



First Sensor

Neue Lösungen für vielfältig einsetzbare, hochauflösende Detektoren  
im Bereich der Röntgenanalytik

14th LEIBNIZ CONFERENCE OF ADVANCED SCIENCE  
SENSORSYSTEME 2012

Dr. Ing. Thomas Göbel  
Schloss Lichtenwalde , 18. – 19. Oktober 2012

- |   |  |
|---|--|
| 1) Röntgenverfahren                               | X-ray technology                             |
| 2) Prinzip der Röntgenfluoreszenz                 | Principle of X-ray fluorescence              |
| 3) Aufbau eines Röntgenfluoreszenzgerätes         | Structure of a X-ray fluorescence instrument |
| 4) Vorteile der Röntgenfluoreszenzanalyse         | Advantages of X-ray fluorescence             |
| 5) Nachteile der Röntgenfluoreszenzanalyse        | Disadvantages of X-ray fluorescence          |
| 6) Si als Detektormaterial                        | Si as detector material                      |
| 7) Detektoren für die Röntgenfluoreszenzanalyse   | Disadvantages of X-ray fluorescence          |
| 8) Anforderungen an Si-pin-Dioden für die RFA     | Demands on Si-pin-diodes for XRF             |
| 9) First Sensor pin-Dioden für die Röntgenanalyse | First Sensor pin diodes for X-ray analysis   |
| 10) Dot-pin-Dioden für die Röntgenanalyse         | Dot-pin diodes for X-ray analysis            |
| 11) Hochauflösendes Röntgenfluoreszenzspektrum    | High-resolution X-ray fluorescence spectrum  |

## Medizintechnik (bildgebende Verfahren) medical technology (imaging Method)

- Klassische Röntgenuntersuchung, Mammographie  
(Trend: digitale Bilderzeugung und Verarbeitung, neu: Phasenkontraströntgen)  
traditional radiography and mammography  
(trend: digital imaging and processing, new: phase contrast x-ray)
- CT - Computertomographie ( aktuell 4. Generation)  
ct - computer tomography (currently 4. generation)
- spezielle Röntgenverfahren z. B. Knochendichtemessung  
ct - computer tomography (currently 4. generation)

## Wissenschafts- und Industriemesstechnik scientific and industrial metrology

- ### Bildgebende Verfahren (analog Medizintechnik) imaging Method (such as medical engineering)
- Schweißnahtanalyse  
weld inspection
  - Koffer- und Containerinspektion  
luggage and containers inspection

## Röntgenanalyseverfahren X-ray analysis method

### Röntgendiffraktometrie (Röntgenbeugungsanalyse zur Kristallcharakterisierung) X-ray diffraction (X-ray diffraction analysis for crystal characterization)

### Röntgenmikroskopie (mit Röntgenoptik für $\lambda = 10 \text{ nm} \dots 1 \text{ pm}$ ) X-ray microscopy (with X-ray optics for $\lambda = 10 \text{ nm} \dots 1 \text{ pm}$ )

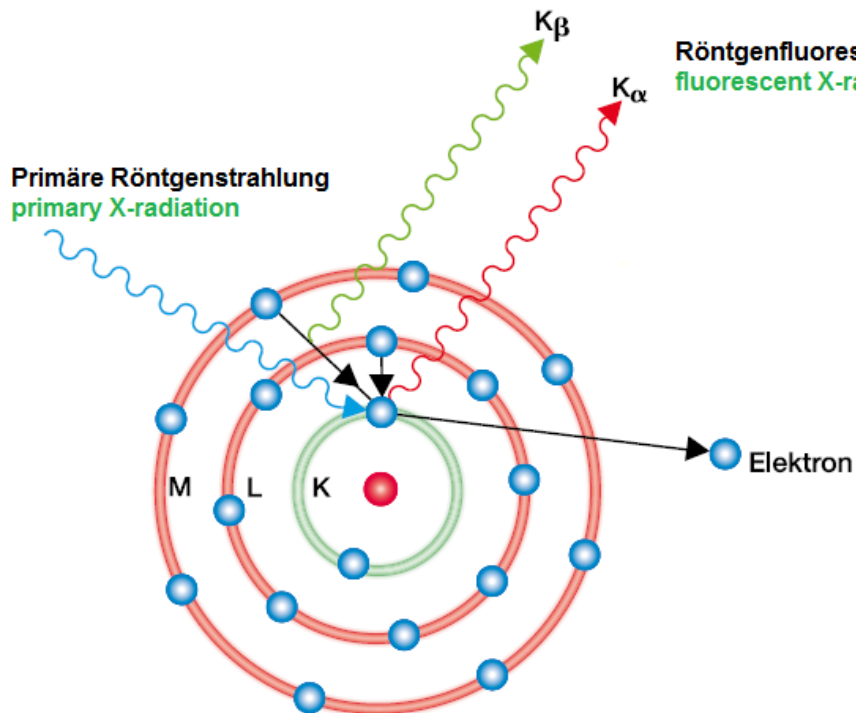
### RFA – Röntgenfluoreszenzanalyse (qualitative und quantitative Materialanalyse) XRF – X-ray fluorescence spectroscopy (qualitative and quantitative material analysis)

### EDRFA – energiedispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (Energiesmessung der Röntgenfluoreszenz) EDXRF – energy dispersive X-Ray fluorescence (Energy measurement of X-ray fluorescence)

### WDRFA – wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (Röntgenbeugungsmessung an Analysatorkristallen) WDXRF – wavelength dispersive X-Ray fluorescence X-ray diffraction measurements on analyzer crystals



# Prinzip der Röntgenfluoreszenz Principle of X-ray fluorescence

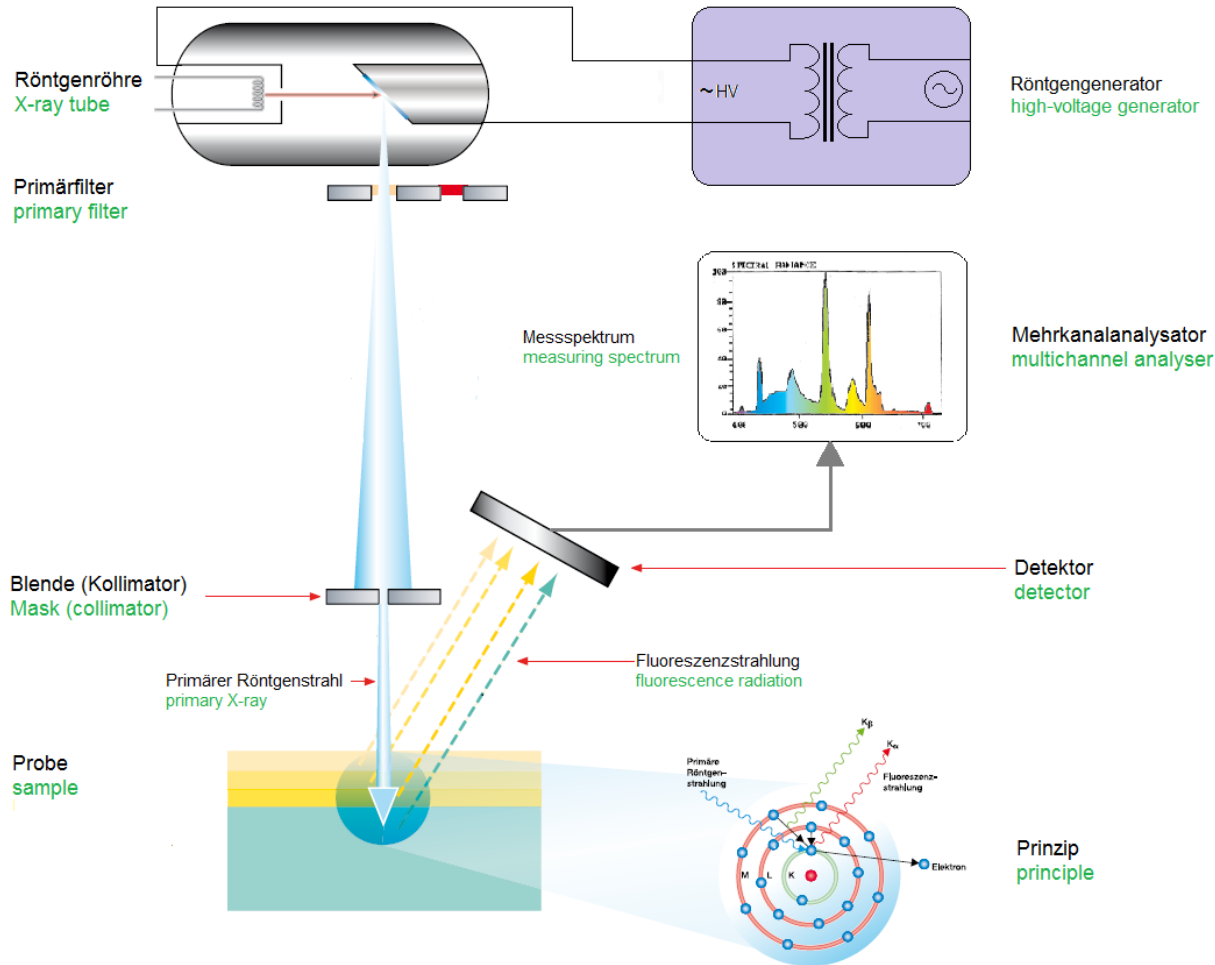


→ „Fingerabdruck“ der Elemente z.B.:  
finger print of elements e.g.:

Mn:	$k\alpha = 5,9 \text{ keV}$	$k\beta = 6,5$
Fe:	$k\alpha = 6,4 \text{ keV}$	$k\beta = 7,0$
Co:	$k\alpha = 6,9 \text{ keV}$	$k\beta = 7,6$
Ni :	$k\alpha = 7,5 \text{ keV}$	$k\beta = 8,2$
Cu	$k\alpha = 8,0 \text{ keV}$	$k\beta = 8,9$



# Aufbau eines Röntgenfluoreszenzgerätes Structure of a X-ray fluorescence instrument





## Vorteile der Röntgenfluoreszenzanalyse Advantages of X-ray fluorescence

### Wichtige Vorteile: Important advantages:

- Simultane, qualitative und quantitative, zerstörungsfreie Analyse der Elemente Bor ( $Z=5$  [Na=11]) bis Uran ( $Z=92$ )
  - simultaneous, qualitative and quantitative, nondestructive analysis of the elements boron ( $Z=5$  [Na=11]) to uranium ( $Z=92$ )
- Hohe Präzision und Reproduzierbarkeit, Spurenanalyse bis zu wenigen ppm
  - high precision and reproducibility, trace analysis to a few ppm
- Schichtdickenbestimmung möglich, Einzel- und Mehrschichten
  - Thickness measurements possible, single and multiple layers
- Analyse von Feststoffen, Pulvern, Flüssigkeiten und Gasen unabhängig von deren physikalischen Eigenschaften
  - analysis of solids, powders, liquids and gases, irrespective of their physical properties
- Sehr kurze Messzeiten möglich, Hochratespektroskopie bis  $10^5$  cps
  - very short acquisition times possible, high rate spectroscopy up to  $10^5$  cps
- Keine oder sehr einfache Probenpräparation
  - not any or very simple sample preparation
- Kostengünstig und sicher, da keine Verbrauchsmaterialien und Chemikalien nötig
  - Cost effective and safe, as required no consumables and chemicals
- Einfache Peakzuordnung, da keine Spektren höherer Ordnung
  - simple peak assignment, because no spectra of higher orders
- Das Spektrometer benötigt keine beweglichen Teile bzw. Mechanik
  - The spectrometer requires no moving parts or mechanics
- netzunabhängige, tragbare Geräte möglich
  - network-independent, portable devices possible
- Ankopplung an ein Elektronenmikroskop möglich, Abrastern von Proben mit Bereichen bis  $1 \mu\text{m}^2$  möglich
  - coupling to an electron microscope possible, raster scanning of samples with ranges up to  $1 \mu\text{m}^2$  possible



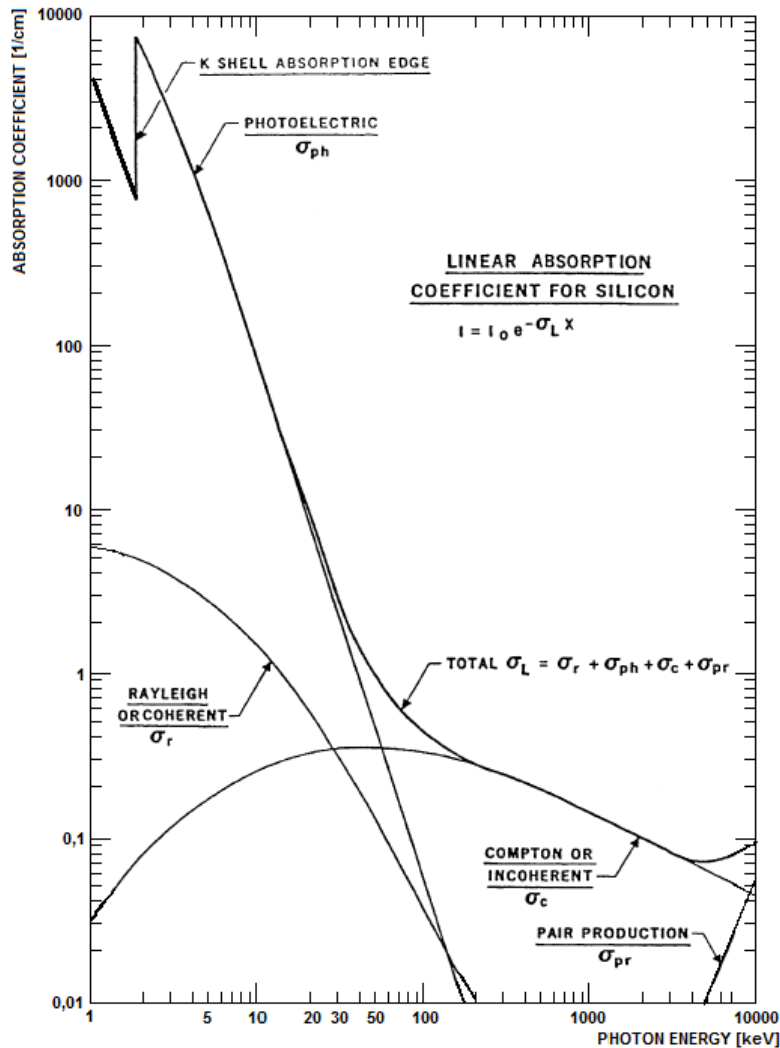
## Nachteile der Röntgenfluoreszenzanalyse Disadvantages of X-ray fluorescence

### Nachteile: Disadvantages:

- liefert eine geringe Informationstiefe, oberflächennahe Information
  - provides a low depth of information, near-surface information
- keine Aussage über die chemische Bindung der Elemente möglich, Elementaranalyse
  - no information about the chemical bonding of the elements possible, elemental analysis
- Röntgentechnik erfordert Bauartzulassung, Nuklidstrahler keine praktische Alternative
  - X-ray technology requires approval, nuclide source no practical alternative

?

# Si als Detektormaterial Si as detector material



Transmission:  
transmission:

$$T = \frac{I}{I_0} = e^{-\sigma d}$$

Absorption:  
absorption:

$$A = \frac{(I_0 - I)}{I_0} = 1 - e^{-\sigma d}$$

z. B. Absorption in 100 μm Si:  
e.g. absorption in 100 μm Si:

- Mn( $k\alpha$ ) = 5,9 keV [aus Fe(55)]  
 $\sigma(\text{Si}; 5,9\text{keV}) \approx 400 \text{ (1/cm)} \rightarrow A \approx 98,2 \%$
- Cu ( $k\alpha$ ) = 8,0 keV  
 $\sigma(\text{Si}; 8,0\text{keV}) \approx 180 \text{ (1/cm)} \rightarrow A \approx 83,5 \%$
- Mo( $k\alpha$ ) = 17,5 keV  
 $\sigma(\text{Si}; 17,5\text{keV}) \approx 11 \text{ (1/cm)} \rightarrow A \approx 10,4 \%$

→ wirksame Photoabsorption zwischen 1 ...30keV  
→ effective photoelectric absorption between 1...30 keV

$\epsilon(\text{Si}) = 3,6 \text{ eV}$  Anregungsenergie für ein  $e^+/e^-$  - Paar  
 $\epsilon(\text{Si}) = 3,6 \text{ eV}$  Excitation energy for a  $e^+/e^-$  pair



# Detektoren für die Röntgenfluoreszenzanalyse

## Disadvantages of X-ray fluorescence

### Halbleiterdetektoren Semiconductor detectors

#### HPGe-Detektoren (High Purity Germanium)

- ☐ Kühlung mit flüssig N<sub>2</sub> (-210°C) erforderlich
  - ☐ cooling required with liquid N<sub>2</sub> (-210 ° C)
- ☐ Herstellung und Betrieb aufwendig
  - ☐ production and operation expensive

#### Si-Detektoren Si-detectors

#### Si(Li) - Detektoren

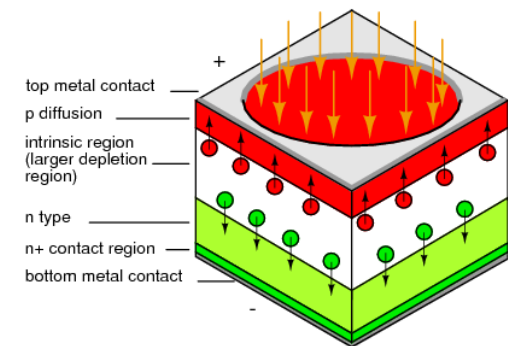
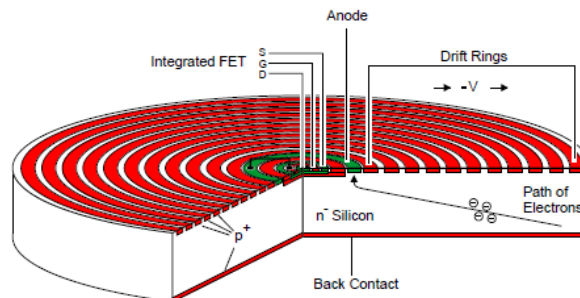
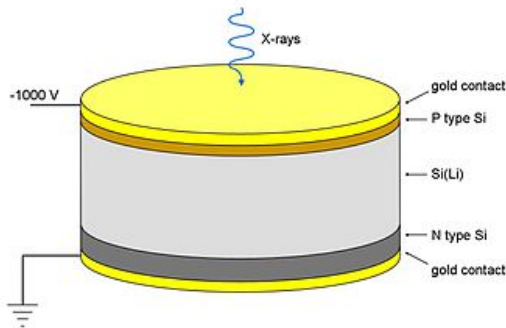
- ☐ Si mit Li kompensiert
  - ☐ Si compensated with Li
- ☐ Kühlung mit flüssig N<sub>2</sub> (-210°C) erforderlich
  - ☐ cooling required with liquid N<sub>2</sub> (-210°C)
- ☐ Herstellung und Betrieb aufwendig
  - ☐ production and operation expensive

#### Si- Driftetektoren

- ☐ pn-Struktur mit lateralem Driftfeld
  - ☐ pn-structure with lateral drift field
- ☐ Peltierkühlung (ca. -15°C)
  - ☐ Peltier cooling (approx. 15°C)

#### Si- pin-Detektoren

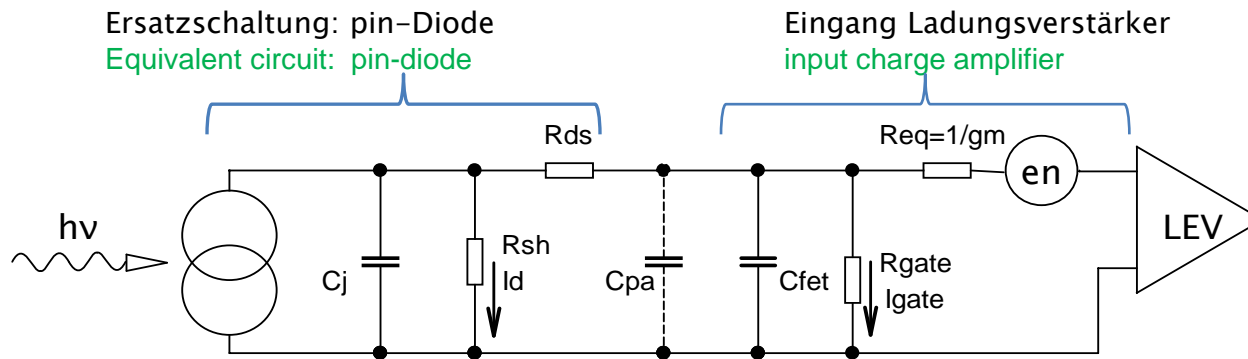
- ☐ pin-Struktur mit vertikalem Driftfeld
  - ☐ pn-structure with vertical drift field
- ☐ Peltierkühlung (-5...-20°C)
  - ☐ Peltier cooling (-5...-20°C)



# Anforderungen an Si-pin-Dioden für die RFA

## Demands on Si-pin-diodes for XRF

Energieauflösung für RFA →  $E_{fwhm} \leq 300 \text{ eV}$  →  $ENC \leq 35 \text{ e}^{-\text{rms}} \equiv 5,6 \text{ aC} (=5,6 \cdot 10^{-18} \text{ C}) !!$   
 Energy resolution for RFA



- ENC=äquivalente Rauschladung
- ENC=equivalent noise charge
- $e_0$ =Elementarladung
- $e_0$ =elementary charge
- $t_{sh}$ =Filterzeitkonstante
- $t_{sh}$ =filter time constant
- $I_d$ =Dunkelstrom pin-Diode
- $I_d$ =dark current pin diode
- $k$ =Boltzmannkonstante
- $k$ =boltzmann constant
- $R_{ds}$ =Serienwiderstand pin-Diode
- $R_{ds}$ =Series resistance PIN diode
- $gm$ =Steilheit Eingangs-FET
- $gm$ =transconductance input-FET
- $C_j$ =pin-Diodenkapazität
- $C_j$ =pin-diode capacitance
- $C_{fet}$ =Gatekapazität Eingangs-FET
- $C_{fet}$ =gate capacitance input FET
- $C_{pa}$ =parasitäre Kapazitäten
- $C_{pa}$ =parasitic capacitances
- $R_{gate}$ =Eingangswiderstand FET
- $R_{gate}$ =input impedance FET
- $R_{sh}$ =Innenwiderstand pin-Diode
- $R_{sh}$ =internal resistance pin diode
- $en$ =Effektivspannung Serienrauschen
- $en$ =rms voltage series noise

$$ENC^2 = \frac{2}{3} e_0 t_{sh} I_d + 4kT (R_{ds} + 1/gm) (C_j + C_{fet} + C_{pa})^2 / t_{sh}$$

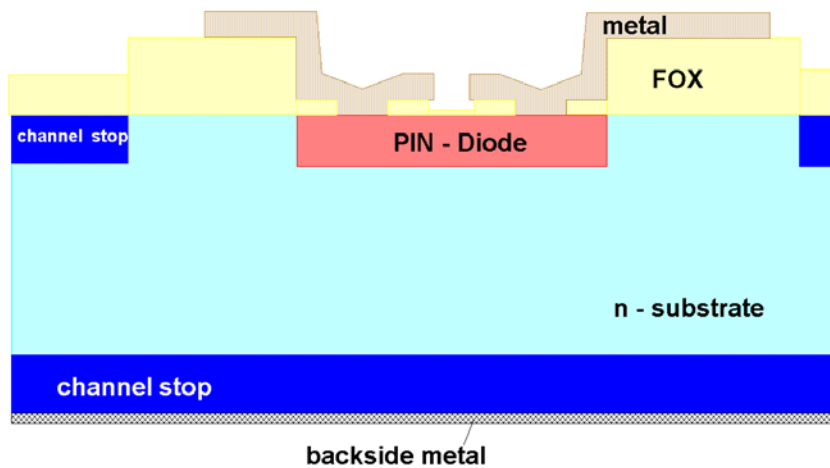
Designvorgabe für pin-Diode:  
 Design specification for pin-diode:

Minimierung von  $I_d$  (↓↓)  $R_{ds}$  (↓)  $C_j$  (↓↓↓)  
 minimization of

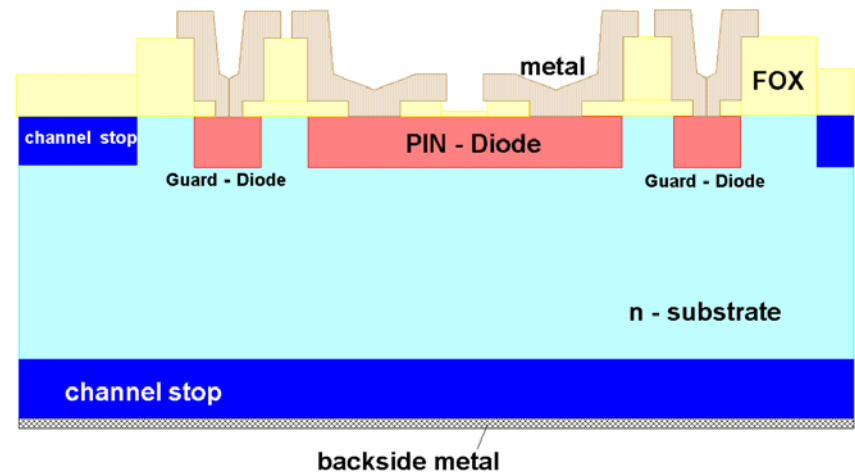


# First Sensor pin-Dioden für die Röntgenanalyse First Sensor pin diodes for X-ray analysis

pin-Diodenaufbau – erste Generation:  
pin- diode design – first generation:



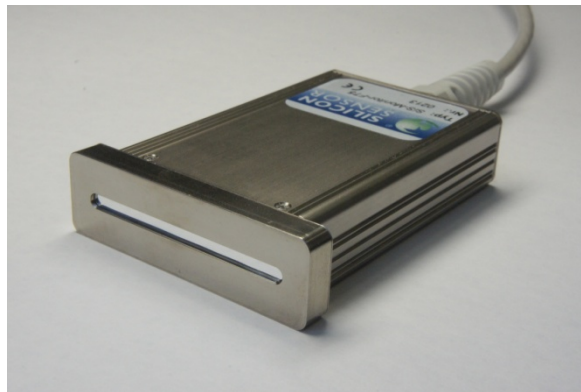
pin-Diodenaufbau – zweite Generation:  
pin- diode design – second generation:



Eigenschaften:  $I_d \geq 2 \text{ nA/cm}^2$   $C_j \geq 5 \text{ pF (=f(A))}$   $E_{\text{fwhm}} \geq 800 \text{ eV}$   
Properties

Diffraktometriesensor:  
X-ray diffraction sensor:

→ FS Counter-F75



$I_d \leq 1 \text{ nA/cm}^2$   $C_j \cong 1 \dots 5 \text{ pF (=f(A))}$   $E_{\text{fwhm}} \cong 300 \dots 400 \text{ eV}$

RFA-Sensor:  
XRF-sensor:

→ FS RAS 800

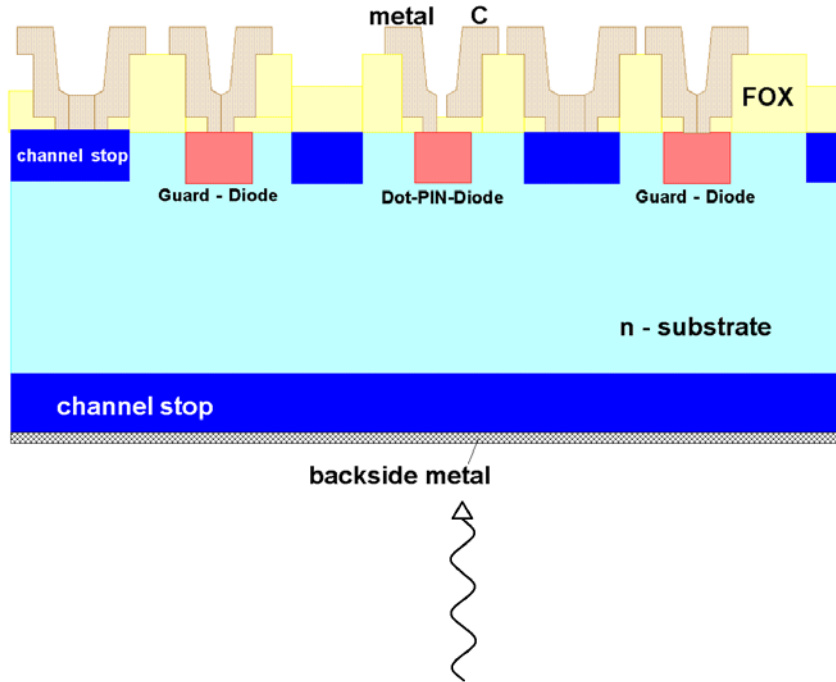




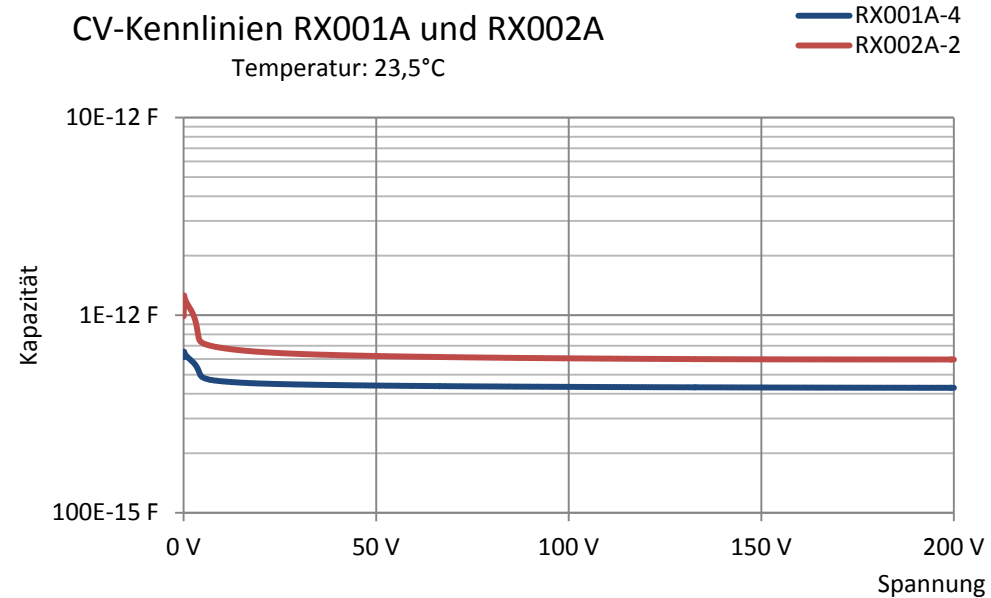
# Dot-pin-Dioden für die Röntgenanalyse

## Dot-pin diodes for X-ray analysis

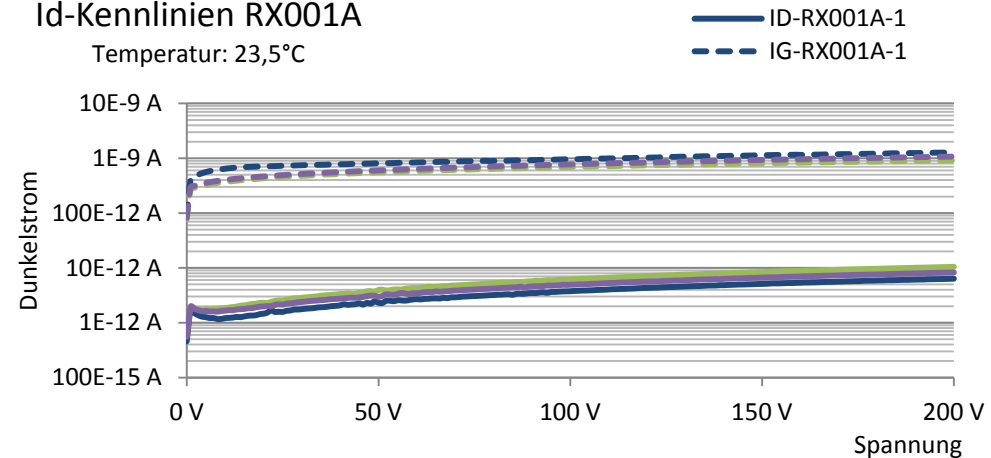
Dot-pin-Diodenaufbau – dritte Generation (?):  
Dot-pin- diode design – third generation (?)



CV-Kennlinien RX001A und RX002A  
Temperatur: 23,5°C



Id-Kennlinien RX001A  
Temperatur: 23,5°C





# Hochauflösendes Röntgenfluoreszenzspektrum High-resolution X-ray fluorescence spectrum

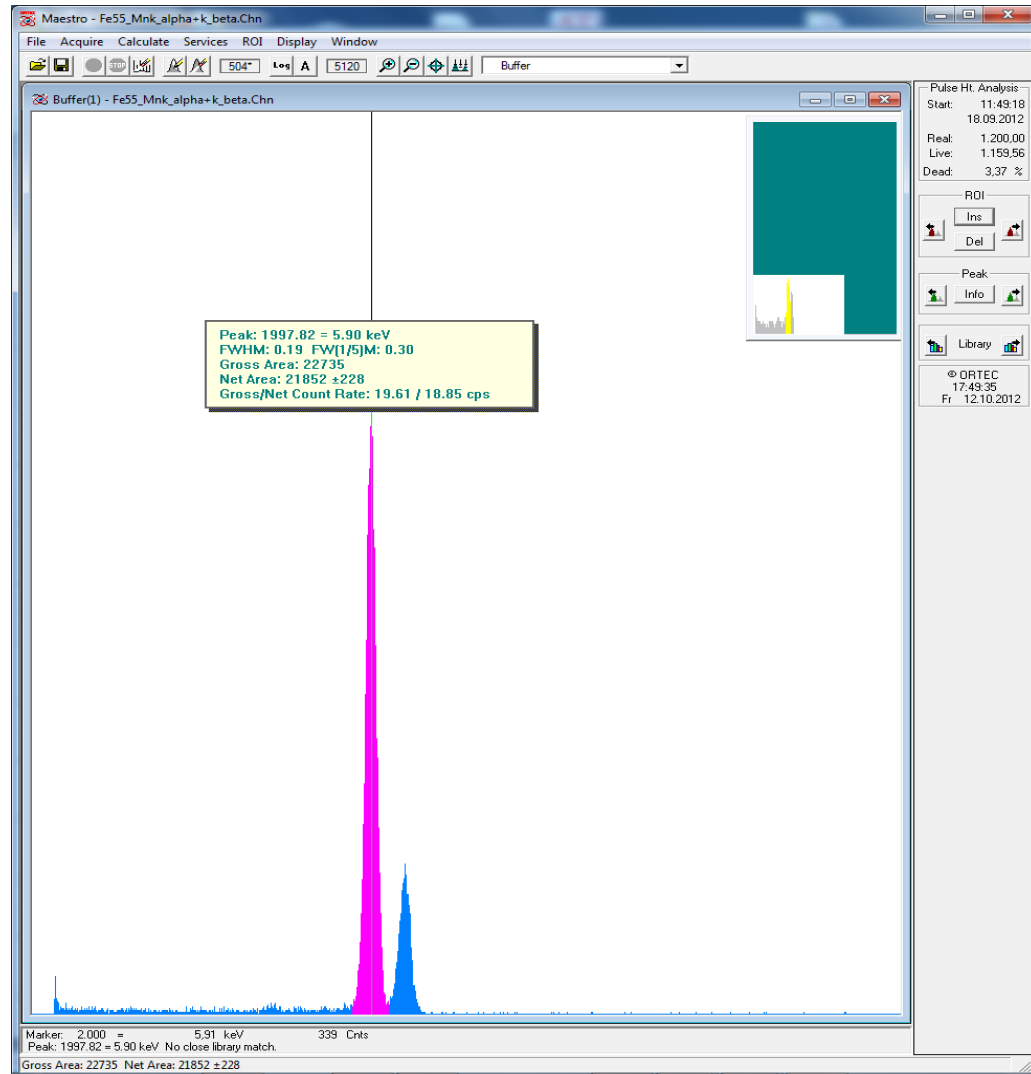
Hochauflösendes Fe55 – Spektrum:  
High-resolution Fe55 – spectrum:

Mn-K $\alpha$  + K $\beta$   $\rightarrow$  E<sub>fwhm</sub> = 190 eV (!)

Ziel:  
Target:



E<sub>fwhm</sub>  $\cong$  150 eV





First Sensor

Vielen Dank!  
Thanks a lot!