるだけ避けるため、検出器として使用する時には1mm当り50-100Vの過電圧を上記の印加電圧に付加する。一方コネクター等の耐電圧特性や大気中の湿気の影響を考慮して、検出器として使用する時の印加電圧は3.000Vを越えない方がよい。従って上で求めた不純物濃度は一つの目安であるが、印加電圧に対するこれら二つの制約からおおよその上限値を与えている。結晶の寸法は、リシウム汚染層を除去することによって1~2mm減少することを勘案して決める。以上のことから、単結晶を選択するための最低限の基準である。しかし、2章で述べるように、現在入手出来る結晶の品質はリシウム・ドリフト用の素材のそれと比較して可成り劣り、品質を適確に判断する方法は素子を作って性能を試す以外にない。

## 1.2 リシウム拡散前の処理

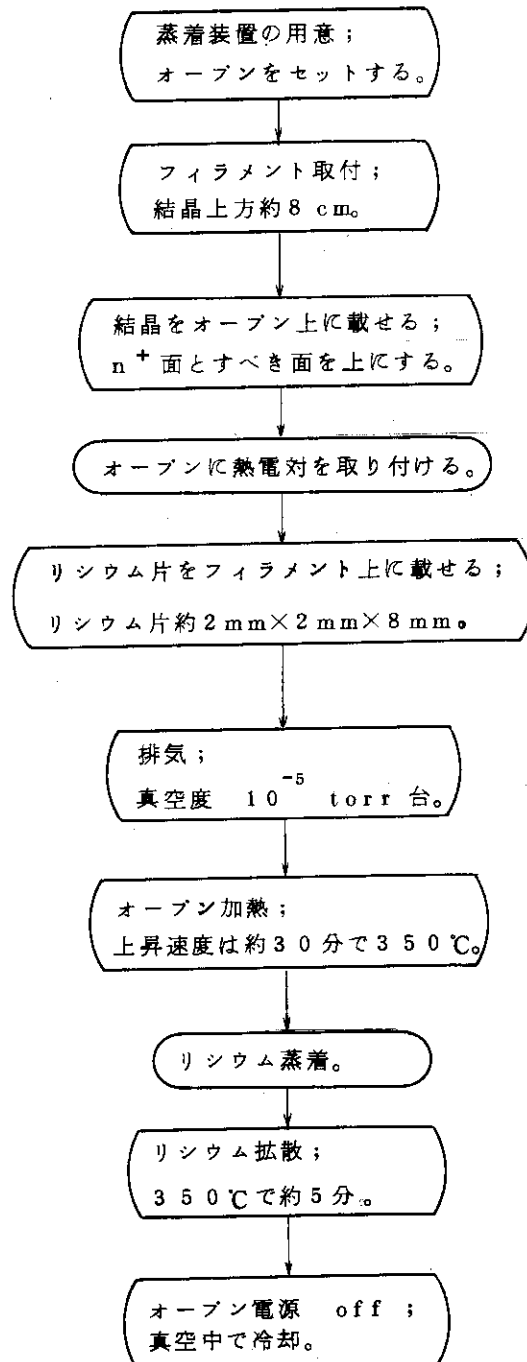
p型ゲルマニウムを使用する場合には、不純物濃度の小さい面にリシウムを拡散し $n^+$ 層を作る。この面に存在する深い傷を事前に研磨し、更にエッチングを施すことにより機械的破壊層を除去しておく。





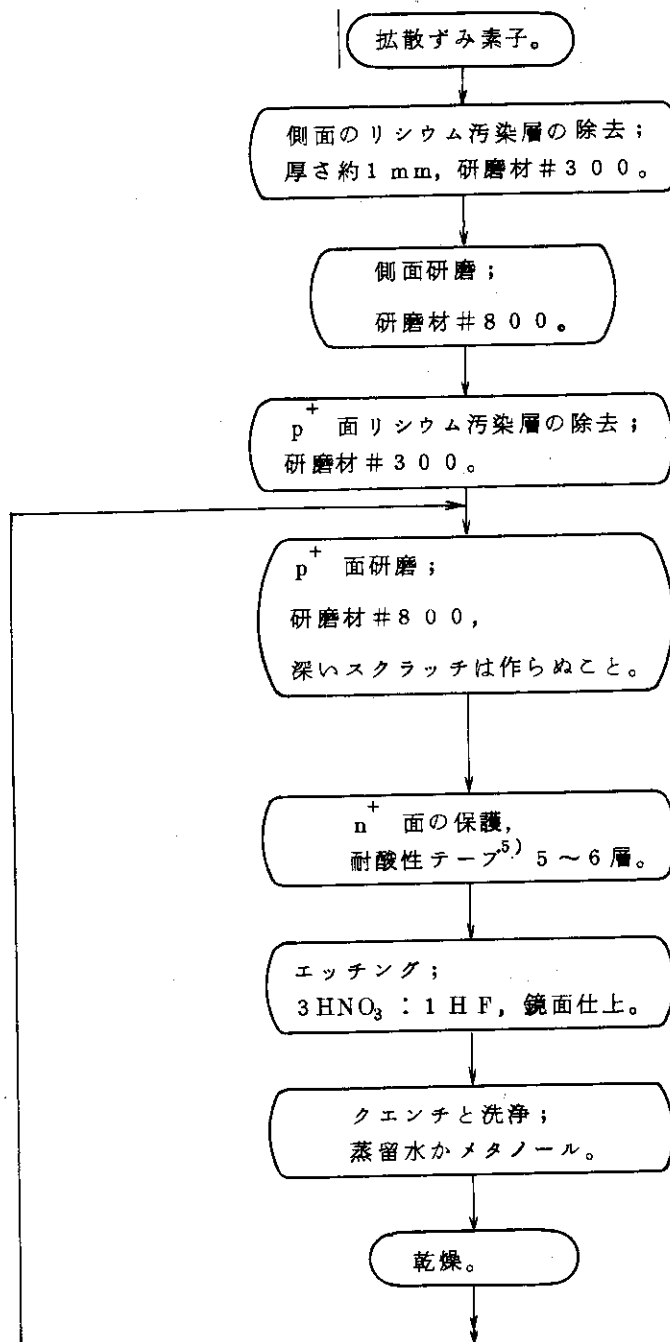
## 1.3 リシウム拡散

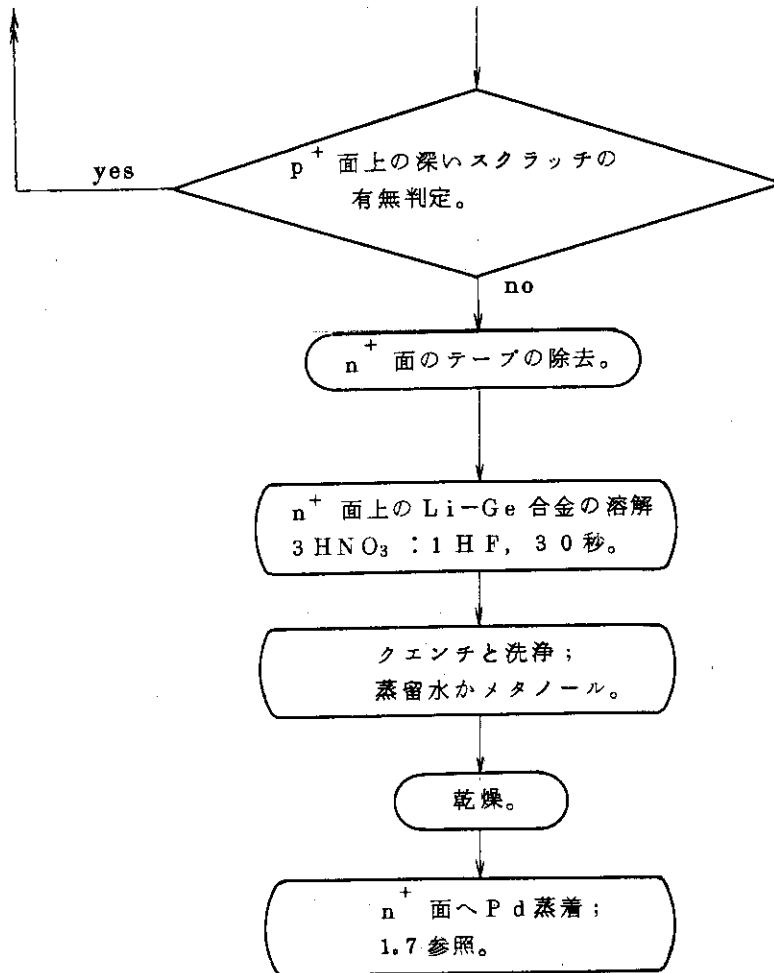
リシウムを拡散して p-n 接合を作る。n<sup>+</sup> 面とすべき面以外の表面は出来るだけ覆うようにグラファイトのオープンを作る。その理由は、一つにはリシウムによる汚染を最小限に留めることであり、他方、結晶を出来るだけ一様に加熱するためである。初めて使用するオープンに対しては、その加熱時間と上昇温度との関係を調べ、更にゲルマニウムの試験片を用いて拡散時間に対する拡散の深さを較正しておく必要がある。また、新しいフィラメントは予め真空中で白熱するまで加熱して、金属の素肌を露出させておく。



## 1.4 リシウム汚染層の除去

結晶の側面並びに  $p^+$  面とすべき面からリシウム汚染層を研磨して除き、更にエッチングにより機械的破壊層を除去する。側面を研磨する際には断面が八角形程度の多角形になるようにしておくと、再度研磨が必要となった時の作業が容易になる。通常厚さ約 1mm の厚さを除けば充分である。もし、リシウム汚染層が完全に除去されていないならば、エッチング後にエッチング速度の違いから生じる波状の段丘が  $n^+$  面端に残る。この場合には、更に部分的に軽く研磨してそれらを除き、エッチングを施す。以上の過程を終えた素子に対しては  $n^+$  面上に形成されているゲルマニウムとリシウムの合金を軽くエッチングして溶かす。





### 1.5 バッファー・リング蝕刻

エッチングを利用して、バッファー・リング用のV字溝を $p^+$ 面の縁から1~2mmの位置に刻む。深さは、0.3~0.4mmが望ましい。溝が余り深くなると溝の底の曲率半径が大きくなり、所期の目的が達成出来なくなるので注意を要する。素子と同じ断面を持つテフロン製持具を用いて、 $p^+$ 面へエッチング液が侵透しないように入念にテープで被覆する。 $n^+$ 層および側面の被覆の仕方を、それぞれFig. 2とFig. 3に示す。エッチングに際しては、以下に記載するエッチングの仕様を参考にして適宜状況に対応されたい。このことは酸化膜形成時や最終段階での化学処理についても同様である。

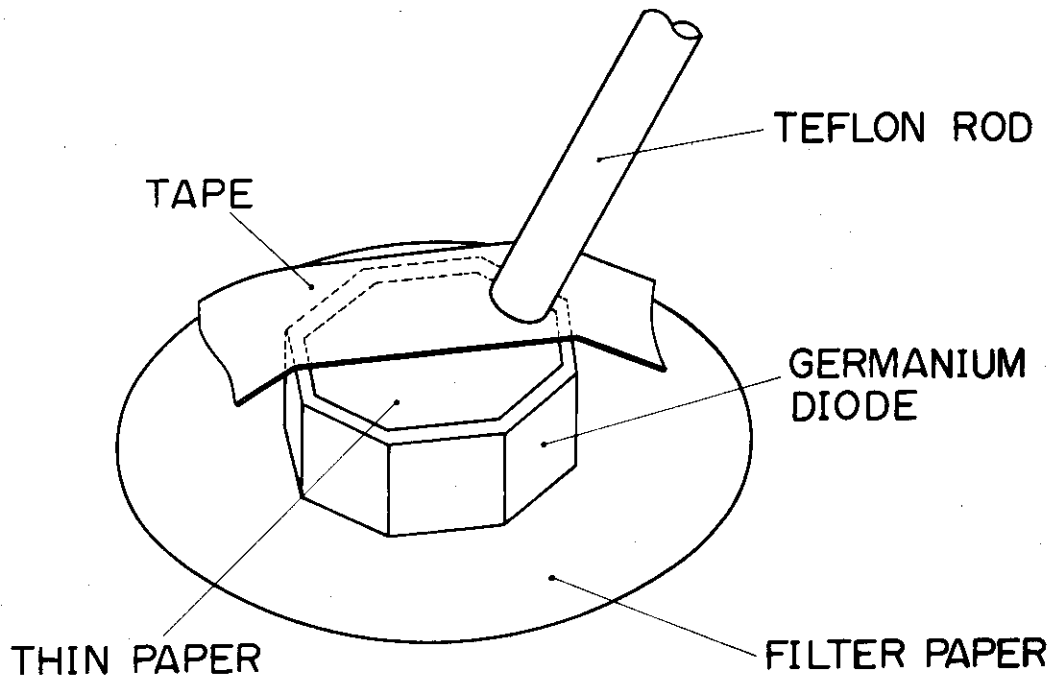


Fig. 2. Protection of the top face of the diode against etchant.

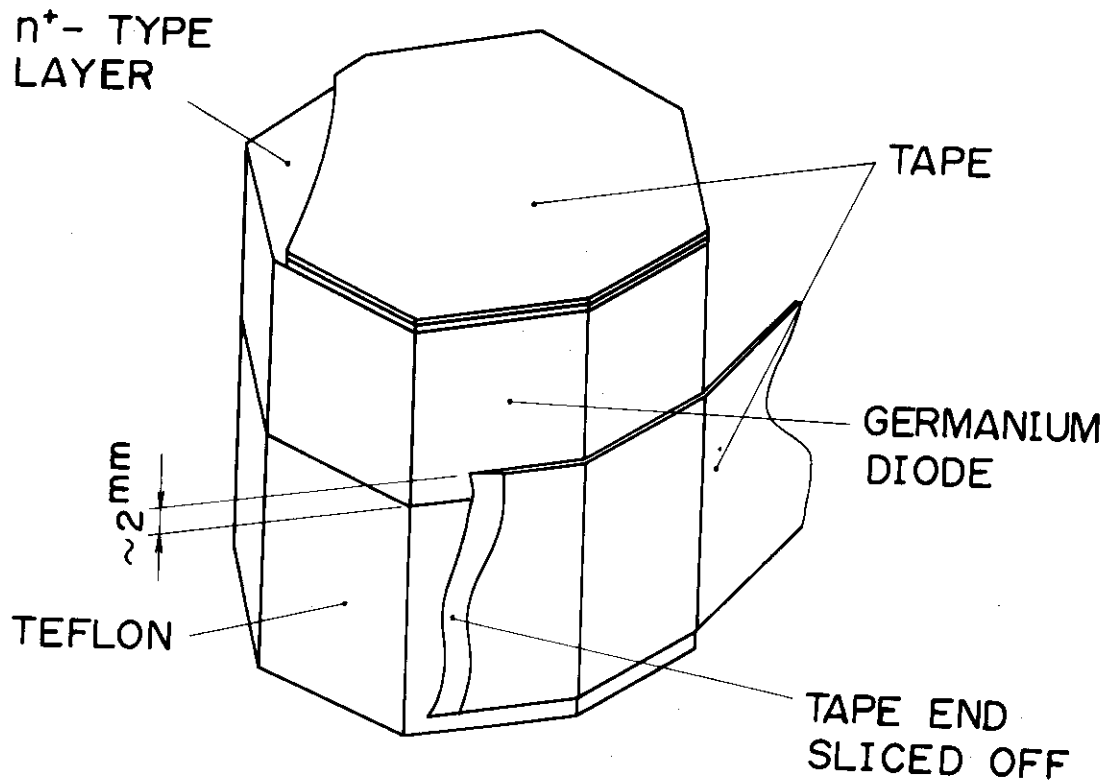
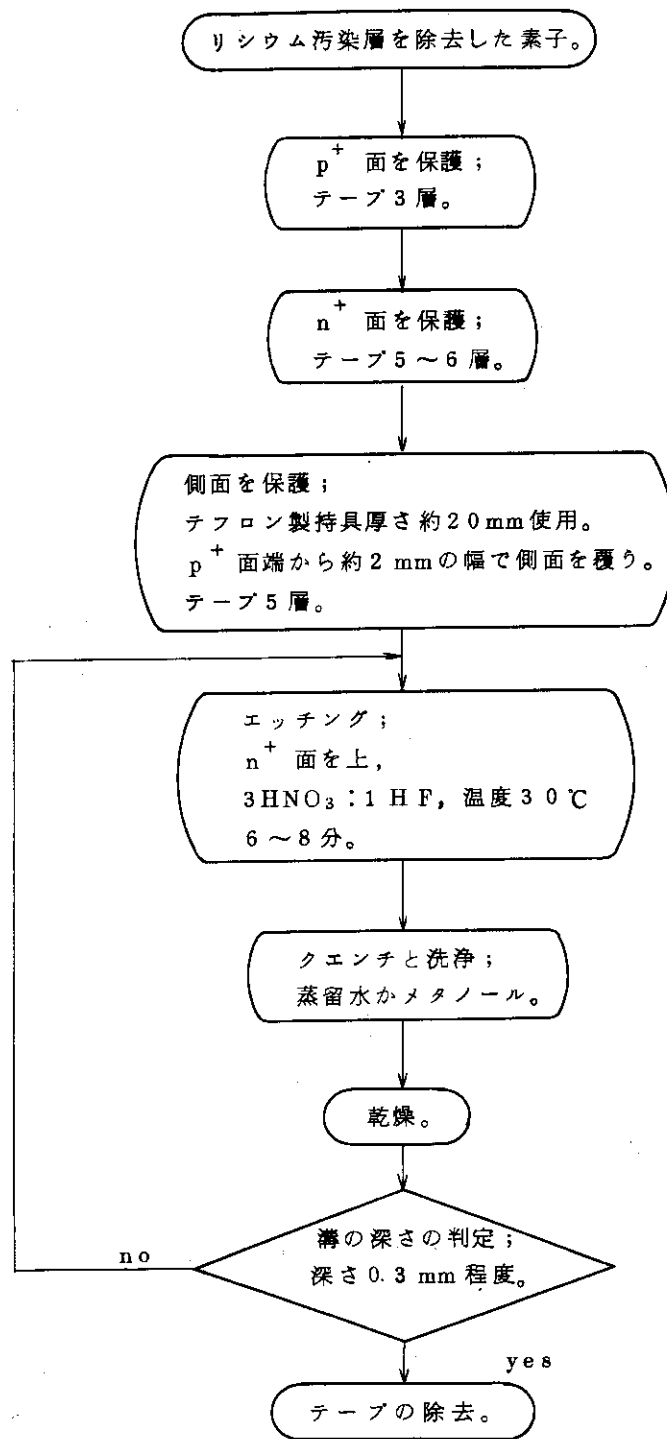


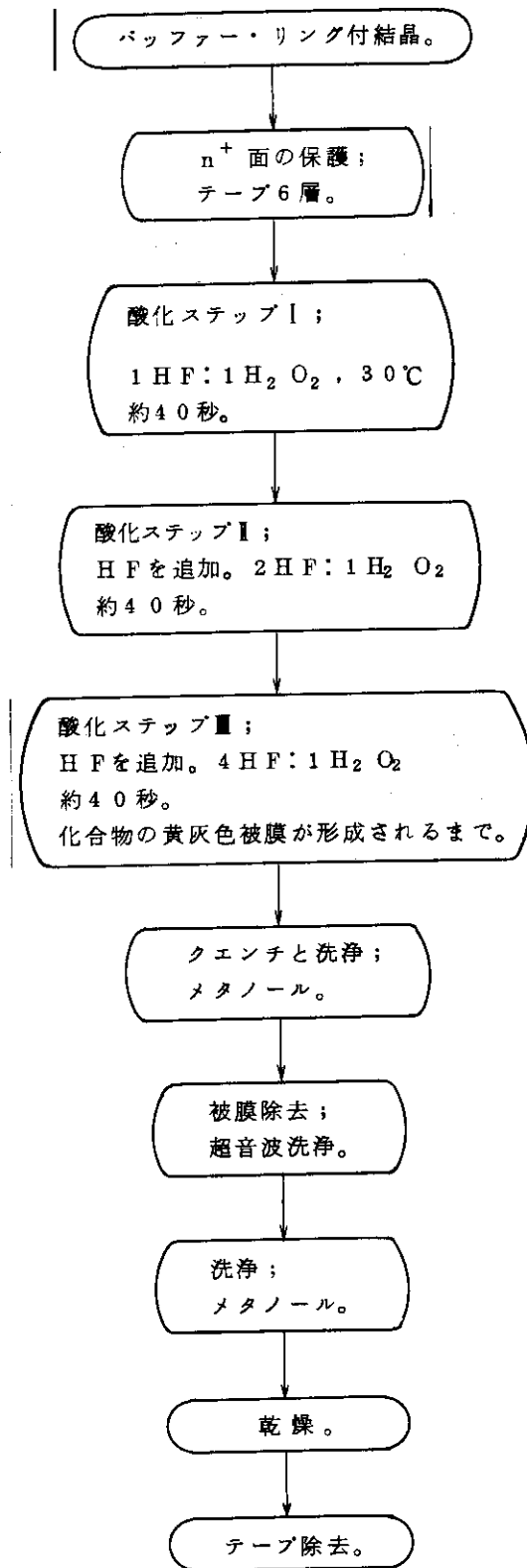
Fig. 3. Preparation for etching the buffer ring.



### 1.6 酸化膜形成

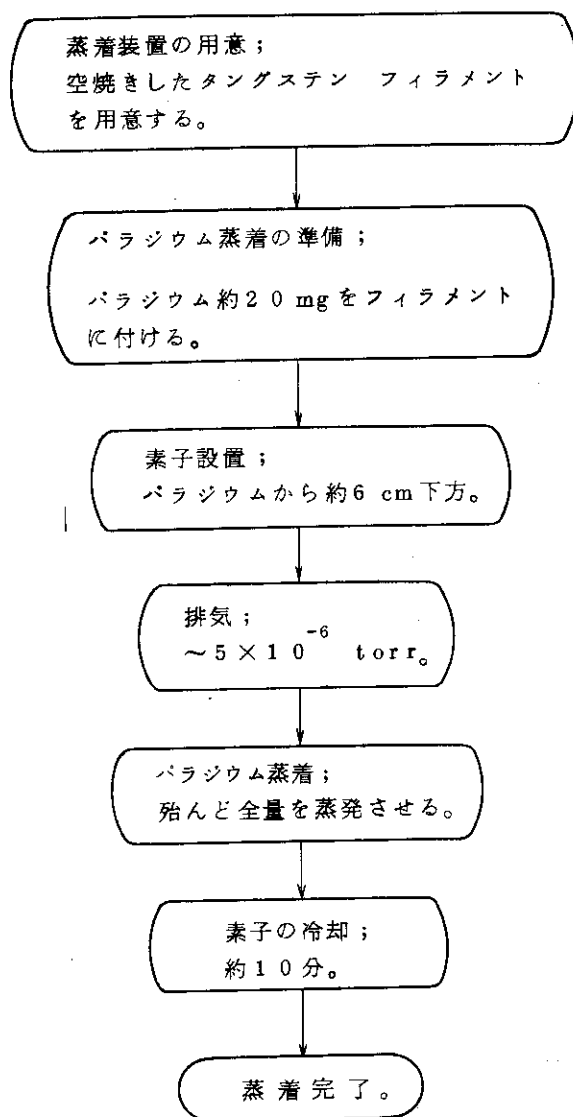
化学的方法で酸化膜を形成し、 $p^+$ 層を作る。酸化液はHFと $H_2O_2$ を基調にしたもので Ref. 6を参考にして決定した。結晶が酸化されると、表面に黄ないし乳白色の化合物被膜ができ、その下に酸化層が形成される。酸化層は微白色で、結晶からの反射光を利用して見ると通常の金属光沢と異なるので確認することが出来る。バッファー・リングのV字溝を鈍らさないた

めに、酸化の過程はできるだけ短時間で終わらせる必要がある。



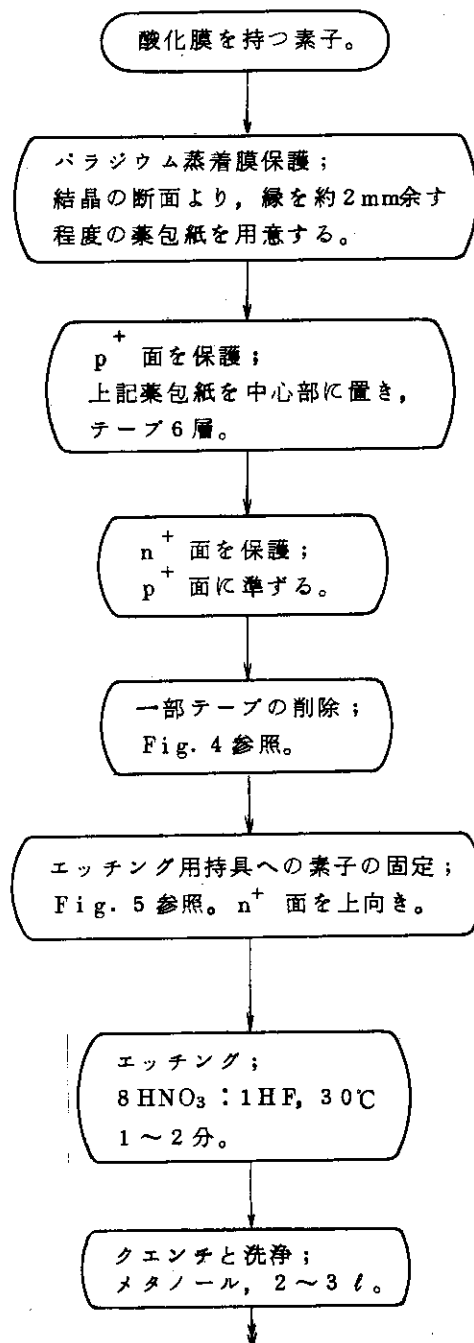
## 1.7 バラジウム蒸着

p<sup>+</sup>面およびn<sup>+</sup>面にバラジウムを蒸着することにより電極をつける。p<sup>+</sup>面は全面に蒸着し、n<sup>+</sup>面については電氣的接触を取る一部の領域で充分である。10<sup>-6</sup> torr台でゲルマニウム表面に蒸着されたバラジウム膜は、余り厚くない限り強い付着力を有する。薄膜の厚さは、テスターで計って1 cm当の表面抵抗が30~50 Ωであることが望ましい。

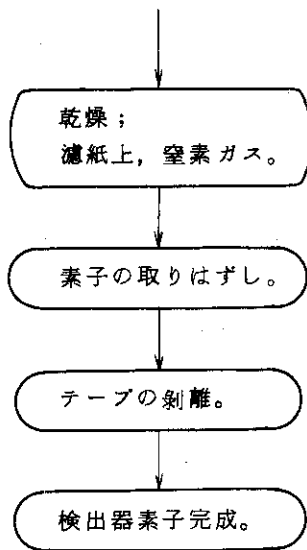


## 1.8 最終表面処理

最後に、素子の側面の酸化膜を除き、清浄にする。エッチング液によって、 $p^+$ 、 $n^+$  面が侵蝕されるのを防ぐために、それらをテープで保護する。パラジウムの蒸着膜がテープに付着して剝離する可能性があるので、Fig. 2 に示すように中心部に薬包紙を挿入する。酸の浸透は次のようにして防ぐ。テープを6枚程度重ね、表の2枚についてはFig. 4 の如く周辺部を残して切り抜く。更に、Fig. 5 の様な持具を用いて素子の周辺を一様に圧迫する。エッチング液中では持具を絶えず動かし、素子の表面で一様な反応が起きるようにする。クエンチした後窒素ガスにて迅速に乾燥させる。持具、容器等は清浄に保つべく十分に注意すること。







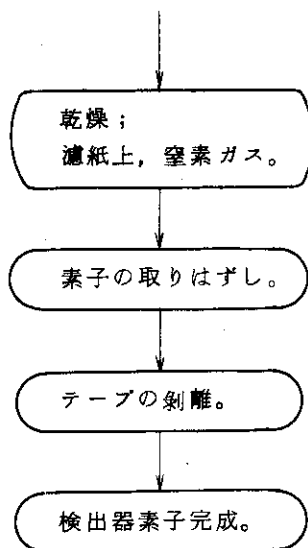
## 2. ダイオード特性

液体窒素温度におけるゲルマニウム素子のV-I特性を測定する際には、次のような注意が必要である。残留ガスがダイオードの接合部に凝結するとその特性を著しく劣化させるので、真空度のみならず真空の質も要求される。例えば残留ガスが水蒸気である場合、Fig. 6に見られる通り、 $-120^{\circ}\text{C}$ における蒸気圧は約 $1 \times 10^{-6}$  torrである。素子が $-120^{\circ}\text{C}$ に冷却されたとき水の分圧が未だ上記の値よりも大きいならば水が素子の表面に凝結する。従ってテスト用真空槽はオイルフリーであることは勿論のこと、結晶が $-120^{\circ}\text{C}$ までに冷却されたとき、真空度は少なくとも $10^{-6}$  torr台に達している必要がある。

素子を液体窒素温度近くまでに冷却したときに残留ガスがその表面に凝結することを防ぐために、Fig. 7に示すような、素子を4 $\pi$ にわたって囲む形の容器を用いる。更に素子と容器との間にテフロンシートを挿入することにより結晶の冷却速度を容器のそれよりも遅らせ、液体窒素温度附近での水の凝結を極力避ける。

Fig. 8はダイオード特性を測るのに用いた真空槽とクライオスタットの写真である。真空槽は $10\text{ cm}\phi \times 10\text{ cm}$ の容積を持つ。その前後のフランジはバイトン“0”リングでシールされており、それ以外のフランジにはコンフラット・フランジが用いられている。この真空槽は分子ポンプで排気され、その実効排気速度は約 $10\text{ l/sec}$ である。大気圧から排気した場合1時間以内で $10^{-7}$  torr台に到達しうる。上記の容器とクライオスタットの組合せに対しては、素子の冷却に要する時間は約5時間であった。冷却は排気開始後1時間経過してから始めた。

ブレナー型検出器の特性をFig. 9に示す。この素子を完全に空乏層化するのに要する電圧は約 $1,300\text{ V}$ である。Fig. 9(a)は、挿入した図(a)のような最も単純な構造の素子に対応するものである。漏洩電流は $p^+$ 層端の状態に鋭敏に依存し、それを再現性よく制御することは非常に困難である。またダイオード特性は最終段階の表面処理に強く影響される。試薬の品質を



## 2. ダイオード特性

液体窒素温度におけるゲルマニウム素子のV-I特性を測定する際には、次のような注意が必要である。残留ガスがダイオードの接合部に凝結するとその特性を著しく劣化させるので、真空度のみならず真空の質も要求される。例えば残留ガスが水蒸気である場合、Fig. 6に見られる通り、 $-120^{\circ}\text{C}$ における蒸気圧は約 $1 \times 10^{-6}$  torrである。素子が $-120^{\circ}\text{C}$ に冷却されたとき水の分圧が未だ上記の値よりも大きいならば水が素子の表面に凝結する。従ってテスト用真空槽はオイルフリーであることは勿論のこと、結晶が $-120^{\circ}\text{C}$ までに冷却されたとき、真空度は少なくとも $10^{-6}$  torr台に達している必要がある。

素子を液体窒素温度近くまでに冷却したときに残留ガスがその表面に凝結することを防ぐために、Fig. 7に示すような、素子を4 $\pi$ にわたって囲む形の容器を用いる。更に素子と容器との間にテフロンシートを挿入することにより結晶の冷却速度を容器のそれよりも遅らせ、液体窒素温度附近での水の凝結を極力避ける。

Fig. 8はダイオード特性を測るのに用いた真空槽とクライオスタットの写真である。真空槽は10 cm $\phi$ ×10 cmの容積を持つ。その前後のフランジはバイトン“O”リングでシールされており、それ以外のフランジにはコンフラット・フランジが用いられている。この真空槽は分子ポンプで排気され、その実効排気速度は約10 l/secである。大気圧から排気した場合1時間以内で $10^{-7}$  torr台に到達しうる。上記の容器とクライオスタットの組合せに対しては、素子の冷却に要する時間は約5時間であった。冷却は排気開始後1時間経過してから始めた。

プレーナー型検出器の特性をFig. 9に示す。この素子を完全に空乏層化するのに要する電圧は約1,300 Vである。Fig. 9(a)は、挿入した図(a)のような最も単純な構造の素子に対応するものである。漏洩電流は $p^+$ 層端の状態に鋭敏に依存し、それを再現性よく制御することは非常に困難である。またダイオード特性は最終段階の表面処理に強く影響される。試薬の品質を

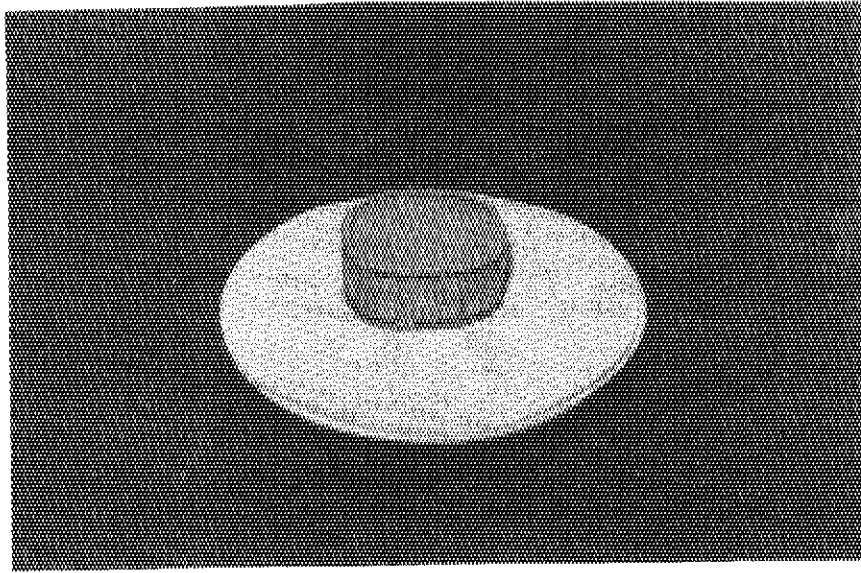


Fig. 4. A diode masked with the tape rimmed.

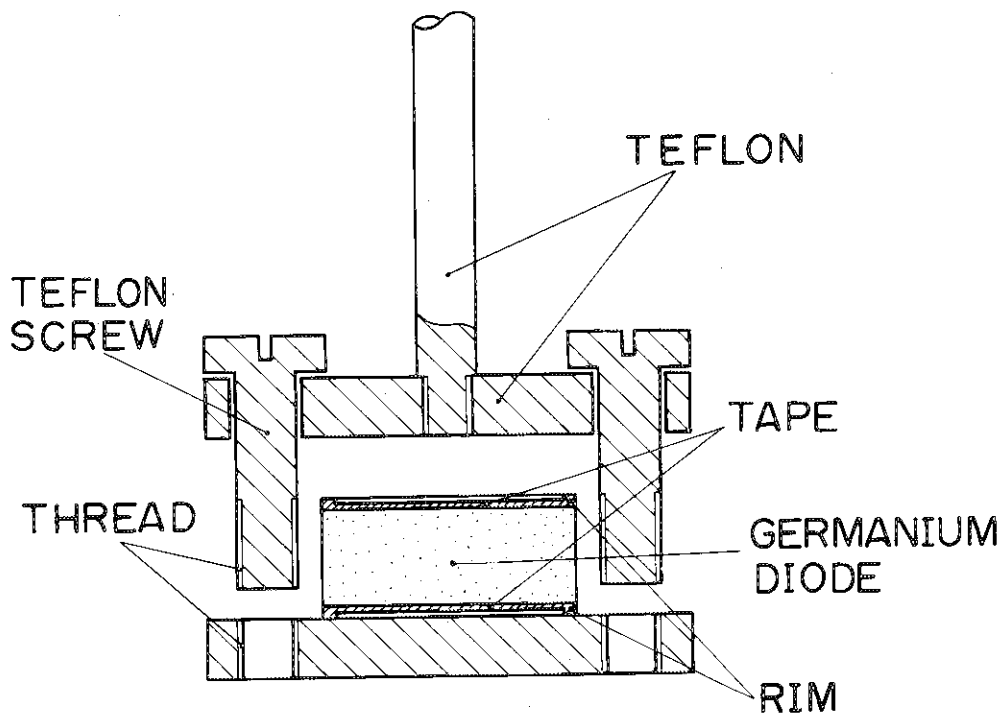


Fig. 5. A jig for etching. The diode is placed with the n<sup>+</sup>-typed layer up.

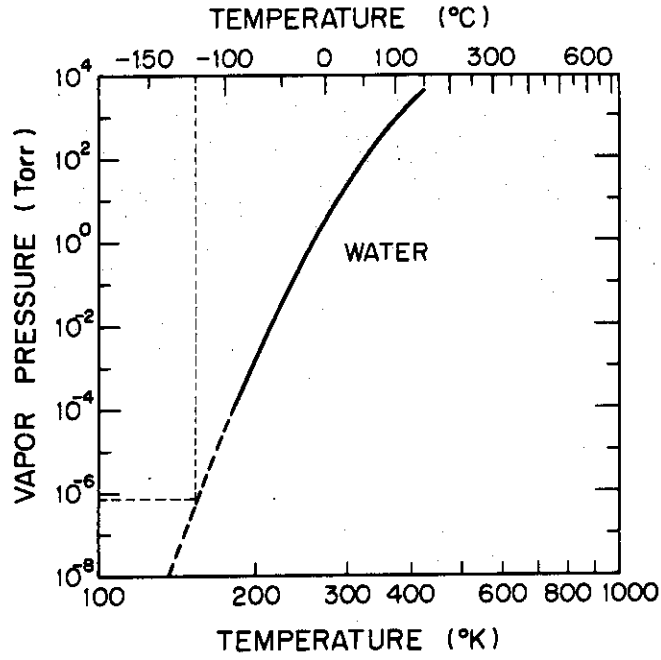


Fig. 6. Water vapor pressure vs. temperature.

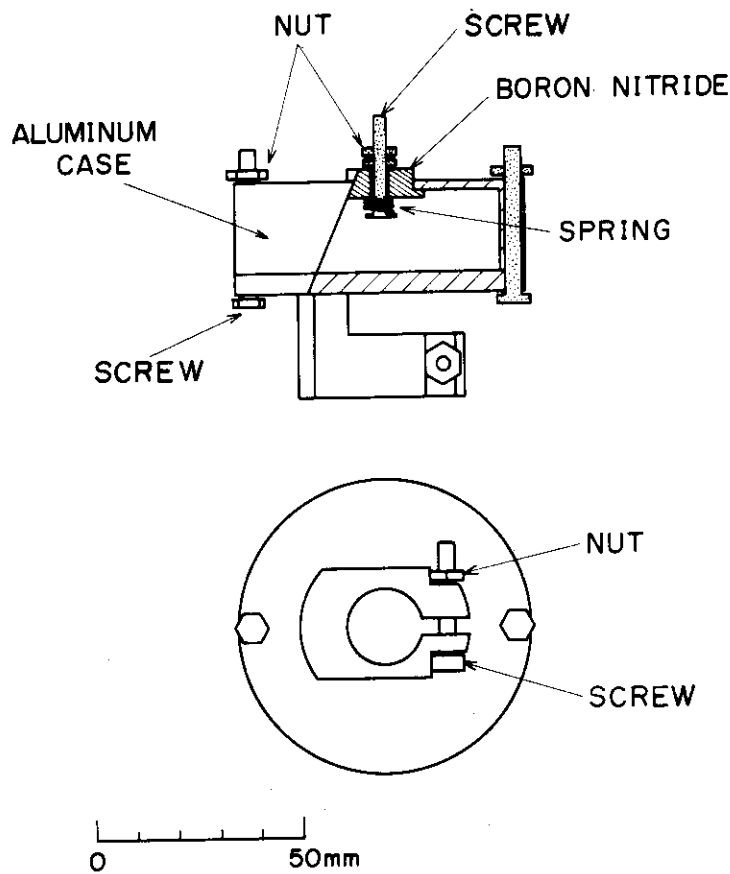


Fig. 7. A detector case for test.

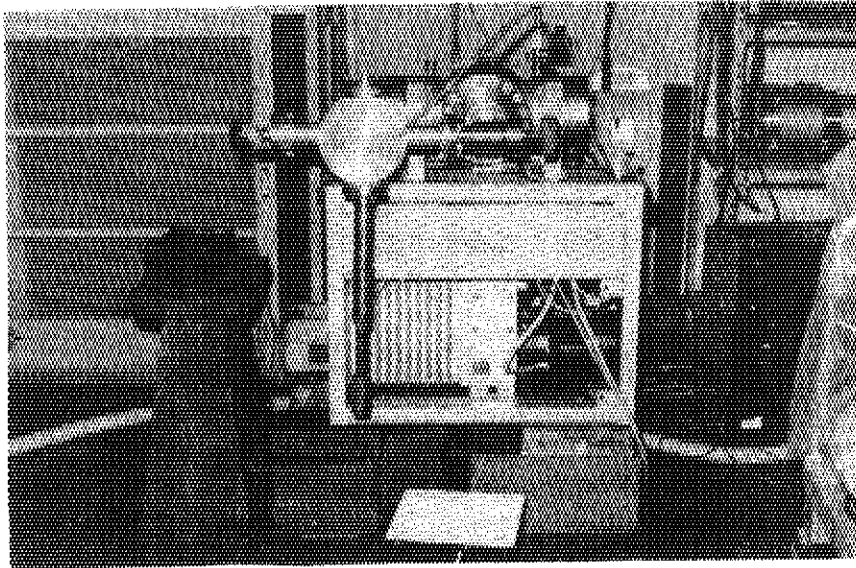


Fig. 8. A test chamber and a vacuum pump.

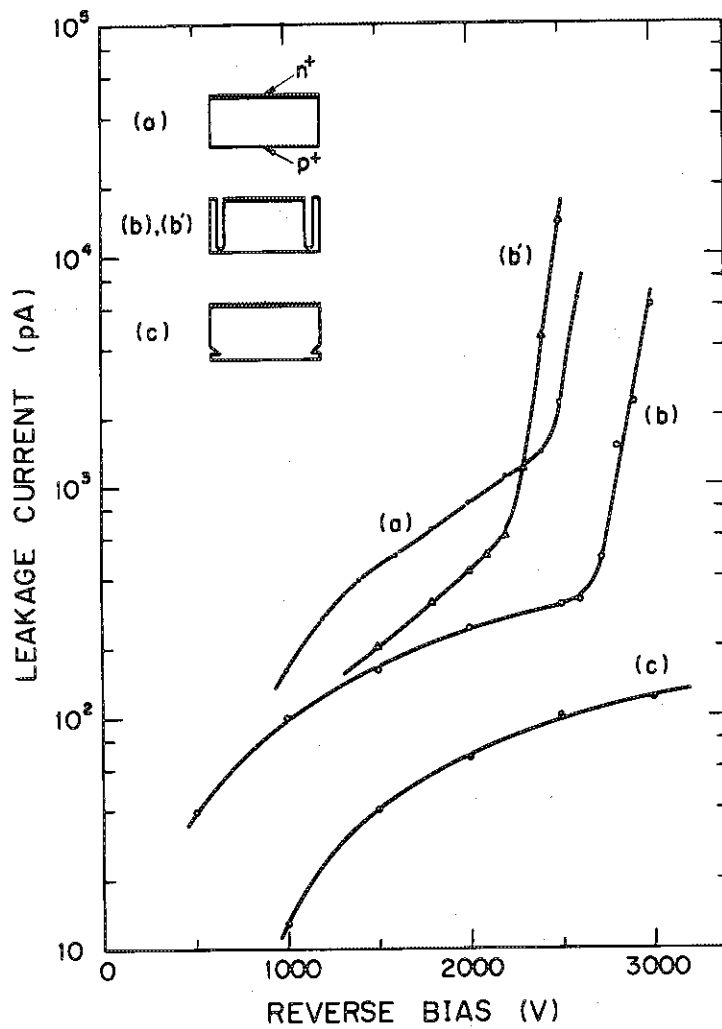


Fig. 9. Diode characteristics.

- (a) a simple planar diode.
- (b) a grooved diode.
- (c) a diode with the buffer ring.

容易に一定の基準に保てること、またそれを用いて処理した素子の特性に再現性がみられることから、ここではメタノールをクエンチと洗滌の際に用いた。全般的に我々の処方箋に従って表面処理した素子は、他の報告<sup>6)</sup>にみられるものと比較して多少大きな漏洩電流値を示す。

Fig. 9(b)は $p^+$ 層端を保護するために同筒形のU字溝をもうけたもので、特性(a)と比べると逆耐圧がかなり改善されている。しかし、素子の接合部に水蒸気が凝結すると、Fig. 9(b)に示すように逆耐圧が低下する。このような現象は十分に高真空に達していない状態で冷却した場合や、結晶が真空の良くなり方よりも速く冷却された場合に現われる。従って真空に関する条件がより悪い現実的な状況のもとで安定に働くためには、逆耐圧をできるだけ高くしておく必要がある。Fig. 9(c)はこの報告で述べたバッファ・リングを有する素子の特性である。この例が示すようにバッファ・リングを施すことによってプレーナ型素子の逆耐圧を著しく改善することができた。

Table 1 に今まで製作した素子の特性を要約しておく。これらはおおよそ同一の寸法を持ち、結晶No 1と2、結晶No 3、4、と5とはそれぞれ同一単結晶から切断したものである。表に記した不純物濃度はロッドの側面での値であり、中心部ではそれよりも低いのが普通である。不純物濃度と検出器の性能との間には、何んら相関関係は存在しないが、素子全体を空乏層化するのに要する電圧の目安を与えるために記載しておく。電氣的ノイズの分解能への寄与は約1 keVであり1172 keV  $\gamma$ 線に対するゲルマニウム固有の分解能は1.2 keV程度である。

これらを考慮すると、ここで使用した素材のあるものには、キャリアのトラップによる強い影響が存在することが判る。このことは、超高純度ゲルマニウム単結晶の成長技術が未だリンウム・ドリフト用単結晶程、良質の結晶を製造できる段階に達していないことを示唆している。その一つの理由として、不純物濃度が低下するにつれて結晶の構造的欠陥が検出器の性能に大きな影響を及ぼし始め、一方ではそれらを制御することがより困難になるためと考えられる。

### 3. ソープション・ポンプ

高純度ゲルマニウム素子を用いて $\gamma$ 線検出器を完成させるためには、長期間安定に働きかつ簡便な真空系とクライオスタットとが必要である。以下に我々が考案したソープション・ポンプ兼クライオスタットの概略を述べる。

実用的な検出器の真空ポンプには、前にも述べた通り清浄かつ高真空が達成できると同時に、ゲルマニウム素子の冷却速度に相応した速さでクライオスタットを排気できる能力が要求される。またクライオスタットは最終的に素子を液体窒素温度付近( $-140^{\circ}\text{C}$ 以下)<sup>7)</sup>に保ち得なくてはならない。系の設計に際しては、素子とその収納容器、そして数リットルの容積を持つ容器を負荷として課した場合にも充分に上記の条件を満たしうるように配慮した。そのため、真空ゲージとその接続管以外には負荷を持たない状態で、素子が $-120^{\circ}\text{C}$ に冷却されたときの真空度が $10^{-6}$  torr程度になり、最終的には $10^{-8}$  torr台に到達することを目標に製作した。排気特性と冷却速度との間の調整は、ソープション・ポンプの底板とコールドフィンガー、素子収納容器と素子間の相互の熱抵抗を調節することによって行った。液体窒素温度付近では水の蒸気圧は

容易に一定の基準に保てること、またそれを用いて処理した素子の特性に再現性がみられることから、ここではメタノールをクエンチと洗滌の際に用いた。全般的に我々の処方箋に従って表面処理した素子は、他の報告<sup>6)</sup>にみられるものと比較して多少大きな漏洩電流値を示す。

Fig. 9(b)は $p^+$ 層端を保護するために同筒形のU字溝をもうけたもので、特性(a)と比べると逆耐圧がかなり改善されている。しかし、素子の接合部に水蒸気が凝結すると、Fig. 9(b)に示すように逆耐圧が低下する。このような現象は十分に高真空に達していない状態で冷却した場合や、結晶が真空の良くなり方よりも速く冷却された場合に現われる。従って真空に関する条件がより悪い現実的な状況のもとで安定に働くためには、逆耐圧をできるだけ高くしておく必要がある。Fig. 9(c)はこの報告で述べたバッファ・リングを有する素子の特性である。この例が示すようにバッファ・リングを施すことによってプレナー型素子の逆耐圧を著しく改善することができた。

Table 1 に今まで製作した素子の特性を要約しておく。これらはおおよそ同一の寸法を持ち、結晶No 1と2、結晶No 3、4、と5とはそれぞれ同一単結晶から切断したものである。表に記した不純物濃度はロッドの側面での値であり、中心部ではそれよりも低いのが普通である。不純物濃度と検出器の性能との間には、何んら相関関係は存在しないが、素子全体を空乏層化するのに要する電圧の目安を与えるために記載しておく。電氣的ノイズの分解能への寄与は約1 keVであり1172 keV  $\gamma$ 線に対するゲルマニウム固有の分解能は1.2 keV程度である。

これらを考慮すると、ここで使用した素材のあるものには、キャリアのトラップによる強い影響が存在することが判る。このことは、超高純度ゲルマニウム単結晶の成長技術が未だリウム・ドリフト用単結晶程、良質の結晶を製造できる段階に達していないことを示唆している。その一つの理由として、不純物濃度が低下するにつれて結晶の構造的欠陥が検出器の性能に大きな影響を及ぼし始め、一方ではそれらを制御することがより困難になるためと考えられる。

### 3. ソープション・ポンプ

高純度ゲルマニウム素子を用いて $\gamma$ 線検出器を完成させるためには、長期間安定に働きかつ簡便な真空系とクライオスタットとが必要である。以下に我々が考案したソープション・ポンプ兼クライオスタットの概略を述べる。

実用的な検出器の真空ポンプには、前にも述べた通り清浄かつ高真空が達成できると同時に、ゲルマニウム素子の冷却速度に相応した速さでクライオスタットを排気できる能力が要求される。またクライオスタットは最終的に素子を液体窒素温度付近( $-140^{\circ}\text{C}$ 以下)<sup>7)</sup>に保ち得なくてはならない。系の設計に際しては、素子とその収納容器、そして数リットルの容積を持つ容器を負荷として課した場合にも十分に上記の条件を満たしうるように配慮した。そのため、真空ゲージとその接続管以外には負荷を持たない状態で、素子が $-120^{\circ}\text{C}$ に冷却されたときの真空度が $10^{-6}$  torr程度になり、最終的には $10^{-8}$  torr台に到達することを目標に製作した。排気特性と冷却速度との間の調整は、ソープション・ポンプの底板とコールドフィンガー、素子収納容器と素子間の相互の熱抵抗を調節することによって行った。液体窒素温度付近では水の蒸気圧は

Table 1  
Performance of high-purity germanium diodes

Crystal No.	Diameter mm	Depth mm	Impurity concentration $10^{10}$ cm <sup>-3</sup>	Bias needed for total depletion V	Leakage current vs. bias pA / V	Resolution for 1172 keV $\gamma$ -rays keV
1	40	15	1.5	2000	300 / 2500	2.4
2	40	15	1.8	2300	300 / 3000	4.5
3	42	16	1.5	2100	75 / 3000	2.4
4	42	16	1.2	1600	300 / 3000	2.4
5	42	16	0.86	1300	120 / 2500	1.8



極端に小さくなりほとんどが凝結するので2章で述べた同等の注意が収納容器と素子の配置に關して必要である。

Fig. 10にクライオスタットを兼ねたソープション・ポンプの一例を示す。これは基本的にはモレキュラーシープを吸着剤としたソープション・ポンプである。76mm $\phi$ ×280mmのSUS307のパイプとSUS製金網とに囲われたモレキュラー・シープ12Aがポンプとしての役目を果す。モレキュラー・シープの量は約600c. c.である。600mm×16mm×0.5mmの2本の銅板が2つ折りにされ計4枚の冷却フィンとしてモレキュラーシープ中に埋め込まれている。これら2本の銅板は底板に熔接されたSUS製ボルトと銅のコールドフィンガーとの間に挟まれて締めつけられている。これは一つにはモレキュラーシープの冷却を速めるためであり、他方ではモレキュラーシープが有効な吸着作用を発揮するまでコールドフィンガーの冷却を遅らせるためでもある。外部からの熱の流入を防ぐためにソープション・ポンプ本体は40mm $\phi$ ×0.3mm tのSUSパイプを介して真空槽に接続される。脱ガスの処理の時に加熱されること、また液体窒素を補給する際に若干冷却されることを考慮して接続フランジには全てコンフラット・フランジを用いた。ソープション・ポンプ容器の内面とコールドフィンガー等はガス放出が最も大きい表面の数10 $\mu$ mの層を研磨して除き、その上脱脂の処理を施した。組立ては先ずソープション・ポンプの底部を熔接することから始める。次にフィン、金属網、コールドフィンガーの順で組み上げ、モレキュラー・シープを充填する。そして最後にポンプ筒の上部を熔接する。熔接にはアルゴン・プラズマを用いた。有機溶媒を吸着したモレキュラー・シープの使用や、充填したモレキュラー・シープに誤ってそれを吸着させることは厳に慎むべきである。ポンプの活性化は、液体窒素トラップ付廻転ポンプで排気しながら約300℃で24時間以上行う。検出器の組立てに際しては乾燥窒素ガスでポンプを開封し、組立て作業は1時間以内に完了させる。脱ガス処理の時にコールド・フィンガーが熱膨張し固定ボルト間との締結が緩む可能性があるため、組立て開始する前に必ず締めなおしておく必要がある。ダイオード収納容器のコールド・フィンガーへの取付にはFig.7に示されているような機構を用いた。組立てが完了すると10<sup>-4</sup>~10<sup>-5</sup> torrに排気した後冷却を開始する。排気時に油分のガスがソープション・ポンプに逆流しないように充分に注意する必要がある。

Fig. 11に上記のソープション・ポンプ兼クライオスタットの真空度およびダイオードの漏洩電流の冷却に伴う時間変化を示す。我々に直接に關係する量は素子の漏洩電流であり、それを観測することから残留ガスの凝結による影響をも知ることができるので漏洩電流を計測し、直接に温度を測ることは行わない。冷却時のポンプの特性は漏洩電流の値を目安にして知ることができる。Fig. 11の漏洩電流の減衰曲線は逆バイアス10Vで測定したものである。キャリア濃度の温度依存性から判断して、漏洩電流値0.1~1 $\mu$ Aが-120℃にはほぼ対応している。従って我々は電流がこの値に減少するまでに要した時間における真空度を以て排気能力を判定した。図のソープションポンプはこの時点で既に1.5×10<sup>-6</sup> torrに達しており、最終的には10<sup>-8</sup> torr台に到達した。なお真空ゲージは大きなガス放出源になりダイオードに好ましくない影響を与えるので、上記の測定は独立に行った。

この形式のソープション・ポンプは、以上の結果からこの章の初めに述べた要請を満しているものと判断する。実際にこの真空系を用いて組立てた検出器は、テスト用真空槽におけるダ

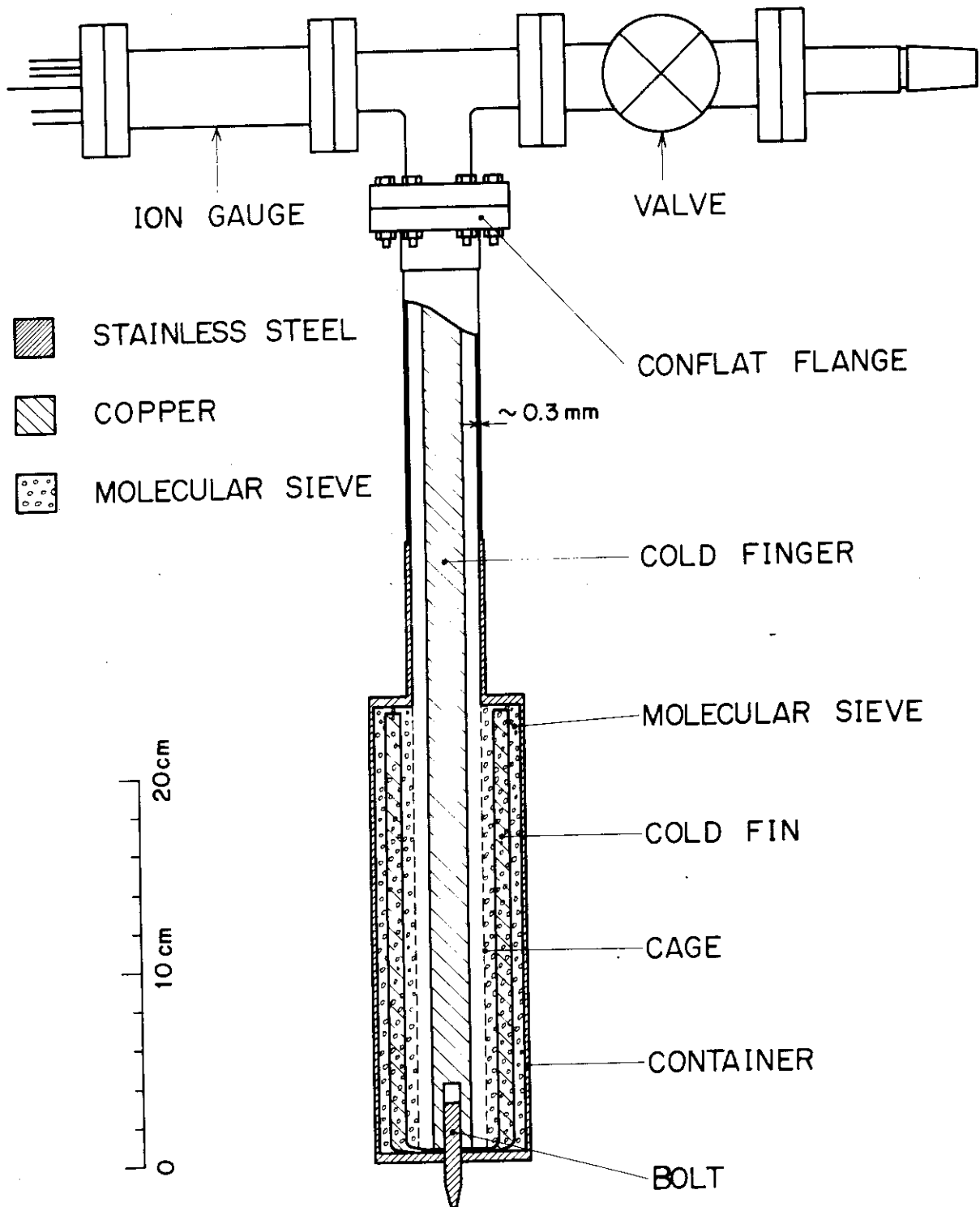


Fig. 10. A sorption pump.

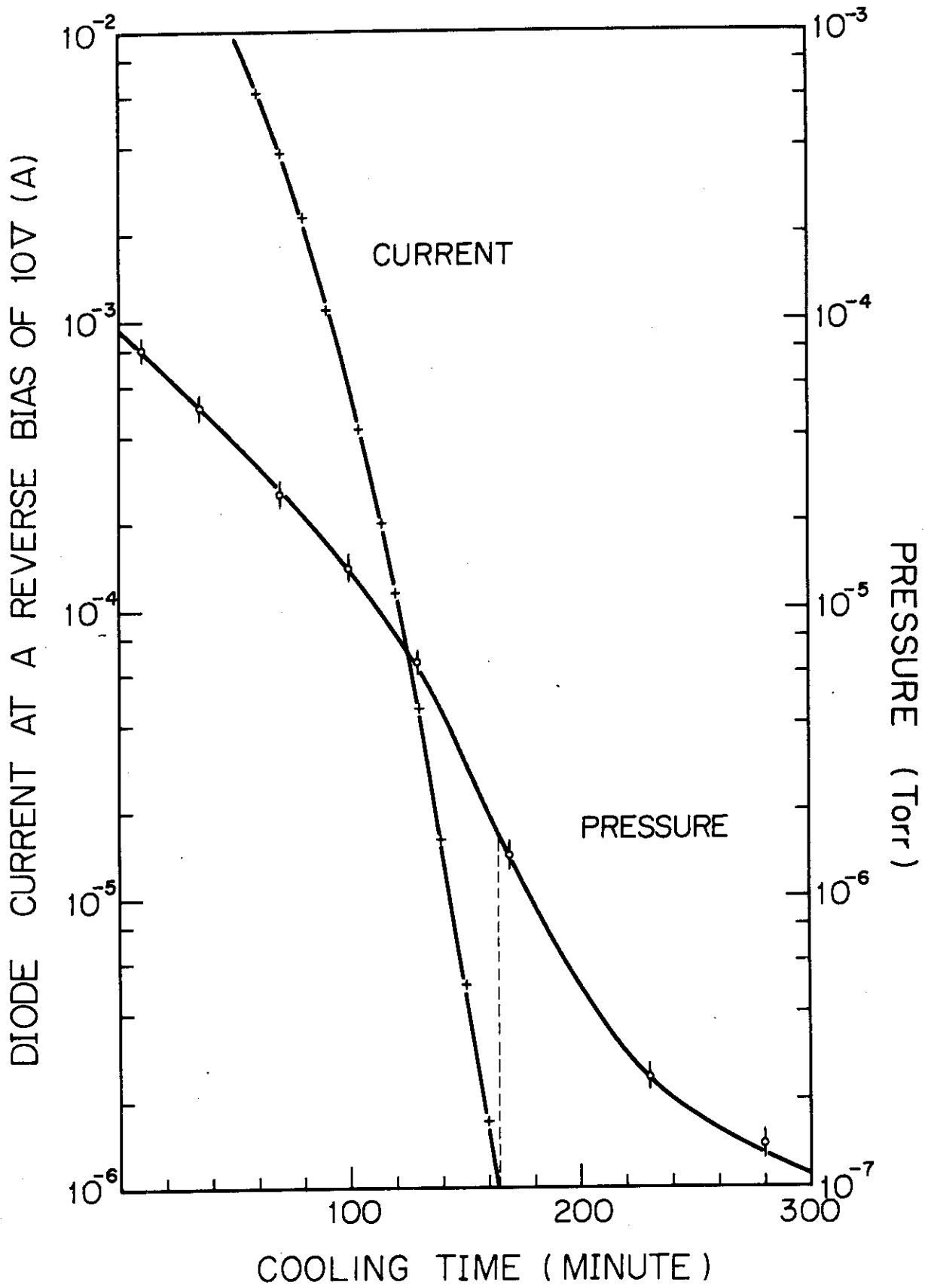


Fig. 11. Performances of the sorption pump.

イオード特性を再現することができた。既にこの種の系は $\gamma$ 線検出器や $\gamma$ 線直線偏光計に使用され、その安定した性能と簡便さが実証されている。

以上に高純度ゲルマニウム検出器素子の製作方法と、 $\gamma$ 線分析器を組立てる上で必要な真空系とについて述べた。最後に次の点を強調して結びとしたい。高純度ゲルマニウム素子にバッファリングを施すことによりその特性の安定化が達成された。これにより複数の素子を集積した測定器、例えば原子核実験で用いる多重結晶型 $\gamma$ 線直線偏光計や放射線医学や環境科学等で要望されている大口径光子分析器が研究室レベルで製作可能になった。また現在多様化している実験上の要求をシリコン検出器と同程度の手軽さで満すことができ、特に軽い荷電粒子分光に偉力を発揮するものと期待している。

#### References

1. E.D. Klema, Nucl. Instr. and Meth. 26(1964)205.
2. W.L. Hansen and F.S. Goulding, Nucl. Instr. and Meth. 29(1964)345.
3. F.S. Goulding and W.L. Hansen, Nucl. Instr. and Meth. 12(1961)249.
4. M. Ishii, Si(Li) Detectors and their Applications in Nuclear Spectroscopy (in Japanese), Japan Atomic Energy Research Institute, JAERI-M-REPORT 5000,1972.
5. Minnesota Mining and Manufacturing Company, Scotch Brand Electroplating Tape 470.
6. J. Ewins and J. Llacer, IEEE Trans. Nucl. Sci. NS-21, 370(1974).
7. R.H. Pehl, E.E. Haller and R.C. Cordi, IEEE Trans. Nucl. Sci. NS-20,494(1973).