

NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC

1435

Première édition
First edition
1996-11

Instrumentation nucléaire –

**Cristaux de germanium de haute pureté
pour détecteurs de rayonnements**

Nuclear instrumentation –

**High-purity germanium crystals
for radiation detectors**

© CEI 1996 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher

Bureau central de la Commission Electrotechnique Internationale 3, rue de Varembe Genève, Suisse



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

U

● Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	6
INTRODUCTION	8
Articles	
1 Domaine d'application et objet	10
2 Références normatives	10
3 Symboles	10
4 Préparation des échantillons et mesure de la concentration nette d'impuretés électriquement actives ($N_A - N_D$)	14
4.1 Préparation des échantillons pour les mesures de Van der Pauw	14
4.1.1 Equipement	14
4.1.2 Dimensions et dispositions pour les contacts.....	14
4.1.3 Attaque chimique	16
4.2 Mesures et analyses	18
4.2.1 Appareillage	18
4.2.2 Mesures pour la détermination de la résistivité ρ	20
4.2.3 Mesures pour la détermination du coefficient de Hall R_H	20
4.2.4 Calcul de la résistivité ρ	20
4.2.5 Calcul du coefficient de Hall R_H	24
4.2.6 Instabilité des mesures	24
4.2.7 Concentration des impuretés actives ($N_A - N_D$) obtenue à partir de ρ	24
4.2.8 Concentration des impuretés actives ($N_A - N_D$) obtenue à partir de R_H	26
4.3 Dépendance spatiale de ($N_A - N_D$)	32
4.3.1 Variations radiales de ($N_A - N_D$)	32
4.3.2 Variations axiales de ($N_A - N_D$).....	34
4.3.3 Mesures sur des tranches destinées à la fabrication de détecteurs.....	34
5 Spectrométrie transitoire de niveaux profonds (DLTS) pour la caractérisation des pièges isolés (N_T)	34
5.1 Appareillage	38
5.2 Choix et préparation des échantillons pour DLTS	38
5.3 Procédure de mesure	40
5.3.1 Signal DLTS en fonction de la température	40
5.3.2 (Capacité) ⁻² en fonction de la tension.....	40
5.3.3 Correction des effets du circuit équivalent.....	40
5.3.4 Corrections pour concentrations élevées de pièges et amplitude de l'impulsion de tension	44
5.3.5 Technique $\Delta V_c/V_p$ pour la mesure de N_T	44

CONTENTS

	Page
FOREWORD	7
INTRODUCTION	9
Clause	
1 Scope and object.....	11
2 Normative references	11
3 Symbols	11
4 Sample preparation and measurement of net electrically active impurity concentration ($N_A - N_D$).....	15
4.1 Sample preparation for Van der Pauw measurements	15
4.1.1 Equipment.....	15
4.1.2 Dimensions and provisions for contacts	15
4.1.3 Etching.....	17
4.2 Measurements and analysis.....	19
4.2.1 Equipment.....	19
4.2.2 Measurements for determining resistivity ρ	21
4.2.3 Measurements for determining the Hall coefficient R_H	21
4.2.4 Computation of resistivity ρ	21
4.2.5 Computation of the Hall coefficient R_H	25
4.2.6 Measurement drift	25
4.2.7 Active-impurity concentration ($N_A - N_D$) obtained from ρ	25
4.2.8 Active-impurity concentration ($N_A - N_D$) obtained from R_H	27
4.3 Spatial dependence of ($N_A - N_D$)	33
4.3.1 Radial variations in ($N_A - N_D$)	33
4.3.2 Axial variations in ($N_A - N_D$)	35
4.3.3 Measurements on slices intended for detector fabrication	35
5 Deep level transient spectroscopy (DLTS) for the characterization of point-defect trapping centres (N_T).....	35
5.1 Equipment	39
5.2 Sample selection and preparation for DLTS.....	39
5.3 Measurement procedure	41
5.3.1 DLTS signal versus temperature	41
5.3.2 (Capacitance) ⁻² versus voltage	41
5.3.3 Corrections for equivalent-circuit effects	41
5.3.4 Corrections for high trap concentrations and for voltage pulse height	45
5.3.5 $\Delta V_c / V_p$ technique for measuring N_T	45

Articles	Pages
5.4 Pièges profonds de porteurs majoritaires dans le GeHP de type p.....	46
5.5 Pièges profonds de porteurs majoritaires dans le GeHP de type n.....	48
5.6 Présentation des résultats	48
6 Propriétés cristallographiques.....	50
6.1 Orientation cristallographique	50
6.2 Préparation de l'échantillon.....	50
6.2.1 Gravure préférentielle	50
6.2.2 Méthodes de gravure	52
6.2.3 Densité de motifs d'attaque.....	52
6.2.4 Lignage de défauts	52
6.2.5 Mosaïque.....	52
6.3 Présentation des résultats	54
 Tableau 1 – Niveaux de pièges profonds de porteurs majoritaires dans le GeHP de type p.....	48
 Figures	
1 Echantillons.....	16
2 $f [R_{AB,CD} / R_{BC,DA}]$ en fonction de $R_{AB,CD} / R_{BC,DA}$	22
3 Facteur r dans le GeHP de type n, pour deux orientations cristallographiques	28
4 Facteur r dans le GeHP de type p.....	30
5 Formes des signaux DLTS et synchronisation temporelle.....	36
6 Formes des signaux $\Delta V_c / V_p$	46
 Annexe A – Bibliographie.....	56

Clause	Page
5.4 Majority-carrier deep levels in p-type HPGe.....	47
5.5 Majority-carrier deep levels in n-type HPGe.....	49
5.6 Reporting	49
6 Crystallographic properties	51
6.1 Crystallographic orientation.....	51
6.2 Sample preparation	51
6.2.1 Preferential etching	51
6.2.2 Etching methods	53
6.2.3 Etch-pit density	53
6.2.4 Lineage.....	53
6.2.5 Mosaic	53
6.3 Reporting	55
Table 1 – Majority-carrier deep levels in p-type HPGe	49
 Figures	
1 Samples.....	17
2 $f[R_{AB,CD}/R_{BC,DA}]$ versus $R_{AB,CD}/R_{BC,DA}$	23
3 Factor r for n-type HPGe, two crystallographic orientations	29
4 Factor r for p-type HPGe	31
5 DLTS waveforms and gate timing.....	37
6 $\Delta V_c/V_p$ waveforms	47
 Annex A – Bibliography	 56

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

INSTRUMENTATION NUCLÉAIRE –

Cristaux de germanium de haute pureté pour détecteurs de rayonnements

AVANT-PROPOS

- 1) La CEI (Commission Electrotechnique Internationale) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI, entre autres activités, publie des Normes internationales. Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques, représentent, dans la mesure du possible un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les documents produits se présentent sous la forme de recommandations internationales. Ils sont publiés comme normes, rapports techniques ou guides et agréés comme tels par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme de la CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
- 5) La CEI n'a fixé aucune procédure concernant le marquage comme indication d'approbation et sa responsabilité n'est pas engagée quand un matériel est déclaré conforme à l'une de ses normes.
- 6) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale IEC 1435 a été établie par le comité d'études 45 de la CEI: Instrumentation nucléaire.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
45/389/FDIS	45/405/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

L'annexe A est donnée uniquement à titre d'information.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

NUCLEAR INSTRUMENTATION –**High-purity germanium crystals
for radiation detectors**

FOREWORD

- 1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, the IEC publishes International Standards. Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. The IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested National Committees.
- 3) The documents produced have the form of recommendations for international use and are published in the form of standards, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.
- 5) The IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with one of its standards.
- 6) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this International Standard may be the subject of patent rights. The IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 1435 has been prepared by IEC technical committee 45: Nuclear instrumentation.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
45/389/FDIS	45/405/RVD

Further information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

Annex A is for information only.

INTRODUCTION

Cette norme concerne la mesure des propriétés en volume de germanium de haute pureté (GeHP) destiné à la fabrication de détecteurs de rayonnements.

Les fabricants de détecteurs désirent des données numériques utilisables pour prédire les performances d'un détecteur de géométrie approximativement coaxiale. Cependant, en raison d'un grand nombre de variations dans les caractéristiques physiques, les mesures effectuées par les fournisseurs de cristaux ne permettent pas de prédire complètement les performances finales du détecteur. La présente norme définit la terminologie et les techniques de mesure permettant de déterminer et de communiquer les paramètres clés des cristaux.

Le germanium satisfaisant aux critères de taille et de pureté requis pour les détecteurs de germanium de haute pureté (GeHP) présente des problèmes spéciaux de caractérisation en raison de la haute résistivité du matériau ($\sim 10 \text{ k}\Omega\text{-cm}$ à 77 K), du haut degré de compensation des impuretés rencontré, et de la difficulté à décrire de manière appropriée la distribution dans le grand volume que peut représenter un seul composant (des centaines de cm^3). Les propriétés du matériau GeHP ont été passées en revue [1] [2]*. D'autres publications sont également pertinentes. Les normes existantes sont utiles mais ne sont pas axées sur les problèmes cités plus haut.

Un des paramètres les plus importants du GeHP est la concentration nette des impuretés électriquement actives ($N_A - N_D$), car elle détermine la tension de désertion requise pour avoir un détecteur opérationnel. Bien qu'en principe on peut calculer la concentration d'une représentation de C^{-2} en fonction de V pour une diode réalisée dans le matériau à caractériser, de telles mesures ne permettent pas toujours de déterminer facilement le type de porteurs ni de quantifier les non-uniformités, et sont bien longues à mettre en oeuvre que d'autres techniques. Il est plus courant de déterminer ($N_A - N_D$) avec le signe indiquant le type n ou p, à partir de mesures de transport de charge suivant la méthode de Van der Pauw [3], sur des échantillons en lamelles trempés dans l'azote liquide (AL).

Dans la technique de Van der Pauw, ($N_A - N_D$) peut être calculée soit à partir de la résistivité ρ , soit à partir du coefficient de Hall R_H , ces derniers étant calculés à partir d'une série de mesures électriques effectuées sur l'échantillon.

Les mesures pour la détermination de ρ sont effectuées en l'absence de champ magnétique, celles pour déterminer R_H sont effectuées avec et sans le champ magnétique. Le champ magnétique, lorsqu'il est utilisé, est orienté perpendiculairement au plan de l'échantillon. Les mesures sont décrites en détail en 4.2.4 et 4.2.5. Les informations ainsi obtenues permettent aussi de déterminer la mobilité des charges dans le cristal.

La présente norme traite des procédures de caractérisation du GeHP dans trois domaines essentiels: concentration nette d'impuretés, concentration de pièges profonds, et qualité cristallographique. Des détails sur la préparation des échantillons et sur les procédures des mesures pour déterminer ($N_A - N_D$) sont donnés à l'article 4 (voir aussi [4], Section 63042). La détermination de la concentration de pièges profonds par spectrométrie de niveaux profonds (DLIS) est traitée à l'article 5 (voir aussi [5]). Les propriétés cristallographiques sont traitées à l'article 6 (voir aussi [6] et [7]).

* Les chiffres entre crochets renvoient à la bibliographie donnée dans l'annexe A.

INTRODUCTION

The subject of this standard is the measurement of the bulk properties of high-purity germanium (HPGe) intended for use in detectors of ionizing radiation.

Detector manufacturers desire numerical data that can be used to predict the performance of a detector having approximately coaxial geometry. However, because of the many variations in the physical characteristics, the final detector performance cannot be fully predicted from the crystal manufacturer's measurements. This standard defines terminology and measuring techniques for determining and communicating key crystal parameters.

Germanium fulfilling the necessary size and purity requirements for high-purity germanium (HPGe) detectors of ionizing radiation presents special problems in characterization resulting from the high resistivity of the material ($\sim 10 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ at 77 K), from the degree of impurity compensation that can be encountered, and from difficulties in suitably describing the distribution in the large volume that may form a single device (hundreds of cm^3). Material properties of HPGe have been reviewed [1] [2]*. Other publications are also highly relevant. Existing standards are useful but are not focused on the foregoing problems.

One of the most important characteristics of HPGe is the net electrically active impurity concentration ($N_A - N_D$) because it determines the depletion voltage required for an operating detector. Although in principle the concentration can be extracted from a C^{-2} versus V plot for a diode fabricated from the material to be characterized, such measurements may not readily yield carrier type, do not quantify non-uniformity, and are more time-consuming than other techniques. The usual practice has been to determine ($N_A - N_D$), with the sign indicating n-type or p-type, on the basis of transport measurements using the Van der Pauw technique [3] on lamellar samples immersed in liquid nitrogen (LN).

In the Van der Pauw technique, ($N_A - N_D$) can be computed either from the resistivity ρ or from the Hall coefficient R_H . These in turn shall be computed from a series of electrical measurements made on the sample.

Measurements made for the determination of ρ are made in the absence of a magnetic field, those for R_H are made with and without the field. The magnetic field, when used, is oriented orthogonally to the plane of the sample. Details of the measurements are given in 4.2.4 and 4.2.5. The information so obtained also leads to the determination of charge mobility through the crystal.

This standard addresses procedures for characterizing HPGe in three essential areas: net impurity concentration, deep-level trap concentration, and crystallographic quality. Details of sample preparation and the measurement procedures for the determination of ($N_A - N_D$) are given in clause 4 (see also [4], Section 63042); the determination of deep-level trap concentration by deep-level transient spectroscopy (DLTS) is covered in clause 5 (see also [5]); crystallographic properties are covered in clause 6 (see also [6] and [7]).

* Figures in square brackets refer to the bibliography given in annex A.

INSTRUMENTATION NUCLÉAIRE –

Cristaux de germanium de haute pureté pour détecteurs de rayonnements

1 Domaine d'application et objet

La présente Norme internationale s'applique à la mesure de propriétés en volume de germanium de haute pureté relatives à la fabrication et aux performances de détecteurs de rayonnements gamma et X. Un tel germanium est monocristallin et possède une concentration nette d'impuretés actives inférieure à 10^{11} cm^{-3} , et en général de l'ordre de 10^{10} cm^{-3} . Les procédures d'essais et de mesures pour des détecteurs terminés sont données dans la CEI 973 et la CEI 759.

L'objet de la présente norme est d'établir des procédures uniformes pour les mesures et analyses utilisées pour la détermination et la communication des propriétés en volume pertinentes pour la fabrication et les performances de détecteurs de rayonnements en germanium. Ces propriétés sont la concentration nette d'impuretés actives ($N_A - N_D$), la concentration de défauts isolés associés à des niveaux de pièges profonds N_T , et certaines propriétés cristallographiques. Les techniques décrites sont celles qui sont devenues d'usage général dans l'industrie, qui sont pratiques, et qui fournissent aux fabricants de détecteurs l'information désirée sous forme contrôlable.

Tous les essais décrits ici ne sont pas obligatoires, mais tous ceux qui veulent se conformer à la présente norme doivent être effectués suivant ses prescriptions.

Les procédures obligatoires sont désignées par «doit, doivent», les procédures recommandées par «il convient de» et les procédures optionnelles par «peut, peuvent».

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Tout document normatif est sujet à révision et les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invités à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

CEI 759: 1987, *Méthodes d'essais normalisés des spectromètres d'énergie X à semiconducteurs*
Amendement 1 (1991).

CEI 973: 1989, *Méthodes d'essais de détecteurs gamma en germanium*

NUCLEAR INSTRUMENTATION –

High-purity germanium crystals for radiation detectors

1 Scope and object

This International Standard applies to the measurement of bulk properties of high-purity germanium as they relate to the fabrication and performance of germanium detectors for gamma rays and X-rays. Such germanium is monocrystalline and has a net concentration of fewer than 10^{11} electrically active impurity centres per cm^3 , usually of the order of 10^{10} cm^{-3} . Test and measurement procedures for fabricated germanium detectors are given in IEC 973 and IEC 759.

The object of this standard is to establish uniform procedures for measurements and analyses in the determination and reporting of bulk properties relevant to germanium radiation detector fabrication and performance. These properties are net electrically active impurity concentrations ($N_A - N_D$), concentration of isolated defects with deep electronic levels N_T , and certain crystallographic properties. The techniques described will be those that have found general use in the industry, are practical, and provide verifiable and desired information to the detector manufacturer.

Not all tests described herein are mandatory, but those that are intended to conform to this standard shall be performed according to its provisions.

Mandatory procedures are designated by the word "shall", recommended procedures by the words "should" or "recommended", and optional procedures by the word "may".

2 Normative references

The following normative documents contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication, the editions indicated were valid. All normative documents are subject to revision, and parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the normative documents listed below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

IEC 759: 1983, *Standard test procedures for semiconductor X-ray energy spectrometers* Amendment 1 (1991)

IEC 973: 1989, *Test procedures for germanium gamma-ray detectors*