

## **Photolumineszenz von Halbleiter-Quantenpunkten**

In diesem Versuch werden die optischen Eigenschaften von Halbleiter-Quantenpunkten untersucht. Quantenpunkte sind künstlich hergestellte Strukturen, die Elektronen und Löcher in einem sehr kleinen Volumen einschließen und somit Quantisierungseffekte bei den erlaubten Elektronen- und Lochzuständen hervorrufen. Diese Eigenschaften machen sie besonders attraktiv für die Entwicklung von neuartigen Lichtquellen wie z.B. Einzelphotonenemittern oder Lasern mit sehr niedrigen Schwellstromdichten.

Die Photolumineszenzspektren der Quantenpunkte werden bei tiefer Temperatur (ca. 4 K) gemessen. Hierzu werden die Proben in einem Helium-Flusskryostaten abgekühlt und mit Hilfe eines HeNe-Lasers optisch angeregt. Das emittierte Licht wird mit Hilfe von Linsen gesammelt und in einem Monochromator spektral zerlegt. Zum Nachweis wird eine CCD-Kamera mit der zugehörigen Auswertesoftware verwendet.

### **I. Erforderliche Kenntnisse**

#### Quantenpunkte:

Halbleiter, Halbleiter-Heterostrukturen, Halbleiter-Quantenpunkte, Wachstum von Halbleiter-Quantenpunkten, Anwendungen von Quantenpunkten, simple Modelle für Quantenpunkte: Kastenpotential, zweidimensionaler harmonischer Oszillator, Elektronische Niveaus (Schalen), Exzitonen, Multiexzitonen, Optische Übergänge

#### Apparatives:

HeNe-Laser, Kantenfilter, Monochromator/Spektrometer, Auflösungsvermögen, CCD-Kamera, Peltierkühler, Vakuumtechnik (Membranpumpe, Turbomolekularpumpe, Vakuummessgeräte), Tieftemperaturtechnik (Siedepunkt  $^4\text{He}$ , Durchflusskryostat)

### **II. Literatur**

1. ***Quantum Dot Heterostructures***  
D. Bimberg, M. Grundmann, N.N. Ledentsov  
John Wiley & Sons (1999), ISBN 0-471-97388-2
2. ***Single Quantum Dots : Fundamentals, Applications, and New Concepts***  
(*Springer Series: Topics in Applied Physics 90*),  
Springer, (2003), ISSN 0303-4216  
(→ insbesondere Kapitel 1-4, 6, 8)
3. ***Single Semiconductor Quantum Dots***  
(*Springer Series: NanoScience and Technology*),  
Springer, (2009), ISSN 1434-4904  
(→ insbesondere Kapitel 2)
4. ***Theory of Optical Processes in Semiconductors, Bulk and Microstructures***  
P.K. Basu  
Clarendon Press, (1997)
5. ***Handbuch Vakuumtechnik***  
K. Jouston, M. Wutz,  
Vieweg Verlagsgesellschaft, (2004), ISBN 3-528-54884-3

### III. Experimentelle Aufgaben

#### **ERSTER MESSTAG**

##### **1. Bedienung der Spektrometer-Software**

Ein Großteil des Versuchs erfordert die Darstellung und Auswertung von Photolumineszenzspektren. Machen Sie sich daher gut mit der Bedienung der Spektrometer-Software vertraut.

- (a) Starten Sie die Spektrometer-Software „Andor Solis“.
- (b) Um einen möglichst rausch-armen Betrieb der CCD-Kamera zu ermöglichen muss diese gekühlt werden. Initialisieren Sie die Peltier-Kühlung des Detektors auf -45 °C (Menüpunkt „Hardware → Temperatur“). Die eingestellte Arbeitstemperatur sollte nach spätestens 10 Minuten erreicht werden.
- (c) Stellen Sie die Aufnahme-Parameter für eine Messung im Menü „Acquisition → Setup Acquisition“ ein. Verwenden Sie zunächst folgende Einstellungen:
  - Acquisition Mode = Real Time
  - Readout Mode = Full Vertical Binning
  - Readout / Pixel = 16  $\mu$ s
  - Trigger Mode = internal
  - Exposure Time = 0.020 (s) (Dezimalpunkt beachten!)
  - Delay = 0.020 (s).
- (d) Das Dunkelrauschen der CCD kann von den Messdaten automatisch abgezogen werden. Stellen Sie dazu die Anzeige der Intensitätsskala auf “Counts (Background corrected)” (Menüpunkt „Acquisition → Setup data type“). Nehmen Sie anschließend ein Dunkelspektrum auf (Menüpunkt „Acquisition → Take Background“), während Sie den Eingang des Spektrometers Licht-dicht abdecken. Nach jeder Änderung der Integrationszeit, muss das Dunkelspektrum erneut aufgenommen werden. Ebenso muss jedes mal, wenn das aktuelle Spektrum (Fenster „Acquisition“) geschlossen und neu geöffnet wurde, das Dunkelspektrum neu aufgenommen werden und das automatische Abziehen des Dunkelspektrums wieder eingestellt werden, da diese Eigenschaften zusammen mit dem Fenster abgelegt sind.
- (e) Nehmen Sie zu Testzwecken ein Spektrum der Raumbeleuchtung und der LED-Taschenlampe auf. Schalten Sie das Licht aus, und prüfen Sie die Einflüsse von restlichem Streulicht.

##### Weitere Hinweise:

- Vermeiden Sie es, die CCD-Kamera zu sättigen, dies kann in einer temporären, unter Umständen auch dauerhaften Schädigung der Kamera resultieren. Schwächen Sie starke Lichtquellen entsprechend ab.
- Passen Sie die eingestellte Belichtungszeit an die Helligkeit ihrer Lichtquelle an. In späteren Versuchsteilen können Belichtungszeiten von > 1 s benötigt werden.
- Speichern Sie die aufgenommen Spektren im Format der Spektrometer-Software (.sif) ab und exportieren sie zusätzlich die ASCII-Daten für Ihre Auswertung.

## 2. Spektrale Kalibrierung des Spektrometers

Der Wellenlängenbereich des Lichts das vom Gitter auf die CCD-Kamera fällt, kann durch die Rotation des Gitters festgelegt werden. Die Einstellung der Rotation und somit der Zentralwellenlänge des detektierten Lichts erfolgt über eine Mikrometerschraube am Spektrometer. 1 mm der Schraubenskala entspricht dabei in etwa 100 nm im Spektrum (Beispiel: Zentralwellenlänge 870 nm → Längs-Skala auf 8,5 stellen, Dreh-Skala auf 20).

Die eingestellte Zentralwellenlänge weicht jedoch (auf Grund von Ungenauigkeiten und mechanischem Spiel beim Einbau der Spektrometer-Komponenten) von der tatsächlich detektierten ab. Daher ist eine spektrale Kalibrierung des Spektrometers erforderlich.

- (a) Zentrieren Sie eine Kalibrations-Lampe (hier: Neon-Dampflampe) auf der optischen Achse vor dem Spektrometer-Eingang. Sorgen sie für eine diffuse Beleuchtung des Spektrometer-Eingangs (keine Linse, Papier-Streuscheibe).
- (b) Stellen Sie den Eingangsspalt des Spektrometers auf 0  $\mu\text{m}$  ein (Die Spaltbacken schließen nicht vollständig; Genügend Licht der Neon-Dampflampe kann noch in das Spektrometer eindringen).
- (c) Stellen Sie mithilfe der Mikrometer-Schraube die zu detektierende Zentralwellenlänge für einen Bereich des Neon-Spektrums ein, den Sie zur Kalibrierung benutzen möchten. Informieren sie die Spektrometer-Software über die eingestellte Zentralwellenlänge: Geben Sie im Menüpunkt „Calibrate → X-Calibration by Spectrograph“ die gewünschte Zentralwellenlänge ein und bestätigen mit „Calibrate“. Stellen Sie noch sicher, dass die richtigen Spektrometer-Daten geladen sind (Bei „Grating“ 1200-Strich-Gitter einstellen, unter dem Button „Spectrograph Setup“ bei „Manufacturer: User Defined“ einstellen).
- (d) Vergleichen Sie nun ein aufgenommenes Neon-Spektrum mit den erwarteten Wellenlängen (Eine tabellarische Auflistung wichtiger Neon-Emissionslinien befindet sich im Anhang). Falls die Werte abweichen, passen Sie im Menüpunkt Calibrate → X-Calibration by Spectrograph“ den Offset-Wert an und vergleichen Sie erneut. Wiederholen Sie diesen Punkt solange, bis Sie eine bestmögliche Übereinstimmung von gemessenem und erwartetem Spektrum bekommen.

### Weitere Hinweise:

- Jedes mal wenn Sie die Zentralwellenlänge an der Mikrometerschraube des Spektrometers einstellen, müssen Sie die Anzeige der X-Achse aktualisieren, in dem Sie die neue Zentralwellenlänge im Dialog „Calibrate → X-Calibration by Spectrograph“ eingeben und mit „Calibrate“ bestätigen.

## 3. Auflösungsvermögen des Spektrometers

Das Auflösungsvermögen eines Gitterspektrometers ist prinzipiell von der beleuchteten Strichanzahl und Strichdichte des Gitters, sowie ferner von der dispersiven Länge, Breite des Eingangsspalts und Körnung des Schirms (Größe der CCD-Pixel) abhängig. Im vorliegenden Spektrometer findet eine Abbildung des Eingangsspalt auf die CCD-Kamera statt. Bei diffuser Ausleuchtung des Eingangsspalt beeinflusst dessen Breite das Auflösungsvermögen massiv. Übersteigt die Spaltbreite die CCD-Pixel-Breite, verschlechtert sich das Auflösungsvermögen stark.

- (a) Zentrieren Sie die Natrium-Dampf Lampe auf der optischen Achse vor dem Spektrometer-Eingang. Sorgen Sie für eine diffuse Beleuchtung des Spektrometer-Eingangs (keine Linse, Papier-Streuscheibe). Die Aufwärmzeit der Lampe beträgt ca. 5 Minuten.
- (b) Wählen Sie 589 nm als Zentralwellenlänge und beobachten Sie das Spektrum des bekannten Na(I)-Doublets bei 588.9950 nm / 589.5924 nm unter Variation der Eingangsspaltbreite.
- (c) Zeichnen Sie eine Serie von Spektren (mindestens 10) mit variierender Eingangsspaltbreite auf (0 – 500  $\mu\text{m}$ , kleinere Öffnungen detaillierter). Passen Sie gegebenenfalls die Integrationszeit an die Intensität an.

Weitere Hinweise:

- Bei dem im Versuch verwendeten Spektrometer findet sich eine deutliche Abweichung der Nullpositionen von Eingangsspalt-Öffnung und Mikrometer-Schraube.

Zusatzfragen:

- Ab welcher eingestellten Spaltbreite können Sie eine Verschlechterung feststellen?
- Ab welcher eingestellten Spaltbreite öffnet sich der Spalt tatsächlich?
- Worin liegt der physikalische Ursprung der Natrium-Doppellinie?

## ZWEITER MESSTAG

### 4. Kaltfahren des Kryostaten

**(Die im Folgenden genannten Arbeiten sind aus Sicherheitsgründen zwingend in Zusammenarbeit mit dem Betreuer auszuführen!)**

- (a) Isolationsvakuum aufbauen / überprüfen: Im Normalfall ist das Isolationsvakuum des Kryostaten bereits aufgebaut und die Turbomolekularpumpe in Betrieb. Die Qualität des Isolationsvakuums wird in diesem Fall mit Hilfe einer Vakuummessröhre geprüft.  
(ACHTUNG: Messgerät nur bei Drücken  $< 10^{-2}$  mbar einschalten!)
- (b) Helium Transfer-Leitung anschließen, Nadelventil öffnen
- (c) Helium Pumpe einschalten
- (d) Kryostataufbau mehrmals mit Helium „spülen“
- (e) Regelung des Magnetventils auf 20 K setzen.
- (f) Nach Erreichen von 20 K: Magnetventil ganz öffnen, Fluss von Seite der Transferleitung begrenzen (Nadelventil), ca. 4 K bei 600 mbar einstellen.

### 5. Vorjustage des Photolumineszenzaufbaus

**Achtung! Die der im Versuch verwendete HeNe-Laser verfügt über eine optische Ausgangsleistung von 30 mW im sichtbaren Spektralbereich. Direkter oder indirekter Einfall in das menschliche Auge kann zu erheblichen und bleibenden Schäden führen. Verwenden Sie die zur Verfügung stehenden Laserschutzbrillen und legen Sie spiegelnden Armschmuck, insbesondere Armbanduhr ab.**

- (a) Machen Sie sich mit dem Strahlengang vertraut. Schalten Sie den HeNe-Laser ein und öffnen Sie den Shutter. Mit einem Polarisator-Rad können sie die Leistung der Laserstrahlung regeln (eine Tabellarische Auflistung der Polarisator-Rad Einstellungen und der Anregungsleistung am Kryostaten befindet sich im Anhang). Prüfen Sie den Verlauf des Laserstrahls und etwaiger Reflexionen in den Versuchsraum. Wählen Sie danach eine minimale Anregungsleistung, bei der Sie den Laserstrahl noch gut erkennen können.
- (b) Zentrieren Sie den Laserstrahl ohne Fokussierlinse über dem Kryostaten auf das zu untersuchende Probenstück. Achten Sie dabei auf eine möglichst senkrechte Beleuchtung der Probe (Rückreflex!). Schieben Sie nun die Fokussierlinse in den Anregungsstrahl (**Vorsicht! Nicht die falsche Schraube lösen!**). Prüfen Sie nun den Verlauf des reflektierten Laserlichts zum Spektrometer.
- (c) Setzen Sie die Fokussierlinse für das Spektrometer ein. Wählen Sie innerhalb der Spektrometer-Software die kürzeste Integrationszeit, sowie 630 nm als Zentralwellenlänge und beobachten Sie das Spektrum in Echtzeit (Knopf „RT“, Real Time). Reduzieren Sie gegebenenfalls die Laserleistung um die CCD nicht zu sättigen. Variieren Sie die Position der Linse iterativ in allen Achsen, um eine möglichst gute Fokussierung des Strahls auf den Eingangsspalt zu erreichen. Die größte Genauigkeit wird dabei mit nahezu geschlossenem Spalt erreicht. Es kann jedoch von Nöten sein den Spalt zuerst leicht zu öffnen um überhaupt ein Signal zu erhalten.

## 6. Anregungsleistungsabhängige Photolumineszenzmessungen

**Die Arbeitspunkte 6 und 7 werden für jeweils zwei verschiedene Quantenpunktproben durchgeführt.**

Stellen Sie die Zentralwellenlänge des Spektrometers entsprechend der beobachteten Quantenpunktprobe ein und verwenden Sie einen Farbglass-Filter um die Laserwellenlänge zu unterdrücken. Überprüfen Sie die Justage der Spektrometerlinse anhand des Quantenpunktsignals.

Bestimmen Sie nun die Anregungsleistungsabhängigkeit der Photolumineszenzspektren der Quantenpunktprobe bei  $T = 4 \text{ K}$ : Nehmen Sie hierzu Spektren bei mindestens 10 unterschiedlichen Anregungsleistungen auf. Notieren Sie sich genau die verwendeten Integrationszeiten, damit die Intensitäten der Spektren später miteinander verglichen werden können. Wählen Sie Ihre Messpunkte sinnvoll. (Viele Messpunkte dort, wo sich viel ändert! InAs QDs: Unterer Leistungsbereich)

## 7. Temperaturabhängige Photolumineszenzmessungen

Beobachten Sie nun das temperaturabhängige Verhalten der Quantenpunktproben. Aktivieren Sie die Regelung des Heizers im Kryostaten und setzen Sie die Soll-Temperatur auf 10 K: Menü „Setup“ → Register „Heater“ → „Set Point: 10 K“, „PID: On“. Erhöhen Sie die Regeltemperatur entsprechend für spätere Messpunkte. Ist die Leistung des Heizers für größere Temperaturen nicht mehr ausreichend, muss der Heliumfluss am Nadelventil der Transferleitung reduziert werden. Ab 100 K kann die Regeltemperatur auf 300 K gesetzt, das Nadelventil komplett geschlossen werden, und die Spektren sofort beim Erreichen des jeweiligen Messpunktes aufgezeichnet werden (Temperaturanstieg langsam im Vergleich zur Integrationszeit).

Nehmen Sie beginnend von 10 K an Spektren im Abstand von 20 K auf, bis Sie 300 K erreicht haben. Beachten Sie, dass die Lumineszenz der Quantenpunkte bei höheren Temperaturen zu größeren Wellenlängen schiebt (ca. 30 nm).

Öffnen Sie nach Abschluss der ersten Temperaturserie das Nadelventil an der Transferleitung komplett und stellen Sie die Regeltemperatur des Heizers auf 4 K.

## 8. Herunterfahren des Messaufbaus

**(Die im Folgenden genannten Arbeiten sind aus Sicherheitsgründen zwingend in Zusammenarbeit mit dem Betreuer auszuführen!)**

(a) Stellen Sie nach Abschluss der zweiten Temperaturserie die Regelung des Heizers aus und setzen Sie die Heizspannung auf 0 V („PID: Off“, Value: „0“). Schließen Sie das Nadelventil der Helium-Transferleitung. Schließen Sie das Magnetventil (Registerkarte „Valve“, „Value: 0“) und schalten Sie die Helimpumpe aus. Stellen Sie gegebenenfalls Atmosphärendruck im Helium-System durch kurzzeitiges Öffnen des Nadelventils an der Helium-Transferleitung her.

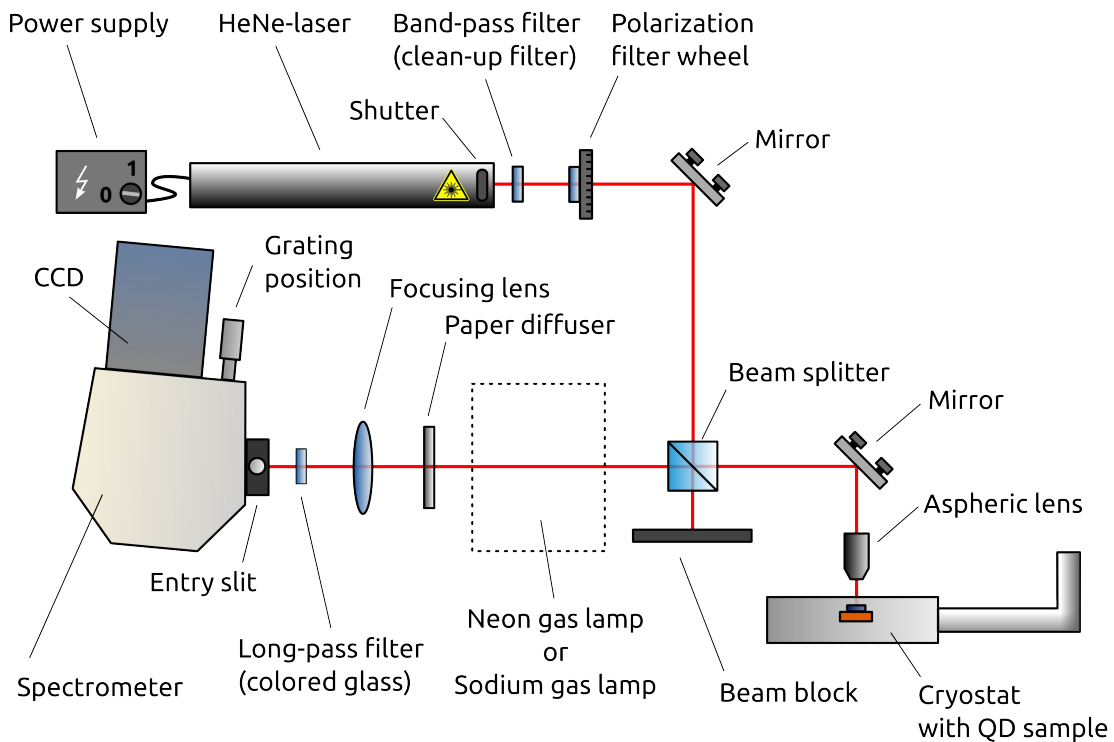
(b) Entnehmen Sie die Helium-Transferleitung.

(c) Schließen Sie den Laser-Shutter und schalten Sie den Laser ab.

(d) Beenden Sie die Spektrometer-Software.

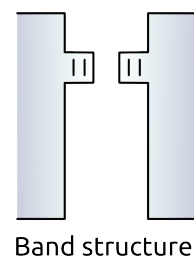
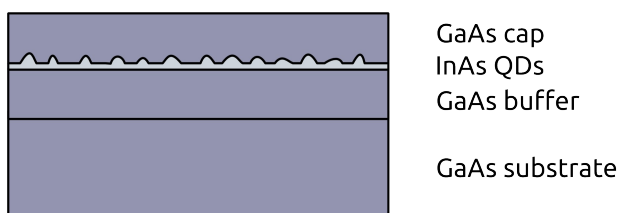
(e) Sichern Sie Ihre Daten!

#### IV. Schema des Versuchsaufbaus

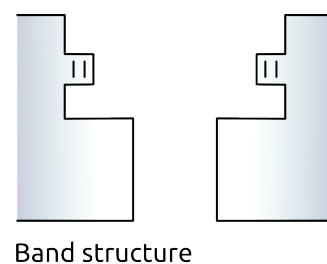
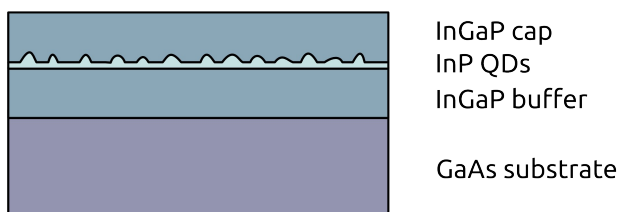


#### V. Probenstrukturen

##### Sample 1: InAs/GaAs QDs



##### Sample 2: InP/InGaP QDs (Type B)



## **VI. Auswertung**

1. Erstellen Sie eine ausführliche Dokumentation der Spektrometer-Kalibrierung inklusive aufgezeichneter Spektren (Ne) mit Zuordnung der verwendeten Eichlinien.
2. Auswertung zum spektralen Auflösungsvermögen:
  - (a) Plotten Sie die Spektren mit unterschiedlichen Spaltöffnungen und erklären Sie das Verhalten. Plotten Sie die Intensität (grob überschlagen, kein Fit notwendig) der Linien in Abhängigkeit der Spaltöffnung. Bei welcher Schraubenstellung öffnet der Spalt?
  - (b) Diskutieren Sie am Beispiel des Na-D-Liniendoublets das „Rayleigh-Kriterium“ für die spektrale Auflösungsgrenze nahe benachbarter Emissionslinien in der Spektroskopie. Was macht die experimentelle Bestimmung in diesem Fall schwierig? Bestimmen Sie das Auflösungsvermögen des Spektrometers unter der Annahme, dass zwei Spektrallinien im Abstand ihrer Linienbreite noch getrennt werden können.  
P.S.: Welchen physikalischen Ursprung hat das Natrium-Doublett?
4. Analysieren Sie anhand einer geeigneten Gesamtauftragung der Photolumineszenzspektren die Leistungsabhängigkeit der Emission der verschiedenen Quantenpunktproben. Finden Sie Hinweise auf höhere angeregte Zustände in den Quantenpunkten? Was lässt sich daraus über die Gestalt des Quantenpunkt-Potentials sagen?

Plotten Sie die integrierten Intensitäten der Quantenpunktemission (für die jeweiligen Schalen, falls vorhanden) über der Anregungsleistung. Als Fit-Funktion für die durch das Quantenpunktensemble verbreiterte Emission kann eine Gauss-Verteilung verwendet werden.
5. Erstellen Sie analog zum vorherigen Punkt temperaturabhängige Plots. Tragen Sie zudem die Änderung der Emissionswellenlänge des Quantenpunktensembles über der Temperatur auf.



## **VII. Anhang**

### **(a) Spektrallinientafel von Neon (Auszug):**

638.4756 nm
640.4016 nm
650.8326 nm
653.4687 nm
660.0775 nm
665.3938 nm (schwach)
668.0120 nm
671.8879 nm
693.1378 nm
702.5987 nm (schwach)
703.4352 nm (Maximum)
717.5915 nm
721.5190 nm
723.7180 nm
724.7164 nm
734.5960 nm
747.4497 nm
749.0933 nm
749.4160 nm
752.4890 nm
753.7849 nm
754.6121 nm

### **(b) Leistungskalibration:**

<b>Polarisator Winkel (Grad)</b>	<b>Integrierte Leistung auf der Probe (mW)</b>
10	0
20	0.15
30	0.69
40	1.33
50	1.89
60	2.38
70	2.65
80	2.7
90	2.65