



地下和空间粒子物理与宇宙物理前沿问题研讨会

锦屏低温晶体量热器实验 深冷半导体温度传感器NTD-Ge研制

段德勇(代表CUPID-CJPL)

2023/05/09

核探测与核电子学国家重点实验室

中国科学技术大学



目录

➤物理背景

- 低温晶体量热器

- 低温温度传感器与NTD-Ge

➤NTD-Ge温度传感器研制

- 辐照预处理

- 反应堆中子辐照

- 辐照后特性研究

- 微纳加工工艺

- mK级低温测试

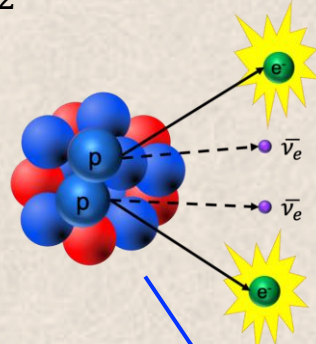
➤总结与展望

无中微子双贝塔衰变

$2\nu\beta\beta$ -标准模型允许

$$(A, Z) \rightarrow (A, Z + 2) + 2e^- + 2\bar{\nu}_e$$

$$T_{1/2} = 10^{18} \sim 10^{24} \text{ yrs}$$

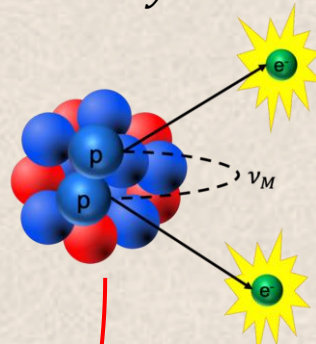


1937, $\bar{\nu} = \nu$

$0\nu\beta\beta$ -超越标准模型新物理

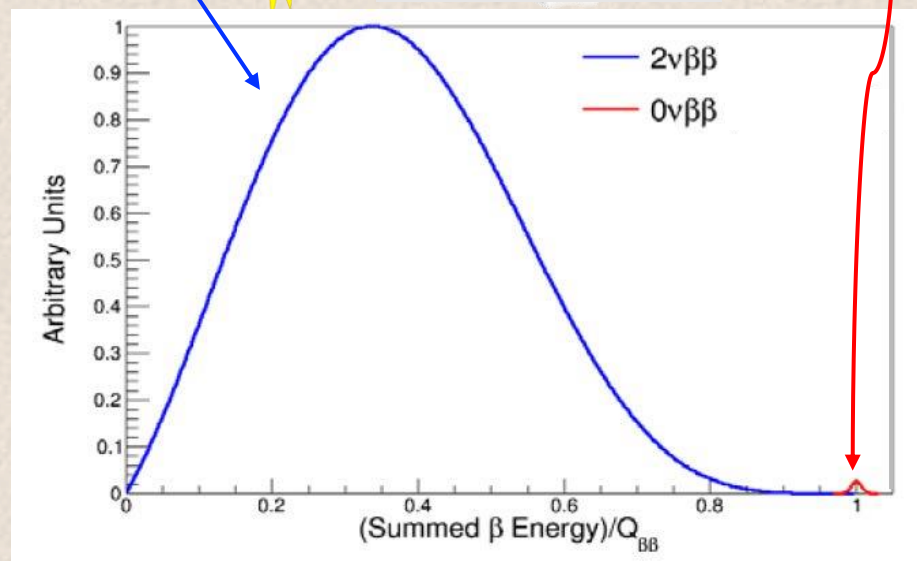
$$(A, Z) \rightarrow (A, Z + 2) + 2e^-$$

$$T_{1/2} > 10^{26} \text{ yrs}$$

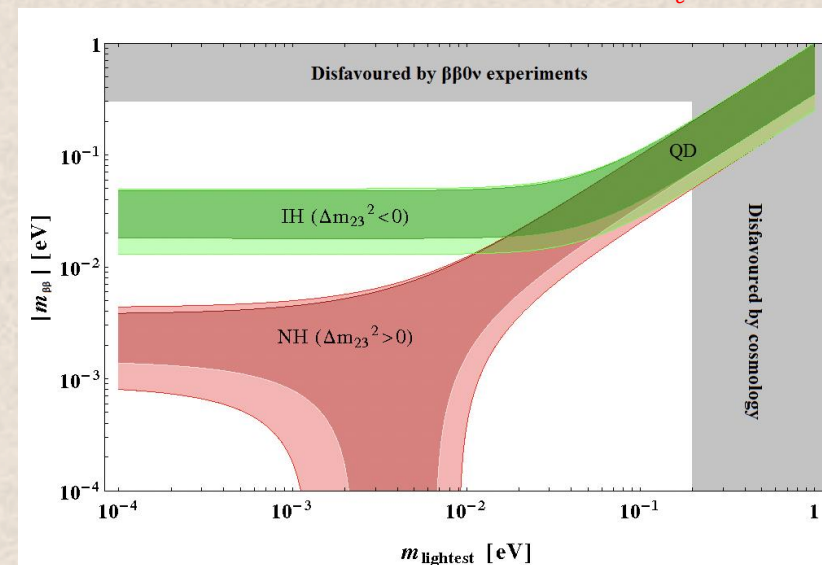


$0\nu\beta\beta$ 揭示基础物理问题

- 中微子质量排序
- 中微子的绝对质量
- $\Delta L = 2$, 轻子数是否破缺
- 轻子产生机制
- 宇宙正反物质不对称性

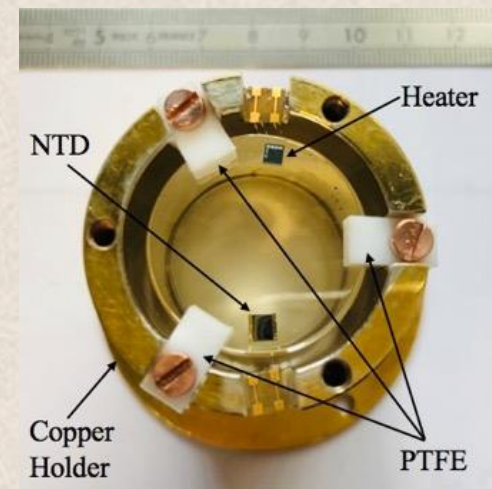
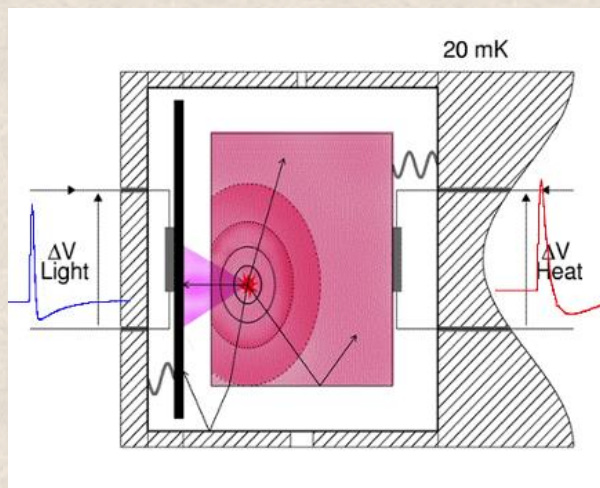
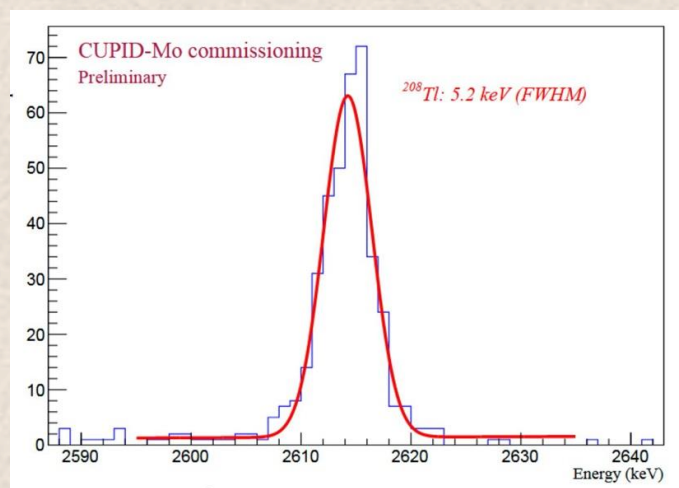
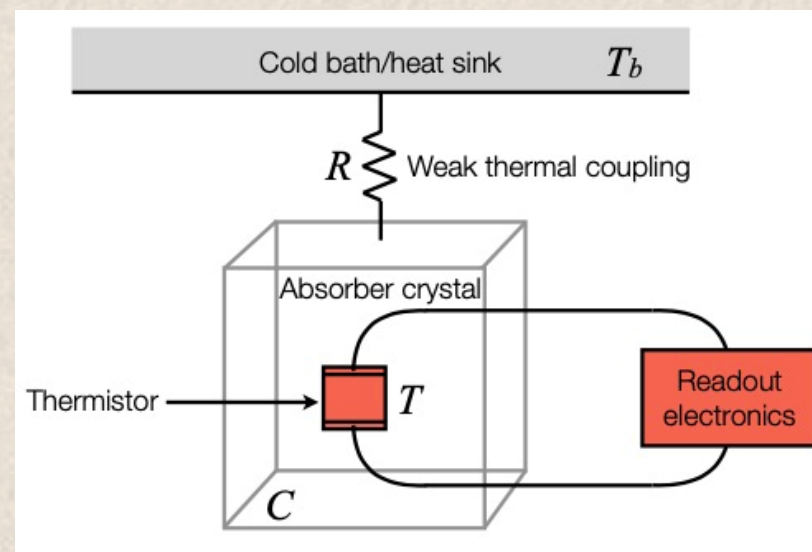


$$[T_{1/2}^{0\nu}]^{-1} = G^{0\nu}(Q_{\beta\beta}, Z) \cdot |M^{0\nu}(A, Z)|^2 \cdot \frac{\langle m_{\beta\beta} \rangle^2}{m_e^2}$$



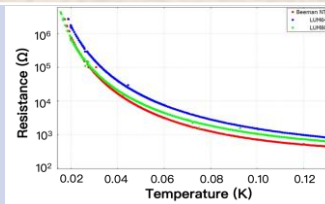
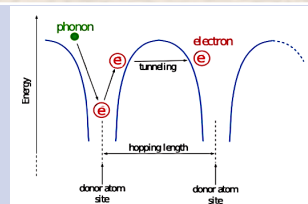
低温晶体量热器

- 以声子为媒介子的极低温 ($\sim mK$) 探测器
 - 低能量探测阈值 $T_0 \sim mK$ $w \approx meV$
 - 能量分辨率高 $\Rightarrow$ FWHM [5.2keV@2615keV](#)
 - 声子测量典型值 $\Delta T \sim 100 \mu K/MeV$ at 10 mK @ TeO_2
- 吸收晶体: “源=探测器” 结构有极高探测效率
- 闪烁晶体: 声子-荧光两维读出
 - α 和 β/γ 荧光产额不同 $\rightarrow$ 有效粒子鉴别



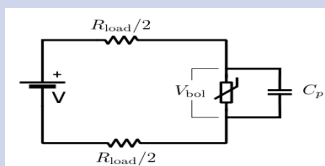
极低温温度传感器

中子嬗变掺杂Ge 半导体传感器 (NTD-Ge)



Variable Range Hopping

$$\Delta T \rightarrow \Delta R \rightarrow \Delta V$$

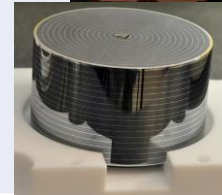


- 高灵敏度 $A \sim 1-10$
- 动态范围大 eV-keV-MeV
- 读出电子学相对简单响应慢 ms

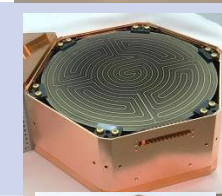
CUORE ($0\nu\beta\beta$)



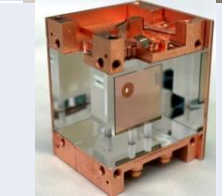
EDELWEISS (Dark Matter)



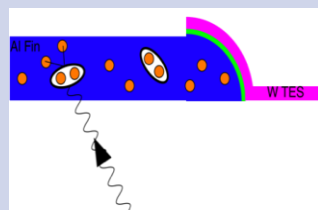
SuperCDMS (Dark Matter)



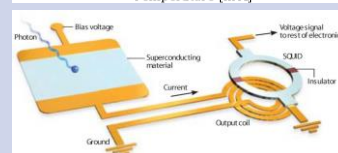
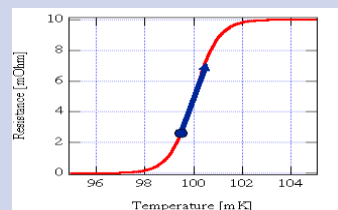
CRESST (Dark Matter)



超导转变边沿传感器 TES

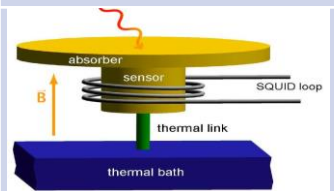


Phonon-Cooper pair
 $\Delta T \rightarrow \Delta R \rightarrow \Delta I$



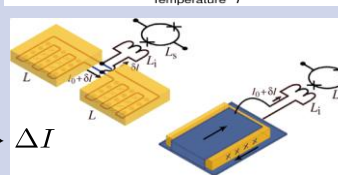
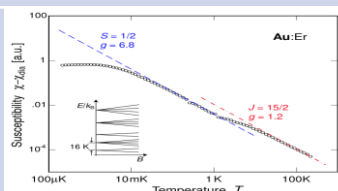
- 极高灵敏度 $A \sim 100-1000$
- 响应快 μs
- 动态范围小 eV- keV
- 读出复杂, SQUID读出, mK低温端, 磁屏蔽

金属磁性量热仪 MMC



Paramagnetic material

$$\Delta T \rightarrow \Delta M \rightarrow \Delta \Phi \rightarrow \Delta I$$



- 高灵敏度 A
- 响应快 $< 1\mu s$ (intrinsic)
- 动态范围大
- 读出复杂, SQUID读出, mK低温端, 磁屏蔽

AMoRE ($0\nu\beta\beta$)



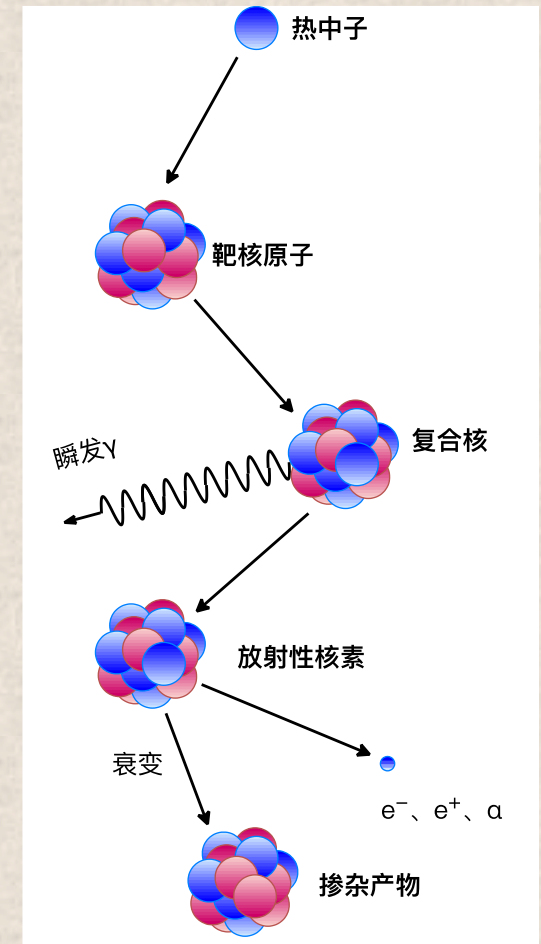
NTD-Ge 低温温度传感器

- 中子嬗变掺杂锗半导体 (Neutron Transmutation Doped Germanium)
- 利用反应堆热中子辐照，将半导体的部分核素原子嬗变为掺杂杂质

同位素	丰度(%)	热中子俘获截面(bar)	中子俘获产物 (half-life)	实现掺杂杂质 (衰变过程)	杂质类型
^{70}Ge	20.7	3.05(13)	^{71}Ge (11.4 d)	^{71}Ga (EC)	受主
^{72}Ge	27.5	0.89(8)	^{73}Ge (stable)	^{73}Ge	--
^{73}Ge	7.7	14.7(4)	^{74}Ge (stable)	^{74}Ge	--
^{74}Ge	36.6	0.36(4)	^{75}Ge (82.8 m)	^{75}As (β^- decay)	施主
^{76}Ge	7.5	0.055(2)	^{77}Ge (38.8, 11.3 h)	$^{77}\text{Se}, ^{77}\text{As}$ (β^- , β^-)	施主

- 天然丰度的高纯锗，中子辐照后为p型补偿半导体，净掺杂浓度为

$$N_A - N_D = N_{^{71}\text{Ga}} - (N_{^{75}\text{As}} + 2 \times N_{^{77}\text{Se}})$$
- 中子俘获截面相对较小，半导体内部中子通量几乎相同，掺杂均匀
- 可以实现大量、重复性的制备



NTD-Ge温度传感器工作原理

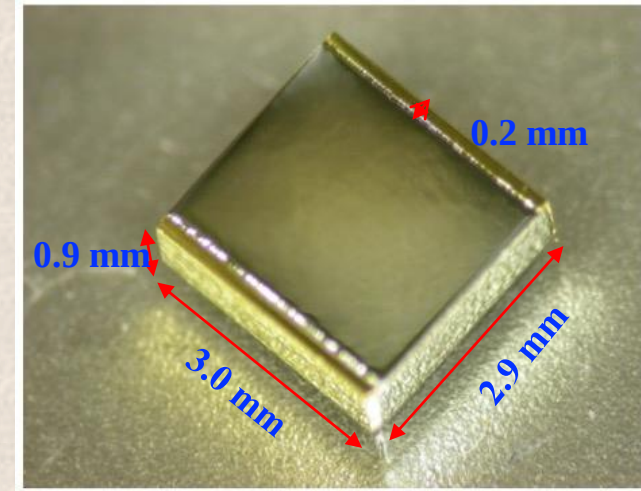
- 变程跳跃传导机制, (Variable Range Hopping, VRH)
- 电阻-温度关系: [Mott's law](#) , $\alpha=0.5$

材料、规格、电极

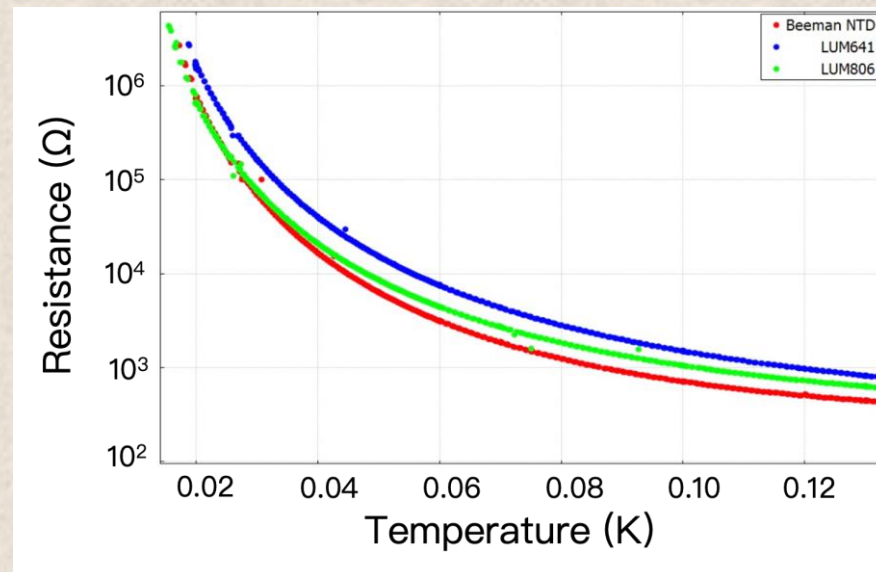
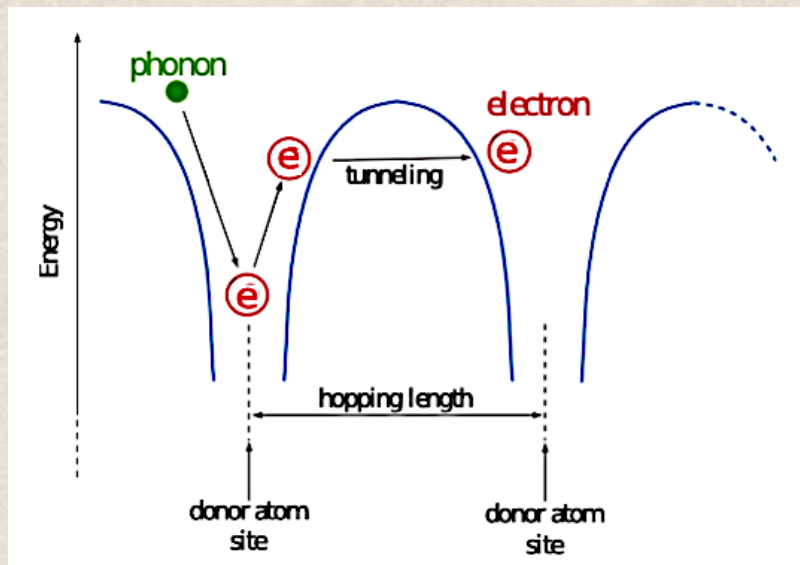
$$R = R_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^\alpha$$

Mott定律 $\alpha=0.5$

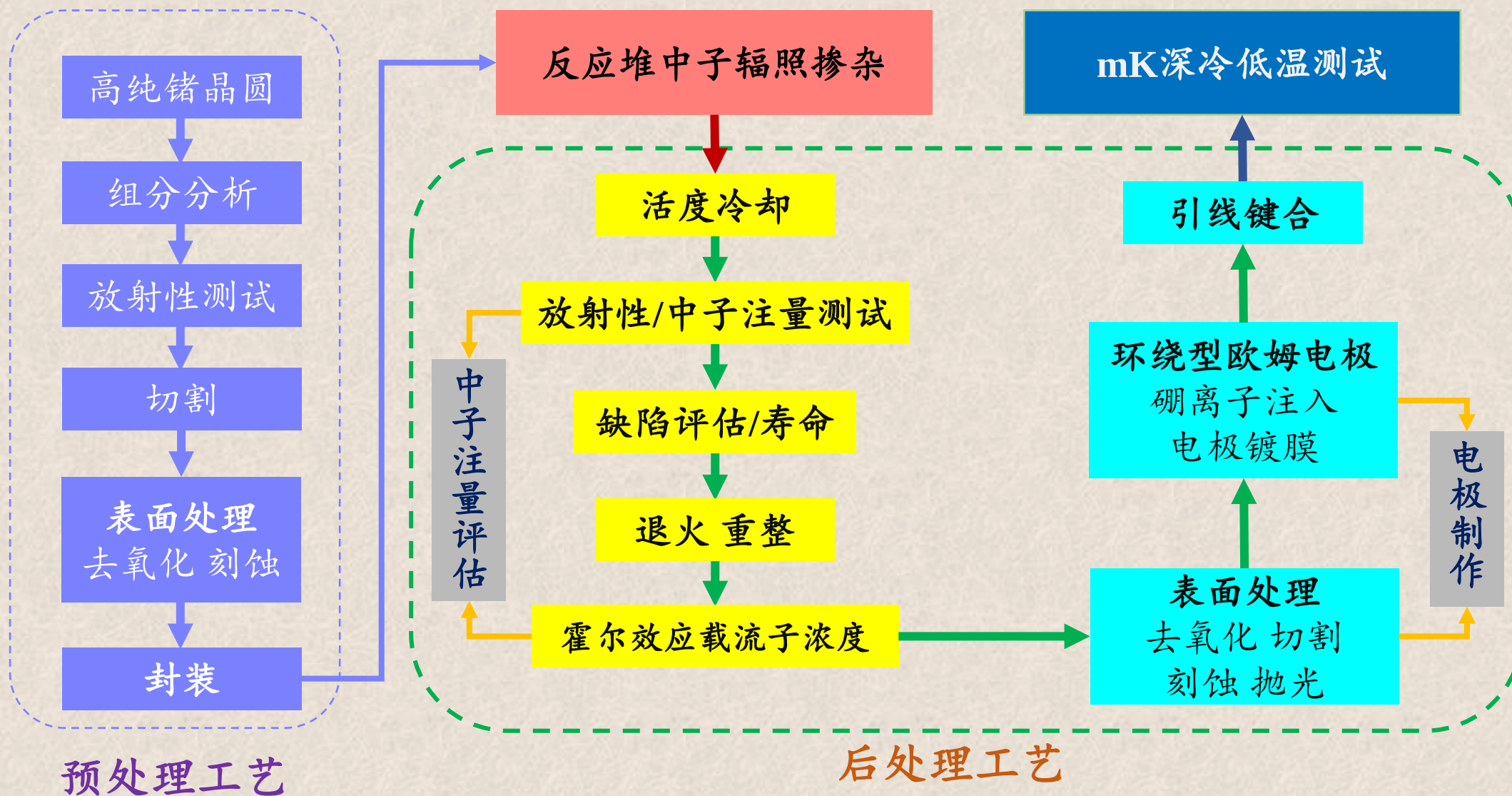
掺杂浓度



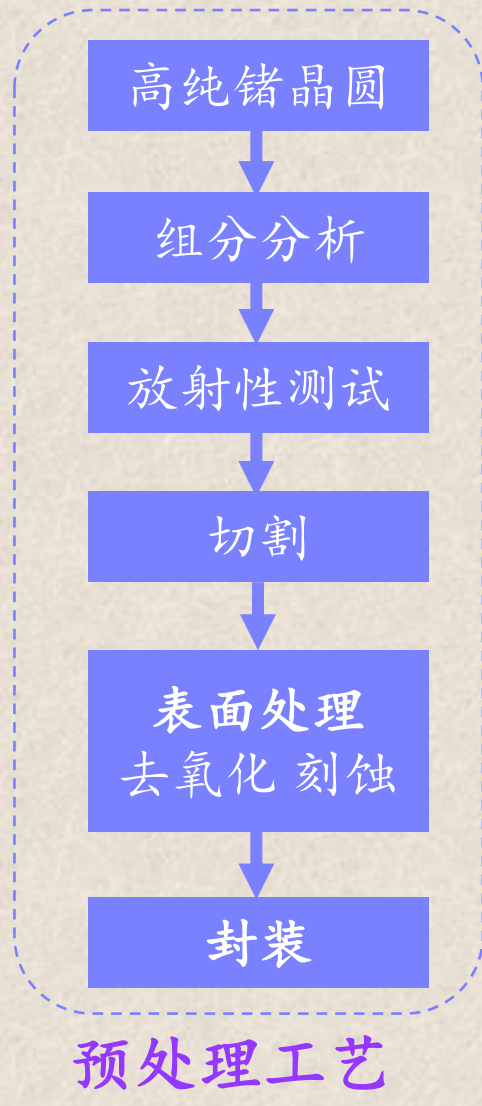
- NTD-Ge由伯克利国家实验室研制, 典型取值 $R_0 \sim 1 \Omega$, $T_0 \sim 4 K$



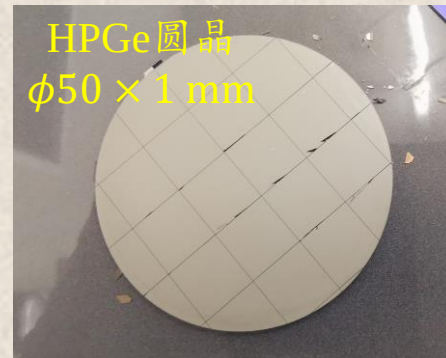
NTD-Ge极低温热传感器研制



辐照前预处理工艺

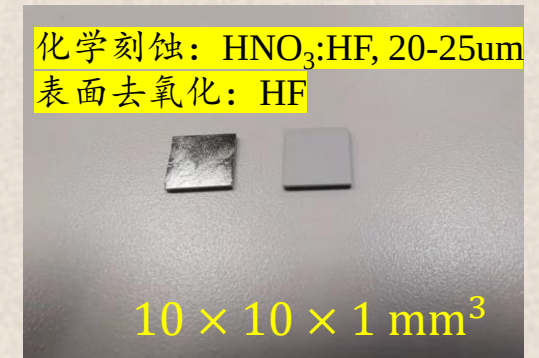


- HP-Ge(Umicore, 10N纯度), 金刚石划片机切割
- 上海应用物理所ICPMS测试丰度; 锦屏HP-Ge谱仪测试放射性杂质



核素	丰度
Ge-70	0.199
Ge-72	0.276
Ge-73	0.077
Ge-74	0.373
Ge-76	0.076

Isotope	Activity (mBq/pcs)
Co60	< 0.32
Cs137	< 0.29
K40	< 6.00 (0.28 + -3.49)
Th232_Ac228	< 2.13 (0.98 + -0.71)
Th232_Th228	< 0.33 (0.02 + -0.19)
U235	< 1.73
U238_Ra226	< 11.92 (5.42 + -3.96)
U238_Rn222	< 1.09 (0.55 + -0.33)



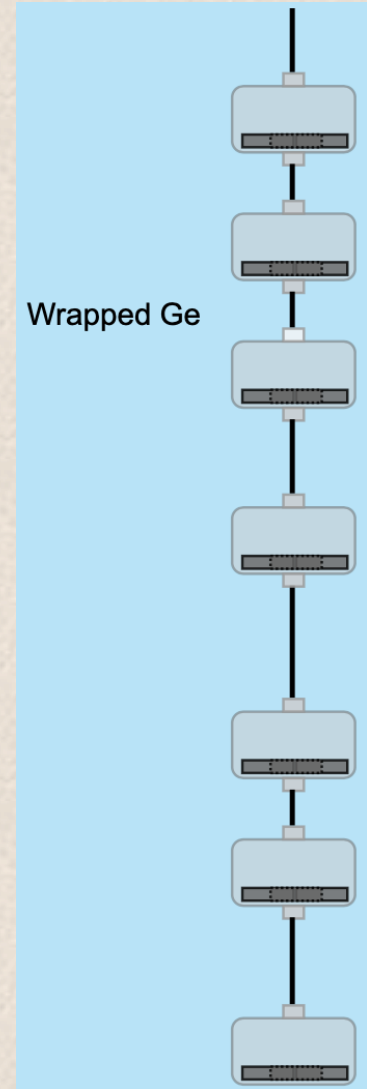
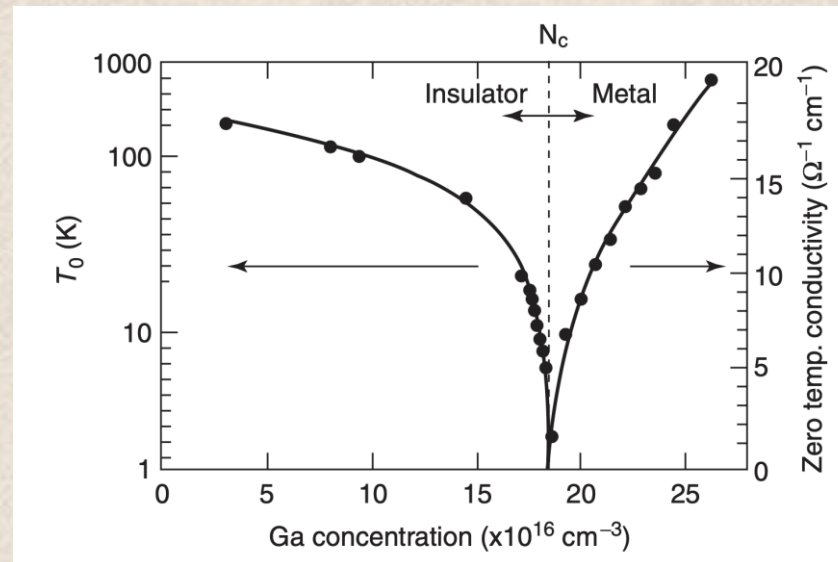
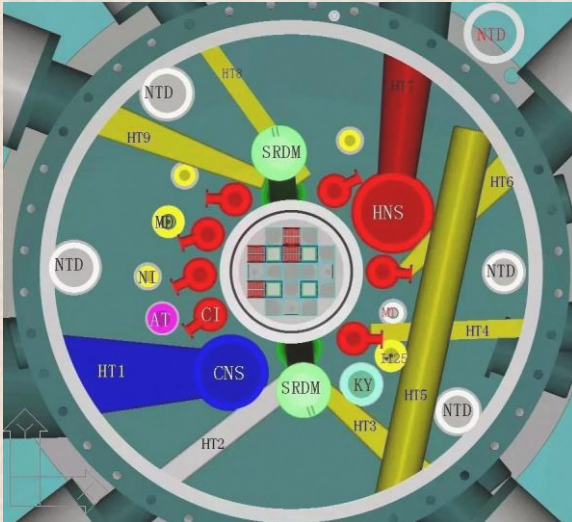
- 表面处理: 化学刻蚀 20~25 μm / HF表面去氧化
- 密闭封装: 高纯石英盒(磨砂口)+聚酰亚胺胶带+铝箔+高纯铝盒



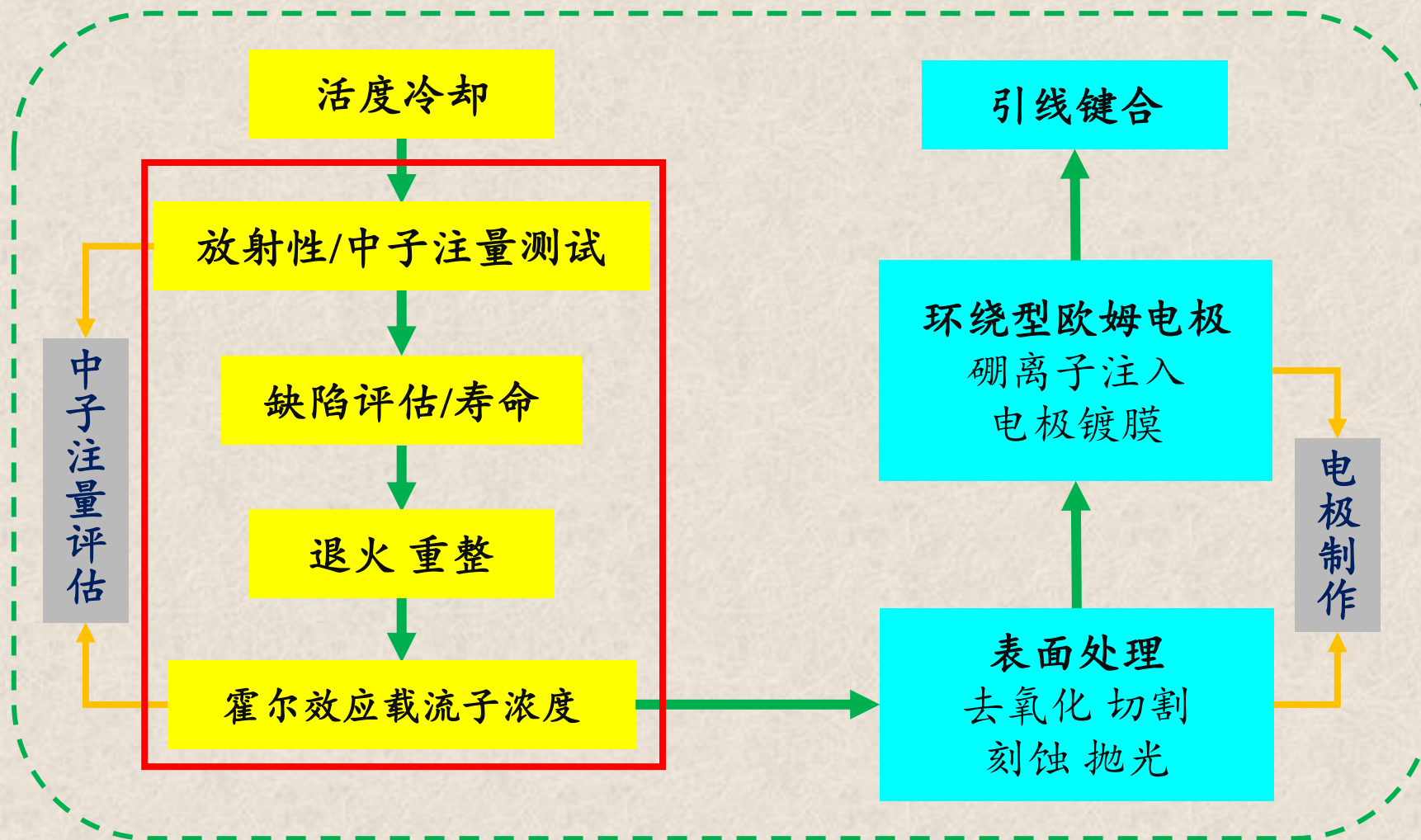
高纯锗(HP-Ge)辐照

- 中国原子能研究院中国先进研究堆 (CARR)
 - 轻水冷却, 重水慢化, 多个试验孔道, 垂直孔道
 - 热中子份额 > 99.0%
- 设置6个不同的中子注量点 $\sim 10^{18} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2}$
- 辐照后, 放置150天, 实现嬗变掺杂及达到放射性安全

CARR堆芯孔道图

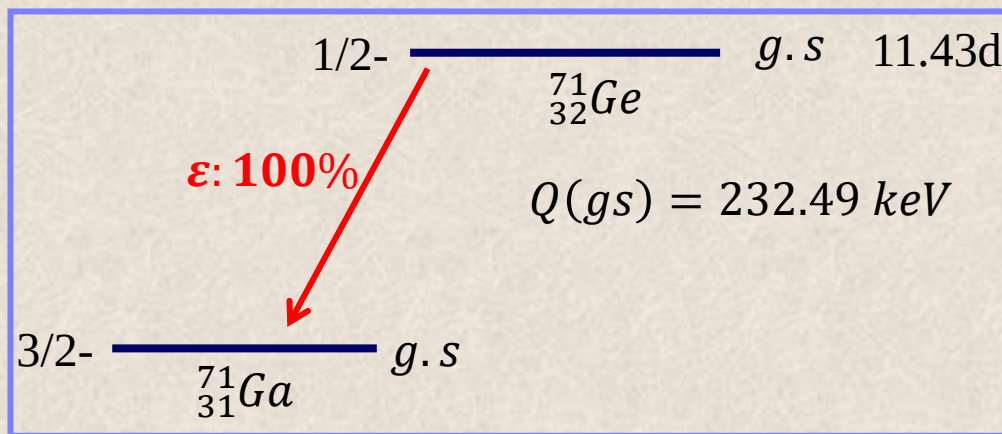


后处理工艺-特性研究



NTD-Ge反应堆中子辐照注量

- T_0 取决于掺杂浓度（中子辐照注量）
- 首次提出采用 **锗自身放射性标定热中子注量**（专利202111202078.8；arXiv:2302.12982）
 - X射线测量 + Geant4模拟效率
 - 无需引入额外的检测片、信号能区干净



Gamma and X-ray radiation:

	Energy (keV)	Intensity (%)	Dose (MeV/Bq-s)
XR 1	1.1	1.52 % 5	1.68E-5 5
XR kα2	9.225	13.3 % 5	0.00123 5
XR kα1	9.252	26.1 % 10	0.00242 9
XR kβ3	10.26	1.66 % 6	1.71E-4 6
XR kβ1	10.264	3.24 % 11	3.33E-4 12
XR kβ2	10.366	0.0275 % 10	2.85E-6 10

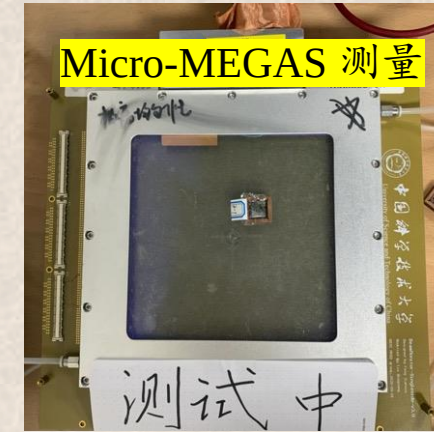
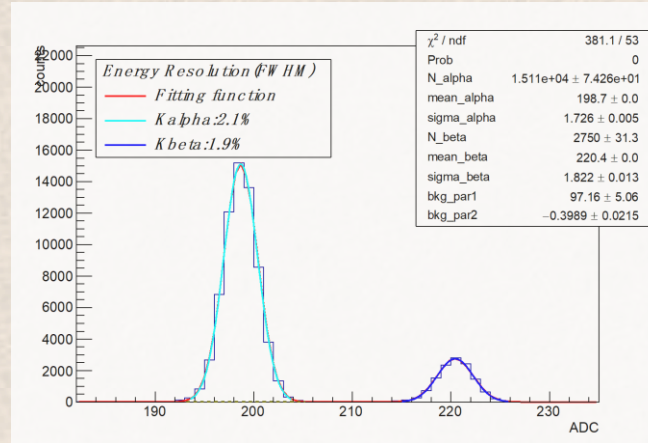
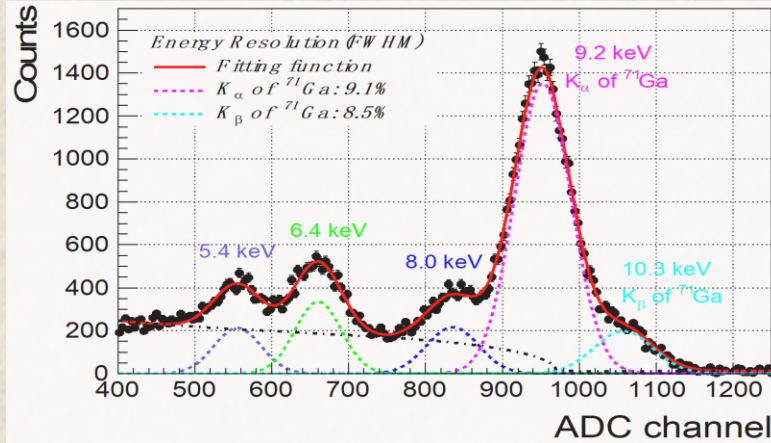
$$A(t) = \frac{\lambda \sigma \phi N_0}{\lambda - \sigma \phi} (e^{-\sigma \phi t_r} - e^{-\lambda t_r}) e^{-\lambda t}$$

$$\simeq \sigma \phi N_0 (1 - e^{-\lambda t_r}) e^{-\lambda t}, \text{ when } \sigma \phi \ll \lambda$$

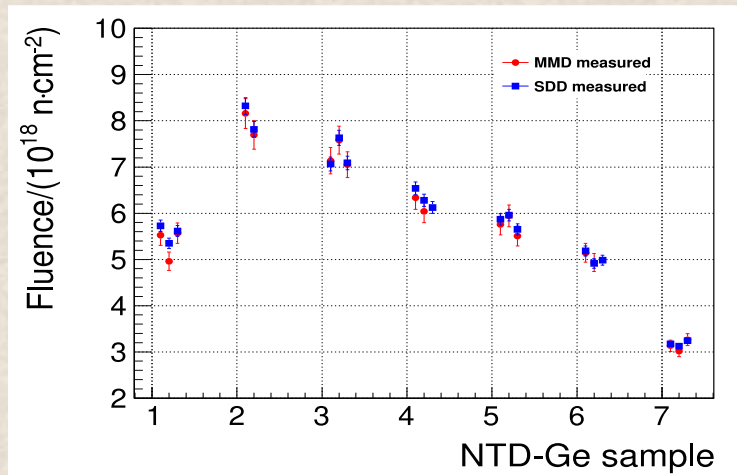
ϕ : 为热中子通量
 σ : ^{70}Ge 中子俘获截面
 λ : ^{71}Ge 衰变常数

中子辐照注量测量

- Micro-Megas和SDD探测器测量NTD-Ge特征X射线



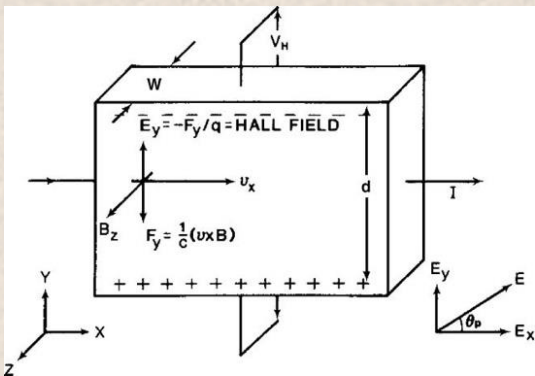
- 中子注量测量结果，MMD与SDD结果一致



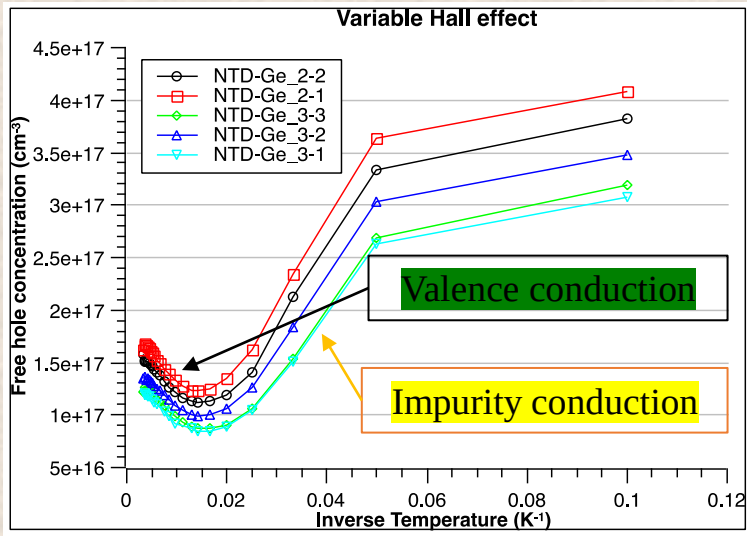
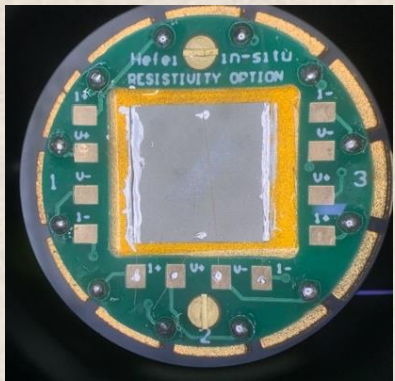
Sources		Contribution (%)	
		MMD	SDD
Experiment	Peaks fit	1.321	0.428
	Efficiency	3.755	2.078
Experimental total		3.981	2.122
Input parameters		5.957	5.905

变温霍尔效应测试

- 综合物性测量仪 (PPMS) : 温区 10 K-300 K, 磁感应强度 (-3T, +3T)
- 银胶、金线 ($\phi 25 \mu m$) 制作霍尔电极



$$\begin{cases} V_H = R_H \frac{BI}{w} \\ R_H = r_H \cdot \frac{1}{n \cdot e} \end{cases}$$



- 霍尔效应测量得到掺杂浓度与中子通量估算得到结果相近, 偏差来自于霍尔因子相对1的偏离, 以及少量缺陷的散射
- 实验所测高掺杂的NTD-Ge, 杂质在 100 K-250 K 温度区间体现出冻结特性, 即为杂质电离区
- 在 300 K 左右, 温度升高, 自由载流子浓度上升趋势减缓, 杂质完全电离

Sample	Ga acceptor concentration /[1.0E17 (cm ⁻³)]			Ratio
	Hall carrier	N_A ($r_H = 1$)	Fluence	Fluence/Hall
2-2	1.515	1.950	2.029	1.041
2-1	1.656	2.131	2.160	1.014
3-3	1.242	1.598	1.840	1.151
3-2	1.352	1.740	1.981	1.139
3-1	1.190	1.532	1.835	1.198

中子辐照缺陷研究

- 中子辐照缺陷：引入缺陷能级，不明确载流子数目变化

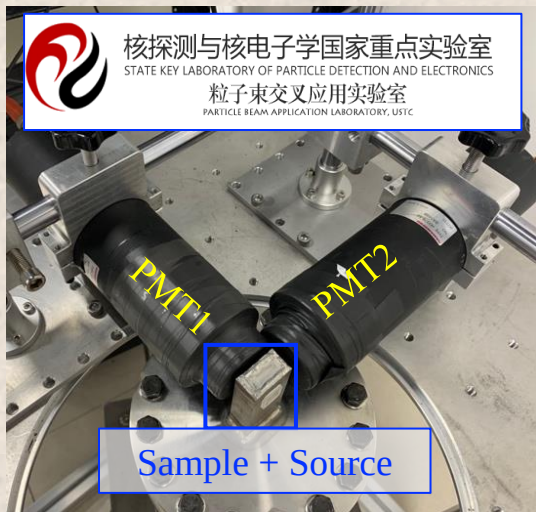
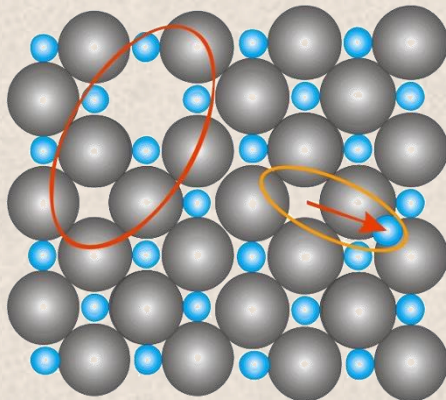
- 快中子冲击，使晶格原子发生位移。
- 热中子俘获及后续衰变产生的核反冲

- PALS正电子寿命表征NTD-Ge缺陷，无损检测

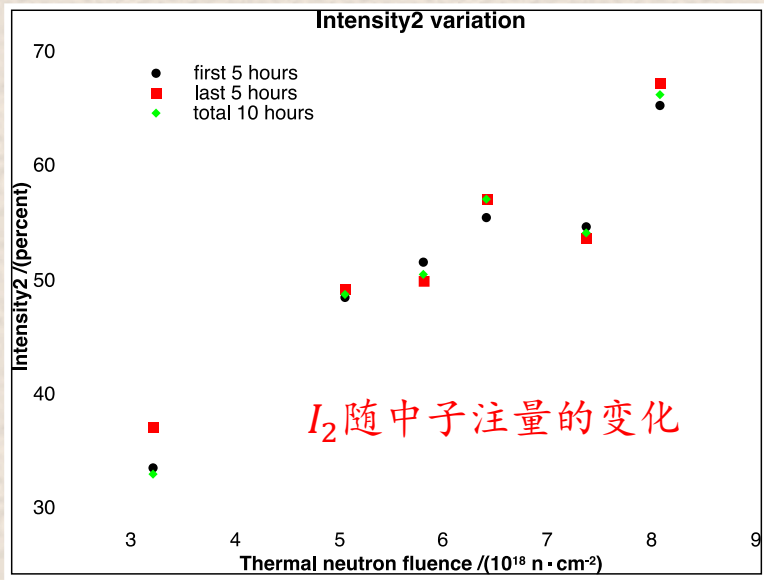
- 空位型缺陷呈电负性，易捕获正电子
- 电子密度越高，正电子湮没寿命越短
- 缺陷中寿命 τ_2 的占比 I_2 可以表征缺陷浓度

- 缺陷浓度随中子注量增大而增加

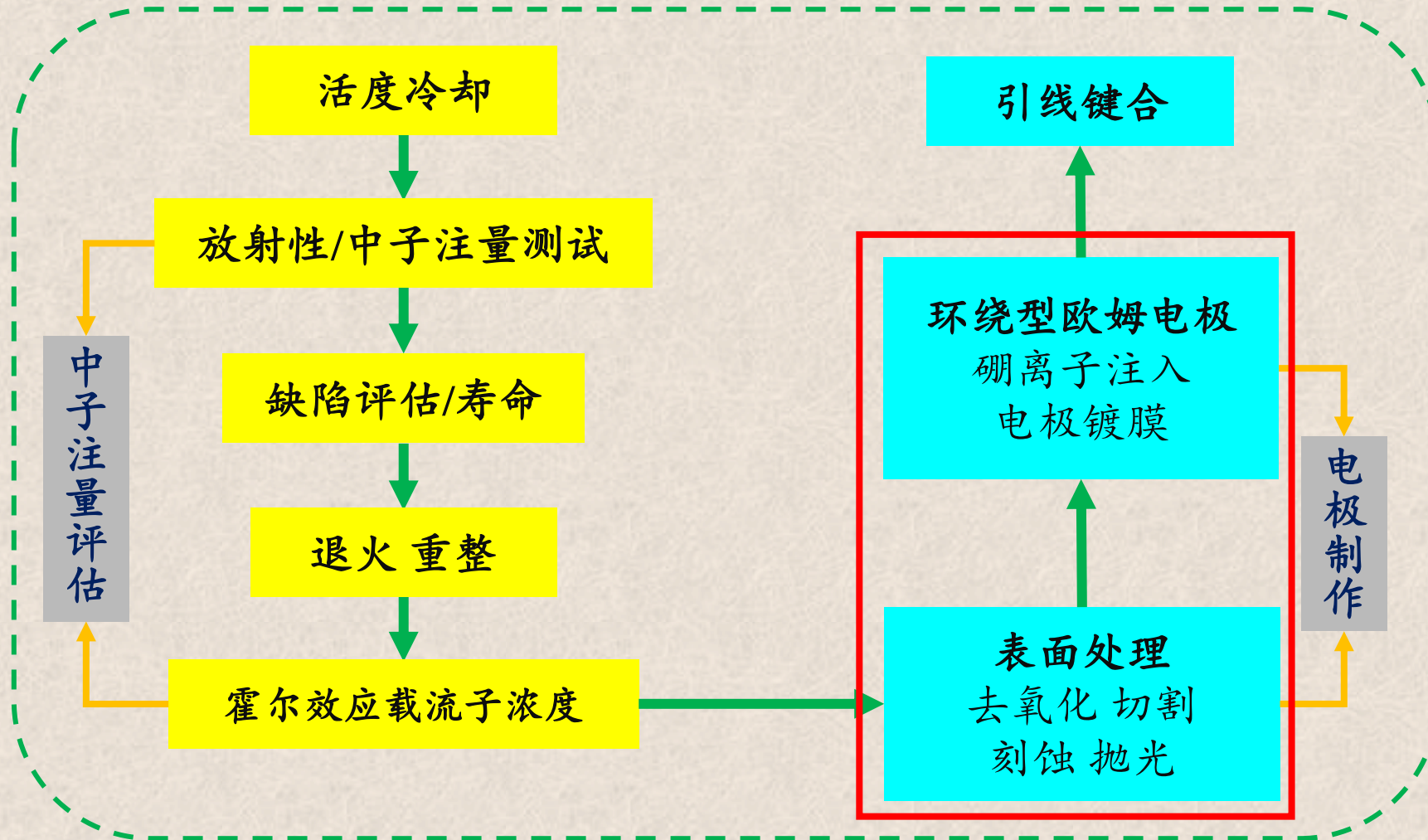
- 高温退火后中子辐照缺陷基本完全恢复



Sample	$\tau_1(\text{ps})$	$\tau_2(\text{ps})$	$I_1(\%)$	$I_2(\%)$
HP-Ge	223	343	86.3	12.8
NTD-Ge	268.6	310.2	33.4	65.9
Annealed-NTD-Ge	228.5	409	96.3	3.5

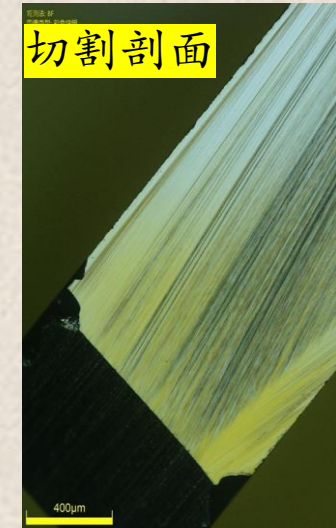
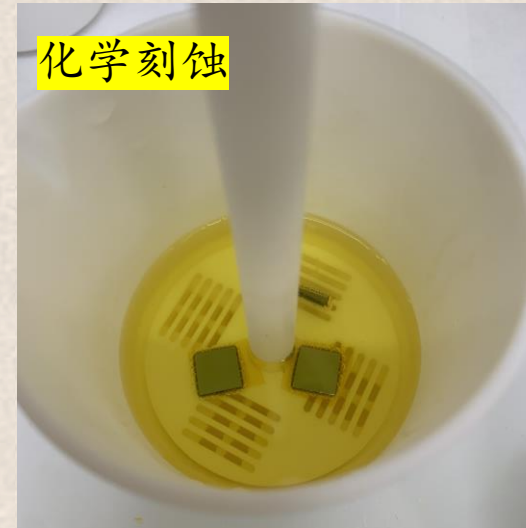


后处理工艺-微纳加工

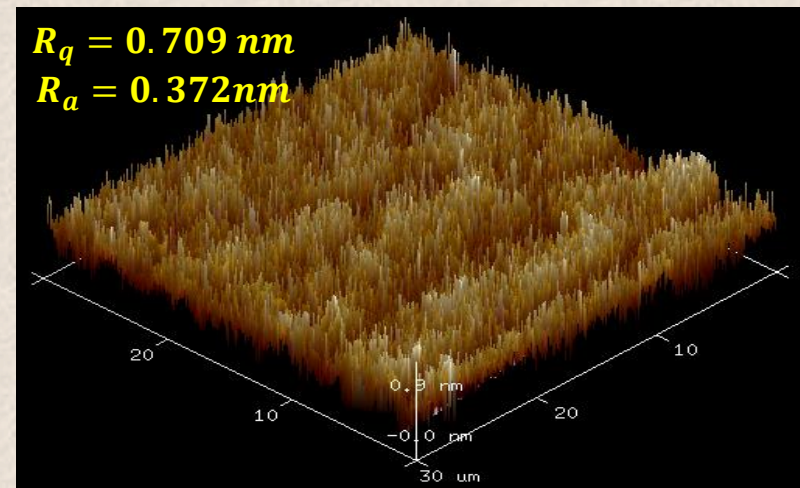
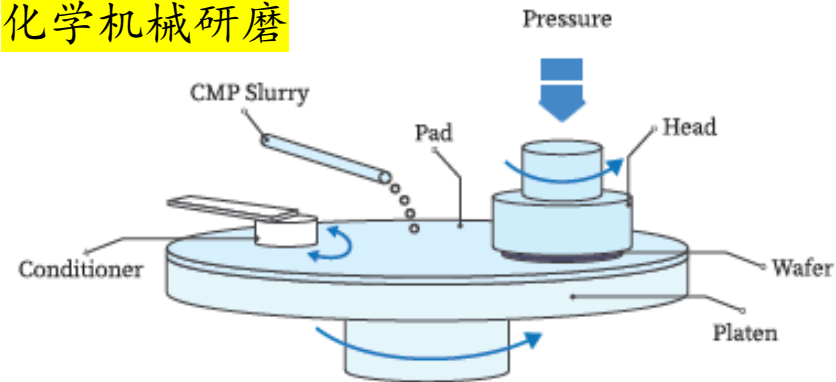


样品处理工艺流程

- 化学溶液刻蚀，去除表面放射性污染
- 晶圆划片机切割
- 化学机械研磨、绒布+水 抛光
 - 减薄，控制器件标准大小
 - 原子级表面粗糙度，增强电极质量
- 样品标准清洗流程
 - 去除有机污染、无机污染



化学机械研磨



欧姆接触电极制备

- 若半导体与金属直接接触，一般形成肖特基接触（二极管）
- 表面重掺杂减小势垒宽度，隧穿电流形成欧姆接触
 - 不同能量硼离子组合注入，形成表面平坦杂质分布
- 真空溅射镀膜金属电极Cr-Al-Cr-Au

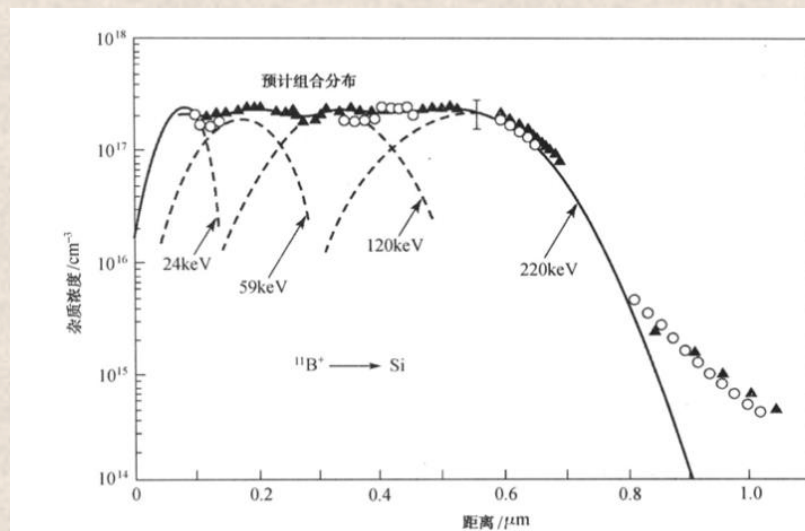
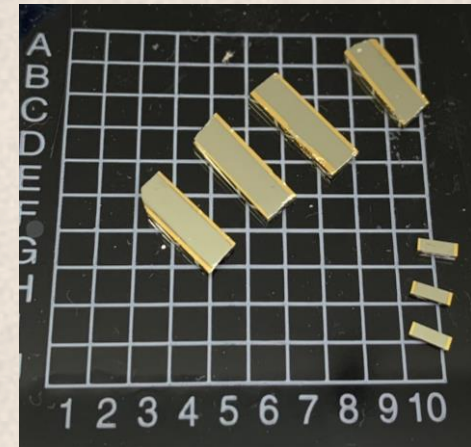
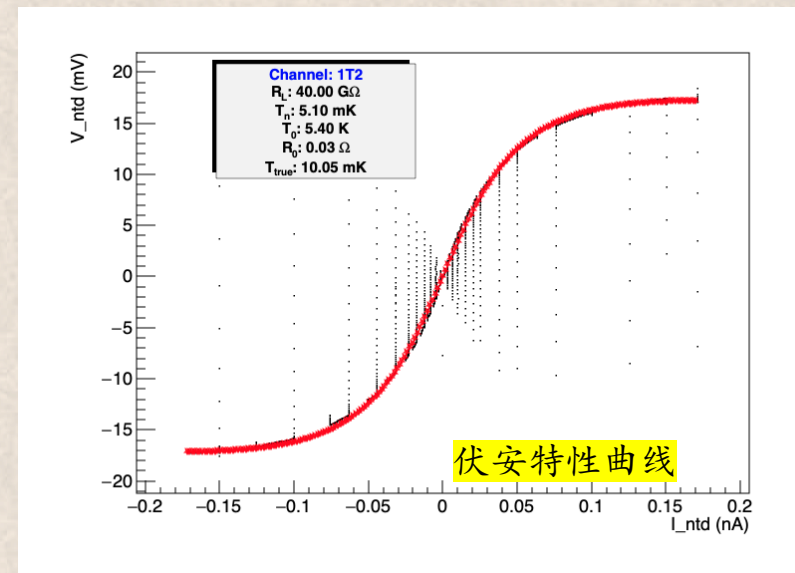
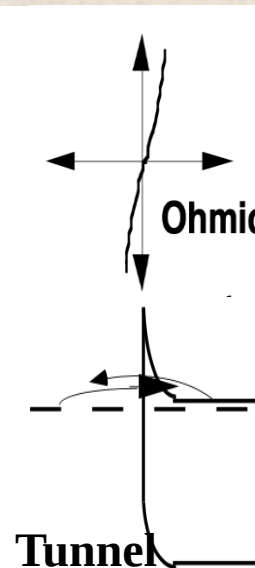
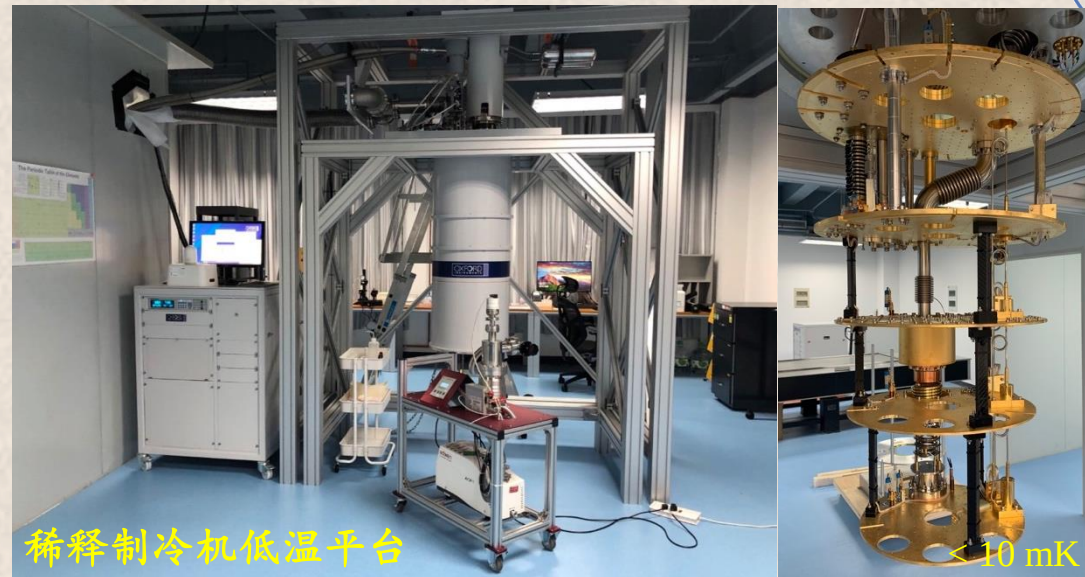


图 14.25 使用多次离子注入的合成掺杂分布^[27]

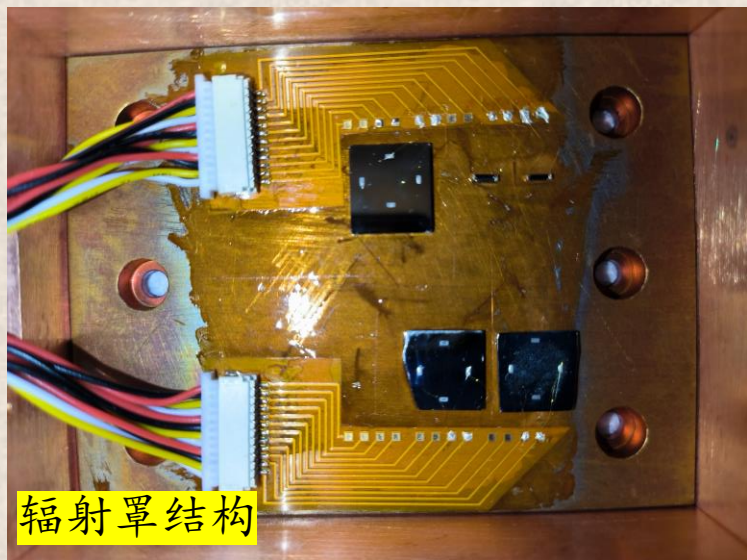


极低温测试平台

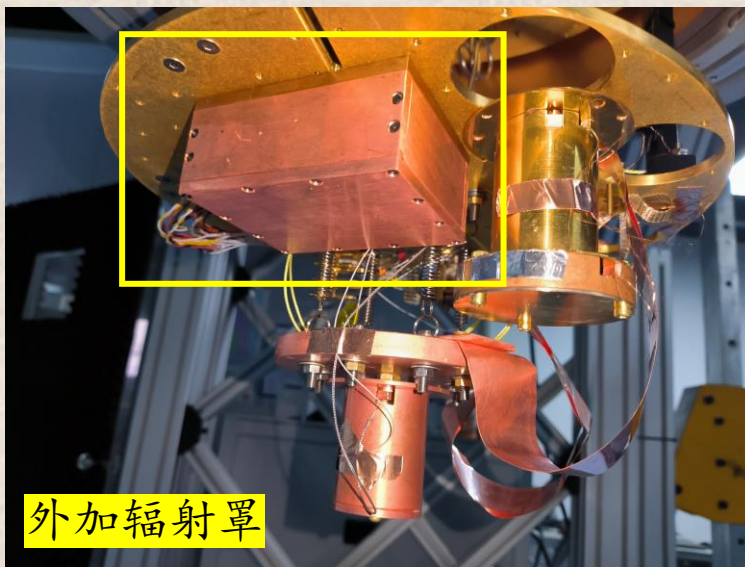
- 稀释制冷机低温平台 ($< 10\text{ mK}$)
- Cu测试基座、辐射罩
- 引线键合法连接电极
- 超导Nb-Ti线
- 前端电子学+ DAQ数字采集板



稀释制冷机低温平台



辐射罩结构



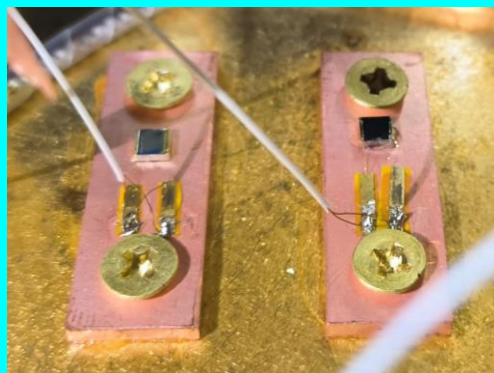
外加辐射罩



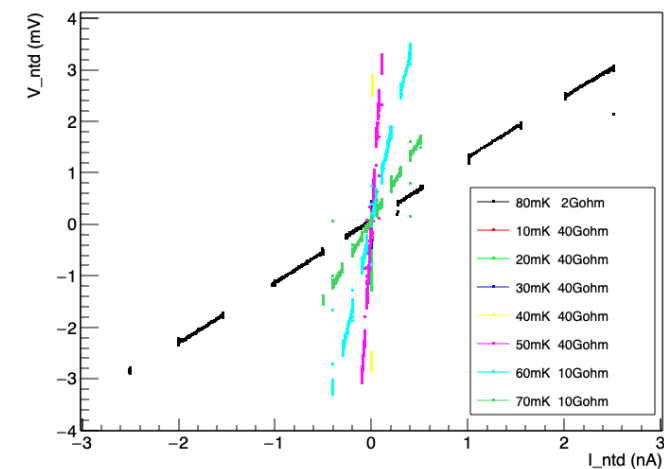
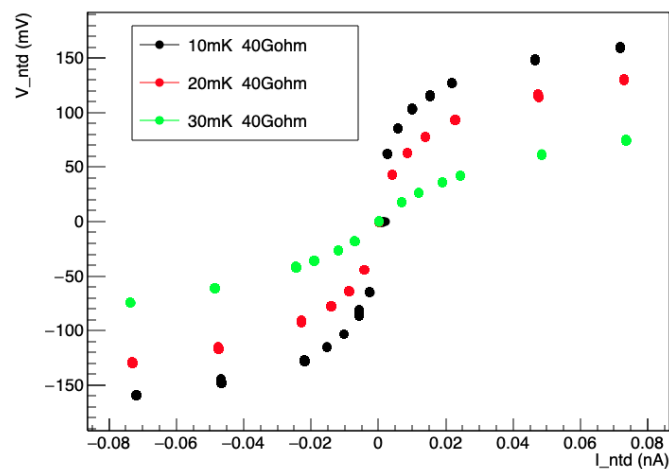
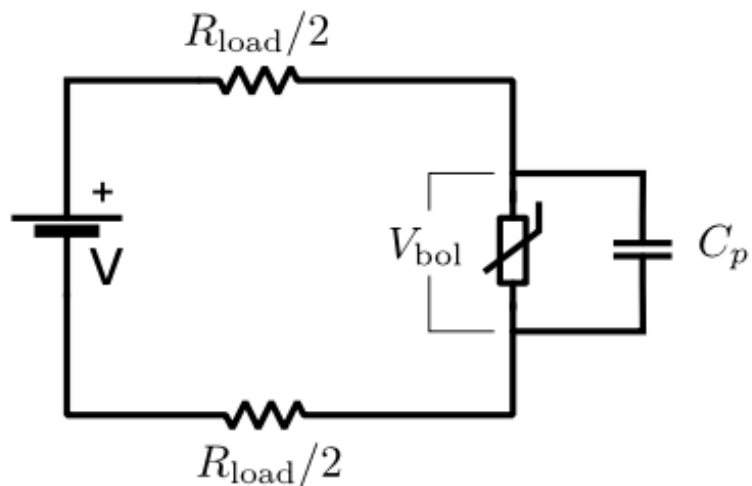
Cu基座与引线键合

热连接与热功率

- NTD用环氧树脂绝缘固定在紫铜板上
- 小铜板与冷盘用导热脂连接
- 使用黄铜螺丝固定紫铜板

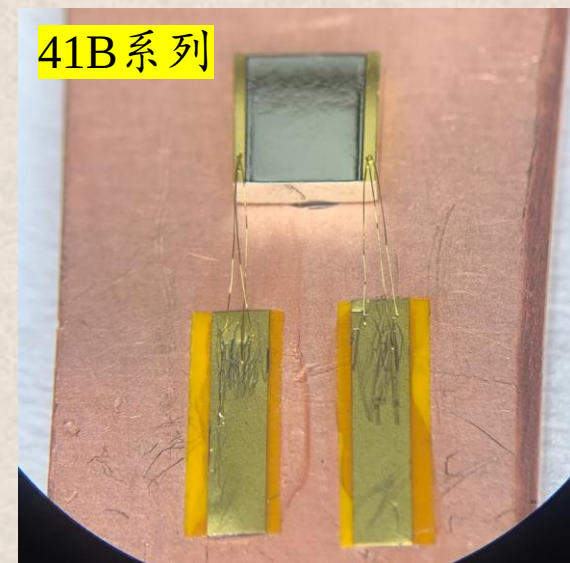
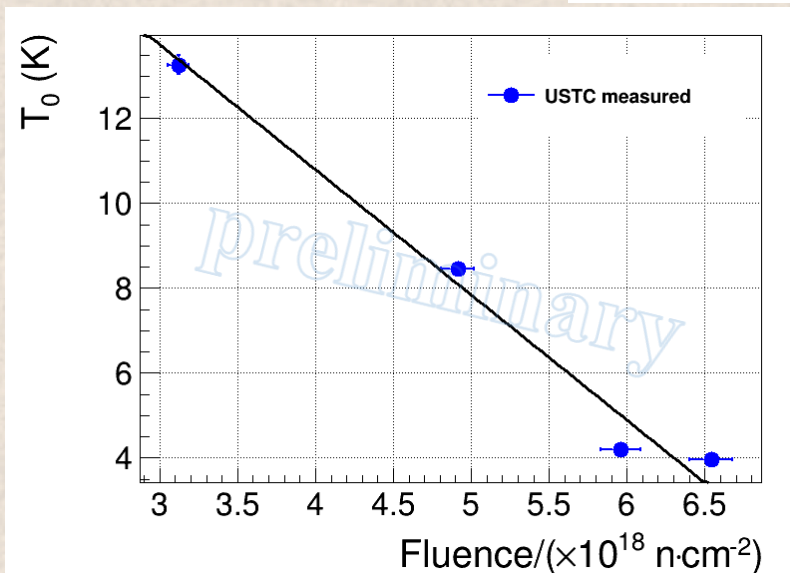
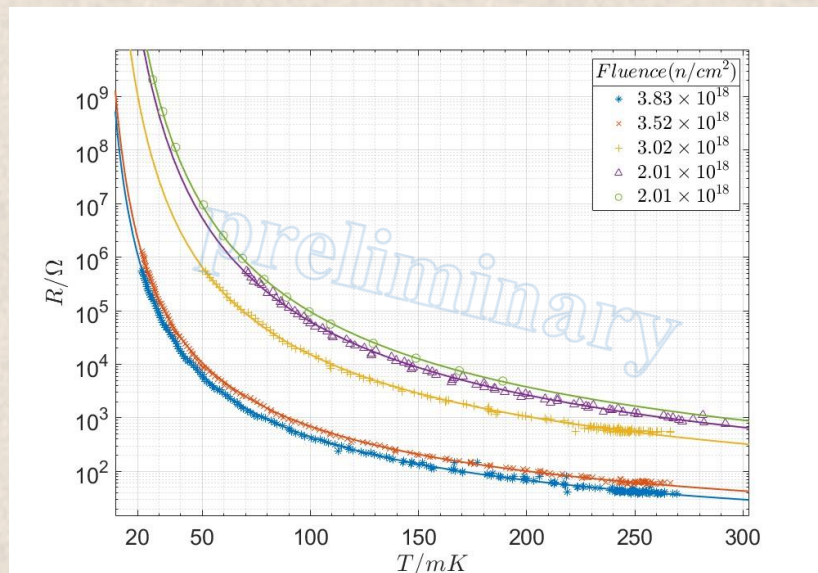
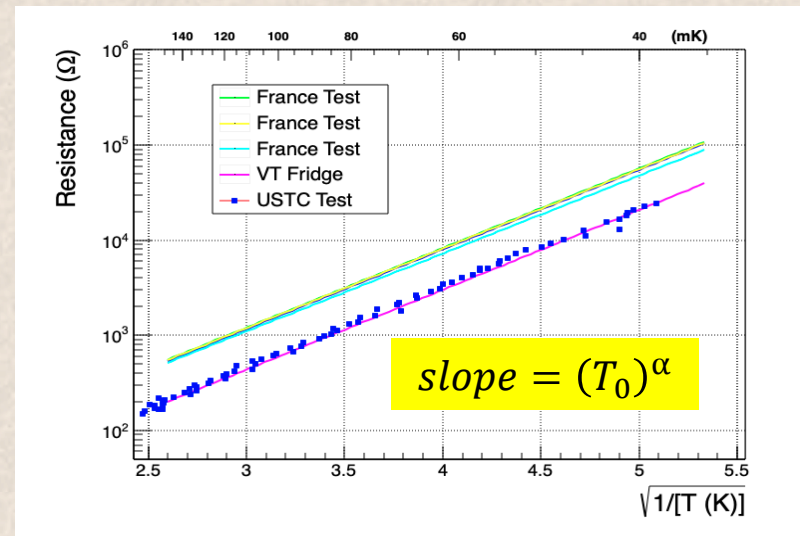


- 减少外部热功率
 - 辐射罩屏蔽
 - 使用超导Nb-Ti线
- 焦耳热功率控制
 - 恒流偏置电路, $R_{load} \gg R_{NTD}$
 - 温度低, 电阻大, 焦耳热功率更大



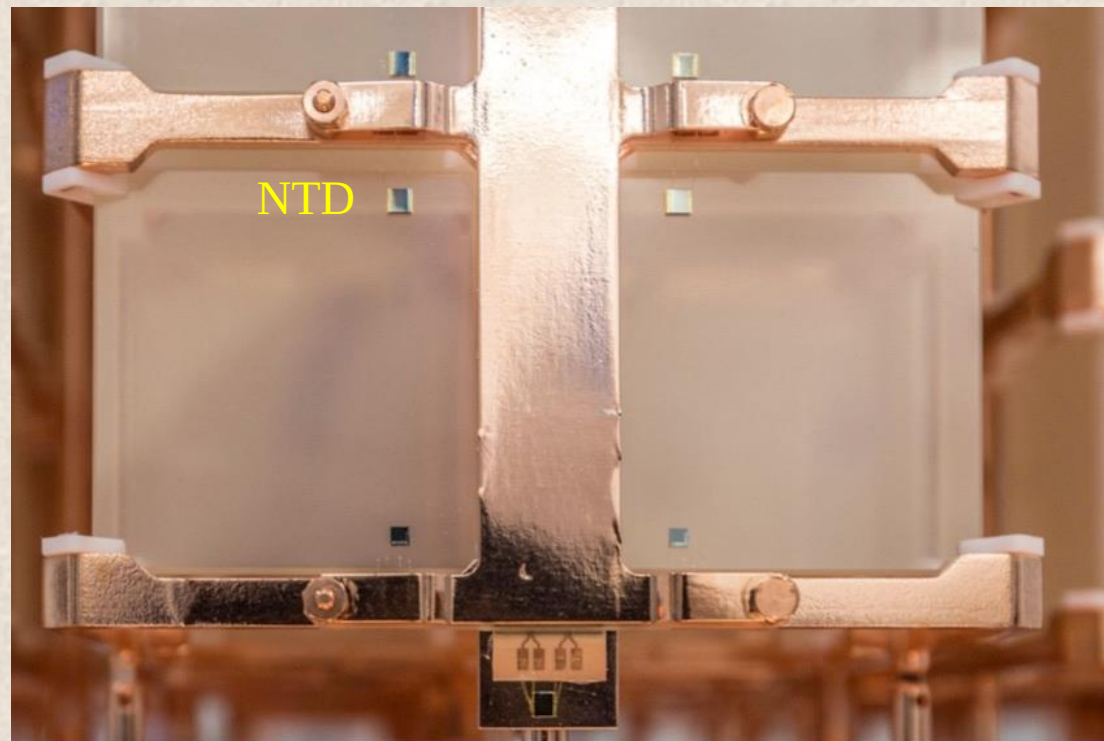
NTD-Ge极低温电阻特性

- 41B系列参考NTD测试：
 - 来自于同一大片NTD，中子注量相同，即 T_0 一致
 - 测量结果与国外一致
- 自制NTD-Ge测试：> 50 mK
 - 满足Mott定律描述的电阻-温度特性
 - $T_0 - Fluence$ 关系符合预期



展望

- 标准化工艺流程，优化工艺参数
- NTD-Ge应具有足够小的低温热容，足够高的灵敏度
 - 优化NTD-Ge温度传感器器件规格
 - 优化金属电极形状、大小、工艺
- 耦合晶体进行晶体量热器测试
 - 放射源、宇宙线进行能量标定
 - 低温热连接优化
 - 信号脉冲测试
 - 光探测器NTD-Ge传感器设计



总结

- 低温晶体量热器是寻找 $0\nu\beta\beta$ 等稀有事件最具潜力的技术方案之一，具有独特优势；
- NTD-Ge低温温度传感器是低温量热器的核心部件之一
其动态响应范围大，灵敏度高，能够实现 μK 量级变化的精密测量；
- NTD-Ge研制制作周期长，涉及复杂的微纳加工工艺

目前初步走通相关技术流程；获得R-T曲线，符合Mott定律；

Thanks !