#### Grilj, Veljko

#### Doctoral thesis / Disertacija

2015

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Science / Sveučilište u Zagrebu, Prirodoslovno-matematički fakultet** 

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:217:651009

Rights / Prava: In copyright/Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: 2025-01-08



Repository / Repozitorij:

Repository of the Faculty of Science - University of Zagreb







## SVEUČILIŠTE U ZAGREBU PRIRODOSLOVNO-MATEMATIČKI FAKULTET

Veljko Grilj

# ISPITIVANJE I RAZVOJ TANKIH DIJAMANTNIH DETEKTORA

DOKTORSKI RAD

Zagreb, 2015.



### UNIVERSITY OF ZAGREB FACULTY OF SCIENCE

Veljko Grilj

# INVESTIGATION AND DEVELOPMENT OF THIN DIAMOND DETECTORS

DOCTORAL THESIS

Zagreb, 2015



## SVEUČILIŠTE U ZAGREBU PRIRODOSLOVNO-MATEMATIČKI FAKULTET

VELJKO GRILJ

# ISPITIVANJE I RAZVOJ TANKIH DIJAMANTNIH DETEKTORA

DOKTORSKI RAD

Mentor: Dr. sc. Milko Jakšić

Zagreb, 2015.

#### ZAHVALA

Neizmjeran doprinos ovom radu dali su kolege Natko Skukan i Andrija Gajski te moj mentor, dr. sc. Milko Jakšić. Iskreno im se zahvaljujem na uloženom trudu i pomoći.

Također se zahvaljujem bivšim i sadašnjim djelatnicima Laboratorija za interakcije ionskih snopova Instituta Ruđer Bošković: Ivančici Bogdanović Radović, Ivi Božičević, Stjepku Faziniću, Marku Karlušiću, Romanu Kosanoviću, Nikoli Markoviću, Željku Periši, Zdravku Siketiću, Ivanu Sudiću, Damiru Španji, Tončiju Tadiću i Ivani Zamboni na potpori, razumijevanju i ugodnom druženju proteklih godina.

## SADRŽAJ:

SAŽETAK	IIV
ABSTRACT	IX
1. UVOD	1
2. DIJAMANT	3
2.1. Kristalna struktura i energijske vrpce	3
2.2. Električna svojstva	б
2.2.1. Otpornost	6
2.2.2. Mobilnost nosioca naboja	7
2.2.3. Dielektrična konstanta	9
2.3. Ostala svojstva i primjene	9
2.4. Proizvodnja CVD dijamanta	10
3. DIJAMANTNI DETEKTORI – OSNOVE RADA	14
3.1. Tvorba e-h parova	14
3.2. Energetska razlučivost	
3.2. Nastajanje signala u detektoru	19
3.2.1. Inducirana struja	19
3.2.2. Inducirani naboj	21
3.2.3. Vrijeme života nosioca naboja	
3.2.4. Efikasnost skupljanja naboja	25
3.2.5. Duljina skupljanja naboja	
3.3. Uhvat slobodnih nosioca naboja	27
3.4. Polarizacija i pumpanje detektora	
3.5. Električni kontaki	
4. RAZVOJ TRANSMISIJSKOG DETEKTORA	
4.1. Nuklearna mikroproba	
4.2. Ozračivanje uzoraka vanjskim mikro-snopom	
4.3. Izrada dijamantne membrane	
4.3. Strukturni defekti	
4.5. Hrapavost površine	
4.6. Slaganje detektora	40
4.7. Ostali uzorci	
5. SVOJSTVA TRANSMISIJSKOG DETEKTORA	

5.1. Struja curenja	
5.2. Debljina detektora	
5.3. Utjecaj na prostornu razlučivost snopa	
5.4. Analiza IBIC metodom	50
5.4.1. IBIC mape tankih detektora	
5.4.2. ΔE-E mjerenja	
5.4.3. IBIC analiza snopovima ugljika	59
5.5. Transmisijski detektor kao vakuumski prozor	60
5.5.1. Detektor u spoju s nabojnim pretpojačalom	61
5.5.2. Detektor u spoju sa strujnim pretpojačalom	
6. OTPORNOST NA ZRAČENJE	
6.1. Stvaranje defekata zračenjem	
6.1.1. Neionizacijski gubitak energije	
6.1.2. Oštećenja kristalne rešetke dijamanta	
6.1.3. Usporedba dijamanta i silicija	69
6.2. Ozračivanje detektora na mikroprobi	
6.3. IBIC analiza ozračenih detektora	
6.4.1. Modeliranje IBIC signala	
6.4.2. Transmisijski detektor	
6.4.3. Usporedba 50-mikrometarskih detektora	
6.4.4. Modeliranje efikasnosti skupljanja naboja u dijamantnim detektorima	
6.5. Plitke probe i polarizacija	80
7. ZAKLJUČAK	
8. POPIS LITERATURE	
9. ŽIVOTOPIS	

Sveučilište u Zagrebu Prirodoslovno-matematički fakultet Fizički odsjek

## ISPITIVANJE I RAZVOJ TANKIH DIJAMANTNIH DETEKTORA

Veljko Grilj

Institut Ruđer Bošković

#### Sažetak

Iznimna električna, optička, toplinska i mehanička svojstva čine dijamant materijalom koji bi u skoroj budućnosti mogao zamijeniti siliciji u standardnoj upotrebi za izradu raznih elektroničkih sklopova, ali i detektora zračenja. Ključnu ulogu pritom ima napredak u proizvodnji umjetnih dijamantnih kristala postupkom kemijske depozicije ugljika iz parne faze (CVD). U ovom je radu razvijen transmisijski dijamantni detektor koji istovremeno služi i kao vakuumski prozor za izlaz ubzanih iona iz vakuumskog sustava ionskog ubrzivača u atmosferu. Uređaj se temelji na ultra-tankoj dijamantnoj membrani proizvedenoj jetkanjem debljeg CVD dijamantnog uzorka Ar-O<sub>2</sub> plazmom. Zahvaljujući visokoj tvrdoći dijamanta, 6 mikrometara debela membrana u stanju je podnijeti znatno naprezanje uslijed razlike u tlakovima od 1 bar. Metalizacijom nasuprotnih strana dijamantne membrane i uspostavom električnog polja unutar detektora dolazi do stvaranja mjerljivog električnog signala pri upadu nabijenih čestica. Ostvarena, gotovo 100%-tna efikasnost detekcije čak i za ubrzane protone, vrlo je bitna kad se uzorci postavljeni izvan vakuumske komore žele ozračiti točnim brojem čestica, kao što je slučaj kod npr. ozračivanja živih stanica pojedinačnim ionima. Također, testovi otpornosti na zračenje pokazali su očekivano bolje ponašanje 6 mikormetarskog dijamantnog detektora u odnosu na 50 mikrometarski dijamantni i silicijski detektor, zbog čega je njegova primjena moguća i u uvjetima velikih struja čestica. Ipak, uočeni efekt polarizacije dijamantnih detektora predstavlja za sada nepremostivi problem pri detekciji teških iona kratkog dosega. Tada dolazi do djelomičnog poništenja narinutog električnog polja pa signal iz detektora opada.

Ključne riječi:	dijamant, transmisijski detektor, ionska mikroproba, otpornost na zračenje, polarizacija
Mjesto pohrane:	Centralna knjižnica Fizike, Bijenička cesta 32
Mentor:	Dr. sc. Milko Jakšić
Ocjenitelji:	Doc. dr. sc. Nikola Poljak
	Dr. sc. Predrag Lazić
	Dr. sc. Milko Jakšić

Ph. D. Thesis

## INVESTIGATION AND DEVELOPMENT OF THIN DIAMOND DETECTORS

Veljko Grilj

Ruder Boskovic Institute

#### Abstract

Because of the outstanding electrical, optical, thermal and mechanical properties, diamond is considered as a potential substitute that could replace silicon in production of standard electronic devices. A large success in growth of high quality synthetic diamonds by the chemical vapour deposition method has initiated research directed towards the application of this material for construction of charged particle detectors. In the present work, the development and analysis of a novel transmission diamond detector, based on the ultra-thin diamond membrane, are described. The 6 µm thick membrane was prepared by Ar-O<sub>2</sub> plasma etching and serves simultaneously as a vacuum window which enables the extraction of the ion beam from the vacuum system of the accelerator into the atmosphere. Metallization of the opposite surfaces on the membrane allows for the electric field to be applied to the bulk of diamond plate. An impinging ion produces now a measurable electrical signal that can be recorded by standard electronic chain. A hit detection efficiency of close to 100%, even for energetic protons, makes the device ideal for applications that require accurate and controlled dose delivery to a sample that is placed outside of the vacuum chamber. Moreover, the results of the radiation-hardness test indicate a wider possible range of device applications, including those that involve high currents of charged particles or long exposure to radiation. However, the detection of short range ions is disturbed by the polarization effect which occurs due to deep level traps that are present in even the best quality diamond crystals.

Keywords:	diamond, transmission detector, ion microprobe, radiation		
	hardness, polarization		
Thesis deposited:	Central library for Physics, Bijenička cesta 32		
Supervisor:	Dr. sc. Milko Jakšić		
Reviewers:	Doc. dr. Nikola Poljak		
	Dr. sc. Predrag Lazić		
	Dr. sc. Milko Jakšić		

## 1. UVOD

Za određivanje energije i/ili putanje čestica, što je temelj većine modernih eksperimenata u nuklearnoj fizici i fizici elementarnih čestica, često se koriste poluvodički detektori zračenja. Zahvaljujući dobroj energijskoj razlučivosti i brzom odzivu, oni su postali nezamijenjiv dio složenih detektorskih postava, kakvi se koriste na najvećim eksperimentalnim postrojenjima poput Velikog hadronskog sudarivača na CERN-u. Također, mogućnosti detekcije silicijskih i germanijskih detektora, uvelike su zaslužne za veliki uspjeh i raširenost analitičkih metoda pomoću ionskih snopova, kojima se, iz međudjelovanja ubrzanih iona i atoma u uzorku, može s velikom osjetljivošću odrediti prisutnost pojedinih elemenata te njihova površinska ili dubinska raspodjela. No, kao i uvijek, pomicanje granica ljudske spoznaje i želja za novim otkrićima u znanosti praćeni su potrebom za naprednijim uređajima. U svijetu detektora to, između ostaloga, znači i potragu za materijalima koji su u stanju zadovoljiti zahtjeve izdržljivosti u uvjetima ekstremnih temperatura, jakih naprezanja i visokih tokova čestica, uslijed kojih bi standardni silicijski detektori mogli imati nepremostivih problema s radom. Na primjer, predviđeni integrirani tok čestica u unutarnjim slojevima CMS (eng. Compact Muon Solenoid) detektora na CERN-u premašiti će 10<sup>15</sup> čestica po cm<sup>2</sup> u sljedećih nekoliko godina [1], dok silicijski detektori postaju neupotrebljivi već nakon ozračivanja za red veličine manjim tokom čestica [2].

Posljednjih se godina dijamant nameće kao potencijalna zamjena konvencionalnim detektorskim materijalima. Pored najčvršće prirodne strukture, dijamant posjeduje cijeli niz iznimnih svojstva, uključujući i odlične elektroničke karakteristike, koje ga čine pogodnim za izradu detektora. Zbog zanemarive intrinsične koncentracije slobodnih nosioca naboja, kristal dijamanta savršena je ionizacijska komora u čvrstom stanju. Kao posljedica jake kovalentne veze, očekuje se njegova veća otpornost na zračenje u usporedbi sa silicijem pa bi dijamantni detektori mogli biti rješenje u eksperimentima visokog luminoziteta čestica. Produljeni rad detektora izloženog velikim dozama zračenja pokušava se ostvariti i inovativnim izvedbama poput *3-D detektora* [3]. Kod njih se signal inducira na vodljivim grafitiziranim kanalima koji se protežu kroz unutrašnjost dijamanta i osiguravaju kraće udaljenosti skupljanja nosioca naboja nego u slučaju s površinskim elektrodama. Ipak, za izradu kvalitetnih i praktično uporabljivih dijamantnih detektora, ključan je proces izrastanja umjetnih dijamantnih kristala. Veliki napredak u tom pogledu označio je razvoj postupka depozicije iz parne faze (CVD),

kojim se uspijevaju proizvesti monokristali s udjelima nečistoća manjim od nekoliko ppb. Danas se dijamantni detektori koriste uglavnom kao monitori snopa na velikim ubrzivačima čestica. Nedovoljna čistoća uzoraka i problemi poput polarizacije detektora, još uvijek su prepreka uporabi dijamanta u spektroskopiji.

Cilj ovog rada je osmišljavanje i izrada detektorskog postava s tankom dijamantnom membranom, koja istovremeno predstavlja i izlazni vakuumski prozor za prolaz ionskog snopa prema atmosferi. Takvim su uređajem objedinjena detektorska svojstva dijamanta s njegovom robusnošću i mehaničkom čvrstoćom, potrebnom za nesmetani rad detektora uslijed naprezanja pri velikoj razlici tlakova. Primarna je namjena membranskog detektora mjerenje broja čestica u eksperimentima koji uključuju ozračivanje uzoraka postavljenih izvan vakuumske komore. Također, osobita će se pažnja posvetiti procesima koji utječu na degradaciju signala dijamantnog detektora, u što spadaju pomak ugljikovih atoma u dijamantnoj rešetki zbog sudara s upadnim ionima i polarizacija detektora.

U drugom je poglavlju opisana struktura i vezanje atoma u dijamantnoj rešetki. Pojašnjena su mehanička, termalna, optička i elektronička svojstva koja iz toga proizlaze te osnove CVD metode. Treće poglavlje obuhvaća temeljne principe indukcije naboja na elektrodama dijamantnog detektora pri upadu nabijene čestice. Opisan je utjecaj električki aktivnih zamki unutar zabranjenog pojasa na uhvat slobodnih nosioca naboja stvorenih ionizacijom i posljedice nepotpune kolekcije naboja na signal iz detektora. Četvrto i peto poglavlje prikazuju postupak izrade dijamantne membrane i konačnog detektorskog postava te rezultate ispitivanja njegovog rada. U šestom su poglavlju izneseni rezultati mjerenja otpornosti detektora na zračenje. Degradacija signala zbog ozračivanja detektora, modelirana je prema modelu razvijenom na silicijskim diodama. Objašnjen je i efekt polarizacije koji se javlja pri upadu iona kratkog dosega. Na kraju je u zaključku dan pregled najbitnijih postignuća ostvarenih ovim radom.

## **2. DIJAMANT**

Dijamanti su čovječanstvu poznati kao drago kamenje posljednjih nekoliko tisuća godina. Otkriveni su u riječnim nanosima u Indiji oko 800 godina pr. Kr., a tek od 17. stoljeća i u dijelovima Južne Amerike, Afrike (18. stoljeće) te Rusije, Australije i Kanade (19. i 20. stoljeće). Sam korijen riječi dijamant dolazi iz starogrčkog pojma "*adámas*", čije značenje *"neuništiv*" upućuje na njegovu izrazitu tvrdoću. Pored tvrdoće, cijeli je niz jedinstvenih svojstava dijamanta koja već nekoliko desetljeća omogućuju njegovu široku primjenu u raznim granama industrije i znanosti. No, tek je nedavni napredak u proizvodnji umjetnih dijamanta visoke čistoće CVD procesom otvorio vrata njihovoj uporabi za detekciju nabijenih čestica.

U ovom će poglavlju biti opisana opća svojstva dijamanta s naglaskom na električke karakteristike važne za principe detekcije čestica.

#### 2.1. Kristalna struktura i energijske vrpce

Dijamant se sastoji od atoma ugljika, najlakšeg elementa četvrte grupe periodnog sustava elementa. U polupopunjenoj valentnoj ljusci ugljika nalaze se po dva *s* i *p* elektrona. Kovalentno vezanje susjednih atoma ugljika ostvaruje se  $sp^3$  hibridizacijom valentnih orbitala pri čemu svaki atom biva okružen s još četiri atoma, tvoreći tetraedarsku strukturu. Takva se struktura naziva *dijamantnom strukturom* te je ekvivalentna dvjema isprepletenim, plošno centriranim kubičnim ćelijama, međusobno pomaknutim duž prostorne dijagonale za jednu četvrtinu njene duljine (slika 2.1). Jake sp<sup>3</sup>  $\sigma$ -veze u kombinaciji s relativno malim ugljikovim atomima rezultiraju konstantom kristalne rešetke dijamanta od svega *a* = 3,56 Å (kod silicija 5,43 Å) te najmanjom udaljenošću između dva ugljikova atoma od  $a_0 = 1,54$  Å. Gusto pakiranje atoma ogleda se u najvećoj poznatoj atomskoj koncentraciji od 1,76 × 10<sup>23</sup> cm<sup>-3</sup>, odnosno masenoj gustoći od 3,52 g/cm<sup>3</sup>.

Približavanjem dva ugljikova atoma dolazi do promjene energijskih stanja elektrona odnosno hibridizacije atomskih orbitala. Pritom se najprije događa pobuđenje jednog elektrona iz *s* u *p* orbitalu. Zatim po jedna *s* i tri *p* orbitale formiraju četiri hibridne  $sp^3$  orbitale, prostorno orijentirane prema vrhovima tetraedra (slika 2.2). Iako je za ovaj dio procesa potrebno uložiti energiju, hibridizirane orbitale pružaju veću mogućnost preklapanja



Slika 2.1: Kristalna rešetka dijamanta. Naznačena je udaljenost među susjednim atomima ugljika, koja iznosi 1,54 Å. Preuzeto iz [4].



**Slika 2.2**: Nastajanje hibridiziranih  $sp^3$  orbitala iz jedne *s* i tri  $p(p_x, p_y, i p_z)$  atomske orbitale. Preuzeto iz [5].

čime se postiže značajno oslobađanje energije pa je cijeli proces energetski povoljan. Daljnjim približavanjem atoma jedinstveni se  $sp^3$  nivo širi u vrpcu energetskih stanja čija donja polovica pripada veznim, a gornja polovica anti-veznim stanjima. Razmak među stanjima unutar vrpce je toliko mali da se mogu smatrati gotovo neprekidnim. Vezna se stanja spuštaju u energiji zbog privlačne interakcije među spinski sparenim elektronima, dok se antivezna stanja podižu u energiji zbog odbijanja među elektronima čiji su spinovi paralelni. Privlačna interakcija izmjene u stalnom je nadmetanju s odbojnom interakcijom zbog preklapanja valnih funkcija vezanih elektrona (Paulijev princip), a minimum u energiji nastupa kad su dva ugljikova atoma udaljena točno za iznos  $a_0$ . Na tako maloj udaljenost dolazi do jasnog cijepanja  $sp^3$  vrpce na veznu, odnosno valentnu i anti-veznu, odnosno vodljivu. Budući da elektroni ne mogu poprimiti vrijednosti energija izvan ovih vrpci, između njih se formira zabranjeni energetski pojas. Kao posljedica značajnog preklapanja orbitala susjednih ugljikovih atoma, širina zabranjenog pojasa,  $E_g$ , u dijamantu iznosi 5,5 eV na temperaturi od 300 K [6]. Za usporedbu, kod silicija ta vrijednost iznosi 1,1 eV [7]. Ovdje valja napomenuti da, poput silicija, i dijamant spada u indirektne poluvodiče. Maksimum energije valentne vrpce ne poklapa se s minimumom energije vodljive vrpce pa je za očuvanje momenta impulsa pri prijelazu elektrona iz jedne vrpce u drugu, potrebno sudjelovanje fonona. Za direktni prijelaz potrebna je energija od 7,3 eV.

Formalno se dozvoljena stanja elektrona u kristalu dijamanta mogu računati iz vremenski nezavisne Schrödingerove jednadžbe:

$$\left[-\frac{\hbar^2}{2m}\nabla^2 + V(\boldsymbol{r})\right]\Phi_n(\boldsymbol{r},\boldsymbol{k}) = E_n(\boldsymbol{k})\Phi_n(\boldsymbol{r},\boldsymbol{k})$$
(2.1)

koristeći neku aproksimaciju za pojednostavljenje računa, npr. jednoelektronsku aproksimaciju, kojom se pretpostavlja gibanje jednog elektrona u prosječnom potencijalu svih ostalih elektrona i atomskih jezgri unutar kristala. Prosječni potencijal zbog simetrije je kristala zasigurno periodičan u prostoru pa su rješenja gornje jednadžbe Blochove valne funkcije:

$$\Phi_n(\mathbf{r}, \mathbf{k}) = \exp(i\mathbf{k}\mathbf{r})u_n(\mathbf{r}, \mathbf{k}), \qquad (2.2)$$

pri čemu je  $u_n(\mathbf{r}, \mathbf{k})$  funkcija periodična po  $\mathbf{r}$ . Zabranjeni pojas sad se javlja kao rezultat nepostojanja svojstvenih valnih funcija čije bi se svojstvene vrijednosti  $E(\mathbf{k})$  nalazile unutar

nekog raspona. Detaljni kvantno-mehanički izračuni energetskih vrpci dijamanta mogu se naći u drugim izvorima [8]. Primjera radi, na slici 2.3 dan je rezultat takvih izračuna u E-k prostoru, metodom lineariziranih proširenih ravnih valova.



Slika 2.3: Struktura vrpci u dijamantu. "•" predstavlja minimum vodljive vrpce. Naznačeni su direktni i indirektni prijelazi između vrpci. Preuzeto iz [9].

#### 2.2. Električna svojstva

#### 2.2.1. Otpornost

Zbog širokog zabranjenog pojasa, dijamant je na sobnoj temperaturi odličan električni izolator s otpornošću većom od  $10^{15}$   $\Omega$ cm. Ta se vrijednost može znatno smanjiti dopiranjem. Uspješno dopiranje dijamanta p-tipom nečistoća ostvaruje se uvođenjem bora na supstitucijska mjesta u kristalnoj rešetki. Atomi bora u dijamantu djeluju kao akceptori s aktivacijskom energijom od 0,37 eV [10]. Za velike koncentracije dopiranja od preko  $10^{21}$  atoma bora po kubičnom centimetru otpornost na sobnoj temperaturi pada na  $10^{-3}$   $\Omega$ cm . Dopiranje n-tipom nečistoća teorijski se može ostvariti supstitucijom atoma ugljika elementima koji u valentnoj vrpci imaju po pet elektrona, npr. dušikom ili fosforom. No, eksperimenti upućuju na visoke energije aktivacije od oko 1,7 eV [11] za slučaj dušika i značajno smanjenje mobilnosti nosioca kod dopiranja fosforom [12], uz još uvijek veliku aktivacijsku energiju od 0,8 eV. Zbog toga, uspješno dopiranje n-tipom, koje bi bilo od koristi u elektroničkim aplikacijama, nije ostvareno. Visoka električna otpornost čini dijamant

svojoj osnovi i jesu. Koncentracija slobodnih nosioca naboja u intrinsičnom dijamantu dana je izrazom:

$$n_i = \sqrt{N_C \cdot N_V} \cdot e^{-E_g/(2 \cdot k \cdot T)}, \qquad (2.3)$$

pri čemu su  $N_c$  i  $N_v$  efektivne gustoće stanja u vodljivoj i valentnoj vrpci i iznose oko  $10^{20}$  cm<sup>-3</sup>, odnosno  $10^{19}$  cm<sup>-3</sup>. Na temperaturama manjim od 1000 °C broj slobodnih nosioca naboja u intrinsičnom dijamantu je zanemariv te se on na sobnoj temperaturi može smatrati potpuno osiromašenim. Kod poluvodičkih materijala s užim zabranjenim pojasom (npr. silicij), nužno je dopiranjem i uspostavom p-n spoja osigurati područje osiromašenja. Dijamantni kristali koji se danas koriste za izradu detektora odlikuju se iznimnom čistoćom te ih možemo smatrati gotovo intrinsičnima (mala koncentracija uvijek prisutnih nečistoća uglavnom rezultira vrijednostima  $n_i$  manjim od  $10^3$  cm<sup>-3</sup>) te ih odlikuju vrlo male struje curenja reda nA ili čak pA.

#### 2.2.2. Mobilnost nosioca naboja

Slobodni nosioci naboja, elektroni u vodljivoj i šupljine u valentnoj ljusci, gibaju se na konačnoj temperaturi potpuno nasumično. Uspostavom električnog polja elektroni i šupljine dobivaju usmjerenu komponentu brzine, tzv. *pomačnu brzinu* (eng. drift). Za mala električna polja ta se brzina može odrediti prema Drudeovom modelu:

$$\boldsymbol{\nu}_{e,h} = \mu_0(e,h)\boldsymbol{E},\tag{2.4}$$

pri čemu  $\mu_0(e, h)$  predstavlja mobilnost elektrona (e) odnosno šupljina (h) na malim električnim poljima i dana je izrazom:

$$\mu_0(e,h) = \frac{e\tau_{e,h}}{m_{e,h}^*}$$
(2.5)

Veličina  $\tau_{e,h}$  opisuje relaksacijsko vrijeme između dva uzastopna raspršenja elektrona (šupljina) i reda je 1 ps. Raspršenja se događaju na fononima i defektima u kristalnoj rešetki, ali ne i na samim atomima rešetke.  $m_{e,h}^*$  označava efektivnu masu elektrona (šupljina) koja se, zbog periodičkog potencijala unutar rešetke, razlikuje od mase slobodnog elektrona (šupljine). Najčešće vrijednosti  $\mu_0$  u monokristalnim CVD dijamantima iznose oko 1700 cm<sup>2</sup>/(V·s) za

elektrone i oko 2300 cm<sup>2</sup>/(V·s) za šupljine [13, 14], iako se u literaturi mogu pronaći prilično različiti podaci, ovisno o pojedinačnom uzorku i vrsti dijamanta. Tako, u nedavno objavljenom radu [15], Isberg i ost. navode skoro dvostruke izmjerene vrijednosti  $\mu_0(e) =$  $4500 \text{ cm}^2/(V\cdot\text{s})$  i  $\mu_0(h) = 3800 \text{ cm}^2/(V\cdot\text{s})$ . Za veća električna polja u dijamantu, pomačna brzina prestaje slijediti linearnu ovisnost o polju te se približava vrijednosti zasićenja. Do zasićenja pomačne brzine dolazi zbog povećane emisije optičkih fonona na velikim poljima i neelastičnog raspršenja nosioca naboja na njima. Prema empirijskom modelu danom u [16] pomačna se brzina može za široki raspon električnih polja pisati kao:

$$v = \mu(E) \cdot E = \frac{\mu_0 \cdot E}{1 + \frac{\mu_0 \cdot E}{v_{sat}}}$$
(2.6)

pri čemu je  $v_{sat}$  brzina zasićenja i iznosi oko  $2 \cdot 10^7$  cm/s za elektrone te oko  $1 \cdot 10^7$  cm/s za šupljine pri 300 K, što su skoro dvostruko veće vrijednosti u odnosu na silicij. Na slici 2.4 prikazane su izmjerene vrijednosti brzine pomaka i mobilnosti u monokristalnom CVD dijamantu za vrijedosti električnog polja koje se uobičajeno koriste u radu dijamantnih detektora. Visoke mobilnosti i brzine zasićenja čine dijamant pogodnim izborom za primjene koje zahtijevaju brzi odziv detektora i visoku frekvenciju događaja.



**Slika 2.4:** Ovisnost brzine pomaka (a) i mobilnosti (b) o električnom polju za elektrone (puni krugovi) i šupljine (prazni krugovi) u monmokristalnom CVD dijamantu. Krivulje u (a) predstavaljaju prilagodbu na izraz (2.6). Preuzeto iz [13].

#### 2.2.3. Dielektrična konstanta

Dielektrična konstanta materijala od kojeg je detektor izrađen i njegova geometrija određuju kapacitet detektora. Zbog male relativne dielektrične konstante dijamanta,  $\varepsilon_r = 5,7$ , dijamantni detektori imaju manje kapacitete od silicijskih za istu geometriju, što bitno utječe na smanjenje šuma u elektroničkom lancu. Vrijednost dielektrične konstante dijamanta stabilna je u širokom rasponu frekvencija, 25 MHz – 20 GHz.

#### 2.3. Ostala svojstva i primjene

Dijamantna struktura i snažno kovalentno vezanje atoma razlog su većine iznimnih svojstava dijamanta. Često se dijamant opisuje kao najtvrđi poznati materijal te mu je pridijeljena ekstremna vrijednost na Mohsovoj empirijskoj ljestvici tvrdoće. Mnogi se dijelovi oruđa za bušenje ili rezanje izrađuju upravo od dijamanta.

Nadalje, zbog širokog zabranjenog pojasa, u dijamantu gotovo da i nema slobodnih elektrona. Toplina se dijamantom, za razliku od metala, prenosi gotovo isključivo fononskim pobuđenjima. Raspršenja takvih fonona na čvrsto vezanim ugljikovim atomima vrlo su slaba pa toplinska vodljivost dijamanta iznosi oko 25 W/(K·cm) [17] i premašuje onu bakra šest puta. Stoga se dijamant upotrebljava za odvođenje topline od aktivnih dijelova mikroelektroničkih sklopova, ali i pruža mogućnost izrade elektroničkih elemenata direktno u njemu, bez potrebe za dodatnim sustavom hlađenja.

Od svih poznatih čvrstih tvari, intrinsični dijamant ima najširu optičku transparentnost koja se proteže od 222 nm (apsorpcijski rub) sve do dalekog infracrvenog područja. Takva optička propusnost čini dijamant odličnim materijalom za izradu optičkih prozora i leća, koji se upotrebljavaju u uvjetima visokih temperatura, velikih mehaničkih opterećenja i/ili kemijski reaktivne okoline. Razni defekti i nečistoće u kristalnoj rešetki rezultiraju optički aktivnim centrima, čiji se elektronski i vibracijski prijelazi mogu detektirati u apsorpcijskim spektrima. Do danas je otkriveno više od 150 vibracijskih i preko 500 elektronskih optičkih centara [18]. Veće koncentracije nečistoća imaju utjecaja i na boju kristala. Tako su kristali bogati dušikom žute, a oni bogati borom plavičaste boje. Promjena boje povezana je s uvođenjem energijskih nivoa unutar zabranjenog pojasa, čime apsorpcija fotona u vidljivom dijelu spektra postaje moguća. Na temelju koncentracije dušikovih nečistoća napravljena je i klasifikacija dijamanta:

- Tip Ia: udio dušika od 100 do 1000 ppm; dominiraju nakupine dušikovih atoma; većina prirodnih dijamanata ovog je tipa.
- Tip Ib: udio dušika do 500 ppm; uglavnom pojedinačni dušikovi atomi na supstitucijskim mjestima; većina umjetnih dijamanta proizvedenih u uvjetima visokog tlaka i temperature (HPHT) spada u ovu kategoriju.
- Tip IIa: udio dušika od 10 do 100 ppm, ali može biti i manji od 0,1 ppm; vrlo rijetki u prirodi; ovdje spadaju CVD dijamantni kristali.
- Tip IIb: također rijetki u prirodi; vrlo male količine dušika; glavna nečistoća je bor pa su ovakvi dijamanti poluvodiči p-tipa.

Najbitnija svojstva dijamanta i njegova usporedba sa silicijem i silicijevim karbidom prikazana je u tablici 2.1.

Tablica 2.1: Strukturna i elektronička svojstava dijamanta, silicija i silicijevog karbida [19].

Svojstvo	Dijamant	Si	4H-SiC
Gustoća [g/cm <sup>3</sup> ]	3,5	2,3	3,3
Relativna dielektrična konstanta	5,7	11,9	9,7
Širina zabranjenog pojasa [eV]	5,5	1,1	3,3
Mobilnost elektrona [cm <sup>2</sup> /(V·s)], T=300K	1700	1350	1000
Mobilnost šupljina [cm <sup>2</sup> /(V·s)], T=300 K	2300	480	115
Brzina zasićenja elektrona [10 <sup>7</sup> cm/s]	2	0,8	2
Energija za tvorbu e-h para [eV]	13 -17	3,6	8,4
Broj e-h parova po μm za MIP-ove	3600	9000	5100
Toplinska vodljivost [W/(cm·K)]	>20	1,5	1,2
Intrinsična otpornost [Ω·cm]	10 <sup>15</sup>	$3 \cdot 10^{5}$	>10 <sup>5</sup>
Energija za pomak atoma iz rešetke [eV]	43	20	30

#### 2.4. Proizvodnja CVD dijamanta

Proizvodnja dijamanta moguća je u vrlo različitim uvjetima. Prirodni dijamant obično nastaje pri vrlo visokom tlaku od 45 do 60 kbar i temperaturi od preko 1300 K. Takvi uvjeti prisutni su u Zemljinoj unutrašnjosti, na dubinama od preko 150 km. Vulkanskom aktivnošću kristali dolaze bliže površini, gdje ih je moguće iskopati u rudnicima. Prvi postupci umjetne izrade

dijamanata pokušavali su oponašati uvjete u kojima oni prirodno nastaju [20]. Tijekom 1950ih HPHT proces postao je industrijski primjenjiv te se još i danas ovim putem proizvodi značajna količina umjetnih dijamanata. Ipak, zbog visokog udjela nečistoća (uglavnom dušika), HPHT uzorci se ne mogu koristiti za elektroničke primjene.

Jedan od glavnih preduvjeta za uspješnu primjenu dijamanta u elektronici, ali i izradi detektora, bio je razvoj kemijske depozicije iz parne faze (eng. Chemical Vapour Deposition, CVD). Ovim se postupkom proizvode kristali najbolje kvalitete i čistoće u bitno drugačijim uvjetima od HPHT postupaka. Prvi pokušaji izrade CVD dijamanta datiraju iz 1949. kada su W. G. Eversole i suradnici [21] pokazali da uslijed protjecanja metana iznad dijamantnog uzorka može doći do formiranja novih slojeva dijamanta. No, tek je 70-ih godina prošlog stoljeća započeo ubrzani napredak CVD procesa, uvođenjem atomskog vodika s ciljem smanjenja depozicije grafita na površini uzorka.

Izrastanje CVD dijamanta odvija se u reaktoru (slika 2.5) i započinje aktivacijom plinske smjese metana (CH<sub>4</sub>) i vodika (H<sub>2</sub>) pomoću nekog od mogućih izvora pobude (mikrovalovi, RF izvori, žarne niti). Unošenjem energije u sustav dolazi do razlaganja molekula u plinskoj smjesi i nastajanja vrlo reaktivnih slobodnih radikala (npr. CH<sub>3</sub>) i atomskog vodika (H). Ugljik iz slobodnih radikala, nastalih skidanjem vodikovih atoma s metana u vrućoj plazmi, sudjeluje u izgradnji novih slojeva dijamanta na supstratu. Temperatura supstrata uglavnom se kreće oko 700 °C ili više, čime se osigurava formiranje dijamanta umjesto amorfnog ugljika. Tlak unutar reaktora drži se ispod 10 kPa [22], a udio metana se kreće od 1 do 15%. Sam proces temelji se na većoj energiji  $sp^3$  veze u odnosu na  $sp^2$  veze kojima se povezuju atomi ugljika u grafitu. Iako je površina dijamanta u izrastanju terminirana vodikovim atomima, postoji određeni ravntežni broj praznih mjesta s kojih je atomski vodik iz plazme vezao vodikove atome s površine dijamanta u molekularni vodik. Upravo na takva prazna mjesta mogu se sada vezati slobodni radikali kao nosioci novog ugljika. Pritom će veća energija  $sp^3$  veze voditi do preferentnog izrastanja dijamanta nad grafitom, usprkos tome što je grafit u prisutnim uvjetima stabilnija ugljikova modifikacija. Pored aktivacije praznih površinskih mjesta, još je nekoliko uloga atomskog vodika u CVD reaktorima. On utječe na reduciranje molekule metana na CH<sub>3</sub>, zatim CH<sub>3</sub> na CH<sub>2</sub> itd. putem reakcija:



Slika 2.5: (a) Mikrovalni plazma CVD reaktor. (b) Shematski prikaz unutrašnjosti reaktora.

$$CH_4(g) + H(g) \rightarrow CH_3(g) + H_2(g)$$

$$CH_3(g) + H(g) \rightarrow CH_2(g) + H_2(g)$$

$$\vdots$$

$$(2.7)$$

Nadalje, atomski vodik nagriza grafitne veze znatno brže od dijamantnih i na taj način smanjuje količinu grafitne faze na površini izrastajućeg dijamanta. I na kraju, on osigurava terminaciju slobodnih veza površinskih atoma ugljika. Osim vodikom, površina dijamanta može se terminirati i kisikom. Tada jedan atom kisika terminira dvije slobodne veze tj. dva atoma ugljika. Neterminirana površina vrlo je reaktivna i nestabilna što može voditi na vezanja raznih reaktanata koji se nalaze u blizini površine.

Supstrat na kojemu se izrasta CVD dijamant može biti dijamantni uzorak ili neki drugi materijal čija je struktura ekvivalentna dijamantnoj. Najčešće se u tom slučaju koriste supstrati silicija. Dijamantni filmovi koji nastaju CVD procesom na ne-dijamantnoj podlozi (hetero-epitaksijalni rast) su polikristalinični (eng. *polycristal – pc*). Njihovo izrastanje započinje nasumično orijentiranim mikro-kristalitima na gusto raspoređenim mjestima nukleacije. Nakon prve faze, tijekom koje se kristaliti šire lateralno dok ne dođu u kontakt, dijamantni film počinje razvijati kolonastu morfologiju. Razlika u brzini rasta za različite orijentacije vodi do lateralnog širenja pojedinih kolona na uštrb njima susjednih kolona. Tako preferirani kristaliti prerastaju svoj susjede i šire se s povećanjem debljine filma. Na slici 2.6a

prikazan je poprečni presjek polikristalnog CVD dijamanta izrastanog na silicijskoj podlozi. Jasno se uočava struktura kolona te porast u veličini kristalita s udaljavanjem od supstrata. Kvaliteta kristala na supstratnoj je strani vrlo loša zbog mnoštva malih kristalita i velike gustoće granica zrna. Najbolja je kvaliteta kristala na izrastajućoj strani. Iako polikristalni CVD dijamanti pokazuju značajan negativni utjecaj granica zrna na transportna svojstva slobodnih nosioca naboja (vremena uhvata od ~ 1 ns), hetero-epitaksijalno izrastanje pruža mogućnosti izrade uzoraka većih površina (nekoliko cm<sup>2</sup>).

Homo-epitaksijalano izrastanje odnosno izrastanje na dijamantnoj podlozi rezultira kristalima odlične strukturne kvalitete (slika 2.6b). Ukoliko se želi dobiti monokristalni dijamant (eng. *single crystal – sc*) i supstrat također mora biti monokristalni dijamant (najčešće HPHT tipa Ib). CVD proces je u ovom slučaju prilično spor (1-10  $\mu$ m/h) i skup, a negativni aspekti uključuju male konačne uzorke (trenutno su najveći scCVD kristali veličine 5×5 mm<sup>2</sup>) i promjenjivu kvalitetu uzoraka proizvedenih istim postupkom. Ipak, najkvalitetniji dijamantni detektori današnjice, sadrže upravo scCVD kristale. U ovome radu korišteni su monokristalni CVD dijamanti optičke (udio dušika < 100 ppb) ili elektroničke (udio dušika < 5 ppb) kvalitete proizvedeni u tvrtki "Element Six".



**Slika 2.6**: SEM slike (a) 600 μm debelog monokristalnog CVD dijamanta i (b) polikristalnog CVD dijamanta izrastanog na siliciju. Izvor [23]

Prvi signali nabijenih čestica u dijamantu zabilježeni su 1941. u radu G. Stettera [24]. Dugi su niz godina od tada nepremostivi problemi raširenoj uporabi dijamantnih kristala u detektorskoj fizici bili loša kvaliteta, teška dostupnost i visoka cijena uzoraka. Stoga je, paralelno progresivnom razvoju silicijske industrije od kraja 60-ih godina prošlog stoljeća, silicij postao dominantni materijal za izradu krutih poluvodičkih detektora. Usavršavanje ranije opisanog CVD procesa označilo je prekretnicu u razvoju dijamantnih detektora ionizirajućeg zračenja.

Dijamantni detektori mogu se prema načinu rada svrstati u kategoriju krutih ionizacijskih komora. Zahvaljujući osobito velikoj otpornosti dijamanta, nema potrebe za formiranjem područja osiromašenja, što izradu dijamantnih detektora čini prilično jednostavnom. Dovoljno je metalizirati nasuprotne površine kristala i primijeniti razliku potencijala koja stvara električno polje unutar dijamanta. Geometrija elektroda u potpunosti određuje osjetljivi volumen detektora. Prolaskom nabijene čestice kroz materijal stvaraju se slobodni nosioci naboja, čijim se usmjerenim gibanjem pod utjecajem električnog polja inducira električna stuja na elektrodama. Kvaliteta transportnih svojstava elektrona i šupljina definira uvelike kvalitetu rada samog uređaja. Inducirana struja temeljni je odgovor detektora na upadno ionizirajuće zračenje. Nju je moguće direktno očitati uporabom širokopojasne elektronike, ili ju integrirati i dobiti ukupni inducirani naboj, koji je razmjeran deponiranoj energiji čestice. U sljedećim poglavljima bit će opisani ključni procesi pri detekciji nabijenih čestica i formiranju signala u dijamantnom detektoru.

#### 3.1. Tvorba e-h parova

Čestice koje međudjeluju elektromagnetskom interakcijom nazivaju se ionizirajućim zračenjem. Tu spadaju i ubrzane nabijene čestice. Ionizacija materijala podrazumijeva oslobađanje vezanog elektrona iz atoma uslijed prijenosa dovoljne količine energije. U kristalu dijamanta, koji se opisuje modelom vrpci, ionizacijom dolazi do pobuđenja elektrona iz valentne u vodljivu vrpcu. Proces se naziva *tvorbom parova* (slika 3.1), budući da za svaki elektron pobuđen u vodljivu vrpcu, ostaje jedna šupljina u valentnoj vrpci. Broj stvorenih parova odgovara omjeru ukupno deponirane energije i prosječne energije potrebne za tvorbu



Slika 3.1: Nabijena čestica prolaskom kroz detektor stvara parove elektrona i šupljina

jednog para. Energija koju nabijena čestica gubi tijekom prolaska kroz tvar u ovisnosti o brzini čestice približno je opisana Betheovom jednadžbom [25]:

$$-\left(\frac{dE}{dx}\right)_{e} = Kz^{2}\frac{Z}{A}\frac{1}{\beta^{2}}\left[\frac{1}{2}\ln\left(\frac{2m_{e}c^{2}\beta^{2}\gamma^{2}T_{max}}{I^{2}}\right) - \beta^{2} - \frac{\delta}{2}\right].$$
(3.1)

Veličina  $-(dE/dx)_e$  predstavlja gubitak energije čestice po jedinici puta na neelastična raspršenja s elektronima u materijalu i naziva se *elektronskom zaustavnom moći*. Konstanta *K* jednaka je  $K = 4\pi N_A r_e^2 m_e c^2$ , pri čemu su  $r_e$  i  $m_e$  klasični radijus elektrona odnosno njegova masa, a  $N_A$  Avogadrov broj. *z* je naboj upadne čestice u jedinicama elementarnog naboja, *Z* i *A* su atomski odnosno maseni brojevi materijala,  $\beta$  i  $\gamma$  uobičajeni relativistički faktori  $\beta = v/c$  i  $\gamma = (\sqrt{1-\beta^2})^{-1}$ ,  $T_{max}$  najveći iznos kinetičke energije koju je moguće predati slobodnom elektronu u jednom sudaru, a *I* efektivni ionizacijski potencijal. Posljednji član  $\delta$ je popravak zbog tzv. efekta gustoće i ograničava porast zaustavne moći na relativističkim energijama upadne čestice.

Detaljnijim uvidom u jednadžbu 3.1 može se kvalitativno objasniti ponašanje elektronske zaustavne moći u ovisnosti o brzini upadne čestice. Na malim brzinama ( $\beta \ll 1$ ) relativistički faktor  $\gamma$  jednak je gotovo 1 pa je dE/dx proporcionalno s  $1/\beta^2$  i gubitak energije opada s porastom brzine. Na relativističkim brzinama  $\beta$  je gotovo jednak 1, a  $\gamma$  je vrlo velik, pa gornjom jednadžbom dominira prvi član u uglatoj zagradi, koji je proporcionalan s ln( $\beta\gamma$ ), a zaustavna moć lagano raste povećanjem brzine čestice. Taj porast se fizikalno objašnjava porastom transverzalne komponente električnog polja (a time i transverzalne pobude) za česticu koja se giba relativističkom brzinom. U prijelaznom području brzina, krivulja gubitka energije ima svoj minimum. Čestica za koju je dE/dxminimalno naziva se najmanje ionizirajućom česticom, MIP (eng. *minimum ionizing particle*). Betheova formula dobro opisuje zaustavnu moć samo za čestice s nabojem z = 1 i do energija za koje je  $\beta \gamma \approx 0,10$ . Korekcijama je moguće nadopuniti formulu za slučaj teškog, djelomično ioniziranog iona i proširiti valjanost formule sve do  $\beta \approx 0,05$ . Na još manjim energijama, Andersen i Ziegler [26] daju fenomenološke formule prilagodbe, dok ispod nekoliko stotina elektronvolta Lindhardova teorija [27] uspješno uspostavlja linearnu ovisnost gubitka energije o  $\beta$ .

Elektronska pobuđenja nisu jedini način kojim upadna čestica gubi energiju. Općenito, ukupna se zaustavna moć može podijeliti na elektronsku i nuklearnu. Na slici 3.2a prikazane su elektronske i nuklearne zaustavne moći dijamanta za protone i ugljikove ione u rasponu energija od 1 eV do 10 MeV. Izračuni su provedeni u programskom paketu *SRIM* (eng. *Stopping and Range of Ions in Matter*). Elektronski je dio zaustavne moći opisan s (3.1), dok nuklearni dio čini energija utrošena na pomak atoma iz kristalne rešetke dijamanta i interakciju s fononima. Oba dijela zaustavne moći po iznosu postaju usporedivi tek na energijama upadnih iona od nekoliko keV, što ovisi o vrsti iona. Na još nižim energijama, nuklearni dio prevladava (osim za protone). Na energijama iznad 1 MeV elektronska zaustavna moć uglavnom je nekoliko redova veličine veća od nuklearne. Pa ipak, ukupno gledano, prijenos energije u ne-ionizirajućim procesima dominira nad ionizirajućim. Razlog tome je sljedeći. Sekundarni elektroni, koji su elektromagnetskim međudjelovanjem s upadnim ionom pobuđeni u viša stanja vodljive vrpce, gube energiju daljnjim ionizacijama,



Slika 3.2: (a) Elektronska i nuklearna zaustavna moć protona i ugljikovih iona u dijamantu za raspon energija od 1 eV do 10 MeV. (b) Gubitak energije ionizacijom u ovisnosti o dubini u dijamantu za 1,3 MeV-ske protone i 1,8 MeV-ske ione ugljika.

ali i fononskim pobuđenjima. Na ova potonja pritom otpada skoro dvije trećine ukupne energije sekundarnih elektrona. Kao posljedica fononskih raspršenja, prosječna energija za stvaranje e-h para  $\epsilon_{par}$ , značajno je veća od energije zabranjenog pojasa. U prosjeku je potrebno uložiti skoro tri puta više energije da bi se stvorio jedan par slobodnih nosioca naboja od energije potrebne za pobuđenje elektrona iz valentne u vodljivu vrpcu. U literaturi se mogu naći različiti iznosi za  $\epsilon_{par}$ . Ipak, većina ih spada u raspon od 12 do 14 eV [28]. Usporedbom iznosa  $\epsilon_{par}$  i  $E_g$  može se zaključiti da se čak 60% ukupno deponirane energije zračenja izgubi na stvaranje fonona.

Iz vrijednosti elektronske zaustavne moći za različite energije čestice, moguće je izračunati prijenos energije ionizacijom u ovisnosti o dubini penetracije čestice u materijal. Rezultati dobiveni u *SRIM*-u za 1,3 MeV-ske protone i 1,8 MeV-ske ione ugljika u dijamantu, prikazani su na slici 3.2b. Kod protona se jasno uočava maksimum gubitka energije neposredno prije zaustavljanja čestice, koji se naziva još i *Braggov vrh*. Kod ugljika Braggov vrh počinje na većim energijama od upadne, pa se na slici 3.2b vidi samo njegov dio. Nakon Braggovog vrha čestica se zaustavi unutar sljedećeg mikrona.

Važno je napomenuti da je zbog statističke prirode procesa gubitka energije, stvarna deponirana energija upadne nabijene čestice podložna znatnim fluktuacijama. U tankim slojevima materijala, rijetka raspršenja s velikim prijenosom momenta, koja stvaraju tzv.  $\delta$ -elektrone, vode do asimetrične distribucije spektra deponirane energije. Javlja se rep prema većim vrijednostima gubitka energije. Najrašireniji model koji opisuje takvu distribuciju gubitka energije je *Landauov model* [29] i ovisi samo o jednom parametru. Landauova distribucija dana je izrazom:

$$\Psi(\lambda) = \frac{\exp\left[-\frac{\lambda + e^{-\lambda}}{2}\right]}{\sqrt{2\pi}},$$
(3.2)

pri čemu je  $\lambda = R(E - E_p)$ . *E* je gubitak energije,  $E_p$  vrijednost najvjerojatnijeg gubitka energije, a *R* konstanta karakteristična za dani medij. Landauov model ne uzima u obzir najveći dozvoljeni iznos gubitka energije, već pretpostavalja da je on beskonačan. U slučajevima kada je najveći dozvoljeni gubitak energije upadne čestice dovoljno mali da bi mogao utjecati na konačan rezultat, koristi se nešto općenitija Vavilovova distribucija [30]. U debljim apsorberima, zbog velikog se broja raspršenja, spektar deponiranih energija približava Gaussovoj raspodjeli.

#### 3.2. Energetska razlučivost

Fluktuacije u broju stvorenih e-h parova određuju jedno od najbitnijih spektroskopskih svojstava detektora, *energetsku razlučivost*. Za česticu koja se potpuno zaustavlja u detektoru, energijska razlučivost se definira kao omjer  $\Delta E/E_0$ , pri čemu  $E_0$  označava energiju upadne čestice, a  $\Delta E$  širinu vrha u spektru. Kada bi proces gubitka energije bio u potpunosti statistički Poissonov proces, neodređenost u deponiranoj energiji odgovarala bi korijenu iz broja proizvedenih parova. No, zbog međusobne povezanosti ionizacijskog i neionizacijskog gubitka energije preko zakona očuvanja energije, ta je neodređenost znatno manja. Ako se s  $N_Q$  i  $N_f$  označe brojevi proizvedenih e-h parova, odnosno fononskih pobuđenja pri gubitku energije čestice, a s  $E_f$  prosječna energija fonona, vrijedi:

$$E_0 = N_f \cdot E_f + N_Q \cdot E_g. \tag{3.3}$$

Kako je ukupna energija stalna, svaka promjena u  $N_Q$  povlači odgovarajuću promjenu u  $N_f$ :

$$\Delta N_f \cdot E_f + \Delta N_Q \cdot E_g = 0, \qquad (3.4)$$

što usrednjeno za velik broj događaja daje:

$$\sigma_f \cdot E_f = \sigma_Q \cdot E_g$$
  
$$\sigma_Q = \frac{E_f}{E_g} \sigma_f = \frac{E_f}{E_g} \sqrt{N_f},$$
  
(3.5)

pri čemu je  $\sigma_f = \sqrt{N_f}$ . Uvrštavanjem izraza (3.3) u (3.5) dobiva se

$$\sigma_Q = \frac{E_f}{E_g} \sqrt{\frac{E_0}{E_f} - \frac{E_g}{E_f} N_Q}$$
(3.6)

Sređivanjem (3.6) uz  $N_Q = E_0/\epsilon_{par}$  slijedi

$$\sigma_Q = \sqrt{\frac{E_f}{E_g} \left(\frac{\epsilon_{par}}{E_g} - 1\right)} \sqrt{N_Q}$$
$$= \sqrt{F \cdot N_Q}.$$
(3.7)

Veličina F naziva se Fano faktorom i za dijamant iznosi oko 0,08 [31].

#### 3.2. Nastajanje signala u detektoru

#### 3.2.1. Inducirana struja

Gibanje slobodnih nosioca naboja u električnom polju unutar detektora inducira struju na elektrodama. Inducirana struja opisana je Schockley-Ramo-Gunnovim teoremom [32], koji vrijedi za općeniti slučaj gibanja naboja q u blizini proizvoljnog broja elektroda. Struja koju taj naboj inducira na *i*-toj elektrodi jednaka je

$$i_i(t) = -q \cdot \boldsymbol{\nu} \cdot \boldsymbol{E}_{w,i}(\boldsymbol{r}), \qquad (3.8)$$

pri čemu je v brzina kojom se naboj giba, a  $E_{w,i}(r)$  težinsko polje (eng. weighting field), koje opisuje vezanje naboja u gibanju na *i*-tu elektrodu. Težinsko polje općenito se za određenu elektrodu definira kao derivacija električnog polja po električnom potencijalu na toj elektrodi, dok se preostale elektrode drže na stalnom potencijalu:

$$\boldsymbol{E}_{w,i}(\boldsymbol{r}) = \frac{\partial \boldsymbol{E}(\boldsymbol{r})}{\partial V_i} \Big|_{V_{j \neq i}}.$$
(3.9)

U detektoru s paralelnim elektrodama i uz pretpostavku da nema prostornog naboja unutar volumena detektora, vrijedi E = V/d pa izraz (3.9) postaje

$$E_w = \frac{1}{d}, \qquad (3.10)$$

pri čemu je d debljina detektora. Ukoliko se gibaju i elektroni i šupljine, inducirana struja iznosi:

$$i(t) = e \cdot N_e(t) \cdot v_e \cdot E_w + e \cdot N_h(t) \cdot v_h \cdot E_w, \qquad (3.11)$$

odnosno uz težinsko polje iz (3.10):

$$i(t) = \frac{e}{d} \cdot [N_e(t) \cdot v_e(E) + N_h(t) \cdot v_h(E)], \qquad (3.12)$$

pri čemu su  $N_e(t)$  i  $N_h(t)$  vremenski ovisni brojevi elektrona odnosno šupljina, a  $v_e(E)$  i  $v_h(E)$  njihove brzine pomaka. Iz (3.12) jasno je da za nastajanje signala u detektoru nije potrebno da nosioci naboja dođu na elektrodu, već je dovoljno samo njihovo usmjereno gibanje. Drugim riječima, vremenski početak induciranog signala odgovara trenutku kad se stvoreni elektroni i šupljine počnu gibati u električnom polju među elektrodama. Ovisnost brzine pomaka o električnom polju definirana je ranije izrazom (2.6).

U ovom radu uglavnom su korištene dvije vrste ionskih snopova. U jednom slučaju, radi se o teškim ionima kratkog dosega u dijamantu (npr. ioni ugljika), koji stvaraju vrlo gust oblak slobodnih nosioca naboja u neposrednoj blizini elektrode kroz koju upadaju u detektor. Ovisno o polaritetu napona koji se primijeni na detektor, jedan tip nosioca naboja bit će gotovo trenutno skupljen na obližnjoj elektrodi, čime će prestati njihov doprinos ukupnoj induciranoj struji. Druga vrsta nosioca naboja putovat će kroz cijelu debljinu detektora, dok konačno ne bude skupljena na nasuprotnoj elektrodi. Uz pretpostavku da je električno polje unutar detektora (a time i brzina pomaka) homogeno te da nema gubitka naboja tijekom gibanja kroz detektor zbog uhvata u elektronički aktivne zamke, svi članovi izraza 3.7 su konstantni za cijelo vrijeme trajanja signala. To vrijeme približno odgovara omjeru debljine detektora i brzine onih nosioca naboja koji putuju na suprotnu stranu detektora. Slijedi da je inducirana struja pravokutnog oblika (slika 3.3a). Znatno drugačija slika dobiva se za slučaj protona dovoljno velikih energija da prođu kroz cijeli volumen detektora, stvarajući pritom skoro homogenu gustoću slobodnih nosioca naboja. Tad, u početnom trenutku inducirana struja poraste na maksimalnu vrijednost jer se svi stvoreni nosioci gibaju u električnom polju detektora. No, već u sljedećem trenutku, naboji koji su stvoreni u blizini elektroda suprotnih predznaka od njih samih, bivaju sakupljeni na tim elektrodama. Sakupljanje naboja događa se linearno za konstantnu brzinu pomaka pa je izgled induciranog signala trokutast (slika 3.3b). Integral struje u vremenu jednak je u oba slučaja sa slike 3.3 i dan je umnoškom broja stvorenih e-h parova i elementarnog naboja e.



**Slika 3.3:** Prikaz vremenskog razvoja induciranog signala za slučaj iona kratkog dosega (a) i iona koji prolazi kroz cijelu debljinu detektora (b).

#### 3.2.2. Inducirani naboj

Integracijom strujnog signala, od početnog trenutka do trenutka kada su svi nosioci skupljeni na elektrodama, dobiva se ukupni inducirani naboj na jednoj od elektroda:

$$Q_{ind} = \int_0^{t_t} i(t)dt.$$
 (3.13)

Vrijeme  $t_t$  naziva se tranzitnim vremenom i odgovara omjeru debljine detektora i brzine pomaka,  $t_t = d/v_d$ . Naboj induciran na jednoj elektrodi proporcionalan je s brojem stvorenih parova elektrona i šupljina, koji je pak mjera za deponiranu energiju upadne čestice. Iz tog je razloga  $Q_{ind}$  spektroskopski važna veličina. Uvrštavanjem izraza (3.8) u (3.13) dobiva se

$$Q_{ind} = -q \cdot \left[\Phi_w(\boldsymbol{r}_f) - \Phi_w(\boldsymbol{r}_i)\right], \qquad (3.14)$$

što predstavlja Schockley-Ramo-Gunnov teorem za inducirani naboj. Veličina  $\Phi_w(r)$  naziva se *težinskim potencijalom* (eng. *weighting potential*) i definira sukladno težinskom polju kao

$$\Phi_{w,i}(\mathbf{r}) = \frac{\partial U(\mathbf{r})}{\partial V_i} \bigg|_{V_{j\neq i}},$$
(3.15)

pri čemu je  $U(\mathbf{r})$  električni potencijal unutar detektora. Na slici 3.4 prikazan je izgled težinskog polja i težinskog potencijala za jednu od elektroda u dijamantnom detektoru s paralelnom geometrijom elektroda. Pretpostavljeno je da nema prostornog naboja. Težinsko je polje u skladu s (3.10) konstantno između elektroda, dok se težinski potencijal, kao njegov prostorni integral, jednoliko smanjuje s udaljenošću od elektrode. Valja napomenuti da su rubni efekti na krajevima elektroda, koji se vide na slici 3.4, gotovo zanemarivi kod korištenih tankih detektora (debljine 50 µm i 6 µm). Naime, njihove su debljine 12 odnosno 100 puta manje od simuliranog slučaja (600 µm). Iz (3.15) proizlazi da iznos induciranog naboja ovisi samo o vrijednostima težinskog potencijala u početnoj ( $\mathbf{r}_i$ ) i konačnoj ( $\mathbf{r}_f$ ) točki gibanja naboja q. Ako se naboj zaustavi u blizini mjesta tvorbe, zbog npr. uhvata u zamku, razlika težinskog potencijala između početne i konačne točke bit će mala, pa će shodno tome i signal kojeg taj naboj inducira biti mali. U slučaju detektora u kojem postoje dvije vrste nosioca,



Slika 3.4: Poprečni presjeci težinskog polja (a) i težinskog potencijala (b) u dijamantnom detektoru simulirani programskim paketom COMSOL. Za izradu je pretpostavljena širina dijamantnog kristala od 3 mm, od čega je 2 mm metalizirano. Za debljinu detektora radi jasnijeg prikaza uzeto je d = 600 μm, iako su u radu korišteni detektori debljine 50 i 6 μm.

izraz (3.14) valja proširiti:

$$Q_{ind} = -e \cdot \left[ \Phi_w(\boldsymbol{r}_f^h) - \Phi_w(\boldsymbol{r}_i) \right] + e \cdot \left[ \Phi_w(\boldsymbol{r}_f^e) - \Phi_w(\boldsymbol{r}_i) \right].$$
(3.16)

Gornja jednadžba daje vrijednost induciranog naboja od strane jednog e-h para. Za ukupni inducirani naboj potrebno je sumirati odgovarajuće članove svih parova.  $\Phi_w$  ima vrijednost 1 na elektrodi s koje se očitava signal (pretpostavit ćemo ovdje da je to pozitivna elektroda), a vrijednost 0 na ostalim elektrodama. Ako oba nosioca naboja dosegnu elektrode (3.16) postaje

$$Q_{ind} = -e \cdot [0 - \Phi_w(\mathbf{r}_i)] + e \cdot [1 - \Phi_w(\mathbf{r}_i)] = e, \qquad (3.17)$$

za svaki e-h par neovisno o mjestu tvorbe.

#### 3.2.3. Vrijeme života nosioca naboja

Vrijeme života nosioca naboja,  $\tau$ , u idealnom je kristalu dijamanta gotovo beskonačno. Kako je dijamant indirektni poluvodič sa širokim zabranjenim pojasom, direktna je rekombinacija elektrona iz vodljive vrpce sa šupljinama iz valentne vrpce zanemariva. Ipak, razni defekti kristalne rešetke i nečistoće (atomi drugih elemenata), prisutni u realnim kristalima, mijenjaju strukturu energetskih vrpci, uvodeći dodatne energetske nivoe unutar zabranjenog pojasa. Takvi nivoi mogu djelovati kao rekombinacijski centri ili centri za uhvat nosioca naboja, što smanjuje njihovo vrijeme života. Uz pretpostavku homogeno raspoređenih zamki, broj slobodnih nosioca, n, dan je diferencijalnom jednadžbom

$$dn = -\frac{n}{\tau}dt \tag{3.18}$$

čije je rješenje

$$n(t) = n_0 e^{-\frac{t}{\tau}},$$
 (3.19)

pri čemu je  $n_0$  početni broj nosioca. Za slučaj samo jedne vrste nosioca naboja, npr. elektrona, koji su stvoreni u neposrednoj blizini negativno polarizirane elektrode i putuju na suprotnu stranu detektora, inducirana struja više nije pravokutnog oblika kao na slici 3.3a, već eksponencijalno opada s vremenom:

$$i(t) = \frac{e \cdot n_{0,e}}{d} \cdot v_e e^{-\frac{t}{\tau_e}}.$$
(3.20)

Inducirani naboj ponovno se dobiva integracijom struje:

$$Q_{ind} = \frac{e \cdot n_{0,e} \cdot v_e}{d} \int_0^{t_{t,e}} e^{-\frac{t}{\tau_e}} dt$$
$$= \frac{e \cdot n_{0,e} \cdot \tau_e}{t_{t,e}} \cdot \left(1 - e^{-\frac{t_{t,e}}{\tau_e}}\right). \tag{3.21}$$

Izraz (3.21) uobičajeno se zapisuje preko *duljine pomaka*,  $\delta_e = v_e \cdot \tau_e$ :

$$Q_{ind} = e \cdot n_{0,e} \cdot \frac{\delta_e}{d} \cdot \left(1 - e^{-\frac{d}{\delta_e}}\right).$$
(3.22)

Duljina pomaka predstavlja udaljenost koju nosioc naboja prijeđe od mjesta tvorbe do mjesta gdje se zaustavio zbog uhvata u zamku ili rekombinacije.  $\delta_e$  ovisi o električnom polju na jednak način kao i brzina pomaka. Za neku općenitu distribuciju elektrona u početnom trenutku,  $\rho_e(z)$ , pri čemu vrijedi  $\int_0^d \rho_e(z) dz = N_0$ , posljednja jednadžba postaje

$$Q_{ind} = e \cdot \frac{\delta_e}{d} \cdot \int_0^d \rho_e(z) \cdot \left(1 - e^{\frac{z-d}{\delta_e}}\right) dz.$$
(3.23)

Uvođenjem šupljina u cijelu priču, dobiva se izraz za ukupni inducirani naboj na elektrodama detektora pri upadu nabijene čestice koja stvara proizvoljnu distribuciju e-h parova:

$$Q_{ind} = \frac{e}{d} \cdot \int_0^d \rho_Q(z) \cdot \left[ \delta_e \cdot \left( 1 - e^{\frac{z-d}{\delta_e}} \right) + \delta_h \cdot \left( 1 - e^{-\frac{z}{\delta_h}} \right) \right] dz, \qquad (3.24)$$

pri čemu je  $\rho_Q(z) = \rho_e(z) = \rho_h(z)$ .

#### 3.2.4. Efikasnost skupljanja naboja

Efikasnost skupljanja naboja, *CCE* (eng. *Charge Collection Efficiency*) predstavlja svojevrsnu mjeru kvalitete prijenosa slobodnih nosioca naboja unutar detektora. Definira se omjerom naboja induciranog na elektrodama i naboja stvorenog u detektoru:

$$CCE = \frac{Q_{ind}}{Q_0},\tag{3.25}$$

pri čemu je  $Q_0 = \int_0^d \rho_Q(z) dz$  ukupni naboj stvoren procesom ionizacije. Za monokristalni dijamantni detektor, izrađen od CVD dijamanta elektroničke kakvoće i u uvjetima dovoljno velikog električnog polja (obično  $E > 1V/\mu m$ ), *CCE* je gotovo jednak 1. Smanjenjem električnog polja smanjuje se i brzina pomaka, pa tranzitno vrijeme potrebno da nosioci dosegnu odgovarajuće elektrode postaje usporedivo s njihovim vremenom života. Tada raste vjerojatnost za uhvat naboja u električki aktivne zamke, inducirana struja eksponencijalno opada s vremenom, a ukupni inducirani naboj postaje manji od proizvedenog.

Kao i ranije, razmotrit ćemo dva slučaja. Za tvorbu naboja u blizini jedne elektrode preuređenjem (3.21) dobiva se

$$Q_{ind} = Q_0 \cdot \frac{v_{e,h} \cdot \tau_{e,h}}{d} \cdot \left(1 - e^{-\frac{d}{v_{e,h} \cdot \tau_{e,h}}}\right)$$
$$= Q_0 \cdot \frac{E \cdot \mu_{e,h} \cdot \tau_{e,h}}{d} \cdot \left(1 - e^{-\frac{d}{E \cdot \mu_{e,h} \cdot \tau_{e,h}}}\right), \tag{3.26}$$

odnosno vrijedi

$$CCE = \frac{E \cdot (\mu\tau)_{e,h}}{d} \cdot \left(1 - e^{-\frac{d}{E \cdot (\mu\tau)_{e,h}}}\right).$$
(3.27)

Jednadžba (3.27) predstavlja Hechtovu jednadžbu za jednu vrstu nosioca naboja [33]. Ona opisuje ovisnost efikasnosti skupljanja naboja o električnom polju. U materijalima u kojima je mobilnost ovisna o električnom polju, umnožak ( $\mu\tau$ ) ne može se smatrati nepromijenjivim. Kod dijamanta se, uporabom (2.6) Hechtova jednadžba svodi na:
$$CCE = \frac{E \cdot \mu_0 \cdot \tau_{e,h} \cdot \nu_{sat}}{d \cdot (\nu_{sat} + \mu_0 \cdot E)} \cdot \left(1 - e^{-\frac{d \cdot (\nu_{sat} + \mu_0 \cdot E)}{E \cdot \mu_0 \cdot \tau_{e,h} \cdot \nu_{sat}}}\right).$$
(3.28)

Sad je, uz poznate  $v_{sat}$  i  $\mu_0$ , vrijeme života moguće odrediti kao parametar prilagodbe (3.28) na izmjerene podatke.

Nasuprot tome, kod homogene tvorbe e-h parova ( $\rho_Q = const.$ ) duž cijele debljine detektora, intergrali u (3.24) mogu se izračunati pa je CCE jednak:

$$CCE = \frac{\delta_e}{d} \cdot \left[ 1 - \frac{\delta_e}{d} \left( 1 - e^{-\frac{d}{\delta_e}} \right) \right] + \frac{\delta_h}{d} \cdot \left[ 1 - \frac{\delta_h}{d} \left( 1 - e^{-\frac{d}{\delta_h}} \right) \right].$$
(3.29)

### 3.2.5. Duljina skupljanja naboja

U slučaju malog električnog polja (obično  $E < 0.5V/\mu m$ ) ili materijala s visokim udjelom defekata, vrijeme života nosioca naboja znatno je kraće od tranzitnog vremena. Tada je i  $\delta_{e,h} \ll d$  pa se (3.24) pojednostavljuje:

$$Q_{ind} = \frac{Q_0}{d} \cdot (\delta_e + \delta_h) = Q_0 \cdot \frac{CCD}{d}.$$
(3.30)

*CCD* se naziva duljinom skupljanja naboja (eng. *Charge Collection Distance*). To je srednji put za koji se elektron i šupljina razmaknu u električnom polju nakon nastanka. CCE i CCD jednostavno su povezani:

$$CCE = \frac{CCD}{d},\tag{3.31}$$

Ako inducirani signal dolazi samo od jedne vrste nosioca naboja,  $\delta_Q$  je jednak srednjem slobodom putu. Budući da računanje *CCE* ne zahtjeva nikakve pretpostavke, u ovom je radu upravo ta veličina korištena za karakterizaciju detektorskog signala.

### 3.3. Uhvat slobodnih nosioca naboja

Nepravilnosti u kristalnoj rešetki dijamanta uvode dodatne nivoe unutar zabranjenog pojasa i djeluju kao centri za uhvat slobodnih nosioca naboja koji se gibaju unutar detektora. Kod monokristalnih CVD dijamanata uglavnom se ne javljaju nakupine defekata (kao npr. na granicama zrna kod polikristalnih dijamanta), već se radi o izoliranim točkastim defektima. Tu spadaju vakancije i intersticije koje nastaju izbacivanjem ugljikovog atoma iz dijamantne rešetke te atomi nečistoća (dušik i kisik) koji mogu zauzimati intersticijske ili supstitucijske položaje. Vjerojatnost popunjenosti zamki elektronima ovisi o njihovoj energiji unutar zabranjenog pojasa,  $E_t$ , i opisana je izrazom:

$$F(E_t) = \frac{1}{1 + e^{\frac{E_t - E_f}{kT}}},$$
(3.32)

pri čemu je  $E_f$  energija Fermijevog nivoa. Slijedi da su zamke, za koje  $(E_t - E_f)$  iznosi nekoliko eV, praktički potpuno prazne na sobnoj temperaturi i mogu prihvatiti nosioce koji nastaju npr. ionizacijom pri prolasku nabijene čestice.

Prema Shockley-Read-Hallovoj statistici [34] mogu se razdvojiti četiri procesa pri uhvatu i emisiji nosioca (slika 3.5):

- 1) uhvat elektrona iz vodljive vrpce u zamku
- 2) emisija elektrona iz zamke u vodljivu vrpcu
- uhvat šupljine iz valentne vrpce u zamku (ekvivalentno emisiji elektrona iz zamke u vodljivu vrpcu)
- 4) emisija šupljine iz zamke u valentnu vrpcu (ekvivalentno uhvatu elektrona iz vodljive vrpce u zamku)

Broj elektrona po jedničnom volumenu koji se u jediničnom vremenu uhvati u zamke procesima 1) i 3) može se izračunati kao

$$r_t = n_t \cdot n_e \cdot \sigma_{t,e} \cdot v_{th}, \tag{3.33}$$

pri čemu su  $n_t$  i  $n_e$  koncentracije slobodnih zamki odnosno elektrona,  $\sigma_t \approx 10^{-14} - 10^{-16} \ cm^2$  je udarni presjek za uhvat, a  $v_{th} \approx 10^7 \ cm/s$  je termalna brzina elektrona. Sukladno (3.32) i uz ukupnu koncentraciju zamki  $N_0$ , broj slobodnih zamki jednak je:



Slika 3.5: Pojednostavljeni prikaz uhvata (1,3) i emisije (2,4) slobodnih nosioca naboja opisanih Shockley-Read-Hallovom statistikom. Elektroni su predstavljeni punim, a šupljine praznim krugovima.

$$n_t = N_0 \frac{1}{1 + e^{\frac{E_f - E_t}{kT}}}.$$
(3.34)

Uhvaćeni elektroni mogu se emitirati iz zamke u vodljivu vrpcu. Stopa emisije elektrona po jediničnom volumenu, prikazana procesom 2) na slici 3.5 ovisi o energiji aktivacije,  $E_a$ , koja se definira kao razlika energije ruba vodljive vrpce i energije zamke:

$$r_e = n_f \cdot s \cdot e^{-\frac{E_a}{kT}}.$$
(3.35)

S  $n_f$  je označena gustoća zamki koje su ispunjene elektronima, a sa *s* frekvencijski faktor koji se obično kreće u rasponu od 10<sup>12</sup> do 10<sup>14</sup> s<sup>-1</sup>. Ponovo iz (3.32) slijedi

$$n_f = N_0 \frac{1}{1 + e^{\frac{E_t - E_f}{kT}}}.$$
(3.36)

Ukupna promjena koncentracije slobodnih elektrona u vremenu, dana je razlikom stopa uhvata i emisije:

$$\frac{dn_e}{dt} = N_0 \cdot \left( \frac{s \cdot e^{-\frac{E_a}{kT}}}{1 + e^{\frac{E_t - E_f}{kT}}} - \frac{n_e \cdot \sigma_{t,e} \cdot \nu_{th}}{1 + e^{\frac{E_f - E_t}{kT}}} \right)$$
(3.37)

Za duboke zamke ( $E_a > 1eV$ ), koje dominiraju u dijamantu, prvi član u (3.37) je zanemariv u odnosu na drugi, a nazivnik drugog člana gotovo je jednak 1 pa se dobiva

$$\frac{dn_e}{dt} = -N_0 \cdot n_e \cdot \sigma_{t,e} \cdot v_{th}. \tag{3.38}$$

Rješenje (3.38) je

$$n_e(t) = n_e(0) \cdot e^{-\frac{t}{N_0 \cdot \sigma_{t,e} \cdot v_{th}}}.$$
(3.39)

Usporedbom izraza (3.39) i (3.19) može se zaključiti da je vrijeme života elektrona

$$\tau_e = \frac{1}{N_0 \cdot \sigma_{t,e} \cdot \nu_{th}}.$$
(3.40)

Jednako zaključivanje vrijedi i za šupljine te je njihovo vrijeme života

$$\tau_h = \frac{1}{N_0 \cdot \sigma_{t,h} \cdot v_{th}}.$$
(3.41)

## 3.4. Polarizacija i pumpanje detektora

Stopa emisije nosioca iz zamki proporcionalna je, prema (3.35), s  $e^{(-E_a/kT)}$ . Stoga u dubokim zamkama, elektroni i šupljine ostaju uhvaćeni dugo vremena, čime se stvara prostorni naboj unutar detektora. Ako se nakon stvaranja oblaci pozitivnog i negativnog naboja razdvoje pod utjecajem električnog polja, dolazi do nehomogenog punjenja zamki i razvoja unutarnjeg električnog polja, usmjerenog suprotno vanjskom polju. Ovaj se fenomen naziva

*polarizacijom* i trenutno predstavlja najveću prepreku praktičnoj uporabi dijamantnih detektora u eksperimentima. Efekt je posebno izražen kod upada nabijenih čestica koje se zaustavljaju u detektoru. Razvojem polarizacije smanjuje se efektivno električno polje koje djeluje na nosioce naboja u detektoru pa inducirani signal opada. Energijski nivoi zamki, bilo intrinsičnih ili ekstrinsičnih, koje doprinose polarizaciji kod dijamanta nalaze se između 1 eV i 2 eV ispod vodljive vrpce.

Homogenom ionizacijom detektora, npr. ionima koji penetriraju kroz cijelu njegovu debljinu, dolazi do prostorno ujednačenijeg punjenja zamki i slabije polarizacije. U takvim uvjetima moguć je čak i porast signala na detektoru nakon ozračivanja. Naime, uhvatom nosioca naboja smanjuje se koncentracija slobodnih zamki. Time opada vjerojatnost uhvata novih nosioca i njihovo vrijeme života raste. Opisani se efekt naziva pumpanjem detektora i značajan je za materijale lošije kvalitete, u kojima je  $\tau$  relativno mali. Kod uzoraka korištenih u ovom radu, pumpanje nije primijećeno, vjerojatno zbog relativno male intrinsične koncentracije električki aktivnih zamki.

## 3.5. Električni kontaki

Da bi se uzorak dijamanta pripremio za detekciju nabijenih čestica, nasuprotne se površine kristala moraju presvući metalnim slojem koji će omogućiti uspostavu električnog polja unutar detektora. Metalizirani kontakti također moraju omogućiti efikasno odvođenje nosioca naboja iz dijamanta, kako bi se spriječilo njihovo nakupljanje na granici. Nakupine naboja na lošim elektrodama uzrokuju polarizaciju detektora, stvarajući električno polje usmjereno suprotno vanjskom polju. Problem kod metalizacije može predstavljati i loša adhezija metala na površinu dijamanta. Kontakti se tada nakon nekog vremena lagano odvajaju od površine dijamanta, što rezultira degradacijom signala.

Poželjno je da električni kontakti na detektoru budu *omski*, što znači da je struja koja teče kroz uređaj linearno proporcionalna narinutom naponu i simetrična obzirom na promjenu polariteta napona. Za izradu dobrih omskih kontakata na dijamantu koriste se tri glavna pristupa:

- 1) Oštećenje dijamantne površine kako bi se poremetile čvrste sp<sup>3</sup> veze;
- Uporaba metala koji tvore karbidne spojeve (Ti, Cr), čime se stvara hibridni metaldijamant sloj na granici;
- 3) Dopiranje dijamanta tijekom izrastanja ili naknadno ionskom implantacijom.



(b)

(a)

**Slika 3.6**: Shematski prikaz razvoja Schottky barijere  $\Phi_{Bn}$  na granici metala i dijamanta. Prikazani su energijski nivoi prije (a) i nakon (b) ostvarivanja kontakta.  $\Phi_m$  označava radnu funkciju metala, a  $\chi_s$  elektronski afinitet dijamanta.  $\Phi_{Bn}$  odgovara razlici te dvije veličine. Preuzeto iz [35].

Prije nekoliko je godina tvrtka Diamond Detectors Ltd patentirala metodu proizvodnje omskih kontakata koja se bazira na uporabi DLC (eng. *diamond like carbon*) sloja između dijamanta i metala [35]. DLC je oblik amorfnog ugljika koji sadrži značajan udio atoma vezanih sp<sup>3</sup> vezama u kristalnu rešetku. DLC film debljine 1 do 3 nm nanosi se na površinu dijamanta rasprašivanjem ugljikove mete argonom u magnetronskom rasprašivaču. Preko tog se filma, također rasprašivanjem, deponira plemeniti metal velike radne funkcije (npr. Au ili Pt). Elektroni koji su prisutni na dijamantnoj površini tuneliraju kroz DLC sloj prema plemenitom metalu.

Direktnim nanošenjem metalnog sloja na površinu dijamanta, bez prethodnog tretiranja te površine nekim od gore spomenutih postupaka, doći će najvjerojatnije do formiranja potencijalne barijere na granici i kontakti se nazivaju *Schottky*-evim. Za promjene u elektroničkoj strukturi na granici metala i dijamanta odgovorne su razlike u Fermijevim nivoima. Ovisno o njihovim relativnim pozicijama, dolazi do toka elektrona iz metala u dijamant ili obrnuto. Tok naboja uzrokuje porast električnog polja koje se protivi daljnjoj migraciji naboja i postiže se ravnotežno stanje. Uspostavljeno polje nije homogeno već se mijenja s udaljenošću unutar dijamanta pa dolazi do savijanja energijskih vrpci. Takve vrpce tvore potencijalnu barijeru čija visina ovisi o radnoj funkciji metala i afinitetu prema elektronu dijamanta. Na slici 3.6 dan je shematski prikaz savijanja vrpci i razvoja barijere na granici metala i dijamanta n-tipa. Vrijednosti elektronskog afiniteta dijamanta uvelike ovise o načinu terminacije površine i razlikuju se od uzorka do uzorka. Međutim, razlika potencijala na Schottky barijeri rijetko kad premašuje 3-4 eV [36]. Budući da su pri ispitivanju detektora

u ovom radu uglavnom korišteni znatno veći naponi, utjecaj kontaktne barijere može se zanemariti.

Kombinacija izvanredne čvrstoće i pogodnih električkih svojstava omogućuje primjenu dijamanta za izradu minijaturnih detektora nabijenih čestica. Tako se dijamantni detektori mikrometarskih dimenzija već koriste u dozimetriji kod hadronske terapije, a u ovom je radu napravljen vrlo tanki transmisijski detektor, koji može istovremeno služiti i kao vakuumski prozor za propuštanje ionskog snopa u atmosferu. Takav detektor omogućuje detekciju pojedinačnih iona koji izlaze iz vakuumskog sustava te se može primijeniti u eksperimentima koji zahtijevaju ozračivanje uzoraka izvan vakuumske komore, s točno određenom dozom ubrzanih nabijenih čestica. Konkretnije, detektor je namijenjen za postavljanje na mikroprobnoj liniji akceleratorskog sustava u Laboratoriju za interakcije ionskih snopova (LIIS), Zavoda za eksperimentalnu fiziku na Institutu Ruđer Bošković. Radi boljeg razumijevanja motivacije za izradu tankog detektora, u odjeljcima 4.1 i 4.2 opisan je izgled ionske mikroprobe i uporaba vanjskog mikro-snopa za ozračivanje uzoraka u zraku. Zatim slijede poglavlja o izradi tanke dijamantne membrane i konačnog detektorskog sustava.

### 4.1. Nuklearna mikroproba

Nuklearna mikoproba je uređaj kojim se do uzorka dovodi stabilan i prostorno fokusiran snop iona, prethodno ubrzanih ubrzivačem čestica. U daljnjem tekstu opisani su dijelovi i osnove rada mikroprobe u LIIS-u. Fokusiranje snopa na mikrometarske dimenzije obavlja se kombinacijom pukotina i magnetskih kvadrupola, koji prema analogiji s optikom, predstavljaju svojevrsne ionske leće (slika 4.1). Općenito, prolaskom nabijene čestice kroz magnetsko polje kvadrupola javlja se sila na česticu. Usmjerenost sile je takva da u jednoj osi česticu usmjerava prema, a u drugoj osi od središta snopa. Drugim riječima, svaki magnetski kvadrupol istovremeno fokusira snop iona u jednoj osi, a defokusira u drugoj. Stoga se uvijek koriste kombinacije od dva, ili više kvadrupola, kako bi se snop fokusirao u obje osi. Mikroproba u LIIS-u najčešće koristi tripletnu konfiguraciju kvadrupola, kojom se postižu prostorne dimenzije ionskog snopa od 1 µm ili manje. Pritom, prva dva kvadrupola fokusiraju u istoj, a treći kvadrupol, s kraćom žarišnom duljinom, u suprotnoj osi. Početna dimenzija snopa određena je objektnim pukotinama i reda je 100 µm. Na udaljenosti 7,5 m od objektnih pukotina, nalaze se kolimatorske pukotine. Njihova je zadaća rezanje haloa snopa, a uobičajeni otvor im je od 100 µm do 1 mm. Za skeniranje snopa koristi se magnetski skener koji se kontrolira programom za prikupljanje podataka na osobnom računalu. Na kraju mikroprobne linije nalazi se komora u koju se postavljaju uzorci za analizu. Komora je opremljena s nekoliko detektora za standardne analitičke metode kao što su PIXE, RBS, STIM, itd.



(b)



mikro-manipulator kamera

Slika 4.1: (a) Shematski prikaz nuklearne mikroprobe. (b) Snimak završnog dijela mikroprobne linije u LIIS-u.

### 4.2. Ozračivanje uzoraka vanjskim mikro-snopom

Ozračivanje uzoraka ionskim mikro-snopom nalazi široku primjenu u nuklearnoj fizici, fizici materijala, biologiji, medicini, umjetnosti, arheologiji, itd. Pritom je uobičajeno postavljanje uzoraka za analizu u vakuumsku komoru na kraju eksperimentalne linije kojom se provodi snop ubrzanih iona. Međutim, pojedini se uzorci ne mogu smjestiti u vakuumsku komoru. Na primjer, montiranje nekih elektroničkih sklopova i čestičnih detektora u vakuumsku komoru može biti zahtjevno zbog njihove veličine ili velikog broja kablova kojima se povezuju s popratnom elektronikom. S druge strane, ako se radi o biološkom materijalu poput ozračivanja živih stanica, uzorci ne bi preživjeli uvjete niskog tlaka (tlak u komori je obično  $10^{-6} - 10^{-8}$  mbar). U takvim je okolnostima potrebno propustiti ione iz vakuumskog sustava u atmosferu, do mjesta gdje je postavljen uzorak. Kao izlazni prozori uobičajeno se koriste tanke folije izrađene od raznih materijala, npr. silicijevog nitrida (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>), debljine od nekoliko stotina nanometara. Osnovni zahtjevi za vakuumske prozore su izdržljivost uslijed mehaničkog naprezanja zbog razlike tlakova te minimalni utjecaj na energiju iona i njenu neodređenost. Optimalna debljina prozora određuje se tako da čim bolje zadovolji oba zahtjeva. Uz debljinu bitan je i izbor materijala. Materijali veće gustoće više doprinose degradaciji snopa, zbog češćih interakcija iona s atomima u foliji. Za proučavanje lokaliziranih efekata zračenja fokusiranim mikro-snopom dodatni zahtjev predstavlja zadržavanje prostorne usmjerenosti snopa i njegove mikrometarske dimenzije. Ovdje čak i bitniju ulogu od debljine i gustoće izlaznog prozora ima udaljenost između prozora i uzorka koji se nalazi u zraku. Naime, sudarima s atomima u foliji ioni u snopu počinju divergirati od ravnih putanja te na izlasku iz folije imaju povećanu komponentu brzine okomitu na smjer širenja snopa. Daljnjim sudarima s molekulama u zraku divergencija snopa raste, a prostorna razlučivost opada s udaljenošću od prozora.

Da bi se točno odredio broj iona kojim se uzorak ozrači, potreban je detekcijski sustav 100%-tne efikasnosti. Kod vanjskih snopova koji imaju dovoljnu energiju da prođu kroz uzorak takav je sustav jednostavno izvesti postavljanjem detektora odmah iza uzorka. No, situacija se bitno komplicira ukoliko se ioni zaustavljaju u samom uzorku. Tada je detekciju potrebno obaviti ispred uzorka, bilo pomoću transmisijskog detektora, ili pri prolasku čestice kroz izlaznu foliju. Zbog potrebe za minimizacijom udaljenosti između uzorka i izlaznog prozora kod vanjskog mikro-snopa, umetanje transmisijskog detektora nije prihvatljiva opcija. Stoga je većina dosadašnjih detektorskih sustava pokušavala detektirati česticu na izlasku iz vakuuma. U tom slučaju dominiraju dvije različite tehnike detekcije:

- a) detekcija sekundarnih elektrona koji se emitiraju kod prolaska iona kroz foliju;
- b) detekcija fotona emitiranih iz tanke scintilacijske folije koja je u dodiru s izlaznim prozorom.

Emisija sekundarnih elektrona s folije daje zadovoljavajuću efikasnost za teže ione, no ona znatno opada za lake ione. Tako je efikasnost detekcije 2 MeV-skih protona emisijom sekundarnih elektrona oko svega 60% [37]. Iako zadovoljavajuće efikasnosti i za protone, uporaba scintilacijske folije zahtjeva pak relativno složenu elektroničku opremu i potpuno zamračenje okoline, što onemogućuje promatranje uzorka tijekom ozračivanja [38]. Upravo radi otklanjanja opisanih poteškoća sustava koji su trenutno u raširenoj uporabi, započet je razvoj tanke dijamantne membrane koja istovremeno može služiti kao vakuumski prozor za prolaz mikro-snopa, ali i kao transmisijski detektor za detekciju pojedinačnih iona. Do sada su postojala dva pokušaja izrade ekvivalentnog postava baziranog na tankom silicijskom detektoru [39, 40]. No, u oba su slučaja prijavljeni nepremostivi problemi u radu uređaja, u vidu velike struje curenja [39], odnosno deformacije izlaznog signala detektora izloženog velikoj razlici tlakova [40].

### 4.3. Izrada dijamantne membrane

Najtanji kristali CVD dijamanta koji se trenutno mogu nabaviti na tržištu imaju debljinu od 30  $\mu$ m i ne mogu se se upotrijebiti kao vakuumski prozori. Imajući na umu da konačna debljina detektora treba biti tek nekoliko mikrometara, može se izračunati da će tranzitno vrijeme nosioca naboja u uvjetima saturacijske brzine biti manje od 100 ps. Kratko tranzitno vrijeme otvara mogućnost upotrebe manje kvalitetnog i znatno jeftinijeg materijala, umjesto kristala elektroničke kvalitete, kakvi se najčešće koriste za izradu dijamantnih detektora. Za početak su, od kompanije Element Six, naručeni 300  $\mu$ m debeli scCVD dijamanti optičke kvalitete (5 ppb < [N] < 1 ppm) površine 3×3 mm<sup>2</sup>. Kristali su izrastani CVD procesom potaknutim mikrovalnom plazmom na <1 0 0> orijentiranom HPHT supstratu. Iz jednog takvog kristala, laserskim rezanjem i mehaničkim poliranjem (obavila američka tvrtka Delaware Diamond Knives) dobivaju se dvije pločice debljine oko 30  $\mu$ m. Daljnje je stanjivanje obavljeno na institutu CEA Saclay pokraj Pariza. Kako bi se stanjio samo središnji dio pločice (površine 2×2 mm<sup>2</sup>), uzorak je prekriven maskom izrađenom laserskim rezanjem jeftinog dijamanta loše kvalitete (slika 4.2a). Bitno je da maska i postolje na kojem se nalazi uzorak također budu od dijamanta. U suprotnom, tijekom postupka se na površini dijamanta mogu taložiti



Slika 4.2: (a) Neke od korištenih maski za prekrivanje uzorka pri jetkanju. (b) Shematski prikaz unutrašnjosti PLASSYS uređaja tijekom jetkanja dijamanta. (c) PLASSYS uređaj na institutu CEA u Saclay-u.

drugi materijali što, utječe na brzinu i homogenost jetkanja. Za jetkanje je korištena  $Ar/O_2$  plazma u magnetronskom PVD (eng. *Physical Vapour Deposition*) uređaju (PLASSYS, slike 4.2 b i c), kojemu je uobičajena namjena proizvodnja tankih filmova. Pritom je magnetronsko polje blokirano pomoću debelog  $\mu$ -metala (slitina nikla i željeza) da se izbjegnu nehomogenosti u plazmi i omogući jednoliko jetkanje izložene površine dijamanta. Uzorak je postavljen na mjesto mete koja se inače rasprašuje. Stopa jetkanja je iznosila oko 1  $\mu$ m/h, a konačna debljina stanjenog dijela nešto manje od 6  $\mu$ m. Prije i nakon jetkanja uzorci su podvrgnuti standardnom čišćenju koje uključuje sljedeće postupke:

- Skidanje organskih ostataka s površine u mješavini sulfatne i nitratne kiseline (3 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 1 HNO<sub>3</sub>) na temperaturi od 260 °C kroz otprilike pola sata;
- 2. Ispiranje deioniziranom vodom;
- Skidanje metalnih nečistoća u otopini vodikovog peroksida i klorovodične kiseline (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> + HCl) na temperaturi od 70°C kroz desetak minuta;
- 4. Nekoliko uzastopnih ispiranja deioniziranom vodom u ultrazvučnoj kadici;
- 5. Sušenje uzorka u dušikovoj atmosferi (N<sub>2</sub>).

## 4.3. Strukturni defekti

Idealni kristal dijamanta optički je izotropan. To znači da mu je indeks loma svjetlosti jednak u svim smjerovima rešetke. Naprezanja kristalne rešetke, povezana s nečistoćama i strukturnim defektima poput dislokacija uvode lokalnu anizotropiju koja uzrokuje dvolomnost, odnosno prisutstvo više različitih indeksa loma. Metodom okomito polarizirane svjetlosne mikroskopije moguće je detektirati mjesta na kojima dolazi do takve promjene optičkih svojstava. Shematski prikaz mjerenja dan je na slici 4.3a. Uzorak se postavlja između polarizatora i njemu okomitog analizatora. Ako je uzorak optički izotropan, vrlo malo svjetlosti dolazi do promatrača. Dvolomnost uzrokuje zakretanje osi polarizacije pri prolasku svijetla kroz uzorak, čime se razvija komponenta paralelna osi analizatora i dio svjetlosti ipak izlazi iz uređaja. Stoga se strukturni defekti vide kao svijetla područja na inače tamnoj slici. Dijamantne pločice dobivene rezanjem 300 mikrometara debelih kristala snimljene su metodom okomito polarizirane svjetlosti prije početka jetkanja. Slika 4.3b prikazuje rezultate

(a)







Slika 4.3: (a) Osnove mjerenja optičke anizotropnosti metodom okomito polarizirane svjetlosti. (b) Različiti dijamantni kristali snimljeni kroz okomite polarizatore (vidi tekst).

zabilježene digitalnom kamerom. Lijevo se nalazi uzorak iz kojeg je kasnije napravljen transmisijski detektor. U sredini je još jedan uzorak iz iste serije dijamanata. Kod oba je uzorka tamno područje mjestimično prekinuto svijetlim točkama koje ukazuju na proširene strukturne defekte. Iako su kristali deklarirani kao jednaki po kvaliteti i koncentraciji nečistoća te zajedno naručeni od proizvođača, uočava se prilična razlika u gustoći i obliku postojećih defekata. Izolirane tamne točke okružene svjetlošću križnog oblika, kakve se vide na lijevom uzorku, odgovaraju linijskim nakupinama dislokacija. One mogu doprinositi povećanju tamne struje stvaranjem vodljivog puta kroz unutrašnjost detektora i/ili nepotpunoj kolekciji naboja zbog uhvata u zamke. Ipak, malo je vjerojatno da se linijski defekti protežu kroz svih 30 µm pa se dodatnim jetkanjem odstranjuje i dio dislokacija. Za očekivati je da u tankom transmisijskom detektoru gustoća dislokacijskih nakupina bude vrlo mala. Njihov utjecaj na rad detektora vidjet će se pri ispitivanju elektroničkih svojstava. Skroz desno na slici 4.3b, prikazana je dijamantna membrana iz koje je napravljen još jedan tanki detektor koji će često služiti za usporedbu. Na njoj se ne vide gotovo nikakva naprezanja rešetke. Kristal od kojeg je izrađena, naručen je odvojeno, s razlikom da je pločica već u početku bila debljine 30-tak µm pa nije dodatno laserski rezana, a poliranje je obavljeno od strane samog proizvođača (Element Six).

## 4.5. Hrapavost površine

Nakon jetkanja analizirana je površina na stanjenom dijelu membrane metodama mikroskopije atomskih sila, AFM (eng. *atomic force microscopy*) i optičke interferometrije. Rezultati AFM mjerenja ukazuju na prosječnu hrapavost površine manju od nekoliko nanometara (slika 4.4a). Optičkim interferometrom ispitane su mikroskopska i makroskopska topografija. Na mikroskopskoj skali uočeni su pravilni tragovi koji prate linije mehaničkog poliranja početnih kristala, iz čega slijedi da se površinska morfologija jetkanjem ne mijenja. Na makroskopskoj skali primjećena su ispupčenja u obliku luka, visine do 200 nm i širine nešto veće od 1 mm (slika 4.4b). Nije još razjašnjeno nastaje li ispupčenje kao posljedica poliranja, jetkanja ili nečeg trećeg. Za nekoliko mikrometara debelu membranu takav luk ne predstavlja problem, ali bi mogao igrati značajnu ulogu u proizvodnji membrana tanjih od 1 μm. Ograničenje cijelog procesa stanjivanja dijamanta dolazi od početnog otklona u paralelnosti nasuprotnih strana dijamantne pločice, uslijed čega se jetkanjem mogu pojaviti



Slika 4.4: (a) Hrapavost površine scCVD dijamanta nakon jetkanja Ar/O<sub>2</sub> plazmom, snimljena AFM-om. Lijevo je 2D mapa a desno odgovarajući profili za linije naznačene na mapi. (b) 2D slika dijamantne membrane napravljena optičkom interferometrijom (lijevo) te topografski profili duž dva međusobno okomita smjera.

rupice na uzorku. Kod analiziranih uzoraka otkloni su znali biti i po nekoliko mikrometara na površini od  $9 \text{ mm}^2$ .

## 4.6. Slaganje detektora

Da bi se izjetkana membrana mogla upotrijebiti za detekciju nabijenih čestica, potrebno je napraviti električne kontakte na obje njene strane. U istom uređaju u kojem je provedeno jetkanje kasnijim su PVD postupkom naneseni oko 300 nm debeli filmovi aluminija. Membrana se pokazala izdržljivom prilikom rukovanja i čišćenja u kiselini i ultrazvučnoj kadici. Od 8 procesiranih uzoraka, samo je jedan nehotice slomljen. Tome zasigurno



**Slika 4.5**: (a) Dijamantna membrana s električnim kontaktima. Vidi se rub izjetkanog područja koje je zamaknuto u odnosu na gornju elektrodu. (b) Tlocrt i (c) poprečni presjek metalizirane membrane.

doprinosi mehanička čvrstoća dijamanta, ali i deblji, 30 mikrometarski okvir koji nije jetkan. Prikaz metalizirane membrane dan je na slici 4.5.

Za potrebe montiranja detektora na mikroprobnu komoru dizajnirano je mjedeno postolje kompatibilno s KF16 standardom (slika 4.6a). Kroz sredinu postolja probušena je rupa promjera 1,5 mm. Membrana je za postolje pričvršćena vodljivim epoxy ljepilom koje omogućuje električni kontakt jedne elektrode i uzemljenog postolja. Druga je strana 40 µm



Slika 4.6: (a) Dizajn i (b) konačni izgled detektorskog postava s dijamantnom membranom.

debelom zlatnom žicom, povezana sa SMA konektorom, koji se također nalazi na postolju i omogućuje spoj prema pretpojačalu. Na slici 4.6b prikazan je konačni izgled transmisijskog detektora.

## 4.7. Ostali uzorci

Pored transmisijskog detektora u radu su korištena još dva tanka dijamantna detektora:

I. Komercijalni dijamantni detektor kupljen kod tvrtke Diamond Detectors Ltd., debljine 50 μm (slika 4.7). Detektor je izrađen od scCVD dijamanta elektroničke kvalitete ([N] < 5 ppb), izrastanog u reaktoru kompanije Element Six.</p>



Slika 4.7: (a) Snimak i (b) poprečni presjek komercijalnog dijamantnog detektora debljine 50  $\mu m$ 

II. Membrana2 dijamantni detektor (slika 4.8), također izrađen opisanim postupkom jetkanja iz 30 μm debelog scCVD kristala dijamanta optičke kvalitete proizvedenog u kompaniji Element Six (slika 4.3 desno dolje). Uzorak nije laserski rezan niti je naknadno poliran kao u slučaju transmisijskog detektora. Debljina stanjenog dijela iznosi oko 7 μm. Detektor je postavljen na običnu PCB pločicu pa nije transparentan za nabijene čestice.



Slika 4.8: (a) Metalizirana dijamantna membrana od koje je napravljen membrana2 detektor.(b) Snimak membrana2 detektora.

# 5. SVOJSTVA TRANSMISIJSKOG DETEKTORA

Poznavanje elektroničkih svojstava detektora, poput struje curenja i transportnih karakteristika nosioca naboja, nužno je pri uspostavljanju optimalnih uvjeta za njegov rad. Budući da je debljina proizvedenog transmisijskog detektora toliko mala da se sva kolekcija naboja odvije unutar 100 ps, pokušaj izravnog mjerenja inducirane struje ne bi imao smisla zbog nedovoljnog frekvencijskog raspona dostupnih elektroničkih uređaja (pojačalo, osciloskop). Stoga vrijednosti brzine pomaka, a time i mobilnosti elektrona i šupljina nisu mogle biti izmjerene, već su po potrebi preuzete iz drugih izvora. Vrijeme života nosioca naboja i efikasnost skupljanja naboja određeni su metodom naboja induciranog ionskim snopom, IBIC (eng. *Ion Beam Induced Current*). Uspješna upotreba detektora za brojanje čestica koje kroz njega izlaze u atmosferu ovisi uvelike o odnosu signala i šuma. Osobita je pažnja pridana efikasnosti detekcije protona koji u detektoru ostavljaju mali dio svoje energije. Osim elektroničkih svojstava provjerena je izdržljivost membrane u uvjetima velike razlike tlakova te utjecaj na prostornu dimenziju snopa koji prolazi kroz detektor. Otpornost na zračenje i degradacija signala zbog polarizacije detektora obrađeni su u zasebnoj cjelini.

## 5.1. Struja curenja

Mjerenje ovisnosti struje kroz detektor o električnom polju, u uvjetima termodinamičke ravnoteže i bez vanjske pobude, pruža vrijedne informacije o koncentraciji slobodnih nosioca naboja u detektoru i prirodi granice između metala i poluvodiča (dijamanta). Veće vrijednosti struje curenja znače i intrinsično lošiji omjer signala i šuma. S obzirom na širinu zabranjenog pojasa od 5,5 eV, za očekivati je da broj elektrona koji se na sobnoj temperaturi nalaze u vodljivoj vrpci dijamanta bude zanemariv. Točnije, prema izrazu (2.3), koncentracija slobodnih nosioca u intrinsičnom dijamantu pri 300 K reda je veličine ~ 10<sup>-28</sup> cm<sup>-3</sup>. Stoga je struja curenja u dijamantnom detektoru uglavnom posljedica dva moguća mehanizma vodljivosti. Jedan uključuje generaciju slobodnih nosioca na defektima rešetke koji unose dodatne nivoe u zabranjeni pojas, a drugi površinsko vođenje struje. Ovo potonje odvija se preko površinskih energijskih stanja, najvjerojatnije induciranih oštećenjima pri rezanju i poliranju kristala. Ako je detektor izložen atmosferskim uvjetima mogu se pojaviti parazitske struje zbog nakupljanja molekula vode na površini.

*Mjerenje* Struja curenja transmisijskog detektora izmjerena je vrlo osjetljivim elektrometrom Keithley 6487, uz promjenu napona u koracima od 5 V. Polaritet primijenjenog napona definiran je u odnosu na potencijal gornje elektrode. Nakon svake promjene napona, uređaj je čekao neko vrijeme da se struja stabilizira i zatim očitavao 10 vrijednosti, frekvencijom od oko 1 Hz. Detektor je tijekom mjerenja postavljen na zraku te izložen osvijetljenju u prostoriji, jer bi u takvim uvjetima trabao raditi kao prozor prema vakuumiranoj komori.

**Rezultati i diskusija** Slika 5.1 prikazuje iznose medijana za 10 očitanih struja curenja, pri svakom od zadanih napona na transmisijskom detektoru. Visoka otpornost dijamanta ogleda se u vrijednostima struje, koje ne izlaze iz pA područja sve do napona od  $\pm$  60 V, što odgovara električnom polju od oko 10 V/µm. Kod debljih dijamantnih detektora (200 – 500 µm), već na znatno manjim poljima (2-3 V/µm) dolazi do proboja koji se ogleda u naglom porastu struje curenja [41]. Ovdje se tzv. *meki proboj* uočava na oko -50 V. No, sve do konačnih -70 V, struja ne prelazi nekoliko nA, što je još uvijek dovoljno mala vrijednost da ne stvara probleme pri radu detektora. Veće vrijednosti napona nisu isprobane kako se ne bi uzrokovalo trajnije oštećenje detektora uslijed proboja.

Opisanim mjerenjem nije moguće razlikovati doprinose unutarnje i površinske struje. Stoga je za procjenu gornje granice električke vodljivosti membrane pretpostavljeno da sva struja teče kroz unutrašnjost detektora. Isječak na slici 5.1a pokazuje ohmsku karakteristiku struje za široki raspon napona. Manje odstupanje postoji na vrlo niskim naponima, iz čega se može zaključiti da ipak postoji određena barijera na granici metala i dijamanta. Njen je utjecaj na rad detektora zanemariv budući da su standardni radni naponi reda nekoliko desetaka volta.



Slika 5.1: Apsolutne vrijednosti struja curenja (a) transmisijskog i (b) membrana2 detektora. Manji isječak prikazuje ohmsko ponašanje struje na linearnoj skali za napone od -40 do +40 V.

Linearnom prilagodbom na podatke iz isječka (izuzimajući područje od -5 V do +5 V) određen je ukupan otpor uzorka u iznosu  $8.6 \times 10^{12} \Omega$ . Otpornost dijamanta se dalje računa prema izrazu

$$\rho = R \frac{A}{d} = 5,75 \times 10^{12} \,\Omega m, \tag{5.1}$$

a vodljivost kao tome recipročna vrijednost,  $\sigma = 1,74 \times 10^{-13} \,\Omega^{-1} m^{-1}$ . Vodljivost materijala povezana je s koncentracijom slobodnih nosioca naboja i njihovom mobilnošću kao:

$$\sigma = e \cdot n_e \cdot \mu_e + e \cdot n_p \cdot \mu_p \tag{5.2}$$

Ako se pretpostavi jednaka mobilnost elektrona i šupljina, koja odgovara njihovoj prosječnoj vrijednosti,  $\mu_e = \mu_p = \bar{\mu} = 2000 \frac{cm^2}{Vs}$ , izraz (5.2) postaje

$$\sigma = e \cdot n_{uk} \cdot \bar{\mu},\tag{5.3}$$

pri čemu je  $n_{uk} = n_e + n_p = 5.4 \times 10^6 m^{-3}$ . Slijedi da broj slobodnih nosioca naboja,  $N_{uk}$ , u kristalu dijamanta dimenzija 2 mm × 2 mm × 6 µm, iznosi oko  $1.3 \times 10^{-4} \approx 0$ . Dakle, na sobnoj temperaturi u volumenu membrane nema gotovo niti jednog slobodnog nosioca naboja.

Za usporedbu je na slici 5.1b prikazana struja curenja membrana2 detektora, izmjerena visokootpornim uređajem ADCMT 8340A. Istim je uređajem izmjeren i kapacitet pri različitim naponima. Struja curenja je za red veličine manja od one kod transmisijskog detektora. Vjerojatni je razlog nešto bolja kvaliteta dijamantnih kristala i manji broj strukturnih defekata, što se vidi i sa snimaka napravljenih okomitim polarizatorima. Općenito, iznimno male struje curenja membranskih detektora posljedica su malog broja strukturnih defekata u tankom dijamantnom sloju te pasivizacije plitkih energijskih stanja dušikom [42], kojeg u kristalima optičke kvalitete ima znatno više nego u onima elektroničke kvalitete. I kod membrana2 detektora se uočava prisutnost barijere na niskim negativnim naponima, pa je cijeli I-V graf malo pomaknut. Taj pomak sigurno nije posljedica pogrešnog baždarenja jer korišteni uređaj daje samo jedan polaritet napona, pa je struja za negativne i pozitivne napone

(s obzirom na gornju elektrodu) mjerena zasebno s istim parametrima mjernog postava. Kapacitet je neovisan o naponu i iznosi 26,6 pF. Ako se kapacitet detektora izračuna prema modelu kapacitora s paralelnim pločama, za koji vrijedi

$$C = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \cdot \frac{A}{d'} \tag{5.4}$$

pri čemu je *A* površina ploča (u računu korištena površina metaliziranog dijela od 4 mm<sup>2</sup>), a *d* udaljenost među pločama (7  $\mu$ m), dobiva se vrijednost od 27,8 pF, vrlo bliska izmjerenoj.

### 5.2. Debljina detektora

*Mjerenje* Prosječna debljina stanjenih dijamantnih membrana određena je mjerenjem gubitka energije  $\alpha$ -čestice pri prolazu kroz membranu. Visine nabojnih signala  $\alpha$ -čestica, emitiranih iz radioaktivnog izvora <sup>241</sup>Am izmjerene su pomoću silicijskog detektora u slučaju kada čestica izravno upada u detektor i u slučaju kada prvo prolazi kroz membranu postavljenu pred detektorom. Iz razlike tih signala može se izračunati energija koju čestica deponira u membrani.

**Rezultati i diskusija** Na slici 5.2. prikazani su spektri  $\alpha$ -čestica u silicijskom detektoru, s i bez dijamantne membrane postavljene ispred. Simulacijama upada 5,5 MeV-skih  $\alpha$ -čestica u dijamant (uz korištenje programa SRIM), pronađeno je da izmjereni gubici energije odgovaraju debljinama dijamanta od 5,7  $\mu$ m za transmisijski detektor te 6,9  $\mu$ m za detektor



**Slika 5.2**: Spektri α-čestica iz <sup>241</sup>Am u silicijskom detektoru s i bez membrane ispred detektora. (a) Membrana iz transmisijskog detektora. (b) Membrana iz membrana2 detektora.

membrana2. Opisani postupak nema prostornu razlučivost pa su dobivene vrijednosti debljine prosjek za cijelu stanjenu površinu. Varijacije u debljini kasnije će se istražiti IBIC analizom na mikroprobi.

## 5.3. Utjecaj na prostornu razlučivost snopa

Da bi se dijamantna membrana mogla upotrijebiti kao izlazni prozor za ionski mikro-snop, njen utjecaj na prostornu razlučivost snopa mora biti minimalan. Prolaskom snopa kroz membranu neizbježno dolazi do njegovog širenja uslijed sudara iona s atomima u dijamantu. S gledišta gustoće materijala, dijamant nije osobito pogodan za izradu vakuumskog prozora. Gusto pakirani atomi u dijamantnoj kristalnoj rešetki povećavaju šansu za raspršenja upadnih



Slika 5.3: Simulacija lateralne raspodjela 2 MeV-skih protona: (a) neposredno poslije i (b) 150 μm nakon prolaska kroz 6 μm debeli sloj dijamanta. Lijevo su prikazani konačni položaji svakog od 300000 simuliranih iona u SRIM-u. Desno su projekcije broja iona na x-os.

iona. Olakotna okolnost je relativno mala atomska masa ugljika, zbog koje takva raspršenja najčešće ne rezultiraju velikim otklonima od početne putanje iona.

Prije eksperimentalne provjere kvarenja razlučivosti snopa izrađene su SRIM simulacije za prolazak protona energije 2 MeV kroz 6 µm debeli dijamantni sloj. Kako program daje lateralnu poziciju iona po zaustavljanju, ali ne i transmitiranih iona na izlasku iz materijala, iza dijamantnog sloja postavljen je sloj olova, kojem je gustoća povećana 10000 puta. Time se postiže trenutno "zamrzavanje" poprečnog izgleda snopa na ulazu u olovni sloj, što omogućuje dobivanje lateralne raspodjele iona unutar snopa. U stvarnom eksperimentu, nemoguće je postići da dijamantna membrana i uzorak budu u neposrednom dodiru. Stoga su simulacije napravljene za razmake između dijamanta i olovnog sloja od 0 i 150 µm koliko iznosi procijenjeni razmak između membrane i bakrene mrežice u kasnijem mjerenju. Slika 5.3 pokazuje izgled poprečnog presjeka snopa u trenutku ulaska u olovo. Uočljiv je jak utjecaj udaljenosti od dijamanta na širenje snopa. Ipak, i na udaljenosti od 150 µm razlučivost snopa je još uvijek reda par mikrometara. Širina snopa definirana je kao dvostruka vrijednost radijusa na kojem maksimalni intenzitet snopa padne za 1/e<sup>2</sup>. Pritom treba uzeti u obzir da SRIM pretpostavlja istu upadnu točku za sve ione, dakle u simulacijama je početna širina snopa prije ulaska u dijamant praktički nula, što nije slučaj sa stvarnim mikro-snopom.

Mjerenje Širenje snopa zbog prolaska kroz membranu ispitano je eksperimentalno skenirajućom mikroskopijom transmitiranih iona, STIM-om (eng. *Scanning Transmission Ion Microscopy*). Pritom je iskorišten dio jedne od proizvedenih membrana koja se slomila prilikom rukovanja. Na poleđinu slomljene membrane prislonjena je bakrena mrežica s dimenzijom ćelije od 25 µm te je iza uzorka postavljen silicijski detektor. Pomoću optičkog mikroskopa procijenjena je udaljenost između mrežice i dijamanta na oko 150 µm. Mikrosnop protona energije 2 MeV-a skeniran je preko ruba slomljenog dijela membrane. Na jednom su dijelu skenirane površine protoni upadali izravno na mrežicu i dalje prema detektoru, dok su na drugom dijelu najprije prolazili kroz slomljeni dio dijamantne membrane.

*Rezultati i diskusija* Slika 5.4 prikazuje rezultat STIM analize slomljene membrane s pričvršćenom mrežicom. U svakoj točki mape prikazan je broj protona koji su na tom položaju zabilježeni silicijskim detektorom. Na dijelu gdje su protoni prvo prolazili kroz dijamantnu membranu, oštrina rubova je nešto manja, ali je prostorna razlučivost još uvijek dovoljna za snimanje struktura od desetak ili više mikrometara. Širina snopa izračunata je iz

promjene broja detektiranih iona na prijelazu preko ruba bakrene mrežice. Uz pretpostavku Gaussove raspodjele intenziteta ionskog snopa koji dolazi u komoru

$$I(r) = I_0 e^{-\frac{2r^2}{w^2}},$$
(5.5)

pri čemu je w radijus na kojem maksimalni intenzitet,  $I_0$ , padne za  $1/e^2$ , može se pokazati da je intenzitet dijela snopa koji prolazi preko oštrog ruba ovisan o položaju snopa na sljedeći način:



**Slika 5.4**: STIM slika bakrene mrežice (dimenzija ćelije 25 μm) ozračene mikro-snopom protona energije 2 MeV. (a) Protoni prolaze izravno kroz mrežicu. (b) Protoni prvo prolaze kroz dijamantnu membranu. Deblja isprekidana linija na slikama lijevo prikazuje granicu slomljene membrane. Tanke isprekidane linije označavaju područja iz kojih su projekcijom na x-os dobivene raspodjele broja događaja prikazane desno.

$$I(x) = \frac{I_0}{2} \left\{ 1 - \operatorname{erf}\left[\frac{\sqrt{2}(x-A)}{w}\right] \right\}.$$
 (5.6)

Erf(x) predstavlja Gaussovu funkciju pogreške (eng. Gauss error function)

$$Erf(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^x e^{-u^2} du,$$
 (5.7)

a A pomak početne točke mjerenja od oštrog ruba.

Broj zabilježenih događaja u točkama unutar pravokutnika označenih tankom isprekidanom crtom na slici 5.4 projiciran je na x-os. Iz prilagodbe tako dobivene distribucije intenziteta transmitiranog snopa na izraz (5.6) određena je vrijednost w. Širina snopa jednaka je 2w. U slučaju bez membrane ona iznosi 1,4  $\mu$ m (slika 5.4a), dok je s membranom nešto veća i iznosi 2,6  $\mu$ m (slika 5.4b). Na većinu primjena takvo kvarenje prostorne razlučivosti neće imati značajnijeg utjecaja. Dobiveni rezultati potvrđuju ranije prikazane simulacije, u kojima je širenje snopa također bilo reda 1-2  $\mu$ m. No, bitno je još jednom upozoriti da će konačna širina snopa na ispitivanom uzorku uvelike ovisiti o razmaku između uzorka i membrane. U opisanom mjerenju on je iznosio oko 150  $\mu$ m (mrežica je u tom mjerenju zapravo uzorak), što je razumna vrijednost koja se može postići i u drugim eksperimentima.

## 5.4. Analiza IBIC metodom

Mikroskopija naboja induciranog ionskim snopom temelji se na određivanju elektroničkih svojstava materijala pomicanjem fokusiranog snopa MeV-skih energija preko uzorka. Metoda se koristi od ranih 1990-ih [43] za mjerenje kvalitete prijenosa naboja unutar elektroničkih sklopova ili poluvodičkih detektora i omogućuje mapiranje parametara kao što su efikasnost skupljanja naboja, vrijeme života nosioca naboja, mobilnost, duljina difuzije, itd.

Osnovni mjerni postav potreban za IBIC mikroskopiju je ionska mikroproba opisana u odjeljku 3.1. U radu su korišteni snopovi iona iz Tandetron i Tandem Van de Graaf ubrzivača Laboratorija za interakcije ionskih snopova pri Institutu Ruđer Bošković [44]. Slika 5.5 prikazuje shemu oba ubrzivača s pripadnim eksperimentalnim linijama za razne vrste mjerenja. Uporaba iona ubrzanih na energije reda nekoliko megaelektronvolta pruža značajne prednosti pred sličnim mjerenjima s elektronskim ili laserskim snopovima:



Slika 5.5: Pregled ubrzivača čestica i eksperimentalnih linija na Institutu Ruđer Bošković. Naznačeni su i ionski izvori koji su trenutno u pogonu.



**Slika 5.6**: Simulacija putanje ugljikovih iona (lijevo) i protona (sredina i desno) u dijamantu izrađena pomoću programskog paketa *SRIM 2008* za energije koje su korištene u ovom radu. Svaka linija predstavlja putanju jednog iona.

- I. Izborom mase i energije iona moguće je jednostavno mijenjati njihov doseg u materijalu. Tako se detektor može analizirati transmisijskim snopom, koji proizvodi skoro homogenu distribuciju e-h parova, ili vrlo plitkim snopom, koji se zaustavlja u blizini elektrode kroz koju prolazi. U tom slučaju jedna vrsta nosioca naboja dominira induciranim signalom, što omogućuje razlikovanje doprinosa elektrona i šupljina promjenom smjera električnog polja u detektoru.
- II. Ubrzani ioni uglavnom zadržavaju svoj smjer pri prolasku kroz materijal (slika 5.6). Naime, dominantni način gubitka energije ubrzanih iona su sudari s elektronima u vanjskim ljuskama atoma u uzorku (elektronska zaustavna moć). Gubitak energije iona u svakom je sudaru vrlo mali pa ga takva interakcija teško može skrenuti s njegove putanje. Promjene smjera događaju se pri sudarima s jezgrama (nuklearna zaustavna moć), koji postaju dominantni tek na manjim energijama čestice, kad ona više nema dovoljnu brzinu da bi se značajnije udaljila od pravca gibanja. IBIC mjerenja zato zadržavaju dobru prostornu razlučivost i na relativno velikim dubinama u materijalu.
- III. Ioni deponiraju velik dio svoje energije ionizacijom materijala. Količina proizvedenog naboja prolaskom pojedinog iona dovoljna je da inducira mjerljivi signal. Stoga se IBIC metodom mjeri odziv detektora na upad jedne jedine čestice. Da bi se svaki signal iz detektora mogao obraditi popratnim

elektroničkim elementima uz malu statističku vjerojatnost za zbrajanje uzastopnih signala (eng. *pile-up*), struja ionskog snopa mora biti reda kHz.

IBIC analiza podrazumijeva mjerenje elektroničkog odziva detektora na pobudu nabijenom česticom u ovisnosti o prostornim koordinatama ionskog snopa. Uobičajena prostorna razlučivost konačnih mapa reda je 1 µm i izravno ovisi o dimenziji ionskog snopa. Pomicanje mikro-snopa obavlja se pomoću skenera, koji je povezan s računalom za prikupljanje podataka. Tako se izmjerenim vrijednostima signala pridjeljuju koordinate snopa u tom trenutku. Svaka točka IBIC mape prikazuje prosječnu vrijednost signala na tim koordinatama pa, uz ispravno tumačenje, metoda omogućuje mapiranje efikasnosti skupljanja naboja, *CCE*, na skeniranoj površini. Uz poznatu masu i energiju upadnog iona, CCE daje vrijednu informaciju o svojstvima prijenosa i skupljanja naboja, odnosno o konfiguraciji električnog polja u detektoru. Konkretnije, vrijednosti CCE manje od 1 ukazuju na nepotpuno skupljanje naboja koje može biti posljedica kraćeg vremena života slobodnih nosioca ili nižeg električnog polja u detektoru.

Mapiranje IBIC metodom može se provoditi u dvije geometrijske izvedbe (slika 5.7). Frontalna geometrija uključuje skeniranje snopa preko jedne od elektroda dok se u lateralnoj geometriji snop skenira preko bočne strane detektora. Iako lateralna konfiguracija pruža određene prednosti u vidu jednostavnije interpretacije signala, budući da se duž cijele putanje iona e-h parovi stvaraju na istoj dubini u detektoru, u ovom su radu izvođena samo frontalna IBIC mjerenja. Razlog tome je iznimno mala debljina ispitivanih membranskih detektora zbog koje pokušaj bočnog ozračivanja nema smisla.



Slika 5.7: IBIC analiza u frontalnoj (lijevo) i lateralnoj (desno) konfiguraciji. Crvena strelica naznačuje smjer upada iona.

Unaprijeđenje širokopojasne elektronike omogućilo je da se, uz konvencionalno mjerenje induciranog naboja, proučava i vremenski razvoj inducirane struje. Pritom je potrebna vremenska razlučivost reda 1 ns ili manja, ovisno o vremenu prikupljanja elektrona i šupljina. U kombinaciji s prostornom informacijom dobivenom skeniranjem mikro-snopa, takva se metoda naziva tranzijentnim IBIC-om (T-IBIC). Izgled strujnog signala izravno ukazuje na raspodjelu težinskog polja duž linije kolekcije naboja, vrijednost pomačne brzine nosioca (a time i izgled električnog polja), uhvat i oslobađanje uhvaćenih nosioca iz zamki, prisutnost plazma efekta koji mijenja nagib porasta struje, itd. Nažalost, zbog prekratkog vremena kolekcije naboja u tankim dijamantnim membranama, izgled strujnog signala određen je primarno RC konstantom detektora i popratnih kablova i ne pokazuje stvarnu vremensku ovisnost struje u detektoru.

### 5.4.1. IBIC mape tankih detektora

*Mjerenje* IBIC mape aktivne površine transmisijskog i membrana2 detektora snimljene su mikro-snopom protona energije 1,3 MeV-a. Detektori su spojeni na standardni elektronički lanac, koji se sastoji od nabojnog pretpojačala ORTEC 142, spektroskopskog pojačala ORTEC 570 i analogno digitalnog pretvarača, ADC-a (eng. *Analog-to-Digital Converter*), CANBERRA 8075 (slika 5.8). Naponi na oba detektora iznose 30 V. Signali se iz ADC-a šalju prema osobnom računalu s programskim paketom za prikupljanje podataka SPECTOR [45]. Isti program kontrolira i magnetski skener te svakom izmjerenom signalu pridružuje podatak o poziciji.



Slika 5.8: Shematski prikaz elektroničkog lanca za IBIC analizu.

*Rezultati i diskusija* Dobivene mape prikazane su na slici 5.9 zajedno sa spektrima svih
zabilježenih signala. U oba spektra većina događaja pripada glavnim vrhovima, koji
odgovaraju signalima iz stanjenih dijelova membrana. Manji broj događaja s višim



Slika 5.9: IBIC mape: (a) transmisijskog i (b) membrana2 detektora snimljene 1,3 MeV-skim protonima. U sredini su prikazani cjelokupni spektri induciranih nabojnih signala. Na vrhu su mape sa skalom koja obuhvaća cijelo spektralno područje, a na dnu mape s finijom skalom koja odgovara signalima iz glavnih vrhova u spektrima. Crvene isprekidane linije označuju dio spektra koji je prikazan na pojedinoj mapi.

amplitudama potječe iz debljih dijelova membrana (oko 30 µm), koji su također prekriveni metalnim kontaktima. U njima se 1,3 MeV-ski protoni zaustavljaju na dubini od 12 µm (prema SRIM-u) i deponiraju svu energiju. Kroz stanjena područja detektora protoni prolaze ostavljajući samo dio energije. Deponirana energija u 6 µm debelom dijamantu iznosi oko 460 keV-a, dok je za 7 mikrometarski dijamant ona oko 550 keV-a. Iako deblji dijelovi detektora u početku mjerenja daju znatno više signale, njihova amplituda vrlo brzo opada ispod razine šuma zbog razvoja polarizacije. Na tankim dijelovima polarizacija je za 1,3 MeV-ske protone zanemariva zbog vrlo visokog električnog polja i potpunog prolaza iona. Problem polarizacije dijamantnih detektora bit će obrađen zasebno u 6. poglavlju.

Mape s finijim skalama (slika 5.9 dolje) prikazuju raspodjele visine signala unutar izjetkanih područja membrana. Primijećuju se razlike u visini IBIC signala s pojedinih dijelova detektora, koje se javljaju kao posljedica varijacija u debljini. Tanji dijelovi detektora pokazuju manji inducirani signal uslijed manje deponirane energije protona, a time i manjeg broja stvorenih nosioca naboja. Varijacije su puno izraženije kod transmisijskog detektora (slika 5.9a), čija se izrada razlikuje od membrana2 detektora u laserskom rezanju i popratnom poliranju 300 mikometarskih dijamantnih kristala. Može se zaključiti da je upravo navedeni postupak uzrokovao nehomogenosti u debljini. Za razliku od toga, kristali od kojih je napravljen membrana2 detektor nisu rezani, a poliranje je obavljeno kod kompanije Element Six nakon izrastanja 30 mikrometarskih dijamantnih pločica. Na mapama se vide i pravilna pravokutna područja koja pokazuju niže inducirane signale. Ta su područja namjerno oštećena ionskim snopovima pri ispitivanju otpornosti na zračenje.

### 5.4.2. *∆E-E mjerenja*

Postavljanjem dijamantnog detektora od kompanije CIVIDEC, debljine 300  $\mu$ m, iza transmisijskog detektora ostvarena je  $\Delta$ E-E konfiguracija (slika 5.10). Takvim su postavom izmjereni gubici energije iona na mjestima različitih debljina izjetkanog dijela dijamantne membrane. Korišten je mikro-snop protona energije 1,3 MeV-a. Slično ranijem mjerenju s  $\alpha$ -česticama (odjeljak 5.2), razlika signala u CIVIDEC detektoru, u slučaju kada protoni u njega upadaju izravno i kada prvo prolaze kroz dijamantnu membranu, odgovara gubitku energije protona u membrani. Pomoću fokusiranog mikro-snopa ti su gubici izmjereni na točno određenim mjestima iz IBIC mape sa slike 5.9a. SRIM simulacijama pronađeno je da pripadne debljine dijamantnog sloja variraju od 5,3 do 5,9  $\mu$ m. Istim je mjernim postavom i ionskim snopom određena efikasnost skupljanja naboja transmisijskog detektora, CCE, definirana kao omjer između naboja induciranog na elektrodama detektora i ukupnog naboja



Slika 5.10: Shematski prikaz mjernog postava u  $\Delta E$ -E konfiguraciji koju čine transmisijski dijamantni detektor i komercijalni CIVIDEC-ov dijamantni detektor.

stvorenog prolaskom iona kroz detektor. Sada je uz signale iz CIVIDEC detektora za izravni upad protona te upad protona nakon prolaska kroz membranu, prikupljen i signal iz transmisijskog dijamantnog detektora. Na slici 5.11a prikazana su sva tri slučaja. Iz kalibracije elektroničkog lanca, za svaki je od vrhova određena ekvivalentna energija. Stvoreni naboj  $Q_0$  razmjeran je deponiranoj energiji protona u membrani, a ona je pak dana



Slika 5.11: (a) Signali 1,3 MeV-skih protona u transmisijskom detektoru (crni kvadratići) te CIVIDEC detektoru pri direktom upadu (crveni trokutići) i nakon prolaska kroz transmisijski detektor (ljubičaste točke). (b) Ovisnost CCE o električnom polju u transmisijskom detektoru. Crvene linije prikazuju prilagodbu na (5.9).

razlikom energija dva vrha izmjerena CIVIDEC detektorom. Inducirani naboj Q odgovara signalu izmjerenom transmisijskim detektorom. Računanjem omjera Q/Q<sub>0</sub> za različite napone na transmisijskom detektoru, dobiven je graf sa slike 5.11b. Iz njega je vidljivo da je CCE transmisijskog detektora jednak 100% na svim poljima višim od oko 3 V/µm, što odgovara naponu od 18 V. Smanjenjem napona, smanjuje se pomačna brzina nosioca naboja, a time i prosječni put koji uspijevaju prijeći prije uhvata u zamke. Kad taj put postane manji od debljine detektora, dolazi do nepotpune kolekcije naboja i CCE opada. Ovisnost CCE o električnom polju, za nabijenu česticu koja proizvodi jednoliku gustoću naboja u detektoru, opisana je izrazom (3.29). Zasebne doprinose elektrona i šupljina nemoguće je razlikovati kod signala induciranih transmisijom iona kroz detektor. Uz pretpostavku jednakih duljina pomaka za obje vrste nosioca,  $\delta_e = \delta_h = \delta$ , (3.29) postaje:

$$CCE = 2 \cdot \frac{\delta}{d} \cdot \left[ 1 - \frac{\delta}{d} \left( 1 - e^{-\frac{d}{\delta}} \right) \right].$$
(5.8)

Zapisom duljine pomaka preko vremena života,  $\delta = v \cdot \tau$ , te daljnjim raspisom brzine pomaka prema (2.6), dobiva se:

$$CCE = 2 \cdot \frac{\mu_0 \cdot v_{sat} \cdot E \cdot \tau}{d(v_{sat} + \mu_0 \cdot E)} \cdot \left[ 1 - \frac{\mu_0 \cdot v_{sat} \cdot E \cdot \tau}{d \cdot (v_{sat} + \mu_0 \cdot E)} \left( 1 - e^{-\frac{d \cdot (v_{sat} + \mu_0 \cdot E)}{\mu_0 \cdot v_{sat} \cdot E \cdot \tau}} \right) \right].$$
(5.9)

Prilagodbom podataka sa slike 5.11b na (5.9), određeno je prosječno vrijeme života nosioca naboja u transmisijskom detektoru. Ono iznosi (630  $\pm$  40) ps. Prema (3.40) to odgovara gustoći električkih zamki od oko  $10^{17}$  cm<sup>-3</sup>. Za usporedbu, jednaka je analiza napravljena na



**Slika 5.12**: Ovisnost CCE o električnom polju u (a) membrana2 detektoru i (b) scCVD dijamantnom detektoru debljine 50 μm. Crvene linije prikazuju prilagodbu na (5.9).

membrana2 detektoru i 50 mikrometarskom scCVD detektoru elektroničke kvalitete. Korišteni su snopovi protona energije 1,3 i 4,5 MeV koji prolaze kroz detektore i homogeno ioniziraju materijal. Rezultati su prikazani na slici 5.12. Prosječno vrijeme života nosioca naboja za membrana2 detektor iznosi  $(1,50 \pm 0,06)$  ns, dok je za 50 mikrometarski detektor ono  $(31 \pm 2)$  ns. Pedeset puta manji  $\tau$  kod transmisijskog detektora posljedica je manje čistoće, odnosno većeg udjela dušika kod korištenog uzorka optičke kvalitete. Ipak, potpuna kolekcija naboja ostvaruje se zahvaljujući vrlo kratkom tranzitnom vremenu (oko 40 ps) u uvjetima zasićene brzine pomaka. Protoni su korišteni za određivanje vremena života u sva tri detektora, jer su u tom slučaju utjecaji *plazma efekta* i polarizacije zanemarivi, što ne vrijedi za teže ione kod kojih je gustoća stvorenih e-h parova puno veća..

### 5.4.3. IBIC analiza snopovima ugljika

Svojstva skupljanja naboja ispitana su i snopovima ugljika energija 18 MeV, 1,8 MeV i 12 MeV. Energije su odabrane tako da u jednom slučaju ioni prolaze kroz cijeli detektor, u drugom se zaustavljaju oko 1  $\mu$ m nakon ulaska u detektor, a u trećem oko 1  $\mu$ m prije donjeg ruba detektora. Ionizacijski profili izračunati u SRIM-u za sva tri slučaja prikazani su na slici 5.13a. Na b dijelu iste slike prikazano je ponašanje CCE s promjenom električnog polja u detektoru. Usporedbom sa slikom 5.11b primijećuje se brži pad efiksanosti skupljanja naboja za ugljikove probe u odnosu na protone. Dva su moguća uzroka tome, polarizacija detektora i plazma efekt. Razvoj polarizacije za snopove ugljika od 12 MeV i 18 MeV je vrlo spor, i može se zanemariti. Kod 1,8 MeV-skih iona ugljika računata je prosječna vrijednost amplitude signala samo za prvih 500 događaja na površini od 200  $\times$  200  $\mu$ m<sup>2</sup> dok je detektor još u nepolariziranom stanju. S druge strane, gusti oblaci naboja koji nastaju ionizacijom



Slika 5.13: (a) Ionizacijski profili snopova ugljika od 1,8, 12 i 18 MeV. (b) Ovisnost CCE o električnom polju u detektoru za ione ugljika iz (a) dijela slike.

dijamanta ugljikovim ionima, zasjenjuju električno polje u detektoru. Ta se pojava naziva plazma efektom [46] i ona je glavni razlog smanjenoj kolekciji u slučaju ugljikovih snopova. Također, sa slike 5.13b vidi se da je efekt izraženiji kod iona malog dosega (1,8 MeV), iako je ukupno stvoreni naboj puno manji. Ovo se može obajsniti na sljedeći način. Nakon stvaranja plazme ionizacijom dijamanta ionom kratkog dosega, kroz detektor se počinje usmjereno gibati samo jedna vrsta nosioca naboja. Oni prvi naboji u tom oblaku zasjenjuju električno polje za naboje iza njih. Kao posljedica, dio naboja unutar plazme vidi znatno smanjeno električno polje te zbog manje pomačne brzine biva lakše uhvaćen u električke zamke. U slučaju iona koji potpuno prolaze kroz detektor ili bar kroz njegov veći dio, duž cijele debljine detektora postoje obje vrste nosioca naboja. Stoga je zasjenjenje manje, a time i kolekcija naboja veća.

## 5.5. Transmisijski detektor kao vakuumski prozor

Sva ranije opisana ispitivanja transmisijskog detektora izvršena su u vakuumskoj komori. No, konačni je cilj postavljanje transmisijskog detektora na mjesto izlaznog prozora za ionski mikro-snop. Imajući na umu da se za to uobičajeno koriste razne folije, npr. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, debljine od svega nekoliko stotina nanometara, izgledi za lom 6 mikronske dijamantne membrane vrlo su mali. Uz rupicu promjera 1,5 mm i razliku tlakova od 1 bar, ukupna sila na membranu iznosi 0,18 N.

Brzina pumpanja i krajnji iznos tlaka postignuti s detektorom pričvršćenim za komoru (slika 5.13) jednaki su standardnim vrijednostima koje se dobivaju bez membrane sa slijepom prirubnicom. Jasno je vidljivo savijanje membrane prema vakuumskoj strani. Rad detektora u



Slika 5.13: Transmisijski dijamantni detektor pričvršćen na vakuumsku komoru mikroprobne linije. (a) Snimak iz daljine. (b) Pogled izbliza. Nasuprot dijamantnog detektora nalazi se PIN dioda.

uvjetima takvog naprezanja ispitan je za nekoliko različitih energija protonskog snopa. Zbog male deponirane energije, ubrzani protoni su najzahtijevnija vrsta iona za detekciju. Efikasnost detekcije protona određena je s detektorom spojenim na nabojno pretpojačalo. Zatim su signali analizirani širokopojasnim strujnim pojačalom. Njegova je uporaba nužna za brojanje iona u snopovima vrlo visoke frekvencije (par stotina kHz) ili kod primjena koje zahtijevaju dobru vremensku razlučivost.

### 5.5.1. Detektor u spoju s nabojnim pretpojačalom

**Mjerenje** U zraku je, iza membrane pričvršćene za komoru, postavljena silicijska PIN dioda. Koincidentnim mjerenjem signala u oba uređaja može se izračunati efikasnost detekcije transmisijskog dijamantnog detektora, definirana kao omjer broja detektiranih čestica i ukupnog broja čestica koje su prošle kroz detektor. Bipolarni izlazi iz nabojnih pretpojačala oba detektora dovode se do jednokanalnih analizatora, SCA (eng. *Single-Channel Analyzer*), koji su podešeni za rad u crossing-over modu. Donje granice na SCA-ima postavljene su neposredno iznad razine šuma, a njihovi izlazi spojeni su na vremensko/amplitudni pretvarač, TAC (eng. *Time-to-Amplitude Converter*). Pulsevi iz TAC-a i SCA-a na koji je spojena PIN dioda brojani su istovremeno digitalnim brojačem. Korišteni su snopovi protona energija 2, 4,5 i 6 MeV s frekvencijama od 10-ak Hz do nekoliko kHz protona.

**Rezultati i diskusija** Svi događaji iz TAC-a grupirani su u vrhu čiji je FWHM manji od 1 μs. To je dobra potvrda koincidencije signala iz diode i dijamantnog detektora, budući da u ovom dijelu nije korištena brza elektronika. Iz omjera broja koincidentnih događaja i broja događaja u diodi određena je efikasnost detekcije. Za protone energije 2 MeV, ona iznosi

Energija protona	Efikasnost detekcije ORTEC 142a	Efikasnost detekcije CoolFET A250CF
2 MeV	> 99%	> 99%
4,5 MeV	96%	> 99%
6 MeV	67%	> 99%

Tablica 5.1: Efikasnost detekcije za protone energije 2, 4,5 i 6 MeV.


Slika 5.14: Spektri protona energije (a) 2MeV, (b) 4,5 MeV i (c) 6 MeV, snimljeni transmisijskim detektorom na mjestu vakuumskog prozora. Korišteno je nabojno pojačalo ORTEC 142a.

gotovo 100%, nešto je niža za protone od 4,5 MeV, dok u slučaju 6 MeV-skih protona pada ispod 70% (tablica 5.1). Razlog je vrlo mala amplituda signala i relativno visok šum, prisutan zbog loše riješenog uzemljenja mikroprobne komore i vanjskih elektromagnetskih smetnji. Gubitak energije 6 MeV-skih protona u dijamantnom sloju debljine 6 μm iznosi u prosjeku svega 120 keV, pa je dio signala ispod razine šuma. Za usporedbu, 2 MeV-ski protoni ostavljaju 2,5 puta više energije u detektoru. Spektri protonskih signala prikazani su na slici 5.14. Na svakom je spektru snimljen i rub šuma. Da bi se povećala efikasnost detekcije visokoenergijskih protona, standardno nabojno pretpojačalo ORTEC 142a zamijenjeno je pretpojačalom CoolFET A250CF, u kojem se hlađenjem aktivnog dijela pojačala (FET tranzistora) značajno smanjuje elektronički šum. U ponovljenim mjerenjima dobivena je 100%-tna efikasnost detekcije svih protonskih snopova (2, 4,5 i 6 MeV). Izgled spektara snimljenih CoolFET-om dan je na slici 5.15. Jasno se vidi odvojenost signala od šuma, čak i za protone najveće energije. Ovi su rezultati pokazali dobar rad i upotrebljivost transmisijskog detektora u uvjetima velike razlike tlaka, kakvoj su izloženi vakuumski prozori. Također, nije uočen nikakav utjecaj izloženosti atmosferskim uvjetima ni osvjetljenju u prostoriji.



Slika 5.15: Spektri protona energije (a) 2MeV i (b) 6 MeV, snimljeni transmisijskim detektorom na mjestu vakuumskog prozora. Korišteno je nabojno pojačalo COOLFET A250CF.

#### 5.5.2. Detektor u spoju sa strujnim pretpojačalom

**Mjerenje** Za dobre vremenske karakteristike signala potrebno je koristiti širokopojasnu elektroniku koja propušta visokofrekventne komponente induciranog signala. Tanki dijamantni detekor spojen je stoga na CIVIDEC pretpojačalo s rasponom od 2 GHz i pojačanjem od 40 dB. Mali ulazni otpor pojačala od 50  $\Omega$  rezultira malim ulaznim naponom kojeg razvija signal iz detektora, dok glavnina šuma ne dolazi iz detektora, već je određena elektroničkim svojstvima samog pojačala (široki frekventni raspon) i šumom iz okoline. U konačnici, omjer signal/šum znatno je lošiji nego u spoju s nabojnim pojačalom. Signali od pojačala vode visokofrekventnim kablovima (do 18 GHz) do LeCroy osciloskopa frekventne širine 5 GHz i brzine očitavanja vrijednosti 20 Gs (eng. *gigasample*) u sekundi.

**Rezultati i diskusija** U ovom su postavu, amplitude signala za protone energija 6 i 4,5 MeV ispod razine šuma. Tek je signale 2 MeV-skih protona moguće vidjeti na osciloskopu. Primjer jednog takvog signala dan je na slici 5.16a. Za usporedbu su prikazani i signali protona energije 1,4 MeV te težih iona litija energije 10 MeV koji u detektoru ostavljaju oko 4 MeV energije. Iz izgleda signala očitava se vrijeme porasta oko 300 ps. S obzirom da je tranzitno vrijeme u 6 µm debelom sloju dijamanta manje od 100 ps pri



Slika 5.16: Signali (a) protona energije 2 MeV, (b) protona energije 1,4 MeV i (c) litijevih iona energije 10 MeV snimljeni u spoju sa širokopojasnim pretpojačalom CIVIDEC, frekventnog raspona 2 GHz i osciloskopom LeCroy, frekventnog raspona 5 GHz.

saturacijskoj brzini nosioca naboja, slijedi da je vrijeme porasta zapravo određeno frekventnim ograničenjem samog pojačala. Isto vrijedi i za vrijeme pada signala pa njegov izgled ne prati stvarnu struju unutar detektora. Ipak, signali su zbog kratkog vremana porasta i ukupnog trajanja od samo nekoliko nanosekundi pogodni za precizno određivanje vremena ili detekciju iona pri velikim strujama snopa (nekoliko stotina kHz). U takvim je uvjetima osim trajanja signala bitna i otpornost detektora na zračenje, koja je obrađena zasebno u sljedećem poglavlju.

Sudari upadne nabijene čestice s jezgrama atoma u kristalu vode do stvaranja trajnih oštećenja kristalne rešetke. Na takvim se oštećenjima, zbog prekida periodične strukture materijala, razvijaju dodatni energijski nivoi unutar zabranjenog pojasa. Oni efektivno smanjuju vrijeme života slobodnih nosioca naboja. Dugotrajnim izlaganjem detektora zračenju broj unesenih defekata raste te s vremenom dolazi do degradacije induciranog signala. Poznavanje promjena u radu detektora izazvanih ozračivanjem velikim dozama čestica vrlo je važno za pouzdano i vjerodostojno tumačenje izmjerenih signala te procjenu vremena života elektroničkih uređaja u uvjetima visokog zračenja.

Od početaka uporabe dijamantnih detektora očekivano je da njihova otpornost na zračenje nadmaši sve ostale poluvodičke materijale. Jako kovalentno vezanje ima za posljedicu veliku energiju praga za pomak atoma ugljika iz kristalne rešetke dijamanta ( $E_d$ ). Prema dostupnim podacima ta se vrijednost kreće od 37 do 47 eV, ovisno o osi rešetke [47], dok su kod silicija iste energije više nego dvostruko manje, s rasponom od 15 do 22 eV [48]. Budući da najveće zanimanje za dijamantne detektore dolazi iz područja visokoenergijske fizike, otpornost dijamanta na zračenje dobro je istražena za energije upadnih čestica od nekoliko stotina MeV/u [49], pri čemu je u unificirana atomska jedinica mase. Rezultati tih radova pokazuju da za jednako relativno smanjenje signala dijamantni detektori mogu podnijeti znantno veće doze zračenja u odnosu na silicijske. Ipak, zbog različite vrste međudjelovanja, superiorna otpornost dijamanta na visokim energijama ne može se jednostavno ekstrapolirati na male energije od svega nekoliko MeV/u, kakve se uobičajeno koriste u analizama ionskim snopovima.

## 6.1. Stvaranje defekata zračenjem

### 6.1.1. Neionizacijski gubitak energije

Neionizacijski gubitak energije, NIEL (eng. *Non-Ionizing Energy Loss*), predstavlja energiju koja se utroši na pomak atoma u materijalu i stvaranje fononskih pobuđenja. Računanje NIEL-a moguće je uz poznati diferencijalni udarni presjek za pomak atoma  $\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)$ , prosječnu energiju izbijenih atoma (*T*) te *Lindhardov particijski faktor* (*L*), koji određuje koliki se dio

energije čestice troši na neionizacijske, a koliki na ionizacijske događaje. NIEL se preko tih veličina može zapisati kao integral po prostornom kutu:

$$NIEL(E) = \frac{N}{A} \cdot \int_{\vartheta_{min}}^{\pi} \left( \frac{d\sigma(\vartheta, E)}{d\Omega} \right) \cdot T(\vartheta, \Omega) \cdot L[T(\vartheta, E)] \cdot d\Omega, \tag{6.1}$$

pri čemu je *N* Avogadrov broj, *A* atomska masa iona, a  $\vartheta_{min}$  kut raspršenja za koji je energija izbijenog atoma jednaka energiji praga za pomak. Iz eksperimentalnih podataka za oštećenje kristalne rešetke silicija različitim vrstama zračenja [50] proizašla je *NIEL hipoteza*. Njome se tvrdi da je promjena u električnim svojstvima materijala izravno proporcionalna iznosu neionizacijskog gubitka energije, neovisno o vrsti i početnoj energiji upadne čestice [51]. NIEL hipoteza stoga omogućuje usporedbu efekata zračenja za snopove različitih čestica. Još i važnije, pomoću NIEL skaliranja može se iz poznatih podataka za jednu vrstu čestica predvidjeti ponašanje detektora ozračenog prizvoljnim tokom bilo koje druge čestice. Pritom se uvodi pojam *doze oštećenja* ( $D_d$ ) koja je jednaka umnošku NIEL-a i toka čestica ( $\Phi$ ):

$$D_d = NIEL \cdot \Phi \tag{6.2}$$

Prema NIEL hipotezi ovisnost degradacije signala detektora o  $D_d$  trebala bi biti jednaka za sve vrste nabijenih čestica.

Osim analitičkim računom koji zahtijeva poznavanje parametara u (6.1), NIEL se može odrediti i Monte Carlo simulacijama u SRIM-u. Takve simulacije uključuju detaljne proračune gibanja upadnog iona i izbijenih atoma te daju raspodjelu broja pomaka  $N_d$  duž putanje upadne čestice. U SRIM-u se ta raspodjela zapisuje u dokumentu VACANCY.txt. NIEL se dobiva umnoškom  $N_d$  i prosječne energije koja se troši za jedan pomak. Uz pretpostavku coulombskog međudjelovanja čestice s atomima u rešetki, ona je dana Kinchin-Peasovim izrazom [52] i dva i pol je puta veća od energije praga za izbijanje atoma. Detaljni opis izračuna NIEL-a iz podataka dobivenih SRIM simulacijama dan je u [53].

Na manjim energijama upadne čestice, od nekoliko MeV/u, dominira elastično coulombsko međudjelovanje s atomima mete, a glavni doprinos NIEL-u dolazi od primarno izbijenih atoma, PKA (eng. *Primary Knock-on Atom*). Nakon što su izravnim sudarom s projektilom izbačeni sa svojih mjesta, oni započinju gibanje sudarajući se s drugim atomima. Kako je energija PKA u prosjeku znatno manja od energije projektila, nuklearna zaustavna

moć im je veća. Stoga PKA stvaraju cijelu kaskadu oštećenja pomakom. S druge strane, ako je energija čestice dovoljno velika da dođe do neelastičnog nuklearnog međudjelovanja, ulogu PKA preuzimaju teški fizijski fragmenti s velikim udarnim presjekom za oštećenje pomakom. U ovom su slučaju raspodjela i iznos NIEL-a određeni vrstom produkata nuklearnih reakcija.

Općenito, većina izbijenih atoma napušta svoje početne položaje s energijama koje su 2-3 puta veće od  $E_d$ . Na tim energijama do sudara s atomima rešetke prosječno dolazi nakon svake međuatomske udaljenosti, pri čemu putujući atom gubi polovicu svoje energije. Proces se nastavlja sve dok energija izbijenog atoma ne padne ispod 1 eV, kad biva uhvaćen na intersticijskom mjestu. Svaki prijenos energije između PKA, fizijskih fragmenata, ili ostalih sekundarno izbijenih atoma i atoma u rešetki manji od  $E_d$  rezultira gubitkom energije putem fononskih pobuđenja, čime je narušena linearna veza broja stvorenih defekata i NIEL-a. Kako je ukupni dio energije utrošen na fonone pri svim sudarima ovisan o početnoj energiji upadne čestice mogu se očekivati odstupanja od NIEL skaliranja [54]. Ipak, procjene upućuju da su odstupanja zbog ovog efekta manja od 20% [55], što je često u razini nepouzdanosti samih eksperimentalnih mjerenja.

#### 6.1.2. Oštećenja kristalne rešetke dijamanta

Primarni defekti uzrokovani ozračivanjem dijamanta su pojedinačne vakancije i intersticije, koje nastaju pomakom atoma ugljika iz rešetke (slika 6.1). Energije potrebne za njihovu migraciju određene su mjerenjem promjene njihovog broja pri zagrijavanju i iznose  $(2,3\pm0,3)$ eV za vakancije odnosno  $(1,6\pm0,2)$  eV za intersticije [56]. Budući da su i jedni i drugi defekti zbog velikih migracijskih energija nepomični na sobnoj temperaturi, teško je očekivati



Slika 6.1: Vakancija i intersticija - primarni defekti u dijamantu uzrokovani zračenjem.

značajniji samo-oporavak dijamanta u vidu rekombinacije vakancija i intersticija. Zanimljivo je stoga mjerenje koje pokazuje da je broj intersticija koje trajno ostaju u kristalu deset puta manji od broja prvotno stvorenih intersticija [57]. Objašnjenje je ponuđeno uvođenjem visoko pokretnog oblika intersticija s migracijskom energijom od svega 0,3 eV koji je aktivan tijekom samog ozračivanja.

Kombinacijom primarnih defekata s atomskim i strukturnim nečistoćama koje su prisutne ovisno o kvaliteti dijamanta nastaje cijelo mnoštvo različitih složenih defekata [58]. Štoviše, uslijed ozračivanja česticama koje stvaraju guste nakupine primarnih defekata, može doći do njihovog međusobnog povezivanja i nastajanja složenih defekta i u vrlo čistom uzorku. Od ukupnog broja, samo dio defekata je električki aktivan, tj. u stanju je uhvatiti slobodne nosioce naboja i tako onemogućiti potpunu kolekciju. IBIC metodom je moguće istražiti utjecaj upravo takvih defekata na rad detektora.

S obzirom na položaj energijskih nivoa unutar zabranjenog pojasa razlikuju se *duboke* i plitke zamke. Iako ne postoji čvrsta granica ovih stanja, plitkim zamkama se smatraju one koje imaju neprekidnu izmjenu nosioca s vodljivom vrpcom. Na sobnoj temperaturi uhvaćeni nosioci naboja ne ostaju dugo u ovim zamkama (od ps do nekoliko stotina µs) pa one ne doprinose razvoju polarizacije u detektoru, ali mogu utjecati na smanjenje signala ako je vrijeme oslobađanja nosioca iz zamke dulje od vremena integracije pojačala. Duboke zamke imaju vrlo malu vjerojatnost oslobađanja naboja, pa uhvaćeni nosioci ostaju ondje dugo vremena (nekoliko sekundi, ili čak godina). Energijski nivoi primarnih defekata stvorenih zračenjem dijamanta smješteni su uglavnom blizu sredine zabranjenog pojasa i time spadaju u duboke zamke [59]. Vakancije pritom mogu djelovati i kao donori i kao akceptori, a njihovo nabojno stanje ovisi o položaju Fermijevog nivoa [60]. U dijamantima visoke čistoće, tipa IIa, gdje je Fermijev nivo blizu sredine zabranjenog pojasa, neutralne mono-vakancije su glavni defekti koji ostaju poslije ozračivanja. Uhvatom naboja one mogu postati pozitivno ili negativno nabijene [61] čime se stvara prostorni naboj u detektoru. Zadržavanje prostornog naboja u dubokim zamkama rezultira smanjenjem električnog polja u detektoru, odnosno polarizacijom. Zanimljivo je spomenuti da osim negativnih posljedica za rad detektora, duboke zamke imaju i jedan pozitivan učinak. On se ogleda u smanjenju struje curenja, koja je posljedica prisutnih plitkih zamki s malom energijom aktivacije. Zračenjem unesene duboke zamke mogu djelomično pasivizirati plitka stanja i time utjecati na smanjenje struje curenja.

#### 6.1.3. Usporedba dijamanta i silicija

Uz cijeli niz parametara koji su bitni za nastajanje oštećenja i utjecaj stvorenih defekata na svojstva nosioca naboja u gibanju, usporedba dva različita materijala sa stanovišta otpornosti na zračenje vrlo je zahtjevan i složen zadatak. Dosadašnje studije pokazale su za red veličine bolju otpornost dijamanta od silicija na visokim energijama upadnih čestica [62]. Na takvim su energijama nuklearne reakcije glavni mehanizam međudjelovanja. Pritom u siliciju nastaje mnoštvo teških fragmenata koji jako doprinise NIEL-u (tablica 6.1). U dijamantu pak većinu fragmenata čine lake jezgre helija koje imaju relativno mali udarni presjek za oštećenje

Tablica 6.1: Broj fragmenata, označenih atomskim brojem Z, koje stvori 10<sup>4</sup> protona energije 10 GeV u siliciju i dijamantu. Naveden je i doprinos svake vrste fragmenata NIEL-u. Preuzeto iz [63].

$Z_{fr}$	$Si_{fr}$	$niel_{Si}$	$C_{fr}$	$niel_C$
14	417	4.2	0	0
13	910	9.1	0	0
12	1384	12.5	0	0
11	1021	8.9	0	0
10	1225	8.5	0	0
9	265	1.4	0	0
8	493	2.1	0	0
7	398	1.3	0	0
6	909	2.4	698	0.8
5	270	0.6	869	0.8
4	383	0.7	584	0.4
3	662	0.7	1133	0.6
2	11152	4.4	10625	2.0
1	46107	0.9	30465	0.24
Total	65590	57.4	44374	4.8

pomakom. Na manjim energijama dominira Rutherfordovo raspršenje i razlika u broju primarnih defekata između dijamanta i silicija se smanjuje. Ovdje u korist otpornosti dijamanta idu veća energija praga za pomak atoma i manji naboj jezgre, zbog čega je međudjelovanje slabije. S druge strane, silicij ima manju gustoću, što povlači i manju učestalost sudara. Ovisnost NIEL-a u dijamantu i siliciju o energiji upadnih protona i neutrona prikazana je na slici 6.2. Uočavaju se oko 10 puta veće vrijednosti u siliciju za protone s energijama iznad 1000 MeV-a. Na energijama protona ispod 100 MeV-a, neelastični doprinos udarnom presjeku za oštećenje opada pa se njegove vrijednosti u dijamantu približavaju onima u siliciju. NIEL sa slike 6.2 računat je pomoću simulacija u SRIMU. Budući da program pretpostavlja samo elastično coulombsko raspršenje, zasebno je određen energijski

spektar i vrste nuklearnih fragmenata u oba materijala. Ti su fragmenti zatim poslani kao upadne čestice u SRIM te je izračunat njihov doprinos NIEL-u.



Slika 6.2: NIEL udarni presjek u siliciju (lijevo) i dijamantu (desno) za protone i neutrone kao funkcija upadne energije. Naznačeni su i zasebni doprinosi od elestičnih i neelastičnih raspršenja. Preuzeto iz [63].

Konačni broj vakancija u SRIMU ne uzima u obzir samo-oporavak materijala. On je puno izraženiji kod silicija gdje su migracijske energije vakancija i intersticija oko tri puta manje od istih veličina u dijamantu [64], što njihovu anihilaciju čini vjerojatnijom. Newton i ost. [57] su ozračivanjem dijamanta 2 MeV-skim elektronima na temperaturi 90 K i mjerenjem elektronske paramagnetske rezonancije (EPR) pokazali da u njemu ne dolazi do nikakvog oporavka sve do sobne temperature. Za silicij je pak u [65] dan model po kojem se koncentracija primarnih vakancija unutar nekoliko desetaka milisekundi smanji za 80%. Većinu stabilnih defekata u siliciju ne čine stoga pojedinačne vakancije i intersticije, već složeni defekti do kojih dolazi gibanjem mobilnih primarnih defekata. Tako je u [66] pokazano da su glavni električki aktivni defekti koji ostaju nakon ozračivanja silicijske PIN diode, di-vakancije, odnosno tvorevine u kojima su dvije vakancije na susjednim mjestima. U istom je radu određena prosječna vjerojatnost da iz primarnih vakancija, simuliranih u SRIMu, nastanu stabilne divakancije. Ta vjerojatnost iznosi oko 18%, što znači da na svakih pet vakancija koje daje program nastaje jedna divakancija. Sve skupa, prevelik je broj čimbenika koje treba uzeti u obzir da bi se pouzdano predvidjelo koji je od dva materijala otporniji na ozračivanje česticama energije reda 1 MeV/u.

## 6.2. Ozračivanje detektora na mikroprobi

Studije u kojima se proučava otpornost detektora na zračenje najčešće uključuju izlaganje cijele površine detektora određenom toku čestica. Pritom se detektor trajno oštećuje pa nakon velikih doza postaje neupotrebljiv za buduća istraživanja. Upotrebljivost detektora može se znatno produljiti ako se ozračivanje radi s fokusiranim snopom na mikroprobnoj liniji. Tada je zračenju izlaže samo mala i točno određena površina, a ostatak ostaje i dalje neoštećen, pa se na istom uzorku može provesti i po nekoliko eksperimenata s različitim snopovima. To je bitno zbog smanjenja troškova mjerenja, ali i zbog različitosti dijamantnih kristala obzirom na kvalitetu i količinu nečistoća. Korištenjem istog detektora osiguravaju se ista svojstva materijala za sva mjerenja.

U ovom su radu ispitivanja otpornosti na zračenje napravljena na transmisijskom dijamantnom detektoru, komercijalnom dijamantnom detektoru debljine 50  $\mu$ m te silicijskom detektoru s površinskom barijerom SSBD (eng. *Silicon Surface Barrier Detector*), također debljine 50  $\mu$ m. Na svim su detektorima s nekoliko različitih doza ozračeni kvadrati površine  $100 \times 100 \ \mu$ m<sup>2</sup>. Kod 50 mikrometarskih detektora korišten je snop od 4,5 MeV-a protona, dok je tanki transmisijski detektor ozračen snopom 1,3 MeV-skih protona. Energije su birane tako da protoni prolaze kroz cijelu debljinu dijamantnih pločica i u njima stvaraju približno homogenu raspodjelu primarnih defekata. Time se nastojalo izbjeći stvaranje guste nakupine defekata oko Braggovog vrha, što unosi poteškoće u kasnije modeliranje IBIC signala.



Slika 6.3: Raspodjela broja vakancija duž putanje (a) 1,3 MeV-skih protona i (b) 4,5 MeVskih protona kroz dijamant te (c) 4,5 MeV-skih protona kroz silicij dobivena simulacijama u SRIM-u. Bojom je označena debljina detektora koji je ozračivan odgovarajućim snopom.

Raspodjele vakancija duž putanja iona za korištene snopove prikazane su na slici 6.3. Tok čestica kojima se ozračuju detektori određen je iz broja čestica snopa koje se prolaskom kroz detektor raspršuju u male prednje kuteve. U tu je svrhu silicijski detektor, koji se uobičajeno koristi u mikroprobnoj komori za STIM mjerenja, malo odmaknut od putanje snopa te je broj događaja u STIM detektoru normiran na ukupan broj čestica koje se zaustavljaju u Faradayevoj čaši. Na početku svakog ozračivanja, malom strujom snopa od oko 1 kHz čestica i s detektorima pod naponom, snimljeno je prvih par tisuća događaja. Iz spektra tih događaja dobiva se prosječna visina signala u detektoru na odgovarajućem području prije no li je ozračeno. Zatim je detektor uzemljen i ozračen znatno većom strujom snopa, dok se u STIM detektoru na skupi dovoljno događaja.

## 6.3. IBIC analiza ozračenih detektora

Za IBIC analizu korišteni su isti protonski snopovi kao i za unošenje defekata. Takav odabir je napravljen sa ciljem isključivanja utjecaja polarizacije i plazma efekta na nepotpunu kolekciju naboja. Mana transmisijskih snopova je nemogućnost razlikovanja doprinosa različitih vrsta nosioca naboja. U izračunima je stoga pretpostavljena jednakost članova koji se odnose na elektrone i šupljine, pa su dobiveni parametri zapravo prosječne vrijednosti za oba nosioca naboja.

#### 6.4.1. Modeliranje IBIC signala

Efikasnost skupljanja naboja, kao osnovna opservabla IBIC mjerenja, može se analitički raspisati prema modelu opisanom u [67]. Ovdje će biti izneseni osnovni koraci tog modela i konačni izrazi koji iz njega proizlaze.

U skladu s (3.40) dobivenim iz Shockley-Read-Hallovog modela za uhvat i emisiju slobodnih nosioca naboja, njihovo se vrijeme života u dijamantu, u kojem osim intrinsičnih postoje i zračenjem uneseni defekti, može zapisati kao:

$$\tau = \frac{1}{(N_0 + N) \cdot \sigma \cdot v_{th}}$$
$$= \frac{\tau_0}{1 + N \cdot \sigma \cdot v_{th} \cdot \tau_0'}$$
(6.3)

pri čemu je  $\tau_0$  intrinsično vrijeme života,  $\sigma$  udarni presjek za uhvat nosioca naboja, N koncentracija unesenih, a  $N_0$  intrinsičnih, električki aktivnih zamki. I vrijeme života i koncentracija zamki u (6.3) mogu biti ovisni o dubini, odnosno imati neku raspodjelu kroz detektor. Nadalje, N se može povezati s profilom vakancija vac(x) koje stvara upadna čestica:

$$N(x) = k \cdot vac(x) \cdot \Phi. \tag{6.4}$$

U (6.4) vac(x) je raspodjela vakancija koje unosi jedna čestica po jedinici duljine, a  $\Phi$  integrirani tok čestica. Značenje faktora k je broj električki aktivnih zamki na jednu stvorenu vakanciju i kao takav predstavlja svojstvo materijala neovisno o upadnom zračenju ili parametrima detektora (debljina, napon, itd.). Uvrštavanjem (6.4) u (6.3) dobiva se:

$$\tau(x,\Phi) = \frac{\tau_0(x)}{1 + k \cdot vac(x) \cdot \sigma \cdot v_{th} \cdot \Phi \cdot \tau_0(x)}.$$
(6.5)

Općeniti analitički izraz za efikasnost skupljanja naboja izvodi se iz *pridruženih jednadžbi* (eng. *adjoint equations*) i glasi:

$$\eta(x,\Phi) = \frac{\int_x^d dy \cdot E_w(y) \cdot \exp\left[-\int_x^y \frac{dz}{v_e(z) \cdot \tau_e(z,\Phi)}\right] + \int_0^x dy \cdot E_w(y) \cdot \exp\left[-\int_y^x \frac{dz}{v_h(z) \cdot \tau_h(z,\Phi)}\right]}{\int_x^d dy \cdot E_w(y) \cdot \exp\left[-\int_x^y \frac{dz}{v_e(z) \cdot \tau_e(z,0)}\right] + \int_0^x dy \cdot E_w(y) \cdot \exp\left[-\int_y^x \frac{dz}{v_h(z) \cdot \tau_h(z,0)}\right]},$$
(6.6)

pri čemu je  $\eta(x, \Phi)$  naboj induciran na elektrodi zbog gibanja nosioca naboja na dubini x u detektoru ozračenim tokom čestica  $\Phi$ , normaliziran na ukupni naboj proizveden ionizacijom čestice. Kao i ranije,  $E_w$  je težinsko polje. Dva sumanda u brojniku i nazivniku predstavljaju doprinose elektrona odnosno šupljina. Detaljni izvod (6.6) može se naći u [68].

Nazivnik u gornjem izrazu približno je jednak 1 ako je duljina pomaka naboja mnogo veća od debljine detektora,  $v_{e,h} \cdot \tau_{0_{e,h}} \gg d$ . Težinsko polje je za dijamantni detektor s površinskim elektrodama jednako 1/d. Korištenjem eksplicitnih izraza za  $E_w$  i  $\tau(x, \Phi)$ , (6.6) se u uvjetima malog oštećenja može aproksimirati kao:

$$\eta(x,\Phi) \cong 1 - \Phi \cdot \left[ \frac{k_e \cdot \sigma_e \cdot v_{th}}{d} \cdot \int\limits_x^d dy \cdot \int\limits_x^y \frac{vac(z)}{v_e(z)} dz + \frac{k_h \cdot \sigma_h \cdot v_{th}}{d} \cdot \int\limits_0^x dy \cdot \int\limits_y^x \frac{vac(z)}{v_h(z)} dz \right].$$
(6.7)

73

Pritom su eksponencijalane funkcije u (6.6) zapisane razvojem u red. Stoga je točnost (6.7) uvjetovana zahtjevom da je duljina pomaka u oštećenom detektoru još uvijek znatno veća od debljine detektora. To vrijedi samo za slučaj malih oštećenja. Zamjenom redoslijeda integrala (6.7) se može zapisati u jednostavnijem obliku:

$$\eta(x,\Phi) \cong 1 - \Phi \cdot \left\{ \frac{k_e \cdot \sigma_e \cdot v_{th}}{d} \cdot \int_x^d dz \cdot \left[ \frac{vac(z)}{v_e(z)} \cdot (d-z) \right] + \frac{k_h \cdot \sigma_h \cdot v_{th}}{d} \cdot \int_0^x dz \cdot \left[ \frac{vac(z)}{v_h(z)} \cdot z \right] \right\}.$$
(6.8)

Konačno, za slučaj iona koji s energijom  $E_{ion}$  pogađaju gornju elektrodu (x=0), CCE je konvolucija  $\eta(x, \Phi)$  i normalizirane raspodjele stvorenih nosioca naboja  $\Gamma(x) = \frac{1}{E_{ion}} \frac{dE_{ion}(x)}{dx}$ :

$$CCE(\Phi) = \int_{0}^{d} \Gamma(x) \cdot \eta(x, \Phi) \cdot dx.$$
(6.9)

Uz približno homogenu raspodjelu vakancija ( $vac(x) = \overline{vac}$ ) i tvorbe parova te jednoliko električno polje u detektoru (v = const.) slijedi:

$$CCE(\Phi) = 1 - \Phi \cdot \frac{\overline{vac} \cdot d \cdot v_{th}}{6} \cdot \left[\frac{k_e \cdot \sigma_e}{v_e} + \frac{k_h \cdot \sigma_h}{v_h}\right],\tag{6.10}$$

Jednadžba (6.10) vrijedi neovisno o naponu na detektoru. Utjecaj napona se ogleda kroz pomačne brzine nosioca naboja. Ukoliko se CCE prikaže u ovisnosti o  $\Phi$ , iz nagiba linearne prilagodbe na (6.10) može se odrediti umnožak  $k\sigma$  koji služi kao mjera za otpornost materijala na zračenje.

#### 6.4.2. Transmisijski detektor

Na transmisijskom je detektoru mikro-snopom protona energije 1,3 MeV ozračeno šest kvadratnih područja dimenzije  $100 \times 100 \ \mu\text{m}^2$ . Integrirani tokovi čestica kreću se u rasponu od  $6.9 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$  do  $8.6 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ . Nakon ozračivanja IBIC metodom je ispitan utjecaj unesenih zamki na transportna svojstva detektora. Izmjereni su inducirani signali 1,3 MeV-skih protona iz oštećenih područja na raznim naponima. Kao i u slučaju neozračenog detektora prilagodbom na (5.9) određeno je prosječno vrijeme života nosioca naboja. Na slici



**Slika 6.4**: IBIC mape ozračenih područja na transmisijskom detektoru snimljene s naponom od 50 V (lijevo) i 3 V (desno). Boje na skali odgovaraju visini signala iz detektora.

6.4 prikazane su IBIC mape ozračenih kvadrata za napone od 3V i 50 V, a na slici 6.5a ovisnost efikasnosti skupljanja naboja na oštećenim dijelovima o električnom polju. Izrazom (6.5) opisana je veza između vremena života i toka čestica kojima je ozračen detektor (slika 6.5b). Iz prilagodbe se uz poznate profile vakancija dobiva parametar  $k\sigma$ . Za transmisijski detektor on iznosi (12±2)×10<sup>-16</sup> cm<sup>2</sup>. Kao vac(x) u (6.5) korištene su prosječne vrijednosti iz SRIM simulacija navedene na slici (6.3).



Slika 6.5: (a) Ovisnost CCE o električnom polju u transmisijskom detektoru na ozračenim područjima. Integrirani tok čestica izražen je u cm<sup>-2</sup>. Krivulje predstavljaju prilagodbu izraza (5.9) na podatke. Uz svaki tok navedeno je i prosječno vrijeme života nosioca naboja. (b) Prilagodba (6.5) na dobivene vrijednosti za vrijeme života u ovisnosti o toku čestica.

Teško je definirati samo jedan parametar koji bi iskazivao otpornost materijala na zračenje i služio za usporedbu s drugim materijalima. Koliko će biti smanjenje signala nakon ozračivanja detektora ovisi o raznim čimbenicima poput vrste zračenja, napona na detektoru, geometriji detektora itd. Osim (6.10) postoje i drugi, jednostavniji fenomenološki modeli za modeliranje CCE u ovisnosti o dozi. Faktori oštećenja koje takvi modeli uvode nisu temeljno svojstvo materijala, već ovise o navedenim uvjetima eksperimenta. Često korišteni model je iz [69], gdje se degradacija skupljanja naboja opisuje kao:

$$CCE = 1 - K_{ef} \cdot D_d. \tag{6.11}$$

Tu je u  $D_d$  obuhvaćen NIEL upadnih čestica, ali je iz usporedbe s (6.10) jasno da faktor  $K_{ef}$  ovisi o tranzitnom vremenu nosioca naboja, a time i električnom polju te debljini detektora. Umnožak  $k\sigma$  intrinsična je karakteristika materijala koja određuje brzinu kojom ozračivanje smanjuje vrijeme života nosioca i na temelju koje se može procijeniti koliki će biti CCE detektora nakon ozračivanja. Nužni uvjet je poznavanje raspodjele vakancija (moguće dobiti simulacijama) i brzine nosioca naboja pri određenom električnom polju. Štoviše, uz poznati udarni presjek za uhvat nosioca, iz tog se umnoška izravno dobiva faktor k, koji pokazuje koliki je broj primarnih oštećenja potreban da bi se stvorio jedan stabilni, električki aktivni defekt.

#### 6.4.3. Usporedba 50-mikrometarskih detektora

IBIC mape 50-mikrometarskog dijamantnog i silicijskog detektora snimljene protonima energije 4,5 MeV pri naponu od 50 V prikazane su na slici 6.6. Ovisnost CCE o integriranom



Slika 6.6: IBIC mape ozračenih područja na 50 mikrometarskom (a) dijamantnom i (b) silicijskom detektoru snimljene s naponom od 50 V u oba slučaja.



Slika 6.7: Ovisnost CCE o (a) integriranom toku 4,5 MeV-skih protona i (b) dozi oštećenja za dijamantni (scCVD) i silicijski (SSBD) detektor na električnim poljima od 1 i 2 V/μm.

toku protona dana je na slici (6.7a). Integrirani tokovi čestica se kreću od  $3,1 \times 10^{12}$  do  $3,1 \times 10^{14}$  cm<sup>-2</sup> za dijamantni detektor te od  $8,9 \times 10^{12}$  do  $2 \times 10^{14}$  cm<sup>-2</sup> za SSBD. Efikasnost skupljanja naboja u SSB detektoru nešto brže opada s tokom čestica nego u dijamantnom detektoru. No, jasno je da se više ne radi o znatno boljoj otpornosti dijamanta, kao što je slučaj na višim energijama. To je još izraženije kad se CCE prikaže u ovisnosti o dozi oštećenja  $D_d$  (slika 6.7b), koja predstavlja ukupnu količinu neionizacijske energije po jedinici mase deponiranu u detektoru. Sad se podaci za silicij i dijamant gotovo preklapaju. Iz toga slijedi da je za istu količinu NIEL-a narušenje skupljanja naboja u oba materijala podjednako, iako je pritom broj vakancija u siliciju gotovo dva i pol puta veći, a brzina nosioca naboja manja. Ovakvo se ponašanje može pripisati znatno izraženijem samo-oporavku silicija, ili većem broju primarnih defekata koji kod njega tvore stabilne zamke za naboje. Nažalost, vrsta konačnih, stabilnih defekata nije određena, pa se o ovom drugom može tek nagađati. Iz istog razloga nisu poznati niti udarni presjeci za uhvat nosioca.

#### 6.4.4. Modeliranje efikasnosti skupljanja naboja u dijamantnim detektorima

Na slici 6.8a prikazano je opadanje CCE s tokom čestica za transmisijski detektor i 50 mikrometarski dijamantni detektor pri raznim naponima. Budući da su za ozračivanje tih detektora korišteni različiti snopovi (protoni od 1,3 i 4,5 MeV), CCE krivulje su, kao i u



Slika 6.8: (a) Ovisnost CCE o integriranom toku 4,5 MeV-skih protona u 50-mikrometarskom dijamantnom detektoru (lijevo) i 1,3 MeV-skih protona u transmisijskom detektoru (desno) na raznim električnim poljima. (b) Degradacija CCE s ukupnom dozom neionizacijske energije kod oba dijamantna detektora (lijevo) i prilagodba podataka na izraz (6.13) (desno).

prethodnom odjeljku, prikazane u ovisnosti o deponiranom NIEL-u (slika 6.8b). Za istu deponiranu neionizacijsku energiju, transmisijski detektor pokazuje znatno manji pad signala pri istom električnom polju. To je u skladu s njegovom skoro 10 puta manjom debljinom, a time i manjim tranzitnim vremenom, zbog čega je udio uhvaćenih nosioca naboja manji. Mogućnost primjene jako velikih električnih polja, od preko 10 V/µm čini izrađeni transmisijski detektor uistinu otpornim na velike doze zračenja. Ipak, za očekivati je da se

izmjerene vrijednosti u oba detektora grupiraju oko zajedničkog pravca, ako se podaci modeliraju prema izrazu (6.10). Točke na kojima CCE pada ispod 70% nisu uzete u obzir zbog pretpostavke malih oštećenja pod kojom je izveden izraz (6.10). Ako se uzme da su vrijednosti  $k\sigma$  jednake za elektrone i šupljine dobiva se:

$$CCE(\Phi) = 1 - \Phi \cdot \frac{\overline{vac} \cdot d \cdot v_{th}}{6} \cdot \frac{v_e + v_h}{v_e \cdot v_h} \cdot (k\sigma).$$
(6.12)

Vrijednosti pomačnih brzina nosioca naboja na svakom od korištenih napona uzete su iz [70]. Rezultati modeliranja prikazani su na desnoj strani slike 6.8b. Vrijednosti  $D^*$  koje se nalaze na x-osi jednake su:

$$D^* = \Phi \cdot \frac{\overline{vac} \cdot d \cdot v_{th}}{6} \cdot \frac{v_e + v_h}{v_e \cdot v_h}.$$
(6.13)

Dobiveno je zadovoljavajuće slaganje svih podataka osim za trasmisijski detektor pri 6 V. Budući da je na niskim naponima na transmisijskom detektoru teško izbjeći utjecaj polarizacije, ti su podaci izostavljeni iz prilagodbe jer mogu uključivati veliku pogrešku u mjerenju. Nagib pravca prilagodbe jednak je  $k\sigma$  i iznosi  $(8,6\pm0,2)\times10^{-16}$  cm<sup>2</sup>, što nije veliko odstupanje od iznosa dobivenog prilagodbom vremena života na slici (6.5b). Na kraju je ista prilagodba napravljena i za SSB detektor (slika 6.9). Dobivena je dvostruko manja vrijednost  $k\sigma = (4,0\pm0,1)\times10^{-16}$  cm<sup>2</sup>. To znači da bi za isti broj unesenih primarnih defekata i jednaku



Slika 6.9: Prilagodba izmjerenih vrijednosti CCE za ozračena područja SSBD detektora pri 50 i 100 V na izraz (6.13).

debljinu detektora smanjenje CCE u silicijskom detektoru bilo manje od onog u dijamantnom za otprilike  $2\times[\bar{v}(Si)/\bar{v}(C)]$ , što na uobičajeno korištenim poljima od oko 1 V/µm iznosi oko 1,3 puta. Ovdje treba još jednom naglasiti da će u slučaju izloženosti detektora zračenju broj primarnih defekata uvijek biti veći u siliciju, što poništava manju  $k\sigma$  vrijednost. Stoga će nakon ozračivanja istim tokom čestica CCE u siliciju biti manji od onog u dijamantu, kao što je bio slučaj i u ovom radu za 4,5 MeV-ske protone. Također, negativni efekt ozračivanja silicijskih detektora je i povećana struja curenja. Taj efekt nije moguće vidjeti ozračivanjem malih područja detektora, ali je detaljno opisan u drugim radovima [71].

## 6.5. Plitke probe i polarizacija

IBIC analiza oštećenih područja plitkim probama, koje se zaustavljaju neposredno iza upadne elektrode, može dati korisne informacije o zasebnom utjecaju unesenih defekata na transportna svojstva elektrona i šupljina. No, pri korištenju iona ugljika energije 1,8 MeV, koji se zaustavljaju na dubini od oko 1 μm, pojavio se nepremostivi problem polarizacije zbog koje nije bilo moguće snimiti kvalitetne spektre u nepolariziranom stanju. Uhvatom nosioca u dubokim zamkama, kojih osobito puno ima na ozračenim mjestima, stvara se prostorni naboj unutar detektora. On djelomično poništava narinuto električno polje, što za posljedicu ima smanjenje pomačne brzine nosica naboja i produljenje tranzitnog vremena. Kad ono postane usporedivo s vremenom života dolazi do nepotpune kolekcije naboja i CCE opada. Razvoj polarizacije osobito je brz na oštećenim područjima s kraćim vremenom života i većim



Slika 6.10: Ovisnost CCE o integriranom toku 1,8 MeV-skih iona ugljika pri naponima od  $\pm 70$  V.

brojem dubokih zamki, gdje ubrzani pad signala počinje već nakon prvih nekoliko događaja. Dovoljan broj događaja za određivanje centroida vrha u spektrima oštećenih područja prije vidljivog utjecaja polarizacije uspješno je snimljen samo na naponima od ±70 V. Rezultati su prikazani na slici 6.10. Primijećuju se nešto manje vrijednosti CCE nego u slučaju analize protonskim snopom. Razlog je ranije opisani plazma efekt. Također, nema značajne razlike u degradaciji signala između suprotnih polariteta napona. Kako na svakom polaritetu induciranom signalu dominantno doprinosi samo jedna vrsta nosioca, ovakvo ponašanje opravdava ranije korištenu pretpostavku o približno jednakom utjecaju unesenih zamki na elektrone i šupljine. Na manjim naponima, razvoj polarizacije je bio prebrz da bi se odredio položaj vrha u nepolariziranom stanju detektora.



Slika 6.11: Razvoj polarizacije u neoštećenim dijelovima transmisijskog detektora za upadne ione ugljika energija (a) 1,8 MeV i (b) 12 MeV. Gornji grafovi prikazuju medijane za svakih 1000 događaja, a donji grafovi ukupne spektre na ±30 V. Na x-osi u spektrima prikazan je broj kanala ADC-a.

Iako sporije nego na oštećenim područjima, do polarizacije dolazi i na neoštećenom dijelu detektora, što je očiti dokaz intrinsičnih dubokih zamki zbog nečistoća u korištenim dijamantima optičke kvalitete. Posebno se to odnosi na prisutnost supstitucijskog dušika koji unosi energijske nivoe na dubini od oko 1,7 eV od vodljive vrpce. Razvoj polarizacije u neoštećenom detektoru zabilježen je ozračivanjem manje površine detektora ionima ugljika energije 1.8 MeV te snimanjem induciranog signala svakog iona. Korištena frekvencija snopa iznosila je oko 1-2 kHz čestica. Na slici 6.11a prikazani su medijani signala za svakih 1000 događaja s površine od 50×50  $\mu$ m<sup>2</sup> pri naponima od ±30 V te ukupni spektari svih događaja. Isti postupak je ponovljen i s ionima ugljika energije 12 MeV (slika 6.11b) koji se zaustavljaju blizu donjeg ruba detektora. U slučaju 1,8 MeV-skih iona ugljika signali na oba polariteta kreću od istih početnih vrijednosti, ali na negativnom naponu (u odnosu na gornju elektrodu) dolazi do bržeg pada signala, odnosno brže polarizacije. Slijedi da je udarni presjek za uhvat nosioca u dubokim zamkama koje su prisutne u detektoru veći za elektrone nego za šupljine. U spektrima na slici 6.11a vidi se početni vrh koji odgovara nepolariziranom stanju te konačni vrh na nižim vrijednostima, koji se počinje razvijati s napretkom polarizacije. U slučaju 12 MeV-skih iona ugljika (doseg oko 5 µm), nema gotovo nikakvog smanjenje signala. Gusti oblak e-h parova stvara se čitavom debljinom detektora. Pritom slobodni nosioci neutraliziraju naboj suprotnog predznaka pa se samo u onom posljednjem mikrometru može skupiti nešto prostornog naboja. Tako kratki dio puta nema bitnijeg utjecaja na konačni inducirani signal. Isti je rezultat dobiven i s ionima ugljika energije 18 MeV.

Jednom kad se detektor polarizira on ostaje u tom stanju dugo vremena. Samo



Slika 6.12: (a) Razvoj polarizacije u neoštećenom dijelu membrana2 detektora za ione ugljika energije 1,8 MeV te depolarizacija na način opisan u tekstu. (b) Podaci iz (a) dijela na finijoj skali radi usporedbe s podacima na slici 6.11a.

uzemljavanje detektora nema skoro nikakav utjecaj na depolarizaciju. Jedini način da ga se depolarizira je uzemljavanje u kombinaciji s ozračivanjem. Pritom upadni ioni i dalje stvaraju slobodne nosioce koji se gibaju u električnom polju prostornog naboja i neutraliziraju ga. Opisani način depolarizacije vidi se na slici 6.12a. Naznačeni su trenuci kad je detektor bio samo uzemljen bez ozračivanja te kada je tijekom uzemljavanja i dalje bio izložen snopu ugljika. Nakon uzemljavanja u trajanju od 2 min, nije došlo do porasta visine signala, što je bilo i očekivano s obzirom na veliku energiju potrebnu za oslobađanje nosioca iz dubokih zamki. Za razliku od toga, ozračivanje istim snopom kroz dvije minute uz uzemljeni detektor u potpunosti je depolariziralo dijamant i signal je ponovno porastao na početnu vrijednost. Na b) dijelu iste slike događaji su prikazani do ukupnog broja koji odgovara onom sa slike 6.11a. Vidi se nešto sporije smanjenje signala kod membrana2 detektora u odnosu na transmisijski detektor. Vjerojatni razlog tome je manja koncentracija dušika u kristalima od kojih je izrađen membrana2 detektor. Ovakvo ponašanje je u skladu s izračunatim vremenima života nosioca naboja koja su dvostruko dulja u membrana2 detektoru.

## 7. ZAKLJUČAK

Iznimna električka i mehanička svojstva čine dijamant pogodnim materijalom za izradu detektora zračenja koji mogu raditi u otežanim uvjetima. U ovom je radu opisan razvoj detektorskog postava baziranog na tankoj dijamantnoj membrani koji istovremeno služi i kao izlazni prozor na vakuumskoj komori. Takav postav omogućuje pouzdanu informaciju o prolasku iona, što je nužan zahtjev eksperimenata u kojima se proučavaju efekti ozračivanja uzorka točno određenim brojem čestica.

Glavna prednost izrađenog transmisijskog dijamantnog detektora u odnosu na uobičajeno korištene tehnike detekcije sekundarnih elektrona koji se emitiraju prolaskom čestice kroz tanku foliju je 100%-tna efikasnost detekcije ubrzanih lakih iona (protona). Zbog čvrstoće materijala, izlaganje dijamantne membrane naprezanju uslijed razlike tlakova od oko 1 bar nije utjecalo na rad detektora. Također, mala debljina uređaja od oko 6 µm, omogućuje zadržavanje dobre lateralne prostorne razlučivosti fokusiranog mikro-snopa.

Iako je za izradu dijamantne membrane korišten monokristalni dijamant optičke kvalitete s nešto većim udjelom dušikovih nečistoća, ostvarena je potpuna kolekcija naboja koji se proizvodi ionizacijom pri prolasku protona kroz detektor. Za to je zaslužno kratko tranzitno vrijeme nosioca naboja u tankom sloju dijamanta i mogućnost primjene ekstremno velikih električnih polja, kakva je nemoguće uspostaviti u debljim dijamantnim detektorima. Prilikom upada težih iona ugljika s kratkim dosegom primjećena je nešto manja efikasnost skupljanja naboja zbog plazma efekta koji se događa u gustom oblaku stvorenog naboja.

Pri detekciji protona na višim energijama, problem je predstavljala relativno visoka razina šuma koji dolazi od elektroničkog lanca i okoline. Uporabom COOLFET pretpojačala taj je šum dovoljno smanjen da se vrh 6 MeV-skih protona jasno odvoji od njega. Zbog općenito zanemarivog intrinsičnog šuma dijamantnih detektora, uz bolje riješeno uzemljenje i zaštitu od okolnih elektromagnetskih smetnji, trebala bi biti moguća efikasna detekcija protona na još višim energijama. U spoju detektora na širokopojasno strujno pretpojačalo dobivene su odlične vremenske karakteristike signala, što uređaj čini primijenjivim za davanje preciznih vremenskih podataka. Mala amplituda signala koji izlaze iz strujnog pretpojačala posljedica je malog ulaznog otpora, ali i prilično velikog kapaciteta detektora. U budućnosti bi stoga bilo poželjno smanjiti kapacitet, npr, segmentacijom elektroda.

Kod istraživanja otpornosti na zračenje, ionska se mikroproba, u kombinaciji s IBIC analizom, pokazala vrlo korisnom za unošenje defekata na manjem području detektora i praćenju smanjenja signala. Pokazano je da se mnogo bolja otpornost dijamanta u odnosu na silicij na energijama upadnih čestica od preko 1 GeV/u ne može jednostavno preslikati na energije reda 1 MeV/u. Razlog je potpuno drugačiji mehanizam međudjelovanja projektila i atoma u kristalnim rešetkama dijamanta i silicija na različitim energijama. Štoviše, dvostruko manja vrijednost  $k\sigma$  umnoška u slučaju silicijskog detektora pokazuje njegov bolji odgovor na jednaku količinu unesenih vakancija. Ovdje je ključna razlika između dva materijala veća mobilnost primarnih defekata kod silicija, što rezultira boljim samo-oporavkom odnosno većom stopom anihilacije vakancija i intersticija. Za istu količinu deponirane neionizacijske energije, kod membranskog detektora dolazi do znatno manjeg pada u efikasnosti sakupljanja naboja u odnosu na 50-mikrometarske detektore. Uzrok tome je mala duljina skupljanja naboja te veće brzine nosioca naboja zahvaljujući većem električnom polju. Slaganje podataka izmjerenih na raznim naponima za oba dijamantna detektora dobra je potvrda valjanosti modeliranja induciranog naboja iznesenog u posljednjem poglavlju. Na temelju dobivene  $k\sigma$  vrijednosti može se predvidjeti ponašanje CCE s integriranim tokom čestica za bilo koju vrstu iona. Mogućnost transmisijskog detektora da podnese iznimno visoke doze zračenje proširuje njegovu primjenjivost na uvjete u kojima je izložen velikim strujama upadnih čestica.

Poteškoće u radu detektora za ione kratkog dosega predstavlja polarizacija. Tad se duboke zamke duž cijele debljine detektora pune jednom vrstom nosioca naboja. Taj prostorni naboj smanjuje efektivno polje u detektoru i signal opada. Kod transmisijskih iona polarizacija nije uočena, budući da se obje vrste nosioca stvaraju po cijelom detektoru i poništavaju postojeći prostorni naboj. Problem polarizacije zasigurno je jedna od najvećih prepreka uspješnoj uporabi dijamantnih detektora. Jedini način na koji se on može riješiti je poboljšanje kvalitete umjetno proizvedenih dijamantnih kristala u vidu minimalnog broja prisutnih nečistoća.

## **8. POPIS LITERATURE**

- [1] CMS Collaboration, CMS Tracker Technical Design Report, CERN/LHCC 98-6, 1998
- [2] R. Wunstorf, IEEE Trans. Nucl. Sci. 44 (1997) 806.
- [3] A. Oh, Diam. Relat. Mater. 38 (2013) 9.
- [4] www.wikipedia.com
- [5] www.chemistrysources.com
- [6] P. J. Dean, C. D. Clark i P. V. Harris, Proc. Roy. Soc. of London A 312 (1964) 329.
- [7] J. R. Chelikowsky i M. L. Cohen, Phys. Rev. B 13 (1976) 556.
- [8] R. Keown, Phys. Rev. 150 (1966) 568.
- [9] L. S. Pan i D. R. Kania, *Diamond: electronic properties and applications*, Kluwer Academic Publ., Boston, 1995.
- [10] A. T. Collins i W. S. Williams, J. Phys. C: Solid State Phys. 4 (1970) 1789.
- [11] R. G. Farrer, Solid State Comm. 7 (1969) 685.
- [12] A. Mainwood, J. Phys. C: Solid State Phys. 12 (1979) 2543.
- [13] H. Pernegger i ost., J. Appl. Phys. 97 (2005) 7.
- [14] M. Nesladek et al., Proceeding of Diamond 2007 17 (2008) 1235.
- [15] J. Isberg, A. Lindblom, A. Tajani i D. Twitchen, *Phys. Status Solidi A* 202 (2005) 2194.
- [16] Z. Li i H. Kraner, Nuclear Physics B Proceedings Supplements 32 (1993) 398.
- [17] M. H. Nazaré i A. Neves, Properties, growth and applications of diamond, EMIS Data Reviews Series 26 (2001).
- [18] A. M. Zaitsev, Optical properties of diamond: a data handbook, Springer (2001).
- [19] P. Olivero, Doktorska disertacija, Sveučilište u Torinu (2004).
- [20] F. P. Bundy et al., *Nature* **176** (1955) 51.
- [21] W. G. Eversole, Synthesis of diamond, U.S. Patent br. 3030187, 3030188 (1962).
- [22] T. Teraji, Phys. Status Solidi A 203 (2006) 3324.

- [23] L. Michiels, Sensors 9 (2009) 5600.
- [24] G. Stetter, Verhandl. deut. physik. Ges. 22 (1941) 13.
- [25] H. Bethe, Annalen der Physik **397** (1930) 325.
- [26] H. Andersen i J. Ziegler, *Hydrogen stopping powers and ranges in all elements*, Pergamon Press, New York (1977).
- [27] J. Lindhard, Mat.-Fys. Medd. 28 (1954) 8.
- [28] M. Gabrysch, Doktorska disertacija, Sveučilište u Uppsali (2010).
- [29] L. D. Landau, J. Phys. USSR 9 (1944) 201.
- [30] P. V. Vavilov, Zh. Eksp. Teor. Fiz. 32 (1957) 920.
- [31] R. C. Alig, S. Bloom i C. W. Struck, Phys. Rev. B 22 (1980) 5565.
- [32] J. B. Gunn, Solid-State Electronics 7 (1964) 739.
- [33] K. Hecht, Zum Mechanismus des lichtelektrischen Primarstromes in isolierenden Kristallen (1932)
- [34] W. Shockley i W. T. Read Jr., Phys. Rev. B 87 (1952) 5.
- [35] H. Jansen, Doktorska disertacija, Sveučilište u Bonnu (2013).
- [36] Y. Y. Wang et al., Int. J. Mod. Phys. B 16 (2002) 927.
- [37] B. E. Fisher, M. Cholewa i H. Noguchi, Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. B 181 (2001) 60.
- [38] Ph. Moretto et al., Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. B 181 (2001) 104.
- [39] M. Grad, A. Harken, G. Randers-Pehrson, D. Attinger i D. J. Brenner, *Jinst* 7 (2012) 12008.
- [40] C. Nilsson et al., . Inst. Meth. Phys. Res. B 266 (2008) 4808.
- [41] E. Berdermann et al., Diam. Relat. Mater. 19 (2010) 358.
- [42] M. Pomorski, E. Berdermann, W. de Boer, A. Furgeri, C. Sander i J. Morse, *Diam. Relat. Mater.* 16 (2007) 1066.
- [43] M. B. H. Breese, E. Vittone, G. Vizkelethy i P. J. Sellin, Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. B 264 (2007) 345.

- [44] M. Jakšić et al., Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. B 260 (2007) 114.
- [45] M. Bogovac, I. Bogdanović, S. Fazinić, M. Jakšić, L. Kukec i W. Wilhelm, Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. B 89 (1994) 219.
- [46] P. A. Tove i W. Seibt, Nucl. Inst. Meth. 51 (1967) 261.
- [47] J. Koike, D. M. Parkin i T. E. Mitchell, Appl. Phys. Lett. 60 (1992) 12.
- [48] M. Huhtinen, Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. A 491 (2002) 194.
- [49] R. S. Wallny, Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. A 582 (2007) 824.
- [50] G. P. Summers et al., *IEEE Trans. Nucl. Sci.* 40 (1993) 1372.
- [51] S. R. Messenger et al., *IEEE Trans. Nucl. Sci.* 51 (2004) 3201.
- [52] G. H. Kinchin i R. S. Pease, Rep. Prog. Phys. 18 (1952) 1.
- [53] S. R. Messenger et al., IEEE Trans. Nucl. Sci. 46 (1999) 1595.
- [54] M. Moll, E. Fretwurst, M. Kuhnke i G. Lindstrom, Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. A 186 (2002) 100.
- [55] C. Leroy i P. Rancoita, Rep. Prog. Phys. 70 (2007) 493.
- [56] B. Campbell, W. Choudhury, A. Mainwood, M. Newton i G. Davies, *Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. A* **476** (2002) 680.
- [57] M. E. Newton, B. A. Campbell, D. J. Twitchen, J. M. Baker i T. R. Anthony, *Diam. Relat. Mater.* 11 (2002) 618.
- [58] K. Iakoubovskii i A. Stesmans, Phys. Status Solidi A 201 (2004) 2509.
- [59] A. Pu, V. Avalos i S. Dannefaer, Diam. Relat. Mater. 10 (2001) 585.
- [60] E. Baskin, A. Reznik, D. Saada, J. Adler i R. Kalish, Phys. Rev. B 64 (2001) 224110.
- [61] C. E. Nebel et al., *Diam. Relat. Mater.* **10** (2001) 639.
- [62] M. Moll, u ime RD50 kolaboracije, Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. A 565 (2006) 202.
- [63] W. de Boer et al., Phys. Status Solidi A 17 (2007) 204

- [64] A. Hallen, N. Keskitalo, L. Josyula i B. G. Svensson, J. Appl. Phys. 86 (1999) 214.
- [65] S. Lazanu i I. Lazanu, Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. B 183 (2001) 383.
- [66] Ž. Pastuović, E. Vittone, I. Capan i M. Jakšić, Appl. Phys. Lett. 98 (2011) 92101.
- [67] E. Vittone, *Modeling of the degradation of charge collection efficiency in detectors subjected to damaging ionizing radiation*, IAEA CRP technical report (2012).
- [68] J. Forneris, Doktorska disertacija, Sveučilište u Torinu (2014).
- [69] S. R. Messenger, E. A. Burke, R. J. Walters, J. H. Warner i G. P. Summers, *Prog. Photovolt: Res. Appl.* **13** (2005) 115.
- [70] M. Gabrysch, S. Majdi, D. J. Twitchen i J. Isberg, J. Appl. Phys. 109 (2011) 063719.
- [71] A. Furgeri, *Doktorska disertacija*, Sveučilište u Karlsruheu (2006).

# 9. ŽIVOTOPIS

Veljko Grilj je rođen 12. svibnja 1986. godine u Rijeci, gdje je završio osnovnu i srednju školu. Diplomirao je fiziku 2010. godine na Prirodoslovno-matematičkom fakultetu Sveučilišta u Zagrebu s prosjekom ocjena 4,975. Dobitnik je nagrade Fakultetskog vijeća za izvrstan uspjeh u studiju 2009. godine. Po završetku studija zapošljava se na Institutu Ruđer Bošković kao znanstveni novak u Laboratoriju za interakcije ionskih snopova. Uz primjenu ionskih snopova pri analizi raznih uzoraka, bavi se i istraživanjem poluvodičkih detektora zračenja s naglaskom na detektore izrađene od umjetno proizvedenih dijamantnih kristala. Do sada je objavio 10 znanstvenih radova.

### Popis znanstvenih radova:

- 1. N. Skukan, V. Grilj i M. Jakšić; *CVD diamond as a position sensitive detector using charge carrier transition time*, Nucl. Instr. and Meth. B, 2013
- 2. V. Grilj, N. Skukan, M. Jakšić, W. Kada i T. Kamiya; *Irradiation of thin diamond detectors and radiation hardness tests using MeV protons*, Nucl. Instr. and Meth. B, 2013
- 3. J. Forneris, V. Grilj, M. Jakšić, A. Lo Giudice, P. Olivero, F. Picollo, N. Skukan, C. Verona, G. Verona-Rinati i E. Vittone; *IBIC characterization of an ion-beammicromachined multi-electrode diamond detector*, Nucl. Instr. and Meth. B, 2013
- 4. M. Jakšić, V. Grilj, N. Skukan, M. Majer, H. K. Jung, J. Y. Kim i N. H. Lee; *Comparison of proton microbeam and gamma irradiation for the radiation hardness testing of silicon PIN diodes*, JINST, 2013
- 5. J. Forneris, V. Grilj, M. Jakšić, P. Olivero, F. Picollo, N. Skukan, C. Verona, G. Verona-Rinati i E. Vittone; *Measurement and modelling of anomalous polarity pulses in a multi-electrode diamond detector*, Europhys. Lett., 2013
- 6. V. Grilj, N. Skukan, M. Pomorski, W. Kada, N. Iwamoto, T. Kamiya, T. Ohshima I M. Jakšić; *An ultra-thin diamond membrane as a transmission particle detector and vacuum window for external microbeams*, Appl. Phys. Lett., 2013
- W. Kada, N. Iwamoto, T. Satoh, S. Onoda, V. Grilj, N. Skukan, M. Koka, T. Ohshima, M. Jakšić i T. Kamiya; *Continuous observation of polarization effects in thin SC-CVD diamond detector designed for heavy ion microbeam measurement*, Nucl. Instr. and Meth. B, 2014
- L. Grassi, J. Forneris, D. Torresi, L. Acosta, A. Di Pietro, P. Figuera, M. Fisichella, V. Grilj, M. Jakšić, M. Lattuada, T. Mijatović, M. Milin, L. Prepolec, N. Skukan, N. Soić, V. Tokić i M. Uroić; Study of the inter-strip gap effects on the response of Double Sided Silicon Strip Detectors using proton micro-beams, Nucl. Instr. and Meth. A, 2014

- 9. J. Pietraszko, T. Galatyuk, V. Grilj, W. Koenig, S. Spataro i M. Träger; *Radiation damage in single crystal CVD diamond material investigated with a high current relativistic*<sup>197</sup>Au beam, Nucl. Instr. and Meth. A, 2014
- 10. N. Iwamoto, T. Makino, W. Kada, N. Skukan, M. Pomorski, V. Grilj, M. Jakšić, S. Onoda, T. Ohshima i T. Kamiya; *Charge Collection Characteristics of A Super-Thin Diamond Membrane Detector Measured With High-Energy Heavy Ions*, IEEE Trans. on Nucl. Sci., 2014