

**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**



Numéro de référence  
Reference number  
CEI/IEC 1435: 1996

## Validité de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique.

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles auprès du Bureau Central de la CEI.

Les renseignements relatifs à ces révisions, à l'établissement des éditions révisées et aux amendements peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et dans les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
- **Annuaire de la CEI**  
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**  
Publié annuellement et mis à jour régulièrement

## Terminologie

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 50: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI), qui se présente sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini. Des détails complets sur le VEI peuvent être obtenus sur demande. Voir également le dictionnaire multilingue de la CEI.

Les termes et définitions figurant dans la présente publication ont été soit tirés du VEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

## Symboles graphiques et littéraux

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera:

- la CEI 27: *Symboles littéraux à utiliser en électro-technique*;
- la CEI 417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*;
- la CEI 617: *Symboles graphiques pour schémas*;

et pour les appareils électromédicaux,

- la CEI 878: *Symboles graphiques pour équipements électriques en pratique médicale*.

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit tirés de la CEI 27, de la CEI 417, de la CEI 617 et/ou de la CEI 878, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

## Publications de la CEI établies par le même comité d'études

L'attention du lecteur est attirée sur les listes figurant à la fin de cette publication, qui énumèrent les publications de la CEI préparées par le comité d'études qui a établi la présente publication.

## Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available from the IEC Central Office.

Information on the revision work, the issue of revised editions and amendments may be obtained from IEC National Committees and from the following IEC sources:

- **IEC Bulletin**
- **IEC Yearbook**  
Published yearly
- **Catalogue of IEC publications**  
Published yearly with regular updates

## Terminology

For general terminology, readers are referred to IEC 50: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field. Full details of the IEV will be supplied on request. See also the IEC Multilingual Dictionary.

The terms and definitions contained in the present publication have either been taken from the IEV or have been specifically approved for the purpose of this publication.

## Graphical and letter symbols

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications:

- IEC 27: *Letter symbols to be used in electrical technology*;
- IEC 417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets*;
- IEC 617: *Graphical symbols for diagrams*;

and for medical electrical equipment,

- IEC 878: *Graphical symbols for electromedical equipment in medical practice*.

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC 27, IEC 417, IEC 617 and/or IEC 878, or have been specifically approved for the purpose of this publication.

## IEC publications prepared by the same technical committee

The attention of readers is drawn to the end pages of this publication which list the IEC publications issued by the technical committee which has prepared the present publication.

**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 Varembé Genève, Suisse



Commission Electrotechnique Internationale  
International Electrotechnical Commission  
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRISX  
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<br>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 $\rho$ .....                                                             | 20    |
| 4.2.3 Mesures pour la détermination du coefficient de Hall $R_H$ .....                                                         | 20    |
| 4.2.4 Calcul de la résistivité $\rho$ .....                                                                                    | 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 $\rho$ .....                                     | 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<br>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) <sup>-2</sup> 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<br>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 $\rho$ .....                                                         | 21   |
| 4.2.3 Measurements for determining the Hall coefficient $R_H$ .....                                                 | 21   |
| 4.2.4 Computation of resistivity $\rho$ .....                                                                       | 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 $\rho$ .....                                      | 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) <sup>-2</sup> 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 CEI 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       |

Full 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 germanium de haute pureté (GeHP) présente des problèmes spéciaux de caractérisation en raison de la haute résistivité du matériau ( $\sim 10 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$  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  $\text{cm}^3$ ). 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 déduire 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 plus 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  $\rho$ , 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  $\rho$  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 (DLTS) 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  $\text{cm}^3$ ). 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  $\rho$  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  $\rho$  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 germanium pour rayonnements gamma et X. Un tel germanium est monocristallin et possède une concentration nette d'impuretés actives inférieure à  $10^{11} \text{ cm}^{-3}$ , et en général de l'ordre de  $10^{10} \text{ cm}^{-3}$ . Les procédures d'essais et de mesures pour des détecteurs terminés sont donnés 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 invitées 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: 1983, *Méthodes d'essais normalisés des spectromètres d'énergie X à semicteurs*  
Amendement 1 (1991).

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

#### 3 Symboles

Les symboles utilisés fréquemment sont définis ci-dessous; les symboles rarement utilisés sont définis dans le texte.

|     |                                                |
|-----|------------------------------------------------|
| $B$ | densité de flux magnétique, en teslas (voir T) |
| $C$ | coulomb                                        |
| $C$ | capacité, en farads                            |

## 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  $\text{cm}^3$ , usually of the order of  $10^{10} \text{ cm}^{-3}$ . 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*

#### 3 Symbols

Frequently used symbols are defined below; infrequently used symbols are defined in the text.

|     |                                          |
|-----|------------------------------------------|
| $B$ | magnetic flux density, in teslas (see T) |
| $C$ | coulombs                                 |
| $C$ | capacitance, in farads                   |

|                               |                                                                        |
|-------------------------------|------------------------------------------------------------------------|
| $C_d$                         | capacité de la région désertée d'une diode                             |
| DLTS                          | spectrométrie transitoire de niveaux profonds                          |
| $\Delta$                      | variation de                                                           |
| $e$                           | charge de l'électron: $1,60 \times 10^{-19}$ coulombs                  |
| $e_r$                         | taux d'émission d'un niveau de piège isolé, en $s^{-1}$                |
| exp                           | base des logarithmes népériens (2,718)                                 |
| $E$                           | énergie associée à un niveau électronique dans la bande interdite      |
| $f$                           | fréquence, en hertz                                                    |
| GeHP                          | Germanium haute pureté                                                 |
| $k$                           | constante de Boltzmann, $8,617 \times 10^{-5}$ eV K $^{-1}$            |
| K                             | kelvin                                                                 |
| l                             | litre                                                                  |
| AL                            | azote liquide                                                          |
| min                           | minute                                                                 |
| $(N_A - N_D)^*$               | concentration nette d'impuretés électriquement actives par $cm^3$      |
| $\langle (N_A - N_D) \rangle$ | $(N_A - N_D)$ moyenne                                                  |
| $N_T$                         | concentration de niveaux profonds d'impuretés par $cm^3$               |
| $\Omega$                      | ohm                                                                    |
| $q$                           | charge, en coulombs                                                    |
| $r$                           | constante associée à la mesure de $(N_A - N_D)$ par effet Hall         |
| $R$                           | résistance, en ohms                                                    |
| $R_H$                         | coefficient de Hall, en $cm^3 C^{-1}$                                  |
| $\rho$                        | résistivité, en $\Omega \cdot cm$                                      |
| s                             | seconde                                                                |
| $t$                           | temps, en secondes                                                     |
| $T$                           | température, en kelvins                                                |
| T                             | tesla (1 T = $10^4$ gauss)                                             |
| $\tau$                        | temps d'émission, en secondes                                          |
| $\mu$                         | mobilité, en $cm^2 V^{-1} s^{-1}$                                      |
| $\mu_H$                       | mobilité de Hall, en $cm^2 V^{-1} s^{-1}$                              |
| $\mu_n$                       | mobilité des électrons ( $cm^2 V^{-1} s^{-1}$ ) dans un semiconducteur |
| $\mu_p$                       | mobilité des trous ( $cm^2 V^{-1} s^{-1}$ ) dans un semiconducteur     |
| V                             | volt                                                                   |
| $V_p$                         | amplitude de l'impulsion (volts) en spectrométrie de niveaux profonds  |
| $V_r$                         | polarisation inverse, en volts                                         |
| $\omega$                      | $2\pi f$ (voir $f$ )                                                   |
| $W_p$                         | durée de l'impulsion (s) en spectrométrie de niveaux profonds          |

\* Le signe de cette quantité indique le type de porteurs (n ou p). On utilisera  $|N_A - N_D|$  lorsque seule la valeur absolue est nécessaire.

|                               |                                                                       |
|-------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|
| $C_d$                         | capacitance of the depleted region in a diode                         |
| DLTS                          | deep-level transient spectroscopy                                     |
| $\Delta$                      | change in                                                             |
| $e$                           | electron charge, $1,60 \times 10^{-19}$ coulombs                      |
| $e_r$                         | emission rate from a localized electronic level, in $s^{-1}$          |
| exp                           | base of the natural logarithms (2,718)                                |
| $E$                           | energy associated with an electronic level in the band gap            |
| $f$                           | frequency, in hertz                                                   |
| HPGe                          | high-purity germanium                                                 |
| $k$                           | Boltzmann constant, $8,617 \times 10^{-5}$ eV K $^{-1}$               |
| K                             | kelvin                                                                |
| l                             | litre                                                                 |
| LN                            | liquid nitrogen                                                       |
| min                           | minute                                                                |
| $(N_A - N_D)^*$               | net electrically active impurity concentration per $cm^3$             |
| $\langle (N_A - N_D) \rangle$ | average $(N_A - N_D)$                                                 |
| $N_T$                         | deep-level impurity-centre concentration per $cm^3$                   |
| $\Omega$                      | ohm(s)                                                                |
| $q$                           | charge, in coulombs                                                   |
| $r$                           | constant associated with measurement of $(N_A - N_D)$ by Hall effect  |
| $R$                           | resistance, in ohms                                                   |
| $R_H$                         | Hall coefficient, in $cm^3 C^{-1}$                                    |
| $\rho$                        | resistivity, in $\Omega \cdot cm$                                     |
| s                             | second                                                                |
| $t$                           | time, in seconds                                                      |
| $T$                           | temperature, in kelvins                                               |
| T                             | tesla (1 T = $10^4$ gauss)                                            |
| $\tau$                        | emission time, in seconds                                             |
| $\mu$                         | drift mobility, in $cm^2 V^{-1} s^{-1}$                               |
| $\mu_H$                       | Hall mobility, in $cm^2 V^{-1} s^{-1}$                                |
| $\mu_n$                       | electron mobility ( $cm^2 V^{-1} s^{-1}$ ) in a semiconductor crystal |
| $\mu_p$                       | hole mobility ( $cm^2 V^{-1} s^{-1}$ ) in a semiconductor crystal     |
| V                             | volt(s)                                                               |
| $V_p$                         | pulse amplitude (volts) in deep-level transient spectroscopy          |
| $V_r$                         | reverse bias, in volts                                                |
| $\omega$                      | $2\pi f$ (see $f$ )                                                   |
| $W_p$                         | pulse duration (s) in deep-level transient spectroscopy               |

\* The sign of the quantity indicates the type of carrier (n or p). Where only the magnitude is required, the expression will appear as  $|N_A - N_D|$ .



#### 4 Préparation des échantillons et mesure de la concentration nette d'impuretés électriquement actives ( $N_A - N_D$ )

La taille et la forme d'un échantillon sur lequel les mesures vont être effectuées dépendent de la finalité exacte des essais, mais certaines caractéristiques sont communes à tous les échantillons:

- a) les échantillons doivent être lamellaires, avec la plus petite dimension sur une face au moins trois fois supérieure à l'épaisseur;
- b) en ce qui concerne la théorie de la mesure, les échantillons peuvent être carrés, rectangulaires, ou circulaires; une perfection géométrique n'est pas indispensable;
- c) les rugosités et défauts de surface (causés par le polissage par exemple) doivent être enlevés par polissage chimique;
- d) quatre contacts doivent être déposés, en général sur les coins des échantillons carrés, ou placés à  $\sim 90^\circ$  sur les échantillons circulaires.

En ce qui concerne le polissage chimique, les détails du processus par voie humide ainsi que les conditions ambiantes ultérieures vont déterminer le type de la surface (n ou p) et la stabilité des surfaces. Le type et l'uniformité de la surface peuvent être affectés par un manque de soins dans la manipulation. Les porteurs accumulés à la surface peuvent contribuer à la conduction; s'il y a inversion en surface, la zone désertée résultante va réduire l'épaisseur effective de l'échantillon. Plus l'échantillon est pur, plus ces effets prennent de l'importance, et plus la manipulation devient délicate. Pour du matériau très pur ( $10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ), des attaques chimiques et des neutralisations spécifiques peuvent être nécessaires pour obtenir des résultats satisfaisants et reproductibles, en particulier pour le matériau de type n.

Des détails supplémentaires sont donnés dans les paragraphes qui suivent.

##### 4.1 Préparation des échantillons pour les mesures de Van der Pauw

Comme indiqué précédemment, la précision dans la détermination de ( $N_A - N_D$ ) dépend de manière critique de la préparation de l'échantillon qui doit être réalisée avec le plus grand soin.

##### 4.1.1 Equipement

L'équipement suivant est nécessaire:

- a) une scie à fil ou à disque diamanté;
- b) des réactifs chimiques de pureté «semiconducteur» et une paillasse avec hotte aspirante;
- c) les surfaces de l'échantillon doivent être attaquées de manière à assurer le contact de l'acide sur toutes les surfaces; un becher avec un fond gaufré est utile à cet effet. La taille du becher est importante car l'attaque chimique est exothermique. Si le becher est trop grand, la réaction sera trop lente et une grande quantité de réactif sera nécessaire; s'il est trop petit, la réaction sera trop violente. Le volume optimal est un becher légèrement plus large que l'échantillon et d'une profondeur telle que la surface de l'acide dépasse de 1 cm à 2 cm le sommet de l'échantillon.

##### 4.1.2 Dimensions et dispositions pour les contacts

Les échantillons peuvent être taillés et mis en forme à l'aide d'une scie à fil ou à disque diamanté. La dimension latérale minimale de l'échantillon utilisé pour la mesure de ( $N_A - N_D$ ) doit être supérieure à trois fois son épaisseur.

Pour de petits échantillons, des carrés (ou rectangles) sont les plus faciles à réaliser; ils auront de préférence 1 cm à 2 cm de côté. Si les contacts sont réalisés dans les coins (pratique la plus courante), ces derniers seront biseautés du minimum nécessaire pour le dépôt de contacts physiques stables (biseaux de  $\sim 1 \text{ mm}$ ; voir figure 1a). Pour des échantillons constitués d'une tranche entière, il convient de réaliser les contacts à  $\sim 90^\circ$  l'un de l'autre sur le périmètre, toujours en minimisant leur largeur. Pour pénétrer sous la surface brute de



#### 4 Sample preparation and measurement of net electrically-active impurity concentration ( $N_A - N_D$ )

The size and shape of a sample upon which measurements will be made depends on the exact purpose of the test, but some characteristics are common to all samples:

- a) samples shall be lamellar, with the shortest linear dimension along a face being at least three times greater than the thickness;
- b) from the standpoint of measurement theory, samples may be square, rectangular, or circular; geometric perfection is not required;
- c) surface roughness and strains (such as those caused by lapping) shall be removed by polish etching;
- d) four contacts shall be attached, usually on the corners of square samples, or at  $\sim 90^\circ$  spacing on circular ones.

With regard to etching, the surface type (n or p) and the surface stability usually are determined by the details of the wet-chemical processing and the subsequent ambient conditions. Surface type and uniformity may be affected by improper handling. Carriers at an accumulated surface may contribute to conduction; if the surface is inverted, depletion from it will reduce the effective sample thickness. The purer the sample, the more important those effects become and the more important the details of the handling. For very pure material ( $10^{10} \text{ cm}^{-3}$ ), specialized etch and quench procedures may be required to achieve consistently satisfactory results, particularly for n-type material.

Further details are given in the following subclauses.

##### 4.1 Sample preparation for Van der Pauw measurements

As stated earlier, accuracy in the determination of ( $N_A - N_D$ ) is critically dependent on sample preparation, which shall be carried out with great care.

##### 4.1.1 Equipment

The required equipment is:

- a) a string saw or diamond saw;
- b) supplies of semiconductor-grade reagents and access to a vented laboratory hood and sink;
- c) the surfaces of the sample shall be etched in a way that assures acid contact on all surfaces; a beaker with a waffled bottom is useful for the purpose. The size of the beaker is important because self-heating occurs during the etching process. If the beaker is too large, the reaction will proceed too slowly and a wasteful amount of reagent will be necessary; if too small, the reaction will proceed too violently. The optimum size is slightly wider than the sample and deep enough to allow the surface of the etchant to be 1 cm to 2 cm above the top of the sample.

##### 4.1.2 Dimensions and provisions for contacts

Samples may be cut and fashioned with a string saw or diamond-blade saw. The minimum lateral dimension of a sample used for determining ( $N_A - N_D$ ) shall exceed three sample thicknesses.

For small samples, squares (or rectangles) are easiest to form; they should be 1 cm to 2 cm on a side. If contacts are made at the corners – the preferred practice – the corners shall be bevelled the minimum amount necessary for stable physical contact ( $\sim 1 \text{ mm}$  bevels; see figure 1a). For whole-slice samples, the contacts should be made  $\sim 90^\circ$  apart around the

croissance de la tranche, des encoches (méplats) pourront être réalisées aux endroits où les contacts seront déposés (voir figure 1b).

Les échantillons doivent subir une attaque chimique avant dépôt des contacts. Le matériau pour la réalisation des contacts est indiqué à la dernière étape de chacune des procédures d'attaque chimique.

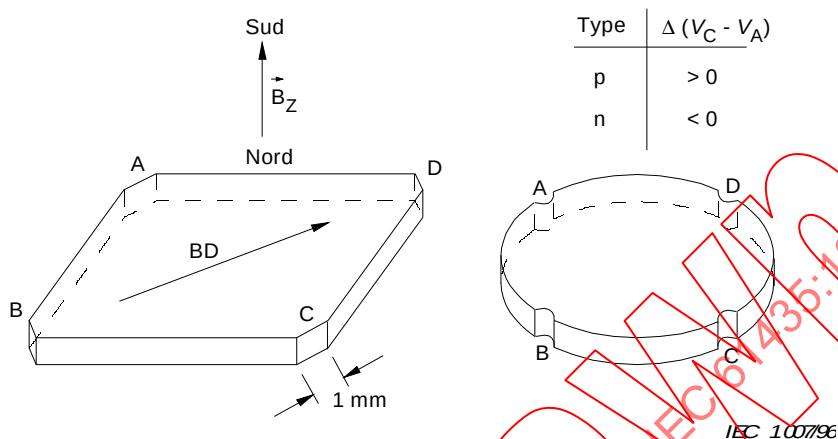


Figure 1a – Carré

Figure 1b – Circulaire

Figure 1 – Echantillons

#### 4.1.3 Attaque chimique

Trois procédures chimiques de préparation des échantillons sont décrites ci-dessous: A, B, et C. Toutes trois ont été testées. La procédure A est préférable, mais la procédure B permet d'éviter le mélange d'acide et de méthanol et présente moins de problèmes d'environnement. Cependant, il convient de choisir, en fin de compte, la procédure permettant la meilleure prédiction des caractéristiques des détecteurs terminés.

Les réactifs utilisés doivent être de pureté «semiconducteur». Voir 4.1.1 pour le type de becher à utiliser.

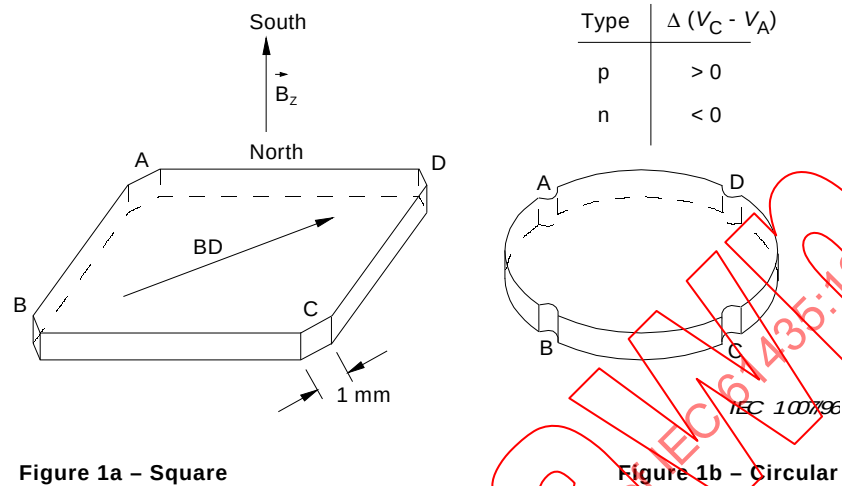
##### 4.1.3.1 Procédure A

- Si nécessaire, nettoyer l'échantillon au méthanol ou à l'eau désionisée pour enlever tout métal d'un contact résiduel ou toute autre impureté. Laisser sécher.
- Préparer le réactif d'attaque chimique: trois parts de  $\text{HNO}_3$  (70 % en masse) pour une part de HF (49 % en masse).
- Si l'échantillon a déjà une surface polie, faire une attaque de 45 s en agitant légèrement. Le réactif devrait changer du clair à une coloration légèrement verte et présenter une légère formation de bulles. Si l'échantillon est brut de sciage ou de polissage, faire une attaque en agitant légèrement pendant 3 min ou jusqu'à l'apparition d'une ébullition à gros bouillons.
- Neutraliser rapidement avec du méthanol de pureté «semiconducteur». Rincer à fond rapidement dans du méthanol, sans exposer l'échantillon à l'air pendant un temps suffisant pour qu'il sèche. Avant le rinçage final, vider soigneusement tout le méthanol résiduel du becher.
- Saisir l'échantillon avec des pinces propres et le sécher dans un jet d'azote gaz sec.
- A la température ambiante, appliquer quatre contacts d'un mélange eutectique Ga-In ou Hg-In.

L'échantillon est maintenant prêt pour les mesures.

perimeter, again minimizing contact width. To penetrate the as-grown skin, nicks (indentations) may be cut into the slice at the points where the contacts are to be made (see figure 1b).

The samples shall be etched before applying contacts. Material comprising the contacts is listed in the last step of each of the etching procedures.



**Figure 1 - Samples**

#### 4.1.3 Etching

Three chemical procedures for sample preparation are listed below: A, B, and C. All have been tested. Procedure A is preferred, but the use of procedure B avoids mixing acid with methanol and presents fewer environmental problems. However, the procedure ultimately used should be the one yielding the most accurate prediction of the characteristics of completed detectors.

Semiconductor-grade reagents shall be used. See 4.1.1 for the type of beaker to use.

##### 4.1.3.1 Procedure A

- If necessary clean the sample with methanol or deionized water to remove residual contact metal or other impurities. Allow to dry.
- Prepare chemical polish etch: three parts  $\text{HNO}_3$  (70 % by weight) to one part HF (49 % by weight).
- If the sample already has a polished surface, etch for 45 s while agitating lightly. The etchant should change from clear to a light green color and should exhibit light bubble formation. If the sample has a sawed or lapped surface, etch for 3 min, agitating lightly or until a vigorous boiling-like reaction begins.
- Quench rapidly with semiconductor-grade methanol. Rinse rapidly and thoroughly in methanol without exposing the sample to air long enough for it to dry. Residual methanol should be thoroughly decanted from the beaker before the last rinse.
- Handling only with clean tweezers, dry the sample with a stream of clean dry nitrogen gas.
- At room temperature, apply four contacts with a eutectic mixture of either Ga-In or Hg-In.

The sample is now ready for measurement.

#### 4.1.3.2 Procédure B

- a) Si nécessaire, nettoyer l'échantillon au méthanol ou à l'eau désionisée pour enlever tout métal d'un contact résiduel ou toute autre impureté. Laisser sécher.
- b) Préparer le réactif d'attaque chimique: deux parts de  $\text{HNO}_3$  (70 % en masse) pour une part de HF (49 % en masse).
- c) Attaquer pendant ~30 s après le début d'une réaction violente du mélange (intense couleur brune, grosses bulles, et vapeurs rousses d'acide nitrique). L'échantillon doit être agité pendant la réaction pour assurer une attaque homogène.
- d) Neutraliser lentement la réaction avec de l'eau désionisée (1 l/min à 2,5 l/min) pendant 15 s à 30 s. L'échantillon ne doit pas être exposé à l'air.
- e) Nettoyer soigneusement l'échantillon sous un flot d'eau désionisée pendant ~1 min.
- f) Retirer l'échantillon avec des pinces et l'immerger dans du méthanol pendant ~1 min.
- g) Saisir l'échantillon avec des pinces propres et le sécher avec du papier filtre ou dans un jet d'azote gaz sec.
- h) A la température ambiante, appliquer quatre contacts d'un mélange eutectique Ga-In ou Hg-In.

L'échantillon est maintenant prêt pour les mesures.

#### 4.1.3.3 Procédure C

- a) Si nécessaire, nettoyer l'échantillon au méthanol ou à l'eau désionisée pour enlever tout métal d'un contact résiduel ou toute autre impureté. Laisser sécher.
- b) Préparer un stock de solution d'attaque chimique: sept parts de  $\text{HNO}_3$  (70 % en masse), une part de  $\text{HNO}_3$  fumant, deux parts de HF (49 % en masse). Laisser vieillir pendant au moins un jour.
- c) Attaquer en inclinant lentement le becher d'avant en arrière, pendant ~1 min pour les échantillons déjà attaqués et ~2 min pour les échantillons polis.
- d) Neutraliser la solution d'attaque avec une large quantité de méthanol de pureté «semi-conducteur» frais.
- e) Rincer au méthanol à l'aide d'une pissette.
- f) Saisir l'échantillon avec des pinces propres et le sécher dans un jet d'azote gaz sec;
- g) A la température ambiante, appliquer quatre contacts d'un mélange eutectique Ga-In.

L'échantillon est maintenant prêt pour les mesures.

### 4.2 Mesures et analyses

Dans l'introduction, on a donné une description générale de la manière de déterminer la concentration nette d'impuretés électriquement actives ( $N_A - N_D$ ). Des détails sont donnés ci-dessous pour la mesure sur un échantillon carré avec quatre contacts repérés de A à D (voir figure 1a; il sera noté que les contacts sont repérés en sens inverse des aiguilles d'une montre). Comme deux quantités séparées doivent être déterminées,  $\rho$  et  $R_H$ , toutes les mesures doivent être effectuées et enregistrées au cours d'une même session continue. Les essais imposent que les mesures soient répétées après inversion du courant, ainsi qu'après augmentation du courant par un facteur 10. Le but de l'inversion et de l'augmentation du courant est de révéler des défauts éventuels dans les instruments de mesure ou dans la préparation des échantillons (voir 4.2.6).

#### 4.2.1 Appareillage

L'appareillage suivant est nécessaire:

#### 4.1.3.2 Procedure B

- a) If necessary, clean the sample with methanol or deionized water to remove residual contact metal or other impurities. Allow to dry.
- b) Prepare chemical polishing etch: two parts  $\text{HNO}_3$  (70 % by weight) to one part HF (49 % by weight).
- c) Etch for ~30 s after the mixture begins to react vigorously (intense brown colour, large bubbles, and brown nitric oxide fumes). The sample shall be agitated during the reaction to ensure homogeneous etching.
- d) Slowly quench the reaction with deionized water (1 l/min to 2,5 l/min) for 15 s to 30 s. The sample shall not be exposed to air.
- e) Thoroughly clean the sample by flushing with deionized water for ~1 min.
- f) Remove the sample with tweezers and immerse in methanol for ~1 min.
- g) Handling only with clean tweezers, dry the sample with filter paper or with a stream of clean dry nitrogen gas.
- h) At room temperature, apply four contacts with a eutectic mixture of either Ga-In or Hg-In.

The sample is now ready for measurement.

#### 4.1.3.3 Procedure C

- a) If necessary, clean the sample with methanol or deionized water to remove residual contact metal or other impurities. Allow to dry.
- b) Prepare a stock solution of chemical polishing etch: seven parts  $\text{HNO}_3$  (70 % by weight), one part fuming  $\text{HNO}_3$ , two parts HF (49 % by weight). Let age for at least one day.
- c) For already etched samples, tilt slowly back and forth for ~1 min, or for lapped samples, ~2 min;
- d) Quench the polishing solution with large quantities of fresh semiconductor-grade methanol.
- e) Rinse with methanol from a spray bottle.
- f) Handling only with clean tweezers, dry the sample with a stream of clean dry nitrogen gas.
- g) At room temperature, apply four contacts with a eutectic mixture of Ga-In.

The sample is now ready for measurement.

### 4.2 Measurements and analysis

A general description of how the net electrically active impurity concentration ( $N_A - N_D$ ) is determined was given in the introduction; details are given below for a square sample with four contacts, A through D (see figure 1a; note that the contacts are labelled in counterclockwise order). While two separate quantities need be determined,  $\rho$  and  $R_H$ , all of the measurements shall be made and recorded in one continuous session. As part of the test, the current shall be reversed and the measurements repeated; also, the measurements shall be repeated with the current increased by a factor of 10. The purpose of the reversals and current increase is to uncover faults in the measuring instruments or in the preparation of the samples (see 4.2.6).

#### 4.2.1 Equipment

The required equipment is:

- a) un récipient adapté pour l'immersion de l'échantillon dans l'azote liquide pendant les mesures;
- b) une source à courant constant;
- c) un voltmètre avec une résistance d'entrée  $\geq 10 \text{ M}\Omega$  (de préférence très supérieure);
- d) une source de champ magnétique réversible et étalonnée, avec une densité de flux  $\geq 0,01 \text{ T}$  (100 gauss) uniforme à  $\pm 5 \%$  sur toute la surface de l'échantillon;
- e) les équipements de commutation électrique appropriés.

#### 4.2.2 Mesures pour la détermination de la résistivité $\rho$

- a) Immerger l'échantillon dans l'azote liquide; attendre la stabilisation de la température avant d'enregistrer les données.
- b) Appliquer un courant du contact A vers B en mesurant et en enregistrant la différence de potentiel et la polarité entre C et D.
- c) Appliquer un courant du contact B vers C en mesurant et en enregistrant la différence de potentiel et la polarité entre D et A.
- d) Répéter les mesures en inversant le courant et répéter à nouveau avec le courant multiplié par un facteur 10.

#### 4.2.3 Mesures pour la détermination du coefficient de Hall $R_H$

La procédure pour obtenir les données concernant  $R_H$  est similaire à la précédente, si ce n'est qu'on doit utiliser une séquence différente de contacts. Autre différence, il faut acquérir les données avec et sans champ magnétique appliqué. Le champ, lorsqu'il est appliqué, doit être perpendiculaire au plan de l'échantillon et doit être contrôlé pendant les mesures pour être sûr que ses variations sont  $\leq 2 \%$ . Le détail des mesures est décrit ci-dessous:

- a) en l'absence de champ magnétique, appliquer un courant du contact B vers le contact D en mesurant et en enregistrant la différence de potentiel entre A et C. On en déduira une valeur de  $[R_{BD,AC}]_{B=0}$ ;
- b) répéter l'étape a) mais avec le champ magnétique appliqué. On en déduira une valeur de  $[R_{BD,AC}]_{B=B_0}$ ;
- c) répéter les étapes a) et b) après inversion du courant, et répéter à nouveau avec le courant augmenté d'un facteur 10.

#### 4.2.4 Calcul de la résistivité $\rho$

La résistivité  $\rho$  peut être obtenue à partir de l'équation (1):

$$\rho = 4,53d \left( \frac{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}}{2} \right) \cdot f \left( \frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}} \right) \quad (1)$$

où

$d$  est l'épaisseur de l'échantillon, en centimètres;

$R_{AB,CD}$  est une fraction où le numérateur est la différence de potentiel ( $V_D - V_C$ ), et le dénominateur est le courant (en ampères) entrant dans l'échantillon par le contact A et sortant par B, en l'absence de champ magnétique (voir figure 1);

$f \left( \frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}} \right)$  est une fonction représentée dans la figure 2.

- a) a suitable container for immersing the sample in LN during the measurement;
- b) a constant-current source;
- c) a voltmeter with an input resistance  $\geq 10 \text{ M}\Omega$  (preferably much higher);
- d) a calibrated, reversible magnetic field source with a flux density  $\geq 0,01 \text{ T}$  (100 gauss) uniform to  $\pm 5 \%$  over the area of the sample;
- e) appropriate electrical switching facilities.

#### 4.2.2 Measurements for determining resistivity $\rho$

- a) Immerse the sample in LN and wait for temperature equilibration before recording data.
- b) Drive the current into contact A and out of B while measuring and recording the voltage difference and polarity between C and D.
- c) Drive the current into contact B and out of C while measuring and recording the voltage difference and polarity between D and A.
- d) Repeat with the current flow reversed and again with the current increased by a factor of 10.

#### 4.2.3 Measurements for determining the Hall coefficient $R_H$

The procedure for obtaining the data for  $R_H$  is similar to the preceding one, but a different sequence of contacts shall be used. Also, the data shall be obtained with and without a magnetic field applied. The field, when applied, shall be perpendicular to the plane of the sample and shall be monitored during the measurements to be sure that the variation is  $\leq 2 \%$ . Details are as follows:

- a) with the magnetic field off, drive current into contact B and out of D while measuring and recording the voltage difference between A and C. This will lead to a computed value of  $[R_{BD,AC}]_{B=0}$ ;
- b) repeat step a) but with the magnetic field on. This will lead to a computed value of  $[R_{BD,AC}]_{B=B}$ ;
- c) repeat steps a) and b) with the current flow reversed, and again with the current increased by a factor of 10.

#### 4.2.4 Computation of resistivity $\rho$

The resistivity  $\rho$  can be obtained from equation (1):

$$\rho = 4,53d \left( \frac{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}}{2} \right) \cdot f \left( \frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}} \right) \quad (1)$$

where

$d$  is the sample thickness in centimetres;

$R_{AB,CD}$  is defined as a fraction in which the numerator is the voltage difference ( $V_D - V_C$ ), and the denominator is the current (in amperes) entering the sample at contact A and leaving through B, with the magnetic field turned off (see figure 1);

$f \left( \frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}} \right)$  is a function shown in figure 2.



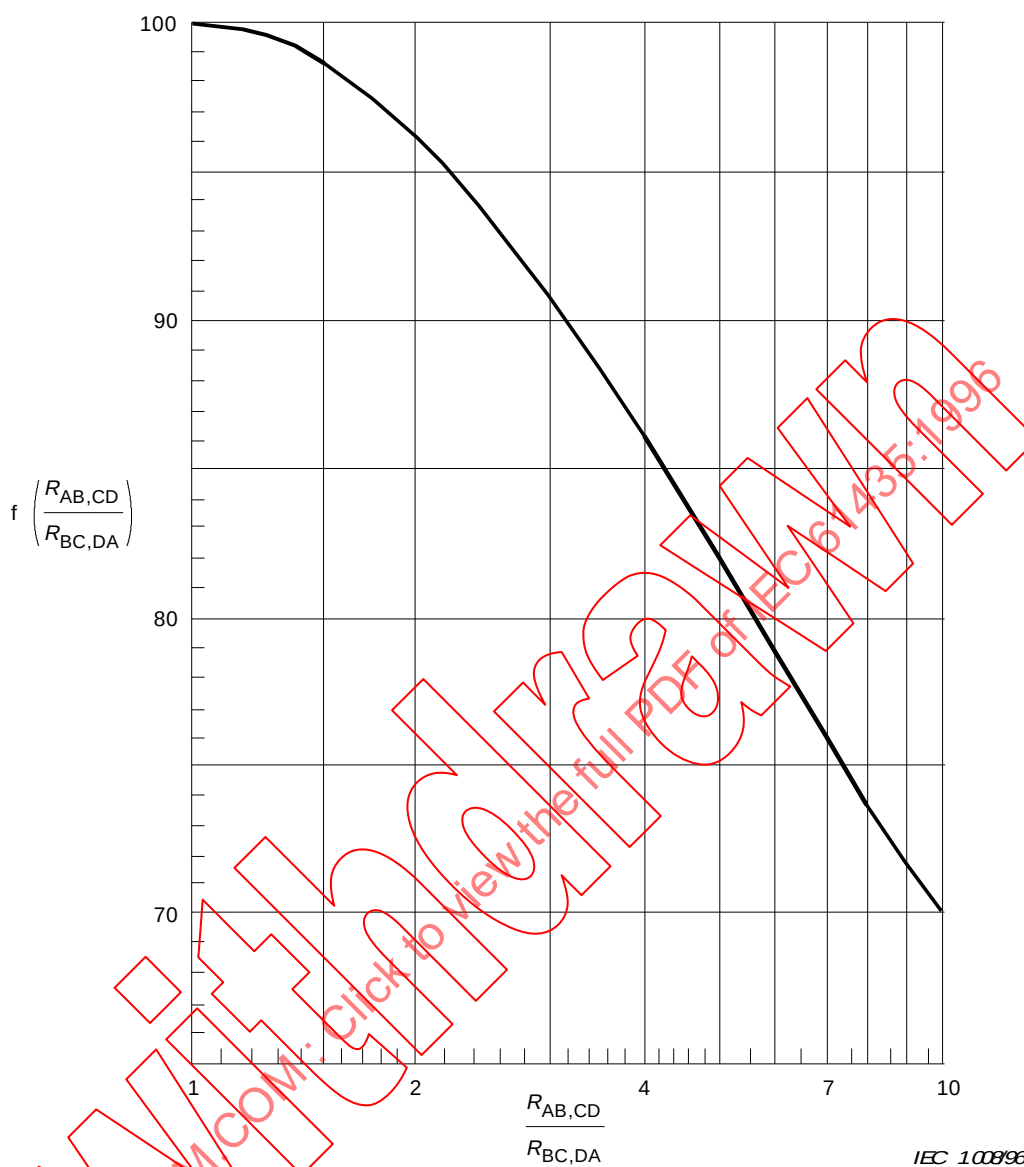


Figure 2 –  $f\left(\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}\right)$  en fonction de  $\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}$



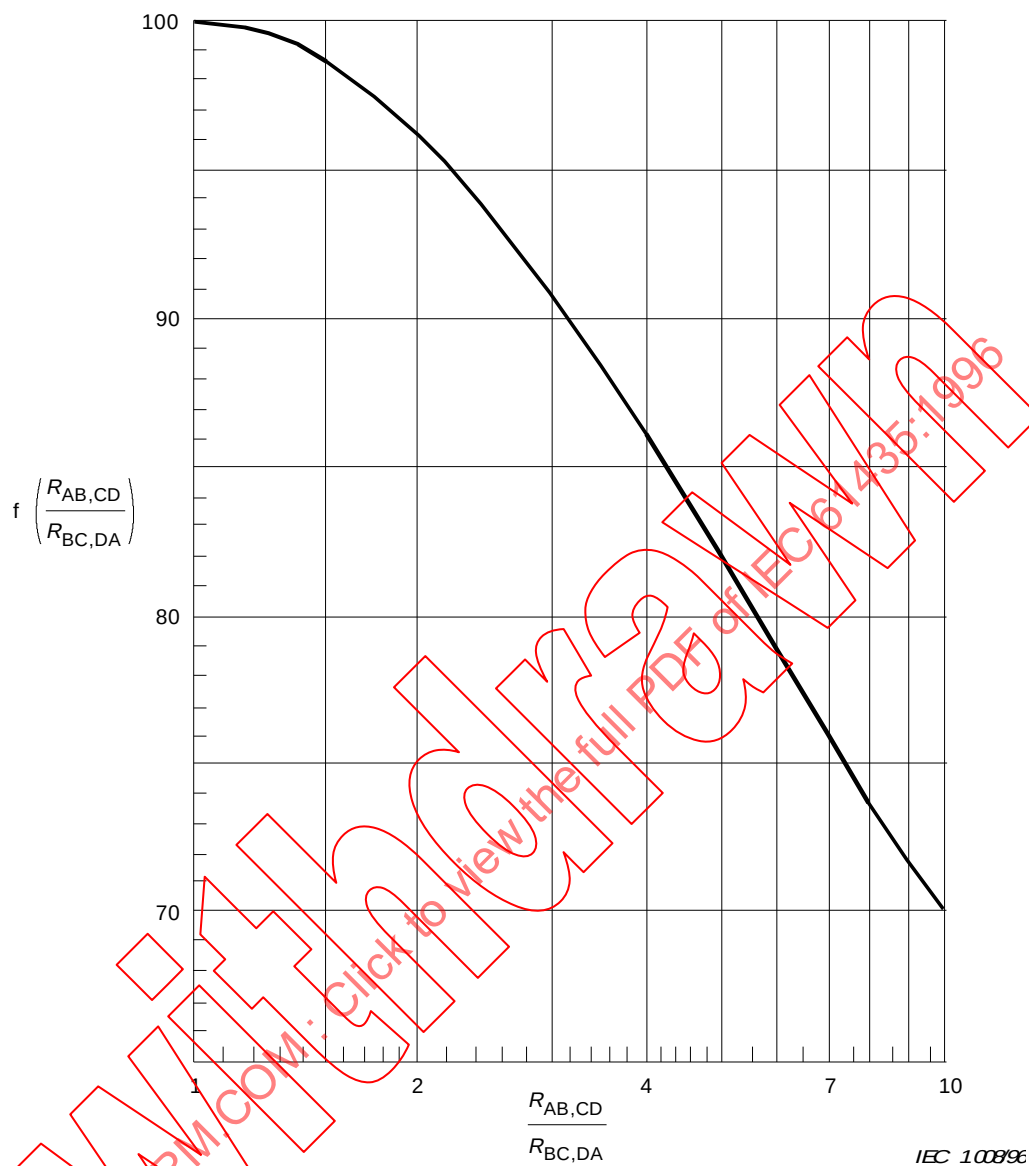


Figure 2 –  $f\left(\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}\right)$  versus  $\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}$

#### 4.2.5 Calcul du coefficient de Hall $R_H$

Le coefficient de Hall  $R_H$  exprimé en  $\text{cm}^3 \cdot \text{C}^{-1}$  peut être obtenu à partir de l'équation (2):

$$R_H = \frac{d}{B} \left\{ [R_{BD,AC}]_{B=B} - [R_{BD,AC}]_{B=0} \right\} \quad (2)$$

où

$d$  est l'épaisseur de l'échantillon, en centimètres;

$B$  est le champ magnétique, exprimé en  $\text{V s cm}^{-2}$  ( $1 \text{ V s cm}^{-2} = 10^4 \text{ T}$ );

$[R_{BD,AC}]_{B=B}$  est la résistivité  $R_{BD,AC}$  en  $\Omega \cdot \text{cm}$  en présence du champ magnétique;

$[R_{BD,AC}]_{B=0}$  est la résistivité  $R_{BD,AC}$  en  $\Omega \cdot \text{cm}$  en l'absence de champ magnétique.

La polarité requise pour le champ magnétique est indiquée sur la figure 1a:  $R_H$  est positif pour un matériau de type p et négatif pour un matériau de type n.

#### 4.2.6 Instabilité des mesures

Les quantités  $R_{AB,CD}$ ,  $R_{BC,DA}$ , et  $\Delta R_{BD,AC}$  ne doivent pas varier de plus de 5 % lors de l'inversion du courant ou du champ magnétique, ou en faisant varier le courant d'un facteur 10 (dans ce dernier cas un artefact peut être causé par un voltmètre avec une résistance d'entrée insuffisante). De même, les quantités ci-dessus ne doivent pas varier de plus de 2 % sur une période de 5 min, ni de plus de 2 % pendant un intervalle de 5 min entre mesures. Si les conditions précédentes ne sont pas satisfaites, les échantillons doivent être reconditionnés (nouvelle attaque, nouveaux contacts appliqués) et les mesures doivent être répétées.

#### 4.2.7 Concentration des impuretés actives ( $N_A - N_D$ ) obtenue à partir de $\rho$

La quantité ( $N_A - N_D$ ) peut être obtenue à partir de l'équation (3):

$$(N_A - N_D) = \frac{1}{\rho e \mu_{(n \text{ ou } p)}} \quad (3)$$

où

$\rho$  est la résistivité (voir équation (1));

$e$  est la charge de l'électron,  $1,6 \times 10^{-19} \text{ C}$ ;

$\mu$  est la mobilité (voir 4.2.7.1) associée au type de porteur de l'échantillon, n ou p, suivant que  $R_H$  est respectivement négatif ou positif (voir 4.2.8).

Si les inversions du champ magnétique et du courant ne donnent pas un signe cohérent pour  $R_H$ , ou si les inversions ne donnent pas des valeurs de  $R_{BD,AC}$  qui diffèrent de plus de 25 %, on ne doit pas attribuer un signe par cette technique. Si  $\mu$ , calculé à partir de 4.2.7.2, est  $\leq 10^4 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ , le signe du coefficient de Hall ne doit pas être utilisé pour spécifier le type.

##### 4.2.7.1 Mobilités des porteurs utilisées dans cette norme

Les valeurs de mobilité  $\mu$  qui doivent être utilisées dans l'équation (3) sont données par les équations (4) et (5):

$$\mu_n = 36\,000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1} \quad (4)$$

$$\mu_p = 42\,000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1} \quad (5)$$

#### 4.2.5 Computation of the Hall coefficient $R_H$

The Hall coefficient  $R_H$  in units of  $\text{cm}^3 \text{C}^{-1}$  can be obtained from equation (2):

$$R_H = \frac{d}{B} \left\{ [R_{BD,AC}]_{B=B} - [R_{BD,AC}]_{B=0} \right\} \quad (2)$$

where

$d$  is the sample thickness in centimetres;

$B$  is the magnetic field in units of  $\text{V s cm}^{-2}$  ( $1 \text{ V s cm}^{-2} = 10^4 \text{ T}$ );

$[R_{BD,AC}]_{B=B}$  is the resistivity  $R_{BD,AC}$  in  $\Omega \cdot \text{cm}$  with the magnetic field turned on;

$[R_{BD,AC}]_{B=0}$  is the resistivity  $R_{BD,AC}$  in  $\Omega \cdot \text{cm}$  with the magnetic field turned off.

The required polarity of the magnetic field is shown in figure 1a.  $R_H$  is positive in p-type material and is negative for n-type material.

#### 4.2.6 Measurement drift

The quantities  $R_{AB,CD}$ ,  $R_{BC,DA}$ , and  $\Delta R_{BD,AC}$  shall not exhibit a change of more than 5 % upon current reversal, magnetic field reversal, or upon changing the current by a factor of 10 (the last artifact may be caused by a voltmeter with insufficiently high input resistance). Also, the preceding quantities shall not exhibit a change of more than 2 % over a 5 min period, nor more than 2 % during a 5 min interval between measurements. If the preceding conditions are not met, the sample shall be reconditioned (re-etched, new contacts applied) and the measurements repeated.

#### 4.2.7 Active-impurity concentration ( $N_A - N_D$ ) obtained from $\rho$

The quantity ( $N_A - N_D$ ) can be obtained from equation (3):

$$(N_A - N_D) = \frac{1}{\rho e \mu_{(n \text{ or } p)}} \quad (3)$$

where

$\rho$  is the resistivity (see equation (1));

$e$  is the electron charge,  $1,6 \times 10^{-19} \text{ C}$ ;

$\mu$  is the drift mobility (see 4.2.7.1) associated with the carrier type of the sample – n or p – according to whether  $R_H$  is negative or positive, respectively (see 4.2.8).

If magnetic field reversal and current reversal do not produce a consistent sign for  $R_H$ , or if the reversals produce values of  $R_{BD,AC}$  that differ by more than 25 %, a type shall not be assigned using this technique. If  $\mu$  as calculated from 4.2.7.2 is  $\leq 10^4 \text{ cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$ , the sign of the Hall coefficient shall not be used for specifying type.

##### 4.2.7.1 Drift mobility $\mu$ used in this standard

The values of drift mobility  $\mu$  that shall be used in equation (3) are given by equations (4) and (5):

$$\mu_n = 36\,000 \text{ cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1} \quad (4)$$

$$\mu_p = 42\,000 \text{ cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1} \quad (5)$$

Les mobilités ci-dessus dans le GeHP à 77 K ne sont pas universellement reconnues. Les valeurs données ici constituent un choix prudent afin d'éviter une sous-évaluation de  $(N_A - N_D)$ .

#### 4.2.7.2 Mobilité obtenue à partir d'une mesure de Van der Pauw

Les données nécessaires pour calculer  $\mu$  de manière indépendante pour chaque échantillon peuvent être obtenues à partir d'une mesure de Van der Pauw. La mobilité de Hall est définie par l'équation (6):

$$\mu_H = \frac{|R_H|}{\rho} \quad (6)$$

où

$|R_H|$  est la valeur absolue du coefficient de Hall en  $\text{cm}^3 \text{C}^{-1}$ ;

$\rho$  est la résistivité (voir équation (1));

et est reliée à la mobilité des porteurs  $\mu$  par l'équation (7):

$$\mu = \frac{\mu_H}{r} \quad (7)$$

où

$\mu_H$  est obtenu à partir de l'équation (6);

$r$  est une constante voisine de l'unité (voir 4.2.8, 4.2.8.1, 4.2.8.2).

Les valeurs de  $\mu$  obtenues à partir des données provenant de mesures de Van der Pauw peuvent se révéler inférieures aux valeurs vraies pour plusieurs raisons:

- a) mauvais contacts;
- b) effets de la charge de surface;
- c) non-uniformités macroscopiques;
- d) inhomogénéités microscopiques.

La faible mobilité causée par d) résulte de fluctuations du potentiel au voisinage de la surface qui contrarient le mouvement des porteurs pour des champs électriques  $< 1 \text{ V cm}^{-1}$ . La diffusion due à des impuretés neutres peut aussi réduire la mobilité, mais cela est rarement le cas dans le GeHP.

Les faibles mobilités n'impliquent pas des vitesses des porteurs plus faibles aux champs électriques élevés utilisés lors du fonctionnement du détecteur ( $\sim 1 \text{ kV cm}^{-1}$ ), mais constituent un problème pratique dans la détermination de  $(N_A - N_D)$ . Bien que cette norme soit limitée aux matériaux avec  $\mu > 25\,000 \text{ cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$  à 77 K (voir 4.3.1.2), on ne doit pas en conclure qu'un matériau avec une mobilité plus faible est impropre à la fabrication de détecteurs nucléaires, mais que pour un tel matériau, la détermination de  $(N_A - N_D)$  doit être menée suivant un processus différent de celui spécifié ici.

NOTE – De faibles valeurs de la mobilité qui persistent après des opérations répétées d'attaque et de dépôt de contacts peuvent être considérées comme une indication d'inhomogénéité de l'échantillon.

#### 4.2.8 Concentration des impuretés actives $(N_A - N_D)$ obtenue à partir de $R_H$

La quantité  $(N_A - N_D)$  peut être obtenue à partir de l'équation (8):

$$(N_A - N_D) = \frac{r}{eR_H} \quad (8)$$

The preceding drift mobilities for HPGe at 77 K are not universally agreed upon. Those given here represent conservative choices to avoid understatement of  $(N_A - N_D)$ .

#### 4.2.7.2 Drift mobility from a Van der Pauw measurement

The data necessary to calculate  $\mu$  independently for each sample can be obtained from a Van der Pauw measurement. The Hall mobility is defined by equation (6):

$$\mu_H = \frac{|R_H|}{\rho} \quad (6)$$

where

$|R_H|$  is the absolute value of the Hall coefficient in  $\text{cm}^3 \text{C}^{-1}$ ;

$\rho$  is the resistivity (see equation (1));

and is related to the drift mobility  $\mu$  by equation (7):

$$\mu = \frac{\mu_H}{r} \quad (7)$$

where

$\mu_H$  is obtained from equation (6);

$r$  is a constant near unity (see 4.2.8, 4.2.8.1, 4.2.8.2).

Values of  $\mu$  obtained from Van der Pauw data may be lower than true bulk values for several reasons:

- a) poor contacts;
- b) the effects of surface charge;
- c) macroscopic non-uniformity;
- d) microscopic inhomogeneities.

The low drift mobility caused by d) results from local shallow fluctuations in potential that impede carrier flow at electric fields  $< 1 \text{ V cm}^{-1}$ . Neutral impurity scattering may also reduce mobility, but this is an unusual problem in HPGe.

The low drift mobilities do not forecast lower carrier velocity at the high fields used in detector operation ( $\sim 1 \text{ kV cm}^{-1}$ ), but they do present practical problems in determining  $(N_A - N_D)$ . Although this standard is restricted to material with  $\mu > 25\,000 \text{ cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$  at 77 K (see 4.3.1.2), it should not be inferred that material with lower  $\mu$  is unsuitable for nuclear detectors, only that for such material, determination of  $(N_A - N_D)$  shall proceed along lines different from those specified here.

NOTE – Low values of mobility that persist through repeated etching and contacting of the sample may be taken as an indication of sample inhomogeneity.

#### 4.2.8 Active-impurity concentration $(N_A - N_D)$ obtained from $R_H$

The quantity  $(N_A - N_D)$  can be obtained from equation (8):

$$(N_A - N_D) = \frac{r}{eR_H} \quad (8)$$

où

$r$  est une constante comprise entre 1 et 1,4 (voir l'alinéa suivant ainsi que 4.2.8.1 et 4.2.8.2);

$e$  est la charge de l'électron,  $1,6 \times 10^{-19}$  C;

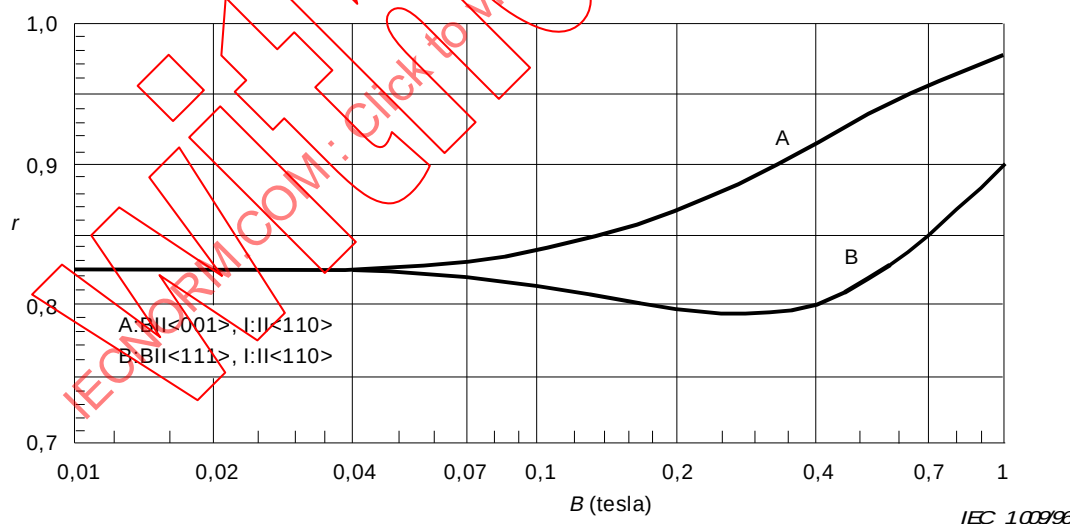
$R_H$  est le coefficient de Hall.

On notera que le signe de  $(N_A - N_D)$  est le même que celui de  $R_H$ .

A l'intérieur du domaine classique des champs élevés, un porteur effectue de nombreuses orbites cyclotron avant qu'une diffusion ne se produise, et  $r = 1$ . Malheureusement, pour le germanium à 77 K, le seuil limite des champs élevés ne peut être atteint que pour des champs magnétiques dépassant les valeurs communément réalisables:  $B \geq 10$  T. A des champs plus faibles,  $r = \langle \tau_r^2 \rangle / \langle \tau_r \rangle^2$  pour un semiconducteur idéal, où  $\tau_r$  est le temps de relaxation du porteur et  $\langle \rangle$  indique une moyenne par rapport aux états occupés. Dans le GeHP,  $\tau_r$  dépend des détails de la structure de bande du porteur et des mécanismes de diffusion. De même,  $r$  est différent suivant que le GeHP est de type n ou de type p (voir les deux paragraphes qui suivent).

#### 4.2.8.1 Facteur $r$ dans le GeHP de type n

Dans le GeHP de type n à 77 K,  $r$  est voisin de 0,83 lorsque  $B$  est voisin de zéro quelle que soit l'orientation du champ magnétique [8]. Pour des  $B$  finis,  $r$  dépend à la fois de la direction du vecteur  $B$  et du vecteur champ électrique de Hall induit par rapport aux axes cristallographiques; cette dépendance est due à la forte anisotropie des surfaces ellipsoïdales d'énergie constante dans la bande de conduction du germanium. Pour  $B < 0,1$  T,  $r$  peut être pris égal à 0,83. Pour  $B > 0,1$  T,  $r$  doit être corrigé par rapport à l'intensité du champ magnétique en tenant compte de l'orientation cristallographique de l'échantillon. Cette correction est donnée par la figure 3, pour deux orientations [8].



**Figure 3 – Facteur  $r$  dans le GeHP de type n, pour deux orientations cristallographiques**

#### 4.2.8.2 Facteur $r$ dans le GeHP de type p

Les surfaces d'énergie constante dans la bande de valence étant beaucoup moins anisotropes que dans la bande de conduction, dans le GeHP de type p la dépendance de  $r$  par rapport à l'orientation est suffisamment faible pour être négligée. La dégénérescence, aux faibles énergies, des bandes correspondant aux trous rapides et aux trous lents, provoque un effet plus significatif. L'effet des trous rapides (approximativement 4,5 % de la concentration des trous) consiste en une augmentation importante de  $r$  pour des champs faibles [9].

where

$r$  is a constant between 1 and 1,4 (see next paragraph and 4.2.8.1 and 4.2.8.2);

$e$  is the electron charge,  $1,6 \times 10^{-19}$  C;

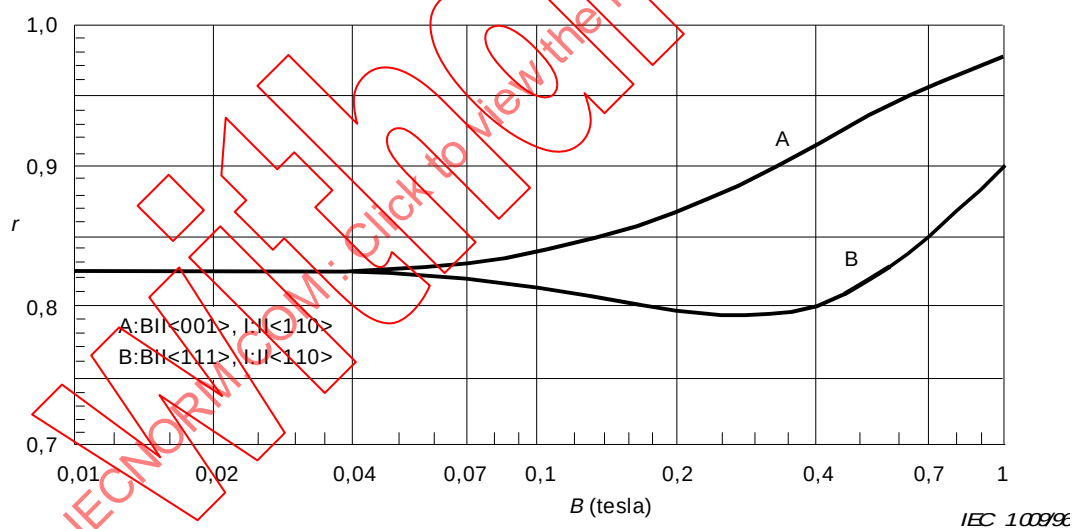
$R_H$  is the Hall coefficient.

Note that the sign of  $(N_A - N_D)$  is the same as the sign of  $R_H$ .

In the classical high-field limit, the carrier completes many cyclotron orbits before a scattering event, and  $r = 1$ . Unfortunately, for germanium at 77 K, this limit can be achieved only at magnetic field strengths beyond those conveniently available:  $B \geq 10$  T. At lower field strengths,  $r = \langle \tau_r^2 \rangle / \langle \tau_r \rangle^2$  for an ideal semiconductor, where  $\tau_r$  is the relaxation time of a carrier and  $\langle \rangle$  indicates averaging over occupied states. In HPGe,  $\tau_r$  depends on the details of the band structure of the carrier and on the scattering mechanisms. Also,  $r$  is different for n-type and p-type HPGe (see next two subclauses).

#### 4.2.8.1 The factor $r$ in n-type HPGe

In n-type HPGe at 77 K,  $r$  approaches 0,83 as  $B$  approaches zero for all magnetic field orientations [8]. For finite  $B$ ,  $r$  depends both on the direction of the  $B$  vector and the induced Hall electric field vector with respect to the crystallographic axes; this dependence is due to the strong anisotropy of the ellipsoidal constant-energy surfaces in the conduction band of germanium. For  $B < 0,1$  T,  $r$  may be taken as 0,83. For  $B > 0,1$  T,  $r$  shall be corrected for magnetic field strength taking into account the crystallographic orientation of the sample. This correction is given in figure 3 for two orientations [8].



**Figure 3 – Factor  $r$  for n-type HPGe, two crystallographic orientations**

#### 4.2.8.2 The factor $r$ in p-type HPGe

Because constant-energy surfaces in the valence bands are much less anisotropic than in the conduction band, the dependence of  $r$  on the orientation is small enough to be neglected in p-type germanium. A more significant effect results from the degeneracy of the fast- and slow-hole bands at low energies. The effect of the fast holes – approximately 4,5 % of the hole concentration – is to raise  $r$  substantially at low fields [9].

Le facteur  $r$ , pour le GeHP, est représenté, en fonction de l'intensité du champ magnétique, sur la figure 4. (Cette courbe a été tracée pour la présente norme, en mesurant  $R_H$  en fonction de  $B$  jusqu'à 0,4 T pour différents échantillons de GeHP présentant des valeurs distinctes pour  $R_H$ . A 0,4 T, on a supposé que  $r = 1,03$ .)

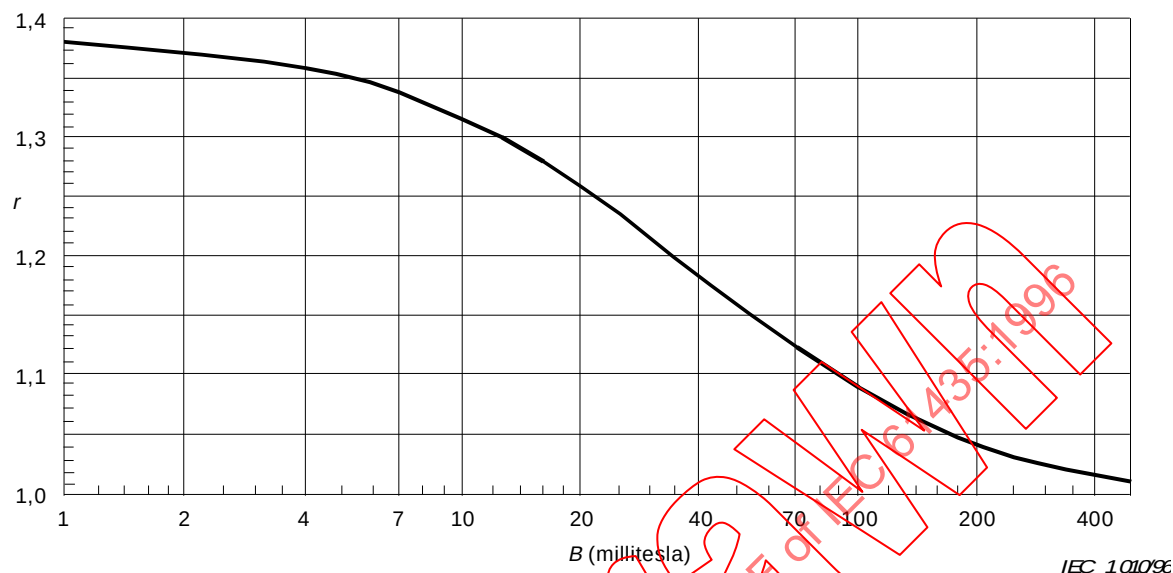


Figure 4 – Facteur  $r$  dans le GeHP de type p



The factor  $r$  for p-type HPGe is plotted as a function of magnetic field strength in figure 4. (This graph was generated for this standard by measuring  $R_H$  as a function of  $B$  up to 0,4 T for several HPGe samples exhibiting differing  $R_H$  values. At 0,4 T, a value of  $r = 1,03$  was assumed.)

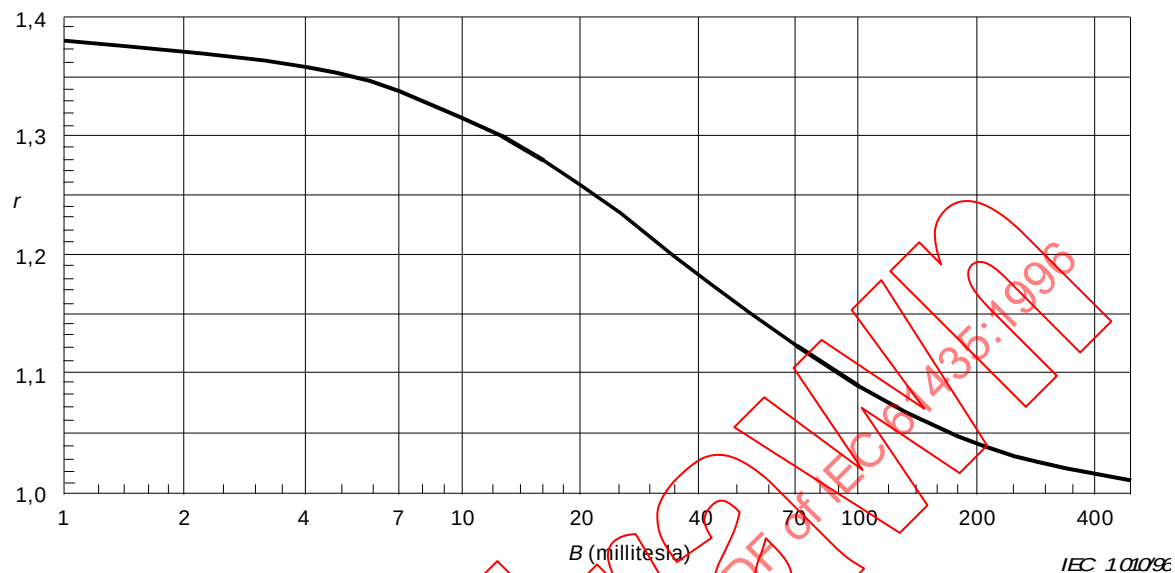


Figure 4 – Factor  $r$  for p-type HPGe

#### 4.3 Dépendance spatiale de $(N_A - N_D)$

Si le volume d'un détecteur GeHP est beaucoup plus grand que le volume de l'échantillon Van der Pauw (comme c'est habituellement le cas), il est important de déterminer les variations axiales et radiales de  $(N_A - N_D)$ . Un gradient  $\Delta(N_A - N_D)$  peut être provoqué par des interfaces de croissance non planes, par des irrégularités dans la vitesse de croissance à l'échelle microscopique, ou par la diffusion à partir de la surface ou vers celle-ci. Les variations axiales sont provoquées par des coefficients de distribution des impuretés résiduelles non égaux à l'unité [10]. Il y a aussi des inhomogénéités à l'échelle de la dizaine à la centaine de micromètres dues au fait que le coefficient effectif de distribution est dépendant de la vitesse de croissance microscopique. Ces inhomogénéités ou striations sont corrélées avec la vitesse de rotation du lingot en cours de croissance du cristal ou sont induites par des fluctuations thermiques pendant la croissance. Les inhomogénéités peuvent être la cause de valeurs faibles de la mobilité près des transitions p-n dans des échantillons compensés.

##### 4.3.1 Variations radiales de $(N_A - N_D)$

Dans l'analyse présentée ici on suppose que  $(N_A - N_D)$  est une fonction linéaire du rayon, et que la moyenne considérée de  $(N_A - N_D)$ , désignée  $\langle(N_A - N_D)\rangle$ , est la moyenne arithmétique des mesures effectuées au centre et au bord d'une tranche entière. La variation radiale  $\Delta(N_A - N_D)_{\text{rad}}$  dans une tranche est définie dans l'équation (9):

$$\Delta(N_A - N_D)_{\text{rad}} = (N_A - N_D)_{\text{bord}} - (N_A - N_D)_{\text{centre}} \quad (9)$$

Les trois techniques qui suivent sont acceptables pour la détermination des variations radiales:

###### 4.3.1.1 Méthode de la mobilité effective

Pour une mesure sur une tranche entière, si  $\mu$  ne diffère pas de plus de 10 % des valeurs théoriques données par les équations (7) et (8), la valeur mesurée de  $(N_A - N_D)$  peut être considérée comme la valeur vraie, et la variation sur  $(N_A - N_D)$  peut être supposée comme étant inférieure à 15 %.

###### 4.3.1.2 Méthode du trèfle

Cette méthode peut être utilisée lorsque la mesure de Van der Pauw sur une tranche entière donne une valeur de  $\mu > 30\,000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$  (voir 4.2.7.2). La tranche peut alors être usinée ou sciée pour produire des entailles entre les contacts dont la profondeur est au moins égale à la moitié du rayon de la tranche. La tranche doit alors être à nouveau attaquée et remesurée. Dans la nouvelle géométrie, seule la partie centrale contribue de manière significative à la mesure. Dans ce cas, si  $\mu_{\text{trèfle}} > 25\,000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ , les équations (10) et (11) s'appliquent:

$$\langle(N_A - N_D)\rangle = (N_A - N_D)_{\text{tranche}} \quad (10)$$

$$\Delta(N_A - N_D)_{\text{rad}} = 2[(N_A - N_D)_{\text{tranche}} - (N_A - N_D)_{\text{trèfle}}] \quad (11)$$

###### 4.3.1.3 Méthode du cube

Il est également possible d'analyser une tranche en prélevant de petits disques ou carrés sur le bord et au centre. La plus grande dimension latérale de ces pièces doit être inférieure au quart du diamètre de la tranche. Il convient que l'échantillon du bord soit pris à moins de 1 mm du bord. Dans ce cas, si pour chacune des mesures  $\mu > 25\,000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ , l'équation (12) s'applique:

$$\langle(N_A - N_D)\rangle = \frac{(N_A - N_D)_{\text{bord}} + (N_A - N_D)_{\text{centre}}}{2} \quad (12)$$

### 4.3 Spatial dependence of $(N_A - N_D)$

If the volume of an HPGe detector is much greater than the volume of the Van der Pauw sample (as is usually the case), it is important to determine the axial and radial variations of  $(N_A - N_D)$ . Non-planar growth interfaces, radial irregularities in microscopic growth speed, and diffusion from or toward the surface may cause a radial gradient  $\Delta(N_A - N_D)$ . Axial variations are caused by the non-unity distribution coefficients of the residual impurities [10]. There also are inhomogeneities over tens to hundreds of micrometers due to the microscopic growth-rate dependence of the effective distribution coefficient. These inhomogeneities or striations are correlated with the rotation rate of the ingot during crystal growth or are induced by thermal fluctuations during the growth period. The inhomogeneities may cause low measured mobilities near p-n transitions in compensated samples.

#### 4.3.1 Radial variations in $(N_A - N_D)$

For the analysis presented here, it is assumed that  $(N_A - N_D)$  is a linear function of radius, and that the average  $(N_A - N_D)$  of interest, designated herein as  $\langle(N_A - N_D)\rangle$ , is the arithmetic mean of the measurements made at the centre and edge of a whole slice. The radial variation  $\Delta(N_A - N_D)_{\text{rad}}$  in a slice is defined in equation (9):

$$\Delta(N_A - N_D)_{\text{rad}} = (N_A - N_D)_{\text{edge}} - (N_A - N_D)_{\text{centre}} \quad (9)$$

The following three techniques are acceptable for determining the radial variations:

##### 4.3.1.1 Effective mobility technique

In a measurement of a whole slice, if  $\mu$  is within 10 % of the theoretical values given by equations (7) and (8), the measured value of  $(N_A - N_D)$  may be considered to be the true value, and the variation in  $(N_A - N_D)$  may be assumed to be less than 15 %.

##### 4.3.1.2 Cloverleaf technique

This method may be used if the Van der Pauw measurement on a whole slice produces a value of  $\mu > 30\,000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$  (see 4.2.7.2). The slice may then be machined or cut to produce notches between the contacts extending inward by at least half the radius of the slice. The slice shall then be re-etched and remeasured. In the new geometry, only the central area contributes significantly to the measurement. In this instance, if  $\mu_{\text{cloverleaf}} > 25\,000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ , equations (10) and (11) apply:

$$\langle(N_A - N_D)\rangle = (N_A - N_D)_{\text{slice}} \quad (10)$$

$$\Delta(N_A - N_D)_{\text{rad}} = 2[(N_A - N_D)_{\text{slice}} - (N_A - N_D)_{\text{cloverleaf}}] \quad (11)$$

##### 4.3.1.3 Dice technique

A slice also may be analyzed by taking small disks or squares from the edge and centre. The maximum lateral dimension of those pieces shall be less than 1/4th the diameter of the slice. The edge sample should be within 1 mm of the periphery. In this case, if in each measurement,  $\mu > 25\,000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ , equation (12) applies:

$$\langle(N_A - N_D)\rangle = \frac{(N_A - N_D)_{\text{edge}} + (N_A - N_D)_{\text{centre}}}{2} \quad (12)$$

et  $\Delta(N_A - N_D)_{\text{rad}}$  est donné par l'équation (9). On notera que, pour des échantillons prélevés sur des rayons croissants, la variation est positive pour des concentrations d'accepteurs *croissantes* ou des concentrations de donneurs *décroissantes*.

#### 4.3.2 Variations axiales de $(N_A - N_D)$

Les variations axiales sont obtenues en mesurant  $(N_A - N_D)$  à différents emplacements des tranches.

#### 4.3.3 Mesures sur des tranches destinées à la fabrication de détecteurs

Pour une tranche destinée à la réalisation d'un détecteur plan (diamètre  $\gg$  épaisseur),  $(N_A - N_D)$  est obtenu à partir de mesures effectuées sur la tranche entière.

Pour un barreau destiné à la réalisation d'un détecteur coaxial (diamètre  $\sim$  longueur), les mesures de  $(N_A - N_D)$  et de  $\Delta(N_A - N_D)$  doivent être effectuées sur des tranches adjacentes à chaque extrémité du barreau. Cependant, dans le cas de sections de cristaux brutes de tirage suffisamment longues pour produire plusieurs détecteurs coaxiaux, il n'est pas très économique de les sectionner en différents points, le long de l'axe, à des fins de caractérisation. Dans ces cas, on fera une interpolation à partir de mesures sur des tranches provenant des deux extrémités. Comme il y a différentes façons de le faire, et que cela repose sur des méthodes supplémentaires de mesure, il convient que la procédure à suivre fasse l'objet d'un accord entre le producteur de cristaux et le fabricant de détecteurs.

### 5 Spectrométrie transitoire de niveaux profonds (DLTS) pour la caractérisation des pièges isolés ( $N_T$ )

Lorsqu'un détecteur de rayonnements nucléaires en GeHP est fabriqué, il arrive que des défauts électriquement actifs possèdent des niveaux suffisamment profonds pour empêcher les porteurs piégés d'être libérés dans un délai relativement bref comparé à la durée de mise en forme de l'amplificateur linéaire. Cet effet peut provoquer un élargissement et une traînée des pics dans les spectres enregistrés. Dans la présente norme, un niveau est considéré comme profond si son taux d'émission est  $< 10^6 \text{ s}^{-1}$  à 77 K. Les mesures liées aux transitoires de capacité, et particulièrement les mesures de DLTS [11], se sont révélées particulièrement utiles pour l'identification et la quantification de nombreux niveaux accepteurs profonds gênants.

Dans la DLTS, la diode est maintenue à une tension de polarisation inverse de repos  $V_r$ . A cette tension, la diode présente une capacité  $C_r$ . On applique alors une impulsion de tension  $V_p$  qui réduit la polarisation et introduit, de ce fait, des porteurs majoritaires dans une région auparavant désertée. A la fin de l'impulsion (quand la tension revient à  $V_r$ ), les niveaux de porteurs majoritaires qui ont été remplis provoquent une variation de capacité qui devient  $C_i$ , mais ces niveaux commencent immédiatement à se vider, et la capacité retourne exponentiellement à sa valeur initiale  $C_r$ .

Dans la méthode de Lang [11], cette variation est analysée à l'aide d'un intégrateur sur deux durées commandées par des portes et qui produit un signal proportionnel à  $C(t_2) - C(t_1)$ , qui est la variation de capacité entre les instants  $t_1$  et  $t_2$ . La forme des signaux de commande et la variation de  $C$  en fonction du temps sont indiquées dans la figure 5.

En DLTS,  $C(t_2) - C(t_1)$ , est enregistré en fonction de la température. Cette variation de capacité dépend du taux d'émission des porteurs  $e_r$ , qui augmente énormément avec la température. Le signal de DLTS, pour un niveau donné, est maximal à une température unique (voir 5.3.1) pour laquelle le temps d'émission  $\tau = e_r^{-1}$  satisfait la condition de l'équation (13) [11]:

and  $\Delta(N_A - N_D)_{\text{rad}}$  is given by equation (9). Note that the radial variation is positive for acceptor concentration *increasing* – or donor concentration *decreasing* – for samples moving outward along a radius.

#### 4.3.2 Axial variations in $(N_A - N_D)$

Axial variations are obtained by measuring  $(N_A - N_D)$  on slices at different axial locations.

#### 4.3.3 Measurements on slices intended for detector fabrication

With a slice intended for a planar detector (diameter  $\gg$  length),  $(N_A - N_D)$  is obtained from whole-slice measurements.

With a piece intended for a coaxial detector (diameter  $\sim$  length), measurements of  $(N_A - N_D)$  and  $\Delta(N_A - N_D)$  shall be made on slices adjacent to each end of the piece. However, for sections of an as-grown crystal long enough to produce several coaxial detectors, it may be uneconomical to slice it at several points along the axis for the purpose of characterization. In this instance, interpolation is required from measurements made on slices at the two ends. Because there are various ways of doing this and because it may be necessary to rely on supplementary methods of measurement, the procedure to be followed should be agreed upon between the crystal producer and detector manufacturer.

### 5 Deep level transient spectroscopy (DLTS) for the characterization of point-defect trapping centres ( $N_T$ )

When HPGe is fabricated into a nuclear radiation detector, electrically active defects may occur with levels deep enough to prevent trapped carriers from being re-emitted in a relatively short time compared with that of the shaping time of the linear amplifier. The effect may cause peak broadening and tailing to occur in recorded spectra. In this standard, a deep level is one considered to have an emission rate  $< 10^6 \text{ s}^{-1}$  at 77 K. Capacitance-transient measuring techniques, particularly DLTS [11] have proved useful in identifying and quantifying several harmful deep acceptor levels.

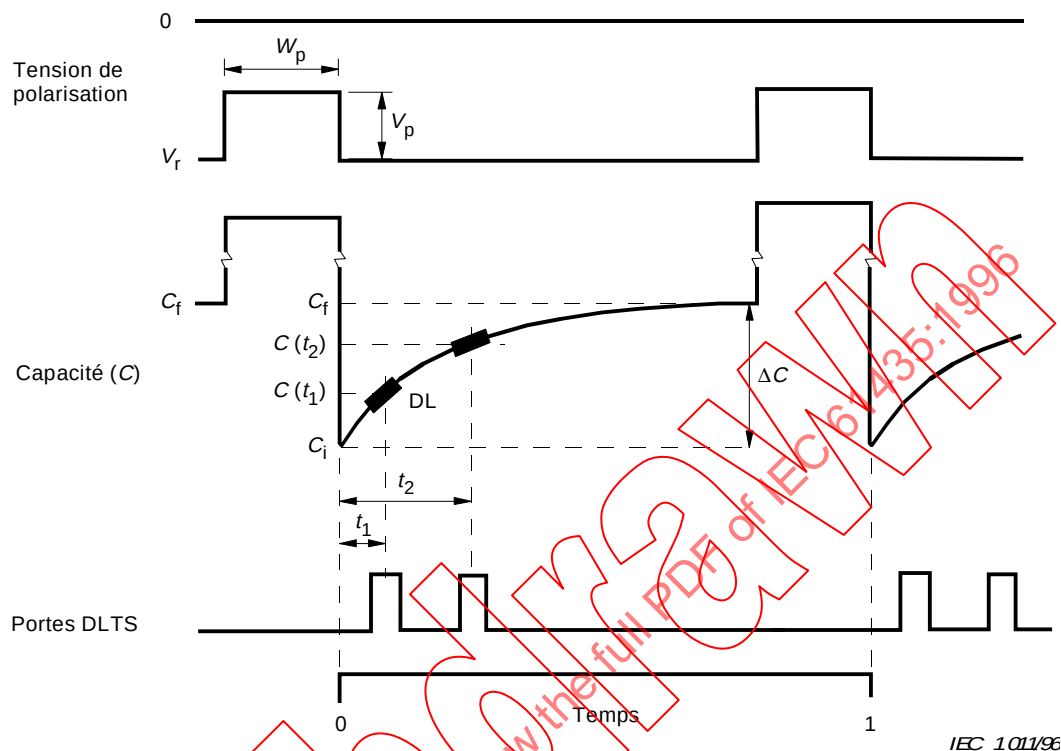
In DLTS, the diode is held at a quiescent reverse-bias voltage  $V_r$ . At that voltage, the diode will exhibit a capacitance  $C_r$ . Then, a voltage pulse  $V_p$  is applied that reduces the bias, thereby introducing majority carriers into a region previously depleted. At the end of the pulse (when the voltage returns to  $V_r$ ), the majority carrier levels that were filled cause the diode to exhibit a capacitance  $C_i$ , but those levels immediately begin emptying, and the capacitance returns exponentially to its original value  $C_r$ .

In Lang's method [11], this change is analyzed with a double boxcar averager that produces a signal proportional to  $C(t_2) - C(t_1)$ , which is the change in capacitance  $C$  occurring between  $t_1$  and  $t_2$ . The gating waveforms and  $C$  versus time are shown in figure 5.

In DLTS,  $C(t_2) - C(t_1)$  is plotted versus temperature. This capacitance difference depends on the carrier emission rate  $e_r$ , which increases strongly with temperature. The DLTS signal from a particular level is a maximum at a unique temperature (see 5.3.1) for which the emission time  $\tau = e_r^{-1}$  meets the condition of equation (13) [11].

$$\tau_{\max} = \frac{(t_2 - t_1)}{\ln(t_2/t_1)} \quad (13)$$

où  $t_1$  et  $t_2$  se réfèrent aux durées indiquées en figure 5.



**Figure 5 – Formes des signaux DLTS et synchronisation temporelle**

La DLTS présente une difficulté dans le cas du GeHP: pour des valeurs faibles de  $(N_A - N_D)$ , la résistance du germanium non épuisé peut non seulement être élevée, mais, de plus, est une fonction fortement croissante de la température dans le domaine d'intérêt: 15 K à 220 K.

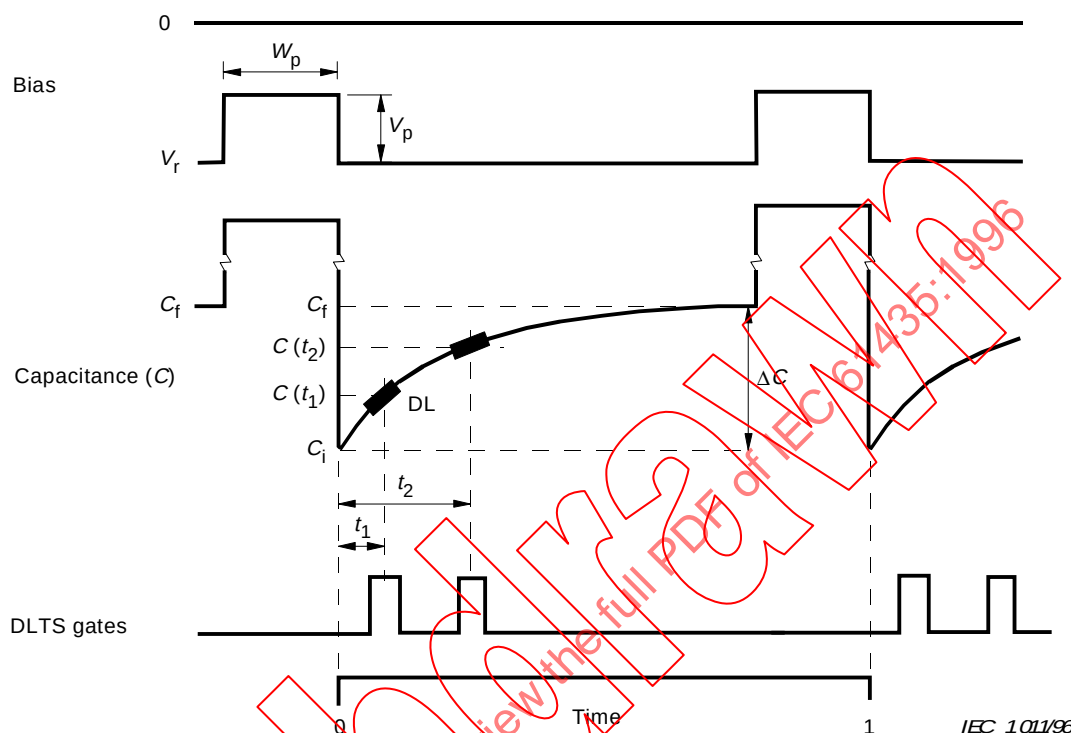
Suivant  $(N_A - N_D)$ , l'épaisseur de l'échantillon, la polarisation, la fréquence du capacimètre, et la température, la résistance peut être comparable à la capacitance, en particulier au-dessus de 100 K. Cela affecte la sensibilité du spectromètre et la fiabilité de l'identification des pics. Des corrections pour les effets du circuit équivalent sont présentées en 5.3.3.

En DLTS du GeHP, on observe également parfois des défauts étendus [12], [13], mais l'interprétation quantitative des données est équivoque, car il n'existe pas de modèle communément accepté concernant l'occupation des niveaux associés à ces défauts. Pour cette raison, la caractérisation des défauts étendus par DLTS n'est pas prise en compte dans la présente norme.

L'observation des défauts profonds de porteurs minoritaires nécessite l'injection de porteurs minoritaires. Mais, du fait que la saturation de ces niveaux est difficile à réaliser et à contrôler, la méthode est plus qualitative que quantitative. La présente norme ne prend pas en compte de tels essais.

$$\tau_{\max} = \frac{(t_2 - t_1)}{\ln(t_2/t_1)} \quad (13)$$

where  $t_1$  and  $t_2$  refer to the times shown in figure 5.



**Figure 5 – DLTS waveforms and gate timing**

There is a difficulty with DLTS of HPGe: at low values of  $(N_A - N_D)$ , the resistance of undepleted germanium may be not only high, but also a strongly increasing function of temperature over the range of interest: 15 K to 220 K.

Depending on  $(N_A - N_D)$  sample thickness, bias, frequency of the capacitance-measuring circuit, and temperature, the resistance may be comparable to the capacitive reactance, particularly above 100 K. The foregoing affects spectrometer sensitivity and the reliability of peak identification. Corrections for equivalent circuit effects are presented in 5.3.3.

Occasionally, extended defects are also observed in DLTS of HPGe [12] [13], but quantitative interpretation of the data is unclear because there is no generally accepted model for electronic occupation of states associated with them. For this reason, the characterization of extended defects by DLTS is not included in this standard.

The examination of minority-carrier deep levels requires the injection of minority carriers. Since saturation of these is difficult to obtain and demonstrate, the method is more qualitative than quantitative. Such tests will not be dealt with in this standard.



## 5.1 Appareillage

Les mesures décrites ici sont basées sur la méthode de l'intégrateur de Lang [11], mais plusieurs autres méthodes instrumentales peuvent être utilisées.

L'appareillage requis pour la méthode de Lang comprend:

- a) un capacimètre capable de mesurer 1 pF à 100 pF pleine échelle à  $\pm 2$  %. L'appareil doit être à trois entrées de manière à éliminer les effets de la capacité parasite entre les contacts de l'échantillon et l'environnement. L'appareil doit permettre d'appliquer à l'échantillon une tension continue de polarisation d'au moins 10 V, et doit répondre avec un temps de montée nettement inférieur à la plus brève constante de temps d'émission à mesurer. Il devrait également permettre de limiter l'énorme transitoire dû à l'impulsion de remplissage  $V_p$ .
- Un pont de mesure de capacités n'est pas conseillé, car sa réponse temporelle est lente et son rapport signal/bruit est inférieur à celui d'un capacimètre;
- b) un générateur d'impulsions capable de faire passer la tension de polarisation d'un niveau à un autre, avec un temps de commutation très inférieur à la constante de temps la plus brève à mesurer. Il peut se révéler nécessaire de connecter une source de tension additionnelle en série avec le générateur d'impulsions, de manière à étendre la gamme de polarisation inverse;
- c) un double intégrateur (ou équivalent) avec porte à durée réglable, deux retards de porte commandés séparément, et un temps d'échantillonnage ajustable;
- d) un système d'enregistrement permettant la mesure digitalisée et continue en fonction de la température, de la différence de capacité entre les instants correspondant aux deux retards de porte;
- e) un oscilloscope pour la mesure des retards de porte et l'observation du transitoire de capacité;
- f) un cryostat où la température de l'échantillon peut être réglée entre 15 K et 220 K;
- g) un équipement de thermométrie assurant la mesure de la température de l'échantillon à  $\pm 0,5$  K au cours de ses variations.

## 5.2 Choix et préparation des échantillons pour DLTS

La taille de l'échantillon et l'endroit de prélèvement dans le cristal d'origine ont une grande importance du fait que les concentrations de niveaux profonds peuvent présenter des gradients radiaux et axiaux élevés [13]. Pour la caractérisation par DLTS d'un cristal de GeHP dans lequel on va réaliser un détecteur coaxial, on spécifie la procédure de sélection suivante: pour le type p, l'échantillon doit être prélevé dans une tranche à l'extrémité adjacente au germe; pour le type n, dans une tranche provenant de la queue du cristal. L'échantillon doit être prélevé à mi-chemin entre les deux méplats de croissance sur le cristal avec son bord situé à moins de 2 mm du périmètre de la tranche. Si l'échantillon est carré, il doit avoir environ 6 mm de côté; si c'est un disque, le diamètre doit être de 6 mm environ.

Pour déterminer la concentration de porteurs libres ( $N_A - N_D$ ), il faut réaliser les mesures de Van der Pauw (voir article 4) préalablement à la réalisation de la jonction sur l'échantillon.

La jonction peut être réalisée par toute technique produisant un effet redresseur: diffusion, implantation, ou métallisation. Afin d'éviter toute diffusion de centres associés au Cu dans l'échantillon, la température des processus doit être maintenue en dessous de 550 K, et la durée de ces traitements doit être inférieure à 2 h. Les surfaces exemptes de contacts doivent être attaquées juste avant la mesure afin d'éviter tout effet de surface indésirable.



### 5.1 Equipment

The measurements described here are based on the boxcar-integrator method of Lang [11], but several other valid and acceptable instrumentation schemes may be used.

For the Lang method the required equipment includes:

a) a capacitance meter capable of measuring 1 pF to 100 pF full scale,  $\pm 2$  %. A three-terminal instrument is required to guard against the effects of stray capacitance from the sample contacts to the surroundings. The instrument shall allow the application to the sample of a sustained d.c. bias of at least 10 V, and the instrument shall respond with a rise time much less than the smallest emission time constant to be measured. Also, a means of limiting the large transient during the filling pulse  $V_p$  may be required.

A capacitance bridge is not recommended because of its slow response time and inferior signal-to-noise ratio;

b) a pulse generator capable of changing the bias voltage from one level to a different one, with a switching time much less than the smallest emission time-constant to be measured. It may be necessary to connect an additional voltage source in series with the pulse generator in order to extend the range of reverse bias;

c) a double boxcar integrator (or equivalent) with adjustable gate duration, two separately controllable gate delay times, and adjustable sampling time;

d) a recording system capable of digitally or continuously measuring the difference in capacitance between the two gate delay times as a function of temperature;

e) an oscilloscope that allows measurement of the gate delay times and observation of the capacitance transient;

f) a cryostat in which the sample temperature can be varied between 15 K and 220 K;

g) a thermometry system that allows measurements of sample temperature to  $\pm 0,5$  K while the temperature is varying.

### 5.2 Sample selection and preparation for DLTS

The size of the sample and its location in the as-grown crystal are critically important because deep-level concentrations may have strong radial and axial gradients [13]. For DLTS characterization of an HPGe crystal which is to be made into a coaxial detector, the following selection procedure is specified: for p-type, a sample shall be taken from a slice adjacent to the seed end; for n-type, from a slice adjacent to the tail end. The sample shall be located midway between the "flats" formed during crystal growth, and its edge shall be within 2 mm of the slice's perimeter. If the sample is square, it shall be  $\sim 6$  mm on a side; if a disc, the diameter shall be  $\sim 6$  mm.

To determine the free-carrier concentration ( $N_A - N_D$ ), Van der Pauw measurements shall be made (see clause 4) prior to junction formation in the sample.

The junction may be formed by any technique that provides rectification: diffusion, implantation, or metallization. To prevent diffusion of Cu-related centres into the sample, processing temperatures shall be kept below 550 K, and the thermal processing time shall be less than 2 h. Uncontacted surfaces shall be etched immediately before measurement as a precaution against unwanted surface effects.

### 5.3 Procédure de mesure

#### 5.3.1 Signal DLTS en fonction de la température

On doit faire varier la température de l'échantillon à une vitesse  $< 0,1 \text{ K s}^{-1}$  pendant l'enregistrement du signal DLTS. Le résultat doit être porté sur un graphique. Pour obtenir les paramètres  $K_n$  et  $\Delta E_n$  du tableau 1, plusieurs excursions de température de DLTS sont nécessaires pour lesquelles on fera varier la durée  $t_2 - t_1$  séparant les signaux de porte tout en gardant constant le rapport  $t_2/t_1$ . Typiquement,  $t_2 - t_1$  est compris entre  $500 \mu\text{s}$  et  $10 \text{ ms}$  et  $t_2/t_1$  est  $\sim 5$ .

#### 5.3.2 (Capacité) $^{-2}$ en fonction de la tension

La température doit être maintenue stable en dessous de la température la plus basse correspondant à un pic du spectre ( $10 \text{ K} \leq T \leq 20 \text{ K}$ ) pour assurer le gel de tous les porteurs sur les niveaux profonds. Il faut s'assurer que l'échantillon n'est pas totalement déserté à  $V_r$ . Pour une jonction abrupte avec une surface de bande plate au voisinage de la jonction, un ajustement par les moindres carrés de  $C^{-2}$  en fonction de  $V$  doit être approximativement une droite de pente  $m$  qui peut alors être utilisée pour estimer la concentration  $(N_A - N_D)$  à partir de l'équation (14):

$$(N_A - N_D) = \frac{8,86 \times 10^6}{A^2 m} \quad (14)$$

où

$(N_A - N_D)$  est exprimée en  $\text{cm}^{-3}$ ;

$A$  est l'aire de la diode, en  $\text{cm}^2$ ;

$m$  est la pente de la courbe  $C^{-2}$  en fonction de  $V$ , en  $(\text{pF})^{-2} \text{ V}^{-1}$ .

Le contact redresseur communément utilisé pour le GeHP de type p est réalisé par diffusion de lithium, et peut difficilement être assimilé à une jonction abrupte. Les états de surface sur les flancs de l'échantillon provoquent également des distorsions, de même que les capacités parasites, la distribution non uniforme des impuretés, et d'autres effets. L'emploi de l'équation (14) suppose que la région de charge d'espace se termine de manière abrupte. Cela ne sera pas vrai si plus d'un niveau de porteurs majoritaires est présent et peut ne pas se justifier dans le cas de matériaux extrêmement purs aux températures les plus élevées. En raison de ces difficultés, la courbe  $C^{-2}$  en fonction de  $V$  ne doit être utilisée que pour un contrôle qualitatif du comportement de la diode; la concentration des niveaux superficiels doit être obtenue par mesure de Van der Pauw (voir 4.2.7). Pour satisfaire aux impératifs de la présente norme, la concentration obtenue à partir de l'équation (14) (en prenant la pente de  $C^{-2}$  en fonction de  $V$ , à  $V_r$ ) ne doit pas différer de plus de 20 % de celle obtenue à partir des mesures de Van der Pauw; des corrections doivent être faites pour tenir compte de la concentration de niveaux qui sont ionisés, en équilibre thermique à la température de cette dernière mesure, mais qui sont gelés à la température plus basse de la mesure  $C^{-2}$  en fonction de  $V$ .

#### 5.3.3 Correction des effets du circuit équivalent

Le circuit équivalent d'un échantillon de GeHP pour DLTS [14] [15] peut se décrire par trois composantes imputables à la région épuisée et à la région non épuisée de l'échantillon:

$C_d$  est la capacité de la région épuisée;

$R_p$  est la résistance de fuite en parallèle avec la région épuisée;

$R_s$  est la résistance série de l'échantillon comportant la résistance de la région non épuisée et la résistance des contacts.

### 5.3 Measurement procedure

#### 5.3.1 DLTS signal versus temperature

The temperature of the sample shall be varied at a rate  $<0,1 \text{ K s}^{-1}$  while recording the DLTS signal. The results shall be graphed. To obtain the level parameters  $K_n$  and  $\Delta E_n$  in table 1, several DLTS temperature scans are required in which the gate separation time  $t_2 - t_1$  is varied while the ratio  $t_2/t_1$  is held constant. Typically,  $t_2 - t_1$  is between 500  $\mu\text{s}$  and 10 ms while the ratio  $t_2/t_1$  is  $\sim 5$ .

#### 5.3.2 $(\text{Capacitance})^{-2}$ versus voltage

The temperature shall be stabilized below the lowest-temperature DLTS peak appearing in the spectrum ( $10 \text{ K} \leq T \leq 20 \text{ K}$ ) to ensure freeze-out of all deep-level carriers. It shall be verified that the sample is undepleted at  $V_r$ . For an abrupt junction with a flat-band surface near the edge of the junction, a least-squares fit of  $C^{-2}$  versus  $V$  shall approximate a straight line with a slope  $m$  that may then be used to estimate the concentration  $(N_A - N_D)$  from equation (14):

$$(N_A - N_D) = \frac{8,86 \times 10^6}{A^2 m} \quad (14)$$

where

$(N_A - N_D)$  is in units of  $\text{cm}^{-3}$ ;

$A$  is the diode area, in  $\text{cm}^2$ ;

$m$  is the slope of the  $C^{-2}$  versus  $V$  plot, in  $(\text{pF})^{-2} \text{ V}^{-1}$ .

The commonly used rectifying contact for p-type HPGe is made by a lithium diffusion, resulting in a poor approximation to an abrupt junction. Surface states at the edges of the sample also contribute distortions, as do stray capacitances, non-uniform impurity distributions, and other effects. The use of equation (14) assumes that the space charge region terminates abruptly. This will not be true if more than one majority level is present and may not be justified in extremely pure materials at higher temperatures. Because of these difficulties, the  $C^{-2}$  versus  $V$  curve shall be used only to check the qualitative behaviour of the diode; the concentration of shallow levels shall be obtained from a Van der Pauw measurement (see 4.2.7). To meet the conditions of this standard, the concentration obtained from equation (14) (by taking the  $C^{-2}$  versus  $V$  slope at  $V_r$ ) shall be within 20 % of that deduced from the Van der Pauw measurement; corrections shall be made for the concentration of levels that are ionized in thermal equilibrium at the temperature of that measurement, but which are frozen out during the lower temperature  $C^{-2}$  versus  $V$  measurement.

#### 5.3.3 Corrections for equivalent-circuit effects

A simplified equivalent circuit that is appropriate for DLTS measurements of HPGe samples [14] [15] consists of three components that can be ascribed to the depleted and undepleted regions of the sample:

$C_d$  is the capacitance across the depleted region;

$R_p$  is the leakage resistance in parallel with the depleted region;

$R_s$  is the series resistance of the sample, which includes the resistance of the undepleted region and of the contacts.

La première,  $C_d$ , est la composante d'intérêt pour les mesures DLTS. Elle dépend de la tension appliquée, de  $(N_A - N_D)$  dans la région épuisée, de l'épaisseur de la région épuisée, et de la surface des contacts.

La deuxième composante,  $R_D$ , est en général tellement élevée dans un bon matériau fonctionnant à la température de l'azote liquide que ses effets peuvent être négligés.

La troisième composante,  $R_S$ , si elle n'est pas très faible, affecte la détermination de  $C_d$ . Si  $R_S$  est due essentiellement aux contacts, il est parfois possible, en les refaisant, de la réduire à une valeur ne nécessitant pas de corrections. Si c'est la résistance de la région non épuisée qui prédomine dans  $R_S$ , il est souvent possible de faire les essais dans une gamme de températures où  $R_S$  est suffisamment faible pour ne pas nécessiter de corrections. Pour les cas où les corrections ne peuvent être évitées, on se reportera ci-dessous.

Les capacimètres utilisés dans l'industrie des semiconducteurs sont à trois entrées; les échantillons sont connectés à l'appareil par des câbles blindés. Les blindages agissent comme des électrodes de garde évitant que la capacité de la région épuisée à mesurer ne soit affectée par les capacités parasites entre les contacts et l'environnement. La capacité est lue directement sur l'indicateur de panneau, et un connecteur de sortie permet d'observer le signal  $V_C$  sur un oscilloscope. La fréquence de mesure  $f$  ( $\sim 1$  MHz) est choisie par le fabricant du capacimètre pour assurer un bon rapport signal/bruit. Cette fréquence a aussi l'avantage de rendre la constante de temps série de l'échantillon  $\ll 1/(2\pi f)$ , et la constante de temps parallèle  $\gg 1/(2\pi f)$ .

Le capacimètre voit entre ses bornes d'entrée l'équivalent d'une capacité en parallèle avec une résistance [14]. Mais comme le vrai circuit est celui d'une constante de temps série  $R_S C_d$ , il a été suggéré [14], dans le cas de mesures où la capacité est invariable au cours du temps, que l'on puisse utiliser l'équation (15) pour calculer la capacité série à partir de la capacité parallèle mesurée:

$$C_d = C_m (1 + D_s^2) \quad (15)$$

où

$C_d$  est la capacité série désirée de la zone épuisée;

$C_m$  est la capacité parallèle équivalente mesurée;

$D_s$  est le facteur de dissipation série du circuit  $\omega R_S C_d$ .

Pour déterminer la valeur de  $D_s$  à une température de fonctionnement donnée, on doit enregistrer  $C$  en fonction de  $T$  pour l'échantillon. Un plateau devrait apparaître dans la gamme de températures 20 K à 100 K, indiquant que  $D_s$  a été rendu  $\ll 1$  et que  $C_m$  est égal à  $C_d$ . Si le pic de DLTS tombe sur le plateau, aucune correction n'est nécessaire, mais s'il est en dehors du plateau du côté des hautes températures,  $C_m$  sera trop faible.  $D_s$  peut alors être déduit de l'équation (15). Ce mode opératoire suppose que la résistance de contact est faible devant la résistance de la zone non désertée de la diode et que la variation de capacité due au dépeuplement des niveaux profonds est négligeable comparée au terme correctif de l'équation (15).

Dans le cas de mesures DLTS impliquant des variations de capacité, la variation relative de capacité série peut être obtenue à partir de la variation relative de capacité parallèle en utilisant la correction [14] [15] de l'équation (16). Cette équation est valable dans le domaine des signaux faibles,  $\Delta C_m < 0,2 C_m$

$$\frac{\Delta C_d}{C_d} = \frac{\Delta C_m}{C_m} \exp \left[ \frac{1 + D_s^2}{1 - D_s^2} \right] \quad (16)$$

The first of these,  $C_d$ , is the component of interest in DLTS measurements. It depends on the applied voltage,  $(N_A - N_D)$  in the depletion region, the thickness of the depleted region, and the area of the contacts.

The second component,  $R_p$ , usually is so high in good material operating at cryogenic temperatures that its effect can be neglected.

The last component,  $R_s$ , if present, affects the determination of  $C_d$ . If  $R_s$  is due predominantly to the contacts, reworking them may reduce the resistance to a level not requiring corrections. If  $R_s$  is due predominantly to the resistance of the undepleted region of the diode, it often is possible to test the sample in a temperature range where  $R_s$  is too low to require corrections. Corrections are discussed below for situations where they cannot be avoided.

Capacitance meters used in the semiconductor industry are three-terminal devices; the samples are connected to the meter through shielded cables. The shields act as guard electrodes to prevent the desired depletion-region capacitance from being affected by the capacitance from the sample contacts to the surroundings. Capacitance can be read directly from a panel-mounted voltmeter, and there is an output connector that allows the capacitance signal  $V_c$  to be observed on an oscilloscope. The operating frequency  $f$  ( $\sim 1$  MHz) is chosen by the manufacturer of the meter to give a good signal-to-noise ratio. That frequency also has the attribute of making the series time constant of the sample  $\ll 1/(2\pi f)$  and the parallel time constant  $\gg 1/(2\pi f)$ .

The meter sees the equivalent of a capacitance and resistance in parallel [14] across its input terminals. Because the true circuit is that of a series time constant  $R_s C_d$ , it was suggested [14] that in measurements where the capacitance does not change with time equation (15) can be used to compute the series capacitance from the measured parallel capacitance:

$$C_d = C_m (1 + D_s^2) \quad (15)$$

where

$C_d$  is the desired series capacitance of the depleted region;

$C_m$  is the measured parallel equivalent capacitance;

$D_s$  is the series-circuit dissipation factor  $\omega R_s C_d$ .

To determine the value of  $D_s$  at a particular operating temperature, a temperature plot of  $C$  versus  $T$  shall be made on the sample. A plateau can be expected somewhere in the range of 20 K to 100 K, indicating that  $D_s$  has been reduced to  $\ll 1$  and that  $C_m$  equals  $C_d$ . If the DLTS peak falls on the plateau, no corrections are necessary, but if it is off the plateau on the high temperature side,  $C_m$  will decrease.  $D_s$  can then be inferred from equation (15). This scheme assumes that the contact resistance is low compared with the resistance of the undepleted region of the diode and that the change in capacitance due to the emptying of deep levels is small compared with the correction term in equation (15).

In DLTS measurements involving capacitance changes, the relative change in series capacitance can be obtained from the measured relative change in parallel capacitance by applying the correction [14] [15] given in equation (16). This correction is valid for the small, signal case,  $\Delta C_m < 0,2 C_m$ .

$$\frac{\Delta C_d}{C_d} = \frac{\Delta C_m}{C_m} \exp \left[ \frac{1 + D_s^2}{1 - D_s^2} \right] \quad (16)$$

où

$\frac{\Delta C_d}{C_d}$  représente la correction relative de la capacité de la zone désertée;

$D_s$  est le facteur de dissipation série  $\omega R_s C_d$ ;

$\frac{\Delta C_m}{C_m}$  est la variation relative mesurée de la capacité.

On notera dans l'équation (16) que  $D_s$  ne peut pas être égal à 1. L'équation ne doit pas être utilisée si  $D_s > 0,8$ . Si  $D_s < 0,2$ , la correction n'est pas nécessaire.

### 5.3.4 Corrections pour concentrations élevées de pièges et amplitude de l'impulsion de tension

La concentration calculée de niveaux profonds  $N_T$  doit aussi être corrigée pour tenir compte de très hautes concentrations de pièges et de l'amplitude de l'impulsion de tension. Dans la méthode classique [14], l'équation (17) s'applique. Une méthode plus rapide est indiquée en 5.3.5.

$$N_T = N_B \frac{\Delta C_d}{C_d} \frac{2 - \frac{\Delta C_d}{C_d}}{\left(1 - \frac{\Delta C_d}{C_d}\right)^2} \frac{V_r + V_{bi}}{\Delta V_p} \quad (17)$$

où

$N_B$  est la concentration nette de niveaux moins profonds obtenue à partir d'une mesure de Van der Pauw à 77 K et d'une analyse DLTS;

$V_{bi}$  est la tension de diffusion de la diode (on pourra prendre une valeur de 0,5 V);

$V_r$  est la tension de polarisation (voir figure 5);

$V_p$  est l'amplitude de l'impulsion (voir figure 5).

On peut admettre que le niveau Cu-H<sub>x</sub> (0/-) ainsi que tous les niveaux moins profonds sont ionisés lorsque l'équilibre thermique est établi à 77 K, où 0/- se réfère à l'état de charge du niveau, neutre avant émission d'un trou et négatif après, et où l'indice x de H indique une stoechiométrie inconnue.

### 5.3.5 Technique $\frac{\Delta V_c}{V_p}$ pour la mesure de $N_T$

La concentration  $N_T$  d'un niveau peut être déterminée par une technique alternative [28]; elle s'effectue conjointement, et immédiatement après identification par DLTS, et elle a le mérite de ne pas nécessiter de mesure de la capacité (quoique le capacimètre doit continuer à faire partie du montage). Elle ne nécessite pas non plus de correction pour les concentrations élevées de pièges, ni pour les effets de la résistance série ou de l'amplitude de l'impulsion de remplissage, et l'inexactitude du capacimètre n'affecte pas le résultat. On procède comme suit:

- a) avec l'oscilloscope connecté à la sortie du capacimètre, obtenir sur l'écran de l'oscilloscope une impulsion transitoire de capacité comme précédemment décrit à l'article 5. Il convient que la portion de la forme d'onde qui est exponentiellement croissante ressemble à la forme d'onde supérieure de la figure 6;
- b) noter l'amplitude de l'impulsion de remplissage  $V_p$ ;
- c) noter la position verticale du point encerclé 1, qui correspond à la capacité initiale  $C_i$ ;



where

$\frac{\Delta C_d}{C_d}$  represents the corrected fractional change in capacitance of the depleted region;

$D_s$  is the dissipation factor  $\omega R_s C_d$ ;

$\frac{\Delta C_m}{C_m}$  is the measured fractional change in capacitance.

Note the singularity in equation (16) when  $D_s = 1$ ; the equation shall not be used if  $D_s > 0,8$ . If  $D_s < 0,2$ , the correction is unnecessary.

#### 5.3.4 Corrections for high trap concentrations and for voltage pulse height

The calculated deep-level concentration  $N_T$  shall also be corrected for high trap concentrations and for the height of the voltage pulse. In the classical method [14], equation (17) is applied. A quicker method is given in 5.3.5.

$$N_T = N_B \frac{\Delta C_d}{C_d} \frac{2 - \frac{\Delta C_d}{C_d}}{\left(1 - \frac{\Delta C_d}{C_d}\right)^2} \frac{V_r + V_{bi}}{\Delta V_p} \quad (17)$$

where

$N_B$  is the net concentration of all shallower levels derived from a Van der Pauw measurement at 77 K and DLTS analysis;

$V_{bi}$  is the built-in potential of the diode (a value of 0,5 V may be assumed);

$V_r$  is the bias voltage (see figure 5);

$V_p$  is the pulse height (see figure 5).

It may be assumed that the Cu-H<sub>x</sub> (0/-) level and all shallower levels are ionized when thermal equilibrium is established at 77 K, where the notation 0/- refers to the believed charged states – neutral before hole emission and singly ionized after – and the subscript of H refers to unknown stoichiometry.

#### 5.3.5 $\frac{\Delta V_c}{V_p}$ technique for measuring $N_T$

An alternative technique [28] is available for determining the level concentration  $N_T$ ; it is implemented in conjunction with, and immediately following, identification by DLTS, and has the merits that overt capacitance measurements are not required (although the capacitance meter shall remain part of the set-up). Also, no corrections are needed for high trap concentrations, series-resistance effects, or filling-pulse height, and inaccuracy of the capacitance meter does not affect the result. The procedure is as follows:

- with the oscilloscope connected to the output of the capacitance meter, obtain an entire capacitance transient waveform on the oscilloscope screen as described in clause 5. The exponentially increasing portion of the waveform should resemble the upper one in figure 6;
- record the height of the filling pulse  $V_p$ ;
- note the vertical position of the encircled point 1, which corresponds to the initial capacitance  $C_i$ ;

d) augmenter la polarisation inverse  $V_r$  d'une quantité  $\Delta V_c$  de façon que la capacité finale  $C'_f$  au point encerclé 2 soit au même niveau vertical que le point 1, et noter le  $\Delta V_c$  nécessaire pour satisfaire à cette condition. Il faut s'assurer que la polarisation n'épuise pas totalement la diode en  $C_i$  ou en  $C'_i$ . Si c'est le cas, une tension de polarisation plus faible doit être choisie.

$N_T$  peut alors être calculé au moyen de l'équation (18):

$$N_T = \frac{\Delta V_c}{V_p} N_B \quad (18)$$

#### 5.4 Pièges profonds de porteurs majoritaires dans le GeHP de type p

Les niveaux de pièges profonds qui ont été observés dans le GeHP de type p sont énumérés dans le tableau 1 ainsi que l'identification suggérée par les auteurs.

Comme les sections efficaces de capture diffèrent suivant les défauts, il est nécessaire d'indiquer la concentration de chaque défaut, ou la limite supérieure de cette concentration.

Les premiers niveaux d'ionisation de Cu et Cu- $H_x$  sont donnés, quoique non considérés comme niveaux de piégeage dans le cadre de la présente norme. S'il n'y a pas d'interférences, ces niveaux d'ionisation doivent être utilisés pour déterminer la concentration du centre de piégeage.

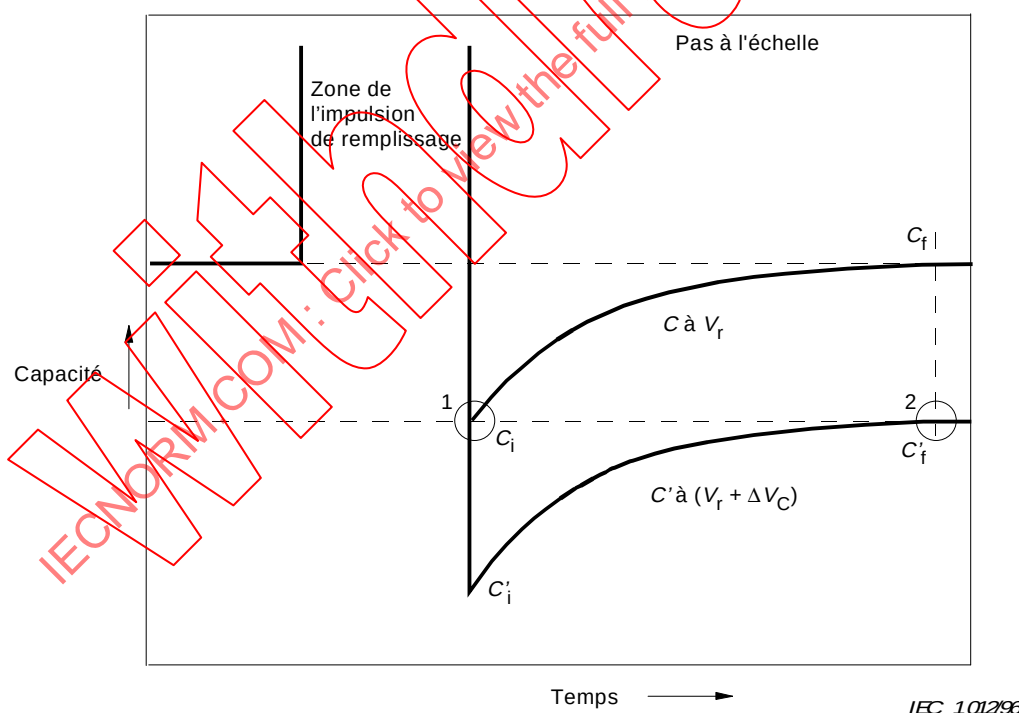


Figure 6 – Formes des signaux  $\frac{\Delta V_c}{V_p}$