

# Solcelle prosjekt

Jon Skarpeteig

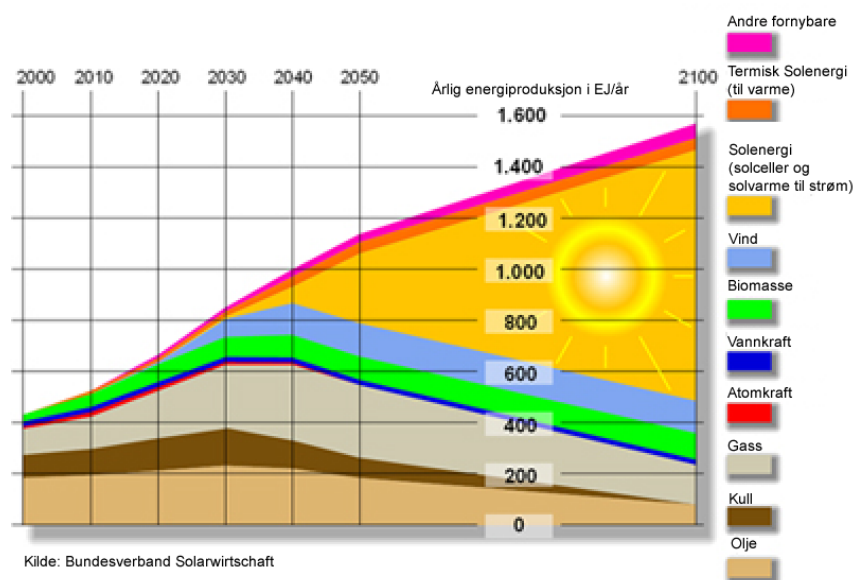
11. desember 2009

## Innhold

<b>1</b>	<b>Introduksjon</b>	<b>2</b>
<b>2</b>	<b>Solcelle teori</b>	<b>4</b>
2.1	Båndgap . . . . .	4
2.2	Doping . . . . .	6
2.3	Transport- og rekombinasjons-prosesser . . . . .	7
2.4	Eksitasjon og rekombinasjon . . . . .	7
2.5	Solceller . . . . .	9
2.6	Spektroskopi . . . . .	11
2.6.1	Spektrometer . . . . .	12
2.6.2	Forventet spekter for multikrystallinsk silisium . . . . .	13
<b>3</b>	<b>Målemetode og Instrumentering</b>	<b>16</b>
3.1	Tidligere oppsett . . . . .	16
3.2	Forslag til nytt oppsett . . . . .	17
3.3	Lavtemperatur målinger i cryostat . . . . .	20
<b>4</b>	<b>Resultater</b>	<b>21</b>
4.1	Målinger i romtemperatur . . . . .	21
4.2	Målinger ved lavtemperatur . . . . .	25
<b>5</b>	<b>Diskusjon</b>	<b>29</b>
5.0.1	Erbium dopet referanseprøve . . . . .	29
5.0.2	Upolert og polert prøve . . . . .	29
5.1	Sample 4 i romtemperatur . . . . .	30
5.2	Sample4 ved lavtemperatur . . . . .	31
<b>A</b>	<b>Transmisjonskurver</b>	<b>35</b>
A.1	Første veibane . . . . .	37
A.2	Andre veibane . . . . .	38

# 1 Introduksjon

Solceller er og blir en viktig fornybar energikilde. Solenergi har potensiale til å løse utfordringer i forbindelse med fornybar energi i klimaspørsmålet. En prognose framstilt av Bundesverband Solarwirtschaft for tysk solcelleindustri antyder at solenergi vil dominere energisektoren i år 2100 (figur 1). For at dette skal realiseres trengs det større volumer, og bedre utnyttelse av solenergien. Solcelleindustrien er i dag dominert av multikrystallinsk silisium. Dette gir kostandseffektive solceller, men har lav virkningsgrad. Den lave virkningsgraden utgjør et stort potensiale for forbedring. For å kunne øke effektiviteten er det viktig å forstå hvordan en solcelle fungerer, og kunne effektivt karakterisere egenskaper.



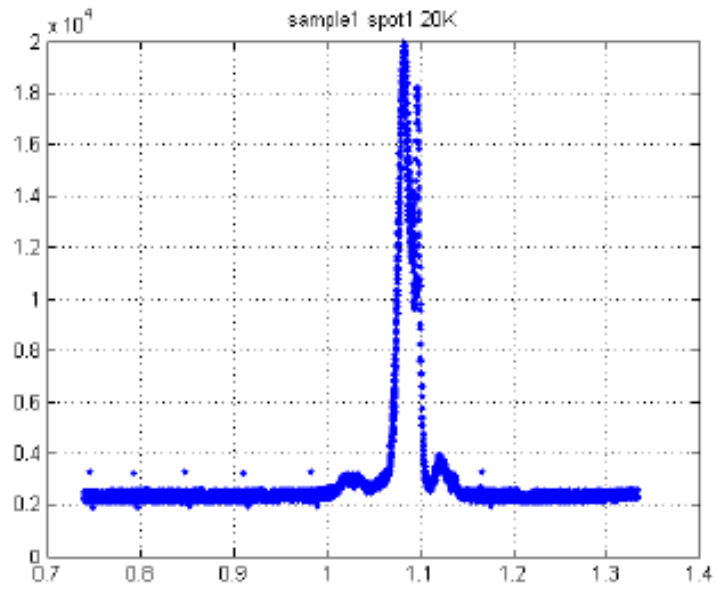
Figur 1: Prognose for årlig energiproduksjon i exajoule/år ( $10^{18}$ J/år)

Dette prosjektet tar for seg karakterisering basert på fotoluminiscens ved lavtemperatur. Ved å belyse en prøve med for eksempel multikrystallinsk silisium, er det mulig å hente ut informasjon om prøven på bakgrunn av det eksiterte lyset som kommer ut av prøven. Om en belyser et dårlig område på en prøve med multikrystallinsk silisium kommer det til syne såkalte d-linjer. Disse relateres ofte til dislokasjonslinjer, eller defekter i krystallen [25].

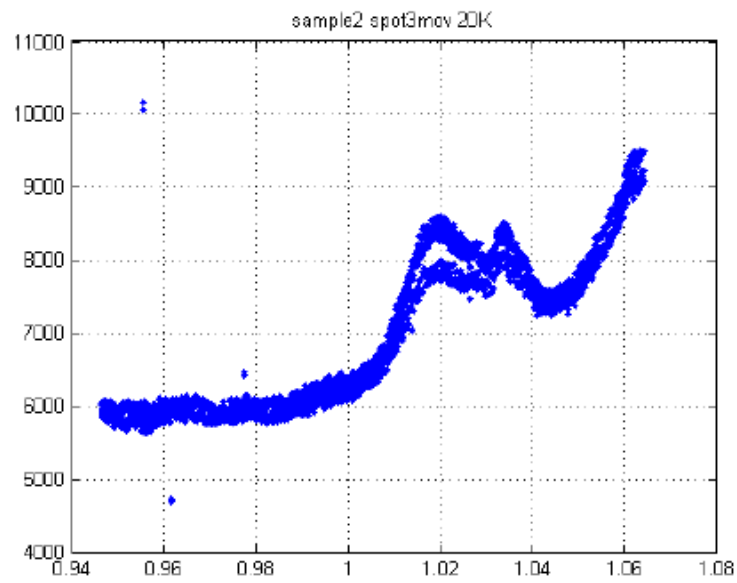
Sintef har tidligere gjort forsøk på slike prøver uten å kunne observere d-linjer. Årsaken til dette er ikke kjent, men antas å være relatert til tap i selve labutstyret å gjøre. I løpet av dette prosjektet utbedres kilder til tap i laboppsettet, samt gjør forsøk som får fram enkelte karakteristikk forbundet med tap i solceller.

Tidligere målinger gjort av Sintef er gjort på en polert, og to upolerte

prøver. Disse er navngitt sample1, sample2 og sample3. Nye målinger er gjort på prøven avbildet i figur 30, som her er kalt for Sample 4.



Figur 2: Fotoluminisensspekter ved 20K i cryolab



Figur 3: Fotoluminisensspekter ved 20K forskjellige steder på prøven

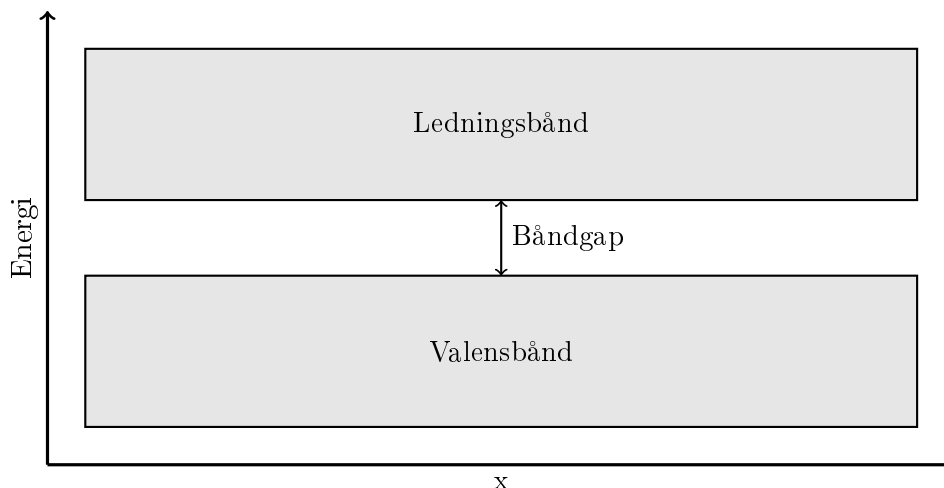
Publikasjoner som [25] (figur 13) viser et spekter rundt 0,7-1 eV som ikke er synlig på målinger gjort tidligere på cryolab. (figur 2 og 3) Grunnen til det er ikke kjent, men antas og være et resultat av tap i utstyr som linser og beamsplittere. 1eV tilsvarer 1240nm bølgelengde fra (1), som betyr at spekteret som antas å forsvinne har bølgelengde 1100-1700nm. Med tanke på å karakterisere tap er det disse bølgelengdene som er mest interessante på grunn av D-linjene som er relatert til dislokasjonslinjer [24].

## 2 Solcelle teori

De fleste solceller er krystallinske, det betyr at strukturen er ordnet, eller periodisk. I praksis vil krystallene inneholde feil av forskjellige slag. Noen solcellematerialer er ikke krystallinske, men mangler langtrevkende periodisitet. Disse består da av amorfe materialer.

### 2.1 Båndgap

Et fritt elektron i vakuum vil kunne innta en hvilken som helst energi. Et elektron i en krystallstruktur er bundet av energibånd atskilt av gap med energitilstander som elektronene ikke kan ha. Det er derfor bare plass til et endelig antall elektroner i hvert bånd, fordi hver tilstand bare kan romme to elektroner i følge Pauli-Prinsippet. For en krystall kan energibåndene oppfattes som overlapp av enkelttilstander for hvert atom. En kan oppfatte energibåndene som krystallens 'elektron skall'.



Figur 4: Energibånd

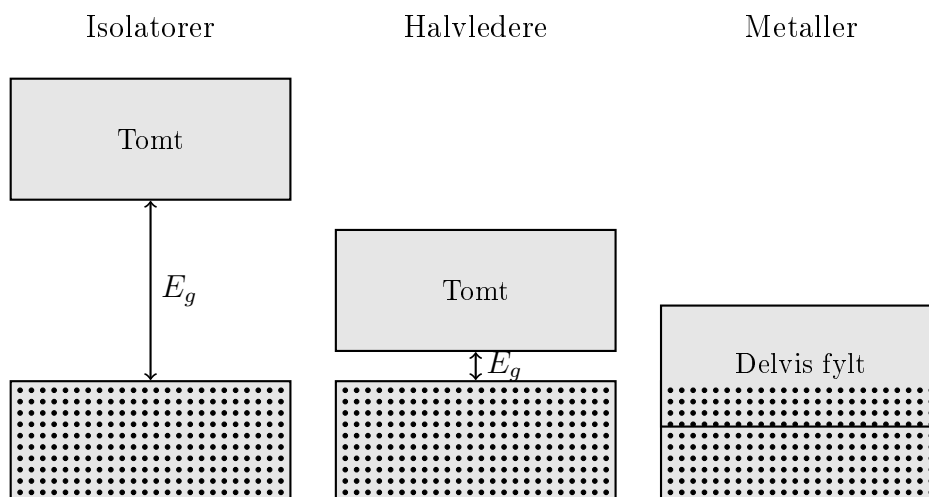
Det øverste båndet kalles ledningsbåndet. Energibåndet umiddelbart under ledningsbåndet, kalles valensbåndet. De ikke tillatte tilstandene mellom

valensbåndet og ledningsbåndet kalles båndgapet. Dette båndgapet er veldig viktig i forbindelse med solceller og oppgis ofte i elektronvolt (eV).

For at elektronet skal kunne flytte på seg må det befinne seg i ledningsbåndet. Da må elektronet ha nok energi til å kunne eksiteres fra valensbåndet. Eksitasjon vil si at et elektron forflytter seg i energi fra valensbåndet til ledningsbåndet. Dette kan skje ved at elektronet får høy nok energi til å forflytte seg over båndgapet ved termisk energi, eller annen energi tilført utenfra, som fra lys. Dette gir økt ledningsevne til materialet. Samtidig blir det en ledig plass i valensbåndet, som gjør at andre elektroner i valensbåndet kan få høyere kinetisk energi på grunn av færre kollisjoner. Dette påvirker også materialet slik at det får høyere ledningsevne. Energien til lys ved elektronvolt er gitt av:

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (1)$$

der E er energi i elektronvolt, h er Plancks konstant,  $\nu$  er frekvens, og c er lysfarten. Materialer deles ofte inn i tre kategorier; Isolatorer, halvledere, og metaller. Isolatorer har ingen, eller få elektroner i ledningsbåndet, som gir dem dårlig ledningsevne. Metaller har som regel fylte ledningsbånd ved romtemperatur, som gir dem god ledningsevne. Selv ved 0K har metaller et delvis fylt ledningsbånd. Halvledere har dårligere ledningsevne enn metaller, og vil ved 0K ikke ha noen elektroner i ledningsbåndet. Båndgapet til halvledere ligger mellom det for isolatorer og metaller, slik at ved romtemperatur er ledningsbåndet delvis fylt, i motsetning til isolatorer.



Figur 5: Typiske båndgap ved 0K

Typisk båndgap for halvleder silisium er  $E_g=1.1\text{eV}$ , sammenlignet med  $5\text{eV}$  for diamant som er en isolator. [23, Kapittel 3]

Hull er en beskrivelse for fravær av elektroner i valensbåndet. Et hull vil oppstå når et elektron eksiteres fra valensbåndet til ledningsbåndet. Lite båndgap, og høy temperatur vil gi vesentlig flere elektroner i ledningsbåndet, enn for lave temperaturer og stort båndgap. Dette beskrives med massevirkningsloven:

$$np = N_c N_v e^{-\frac{E_g}{kT}} \quad (2)$$

der  $n$  er antall elektroner,  $p$  er antall hull,  $N_c$  og  $N_v$  er konstanter for gitte materialer.  $E_g$  er båndgapet,  $k$  er Boltzmanns konstant og  $T$  er temperaturen i Kelvin.  $E_g$  er en avgjørende faktor for om en krystall kan sies å være en halvleder eller ikke. For en intrinsikk halvleder, det vil si en halvleder uten noe form for doping, for eksempel ren silisium, kan massevirkningsloven skrives:

$$np = n_i^2 \quad (3)$$

der

$$n_i = \sqrt{N_c N_v} e^{-\frac{E_g}{2kT}} \quad (4)$$

## 2.2 Doping

Ved å sette inn andre atomer i en krystallstruktur, med en annerledes elektronfordeling er det mulig å øke antall elektroner i ledningsbåndet uten å endre konsentrasjonen av hull i valensbåndet. Dette kalles donor-doping. Et eksempel på donor-doping er å tilsette fosfor i en silisiumkrystall. Dette vil føre til flere elektroner i ledningsbåndet, da fosfor har et valenselektron mer enn silisium og valensbåndet er tilnærmet fullt. Fosfor vil i dette tilfellet kalles donor i denne donor-doping. Doping konsentrasjonen er vanligvis så liten at båndstrukturen ikke forstyrres vesentlig. Hvis en for eksempel setter inn bor istedenfor fosfor, vil silisium krystallen bli akseptor-dopet. Bor har et mindre elektron i valensbåndet enn silisium, og vil derfor tilføre et hull ekstra i valensbåndet. Som regel er donorkonsentrasjonen av hull og elektroner i henholdsvis valens- og ledningsbånd vesentlig høyere enn den intrinsikke, slik at det er en god tilnærming å sette

$$n \approx N_d \quad (5)$$

for donordoping, og

$$n \approx N_a \quad (6)$$

for akseptordoping. Der  $N_d$  er donorkonsentrasjonen, og  $N_a$  er akseptorkonsentrasjonen.

En dopet halvleder omtales generelt som ekstrinsikk [23]. Hvis en halvleder er dopet med overtall av donor atomer, har den overtall av elektroner, og kalles n-dopet. For akseptordoping omtales halvlederen som p-dopet, da den har overtall av hull. Den dominerende ladningsbærertypen kalles for majoritetsbæreren. Majoritetsbærerne vil være de som i hovedsak sørger for strømtransporten gjennom en halvleder.

### 2.3 Transport- og rekombinasjons-prosesser

Det er to mekanismer som bidrar til transport av elektroner og hull i halvledere: drift og diffusjon. Drift er transport av en ladd partikkel på grunn av et elektrisk felt. For transport av et hull i en dimensjon er strømmen  $I_p$  lik antall hull  $N_p$  ganger ladning  $q$  som krysser et tverrsnitt.

$$I_p = N_p q \quad (7)$$

I vakuum vil et elektrisk felt akselerere hullene, og hastigheten vil stadig øke. I halvledere vil det oppstå kollisjoner med atomene i halvlederen, som gir hullene en midlere hastighet så lenge feltet er konstant. Denne midlere driftshastigheten er relatert til feltet via hullenes mobilitet  $\mu_p$

$$v_p = \mu_p E \quad (8)$$

Hvis alle hullene beveger seg i samme retning kan en da beregne strøm per areal, eller strømtetthet.

$$J_p = \frac{I_p}{A} = \frac{N_p q}{A} = p A v_p \frac{q}{A} = p v_p q = p q \mu_p E \quad (9)$$

Kombinert med tilsvarende uttrykk for elektroner:

$$J = J_p + J_n = (n q \mu_n + p q \mu_p) E = \sigma E \quad (10)$$

der  $\mu_n$  er mobiliteten for elektroner, og  $\sigma$  er halvlederens ledningsevne.  $J_n$  er elektronstrømtettheten.

Strømmen blir da

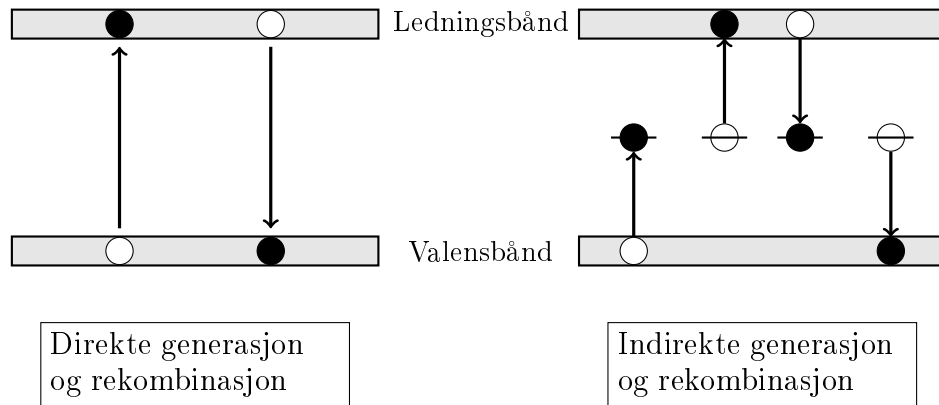
$$I = J A = A \sigma E = \left( \frac{A \sigma}{L} \right) V \quad (11)$$

Halvledere vil typisk ha ledningsevne  $10^{-8}$  til  $10^3$  S/m. Typiske verdien for isolatorer og metaller er henholdsvis  $10^{-14}$  og  $10^6$  S/m [23, Kapittel 4]

### 2.4 Eksitasjon og rekombinasjon

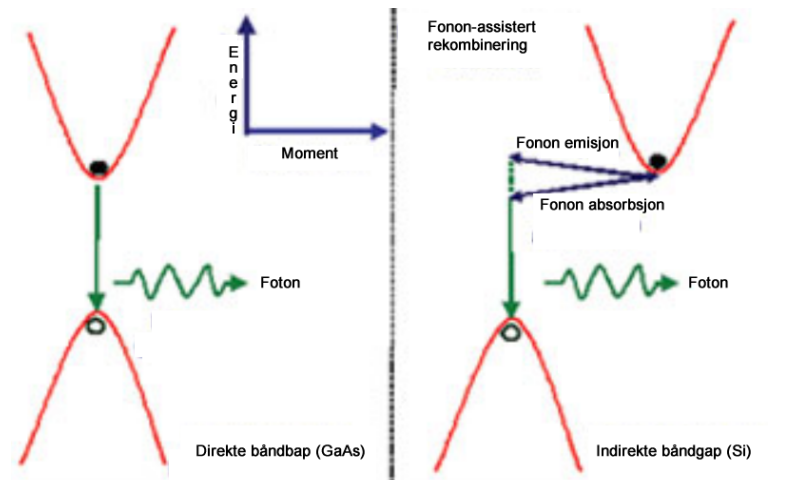
Elektronet kan gå fra det ene båndet til det andre direkte eller indirekte. Ved indirekte generasjon og rekombinasjon kan elektronet benytte seg av såkalte gap-tilstander. Dette er tilstander somer knyttet til forurensinger, defekter

i krystallstrukturen, grenseflater mellom krystallkorn for multikrystallinske materialer, og overflater. Gap-tilstander ligger mellom valensbåndet og ledningsbåndet, som er ikke tillatte tilstander for en perfekt krystal (se fig. 6)



Figur 6: Generasjon og rekombinasjon

I halvledere med direkte båndgap, som GaAs, vil begge prosessene kunne opptre. I halvledere med indirekte båndgap som silisium, vil ikke en direkte prosess kunne foregå uten deltagelse av gittervibrasjoner (fononer), noe som gjør prosessen mindre sannsynlig. I halvledere med indirekte båndgap vil derfor indirekte generasjon og rekombinasjon dominere. Dette er en av årsakene til at konsentrasjonen av forurensninger er en viktig parameter ved framstilling av solceller. Elektronet i en slik prosess antas å bevege seg som en planar bølge med propageringskonstanten  $\vec{k}$ , også kalt bølgevektor.



Figur 7: Direkte og indirekte rekombinering (figur hentet fra [9])



Generasjons- og rekombinasjonsprosesser kan beskrives ved nettoproduksjon av elektroner til ledningsbåndet,  $U_n$ , proposjonalt med avviket fra likevekt

$$U_n = -\frac{n - n^0}{\tau_n} \quad (12)$$

der  $\tau_n$  er midlere levetid for elektronet.  $n$  er konsentrasjonene av elektroner, og  $n^0$  er likevektskonsentrasjonene av elektroner. Midlere levetid, vil være den tiden elektroner er i ledningsbåndet før det rekombinerer. Tilsvarende er nettoproduksjonen av hull  $U_p$

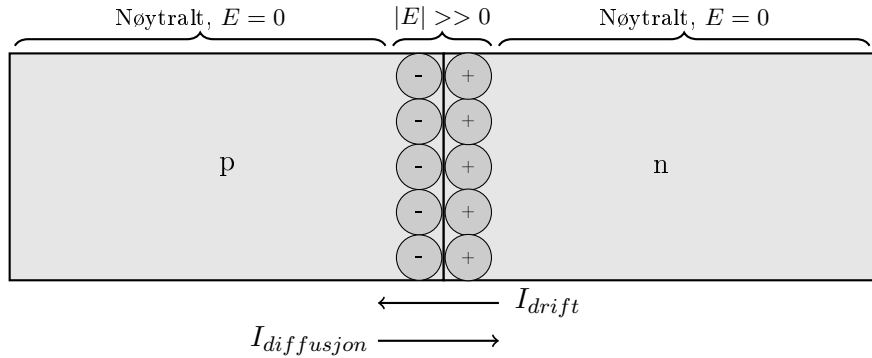
$$U_p = -\frac{p - p^0}{\tau_p} \quad (13)$$

der  $p$  er konsentrasjonen av hull og  $p^0$  er likevektskonsentrasjonen av hull.  $\tau_p$  er midlere levetid for hull.

## 2.5 Solceller

En halvleder med et p-dopet og et n-dopet område som ligger inntil hverandre kalles en pn-overgang. En slik pn-overgang har likerettende egenskaper. Det vil si at den leder strøm vesentlig bedre i den ene retningen enn den andre. Denne oppførselen definerer en diode. Siden p-siden har en konsentrasjon av elektroner i ledningsbåndet som er vesentlig lavere enn n-sidens konsentrasjon av elektroner i ledningsbåndet, oppstår det transport av ledningsbånd-elektroner fra n-siden til p-siden ved diffusjon. Det samme skjer også for hull fra p-siden til n-siden. Denne strømmen av ladnings kalles diffusjonsstrømmen. I prinsippet kan også dopantene Si, B og P diffundere mellom de to delene av krystallen, men er bare betydelig for veldig høye temperaturer, altså ikke vesentlig i romtemperatur.

Deplesjonssjiktet er et område nær grenseflaten mellom de to dopekonsentrasjonene som vil være essensielt tomt for frie ladningsbærere. Siden n-siden av deplesjonssjiktet inneholder donorer uten tilhørende elektron vil denne siden være positivt ladet, og tilsvarende vil p-siden være negativt ladet. Dette gjør at det oppstår et elektrisk felt fra n- til p-siden, eller et fall i potensial fra n-siden til p-siden. Dette feltet fører til en driftstrøm som går i motsatt retning av diffusjonsstrømmen og fører til likevekt, altså 0 netto strøm.

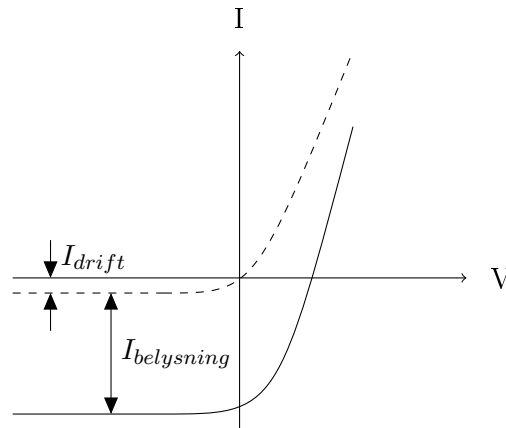


Figur 8: Deplesjonssjiktet

Ved belysning genereres det minoritetsbærere i pn-overgangen utover de som genereres termisk ved at fotoner eksiterer elektroner til ledningsbåndet. Denne genereringen er ofte vesentlig større enn driftstrømmen. Denne strømmen er uavhengig av potensialforskjellene i pn-overgangen. For en diode i mørke er strøm-spenning karakteristikken:

$$I = |I_{drift}| e^{\frac{qV}{kT}} - 1 \quad (14)$$

Når pn-overgangen blir belyst vil driftstrømmen øke, og forskyve strøm-spenning karakteristikken nedover



Figur 9: Strøm-spenningskarakteristikken for en solcelle

For solceller defineres ofte strøm ut av cellen som positiv, slik at karakteristikken vendes om V-aksen

$$I = I_{belysning} - I_{drift}(e^{\frac{qV}{kT}} - 1) \quad (15)$$

hvor  $I_{belysning}$  er strøm generert av lys. Spenningen ved åpen krets er gitt ved:

$$V_{OC} = \frac{kT}{q} \ln\left(\frac{I_{belysning}}{I_{drift}} + 1\right) \quad (16)$$

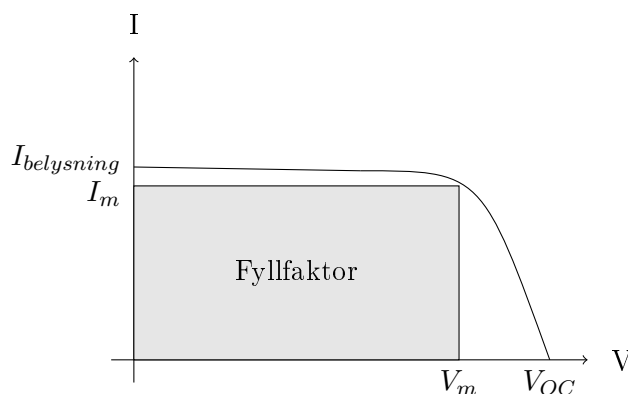
Maks effekt som genereres av solcellen er gitt av:

$$P_m = I_m V_m \quad (17)$$

Hvor  $P_m$  er maks effekt,  $I_m$  er maks strøm og  $V_m$  er maks spenning. Fyllfaktoren FF er gitt av faktisk effekt ut, over teoretisk maks effekt:

$$FF = \frac{I_m V_m}{I_{belysning} V_{OC}} \quad (18)$$

hvor  $V_{OC}$  er spenning ved åpen krets.



Figur 10: Strøm-spenningskarakteristikken for en solcelle

Virkningsgraden til en solcelle er representert ved  $\eta$ , som er gitt ved:

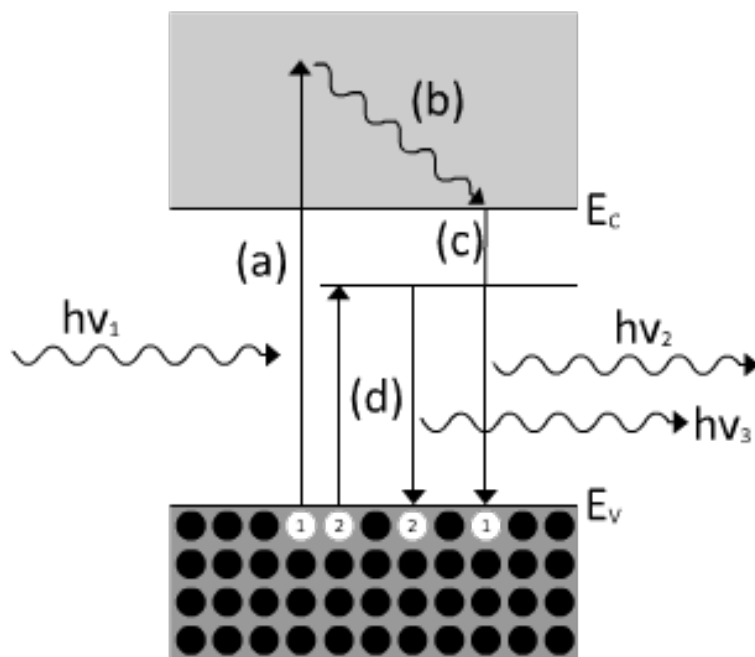
$$\eta = \frac{P_m}{P_{inn}} = FF \frac{I_{belysning} V_{OC}}{P_{inn}} \quad (19)$$

For multikrystallinsk silisium er den høyeste virkningsgraden som er oppnådd 18.9%. Dette ble oppnådd av Mitsubishi 28 Februar 2009 (fra pressemelding).

## 2.6 Spektroskopi

Spektroskopi benytter seg av fotoluminescens. Når et elektronhullpar rekombinerer sendes energien som blir frigitt ut som et foton. Ved å måle energien til fotonet kommer det fram hvor mye energi som ble frigitt under rekombinering. Dette sier noe om båndgapet til materialet, som igjen er en beskrivelse av hva slags materiale det er. Ved å belyse en prøve, med lys som har høy

nok energi og intensitet, vil det eksiteres lys til alle tilgjengelige tilstander. Når disse tilstandene rekombinerer vil det sendes lys ut av prøven som kan fanges opp av et kamera og analyseres av en datamaskin for å få ut et spekter av ulike bølgelengder. For enkrystallinsk silisium er båndgapet 1.1eV, som fører til høy intensitet av lys med 1.1eV energi.



Figur 11: Eksitasjon og rekombinering

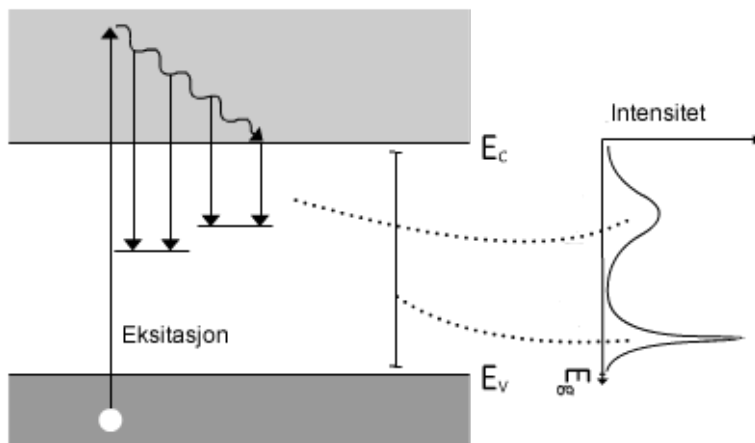
Figur 11 viser inkommende lys med høy energi som eksiterer et elektron hullpar i *a*, som etter meget kort tid faller ned til en lavere energitilstand i *b*. I *c* rekombinerer elektronet og det sendes ut et foton med energi lik  $E_c$ . Det andre elektronet som eksiteres i *d* havner i en såkalt "trap" state, hvor det kan befinne seg forurensninger eller defekter i en krystallstruktur. Når dette elektronet rekombinerer sendes det ut et foton med lavere energi enn i *c*. Ved å se på lyset som kommer ut fra en slik trap state kan det lokaliseres blant annet forurensninger.

### 2.6.1 Spektrometer

For å kunne analysere ulike bølgelengder må man spre bølgelengdene slik at de kan detekteres hver for seg. Dette kan gjøre ved hjelp av et spektrometer. Dette har en såkalt diffraksjons-grating som fører til diffraksjon av lyset gitt ved:

$$d \sin(\theta_m) = m\lambda \quad (20)$$

Hvor  $d$  er avstanden mellom spaltene i gratingen,  $\theta_m$  er vinkelen til lyset,  $m$  er et heltall for diffraksjonsordenen og  $\lambda$  er bølgelengden. I et spektrometer er det ofte mulig å bytte mellom flere ulike spalter. Spredningen er ofte begrenset, avhengig av hvor god oppløsning man trenger. Dette fører til at en måling kun er innenfor et gitt intervall med en gitt senterbølgelengde. For å få ut et helt spekter, må det gjøres flere målinger med ulike senterfrekvenser.

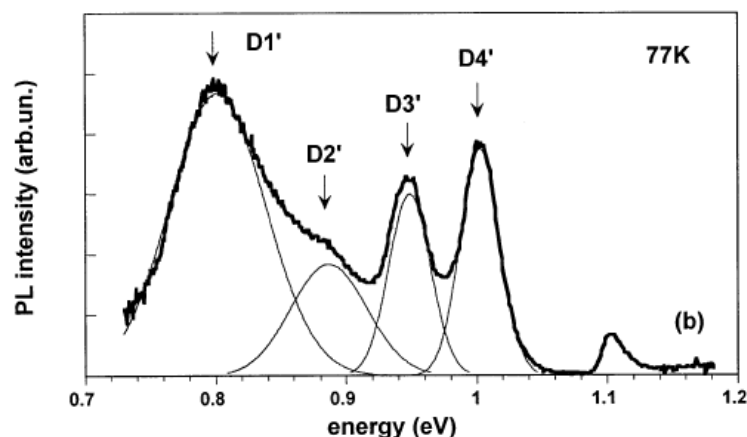


Figur 12: Fotoluminisens

De ulike bølgelengdene som kommer ut av prøven fanges opp av et kamera. Kameraet består av en endimensjonal rekke av detektorer, eller piksler, som fanger opp hver sin bølgelengde avhengig av hvilke bølgelengder som treffer hvilke piksler. Intensiteten og bølgelengden til lyset registreres og lagres i en tabell som sendes til en datamaskin.

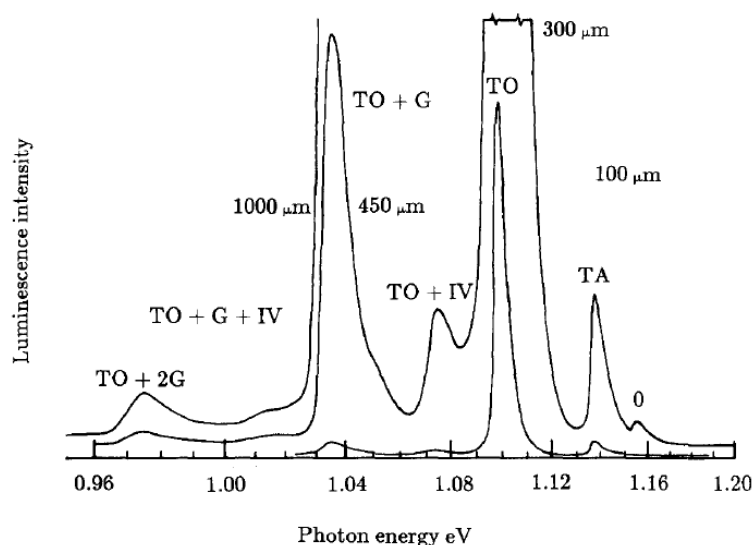
### 2.6.2 Forventet spekter for multikrystallinsk silisium

Ved å se på spekteret som fanges opp av kameraet er det mulig å relatere spekteret til fysiske egenskaper. Eksempelvis er spekteret for intrinsikk silisium kjent fra [4]. For et såkalt dårlig område er det ifølge [25] fire tydelige spekter som kommer til syne på multikrystallinsk silisium; D1, D2, D3 og D4 (se figur 13)



Figur 13: D-linjer

Disse dårlige områdene er antatt å være relatert til dislokasjonslinjer [25] [2] [20]. Hvilke energi disse linjene har, og hvor høy intensitet som kommer ut er avhengig av temperatur [2]. Ved akustisk fonon-foton interaksjon i romtemperatur blir det et bredere spekter som følge av ulike energier blant fononene som inngår [13]. For å få fram tydelige topper, gjøres målinger ved temperaturer under  $-150^{\circ}\text{C}$ . Lave temperaturer er viktig for å kunne se individuelle topper, slik at de ikke forsvinner i termisk støy som følge av fonon interaksjon med de dominerende karakteristikkene.



Figur 14: Spekter for intrinsikk silisium fra [4]

Disse målingene er gjort ved 28K med 4 ulike grating verdier mellom  $100\mu\text{m}$  og  $1000\mu\text{m}$ . Labelene refererer til ulike fonon interaksjoner og modi.

Energi	Årsak	Referanse
0.98eV	To fonon interaksjon (TA+2G)	[4]
1.04eV	En-fonon interaksjon (TA+G)	[4]
1.10eV	Transversal Optisk Mode (TO)	[4]
1.14eV	Transversal Akustisk Mode (TA)	[4]
1.16eV	Null-fonon komponent	[4]

Tabell 1: Forventede topper for et bra område ved lavtemperatur

Transversal optisk mode ved 1.125eV er båndgapet til silisium (ved 0K [4]). Dette er hvor båndgapet til silisium ligger, og vil derfor dominere spekteret med tanke på intensitet. 0.98eV og 1.04eV er kopier av den transversale optiske linja med henholdsvis to og ett fonon ekstra som assisterer rekombineringen. Transversal akustisk fonon-assisert rekombinering forventes ved 1.14eV. Ideelt sett skal det ikke være noe null-fonon komponent, men eksperimentelt kan dette observeres ved 1.16eV.

0.8eV	D1	[7] [24] [25]
0.9eV	D2	[7] [24] [25]
0.95eV	D3	[7] [24] [25]
1.00eV	D4	[7] [24] [25]
1.04eV	En-fonon interaksjon (TO+G)	[4]
1.1eV	Bånd til bånd rekombinering (TO)	[1]
1.14eV	Transversal Akustisk Mode (TA)	[4]

Tabell 2: Forventede topper for et dårlig område ved lavtemperatur

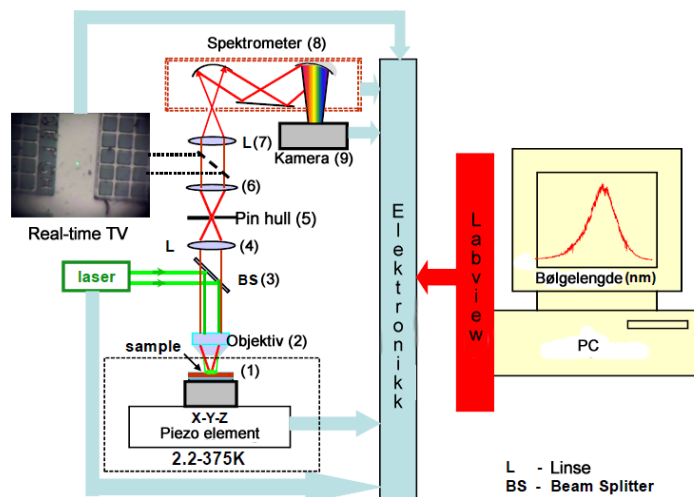
D1-4 er dislokasjonsrelaterte linjer [24]. Disse er kun tilstede i et dårlig område. 1.1eV er fortsatt tilstede i et dårlig område, men med betydelig mindre intensitet enn et bra område [1]. Det samme gjelder transversal optisk og akustisk fonon assisterte linjer ved 1.1eV og 1.14eV.

### 3 Målemetode og Instrumentering

En av utfordringene er å få til et laboppsett som kan måle og karakterisere ulike former for tap, slik som dislokasjonslinjer, forurensninger, og korn-grenser. Dette er viktig for å kunne forstå årsakene til tap, og for å kunne analysere hvilke framstillingsprosesser som gir et gunstig resultat.

#### 3.1 Tidligere oppsett

Laboppsettet som ble brukt på tidligere målinger er optimalisert for bølgelengder mellom 400-700nm, og til å måle på mikrostrukturer. Det er montert to forskjellige kamera på spektrometeret. For målinger gjort på multikrystallinsk silisium er det InGaAs kamera spesifisert til å kunne håndtere bølgelengdene 900 til 1700nm.



Figur 15: Laboppsett brukt på tidligere målinger

Eksitert lys fra prøven i figur 2 går gjennom følgende komponenter i det gamle oppsettet:

1	Vindu på cryostaten	Janis ST-500	Janis Research Company	[3]
2	Objektiv	NT46-405	Edmund Optics	[17]
3	Beam splitter	BS017	Thorlabs	[16]
4 6 7	Linse	ACN127-020-B	Thorlabs	[18]
5	Pin hull	ID12SS/M	Thorlabs	[8]
8	Spektrometer	iHR550 Imaging Spectrometer	Horiba Scientific	[22]
9	Kamera	InGaAs Spectroscopy CCD	Andor Technology	[10]

Tabell 3: Eksisterende lab oppsett på cryolab



Det antas at det er flere kilder til tap blant komponentene som lyset skal gjennom før det når kameraet. Hoveddelen av tap kommer av refleksjoner, da de optiske komponentene ikke har vesentlig absorpsjon av lyset.

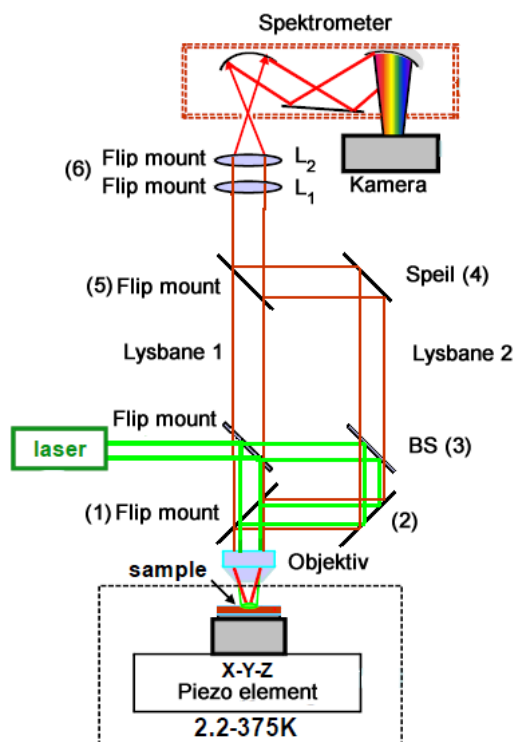
Den første komponenten lyset skal gjennom er vinduet i kryostaten, det er oppgitt til å slippe gjennom over 90% av lyset for bølgelengder mellom 200nm og nesten helt opp til 2000nm. (Se figur 33 under vedlegg) Objektivet har en transmisjonfaktor på rundt 60% for bølgelengder mellom 500 og 1800nm (figur 34). Beamsplitteren er oppgitt til å dele strålen 50:50, med mindre enn 1% refleksjon (tap) for bølgelengdene 400-700nm. Men ut ifra figur 37 ser det ut til å være eksponensielt økende for bølgelengder over 700nm (figur 37). I tillegg forsvinner 50% av lyset i selve split prosessen. Linsene er oppgitt til å ha under 1% refleksjon for bølgelengder mellom 650nm og 1050nm, mens for bølgelengder utenfor er det økende refleksjon. Spektrometeret er oppgitt til å ha spektralt spekter fra 150 til 1500nm. (Figur 36)

Dette viser tydelig at beamsplitteren og linsene som er brukt i oppsettet er store kilder til tap, og bør byttes ut for målinger med bølgelengder over 700nm.

### 3.2 Forslag til nytt oppsett

Det er tydelig at objektivet, beamsplitteren og linsene er kilder til store tap i systemet. For å kunne gjøre målinger mellom  $1\mu\text{m}$  og  $1,5\mu\text{m}$  bør disse byttes ut med komponenter som har begrenset med tap for bølgelengdene som er interessante med tanke på dårlige områder. Dette for å kunne karakterisere kilder til tap, som dislokasjoner. For å få til et større bølgelengdeområde foreslås det å sette opp en parallell veibane for bølgelengder fra 1000nm og opp til 1500nm. Dette kan realiseres ved å sette opp en beamsplitter og speil i strålebanen som manuelt kan flippes opp og ned for å kontrollere hvor lyset beveger seg.

Forslag til oppsett for parallell optisk vei:



Figur 16: Parallell veibane for  $1\mu\text{m}$ - $1,5\mu\text{m}$

Utstyr for å realisere dette oppsettet:

1 2 4 5	Speil	PF10-03-P01-10	Thorlabs	[21]
1 4	Flip mount (for speil)	FM90/M	Thorlabs	[5]
3	Beam Splitter	BS018	Thorlabs	[14]
6	Linse	LB4330	Thorlabs	[15]
6	Flip mount (for linse)	TRF90/M	Thorlabs	[6]

Tabell 4: Utstyr til parallell lysbane

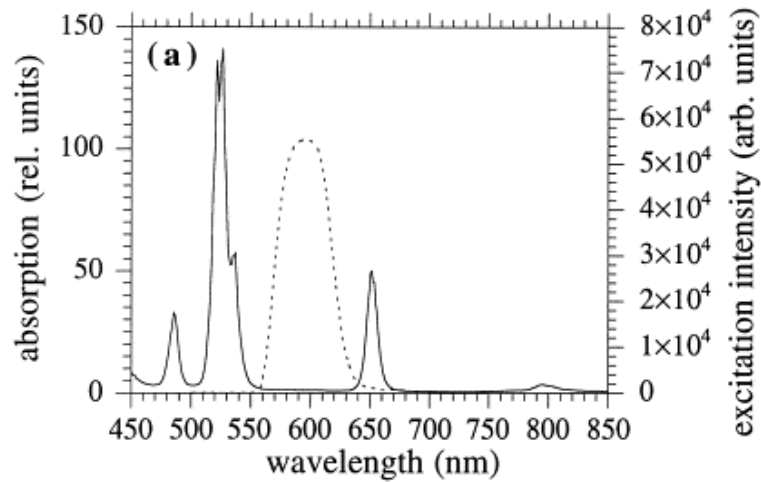
Linsa som er valgt ut skal i følge datablad (figur 40) klare over 90% transmisjon helt opp til  $2\mu\text{m}$  i motsetning til den forrige linsa som er optimalisert for bølgelengder 650nm-1050nm (figur 38). Da målingene som skal gjøres kan gjøres over et relativt stort område på prøven er det ikke så farlig om det belyste området ikke holder 100% fokus, slik at et avvik på noen grader i strålebanen ikke er kritisk for resultatet. Det trengs kun en linse på den parallelle banen for å fokusere inn til spektrometeret som alene gjør at det blir mindre tap. Beamsplitteren er oppgitt til å ha mindre enn 0.3% refleksjon for bølgelengdene 1.1 til  $1.6\mu\text{m}$  (figur 39). Det vil fortsatt forsvinne 50% intensitet her på grunn av at lyset splittes, men det frekvensavhengige

tapet for disse bølgelengdene er minimalisert ved at den er optimalisert for de bølgelengdene som er mest interessante for multikrystallinsk silisium.

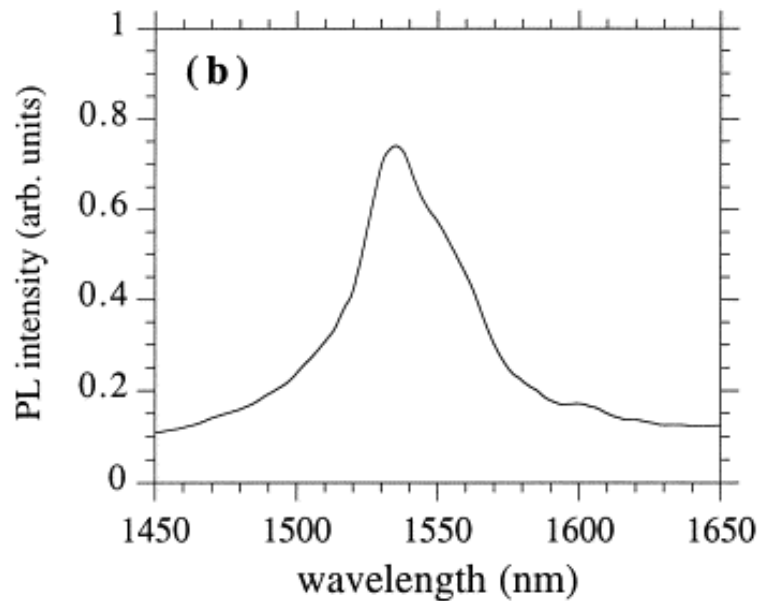
Laseren har bølgelengde 532nm og vil ha mye tap i beamsplitteren som er optimalisert for 1100-1600nm. Dette tapet er uvesentlig da laseren har så høy intensitet at tapet ikke påvirker resultatet.

Speil monteres på en såkalt 'flip mount', slik at det kan skrus fast i det optiske bordet i en bestemt posisjon, og vippes 90 grader inn eller ut av strålebanen, slik at det blir en parallell optisk bane for lyset å følge når målinger som antas å ligge over 1000nm skal gjøres.

For å verifisere det nye lapoppsettet, er det tatt i bruk en prøve dopet med Erbium som i følge [11] skal lyse opp rundt 1550 (se fig. 18). Denne prøven har et absorpsjonsspekter som vist i figur 17 som gjør grønn laser på 532nm særdeles godt egnet som pumpelys.



Figur 17: Erbium prøve referanseverdi for absorpsjon



Figur 18: Erbium prøve referanseverdi for eksitasjon

Til å måle på prøven brukes grating 300 i spektrometeret, som gir et intervall på 140nm som er detekterbart i kameraet. Så settes en senterfrekvens målingene skal gjøres rundt, før målingen tas. Ved neste måling flyttes senterfrekvensen 140nm for å måle neste intervall og så videre. Dette må gjøres manuelt, men et forslag til forbedring er å automatisere prosessen ved å programmere denne funksjonaliteten inn i labview.

Kameraet er effektivt for bølgelengder mellom 900nm og 1700nm (se figur 36) Kameraet gir ut en verdi i form av et tall som sier noe om hvor mye lys de ulike bølgelengdene har i form av intensitet, og kan sendes til en datamaskin som behandler dem som vist i figur 12.

### 3.3 Lavtemperatur målinger i cryostat

For å oppnå lave temperaturer tas det i bruk en Janis ST-500 kryostat. Med denne er det mulig å opere fra 3.5K til 375K. Flytende helium brukes til å kjøle ned prøven. Veldig lave temperaturer kan oppnås ved å bruke flytende helium som fordampes ved 4K. En billigere løsning er flytende nitrogen hvor en kan oppnå temperaturer ned mot 77K, avhengig av hvor kritisk temperatur er for målingen. Prøven monteres i cryostaten, som så pumpes fri for luft til vakuum. Flytende helium føres inn i cryostaten hvor det fordampes. Hadde det vært luft i systemet ved innføring av helium ville eventuell vanddamp ha fryst til is og blokkert flyten av helium.

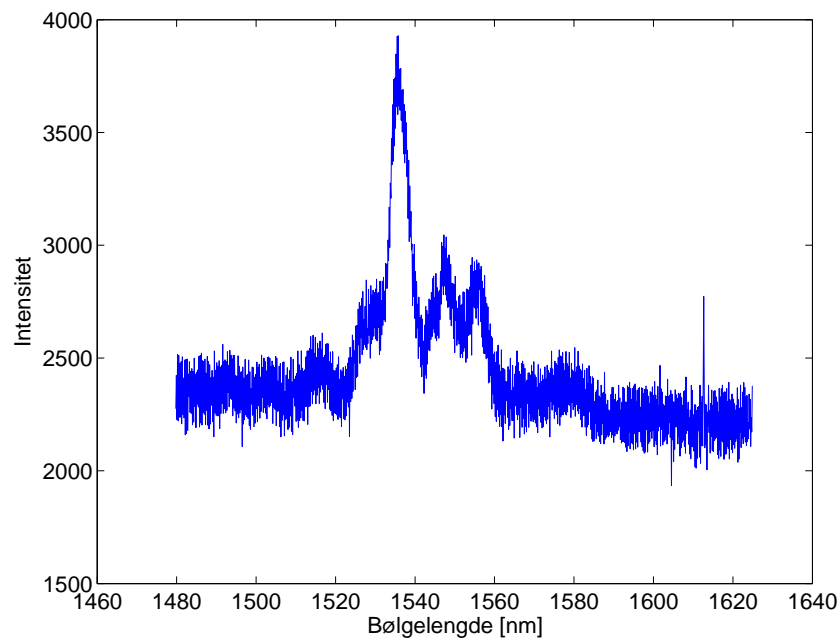
532nm laser har en inntrengningsdybde på 9,5  $\mu\text{m}$  i krystallinsk silisium [19]. Det vil si at defekter som dislokasjoner som ligger dypere enn det ikke

er mulig å observere her.

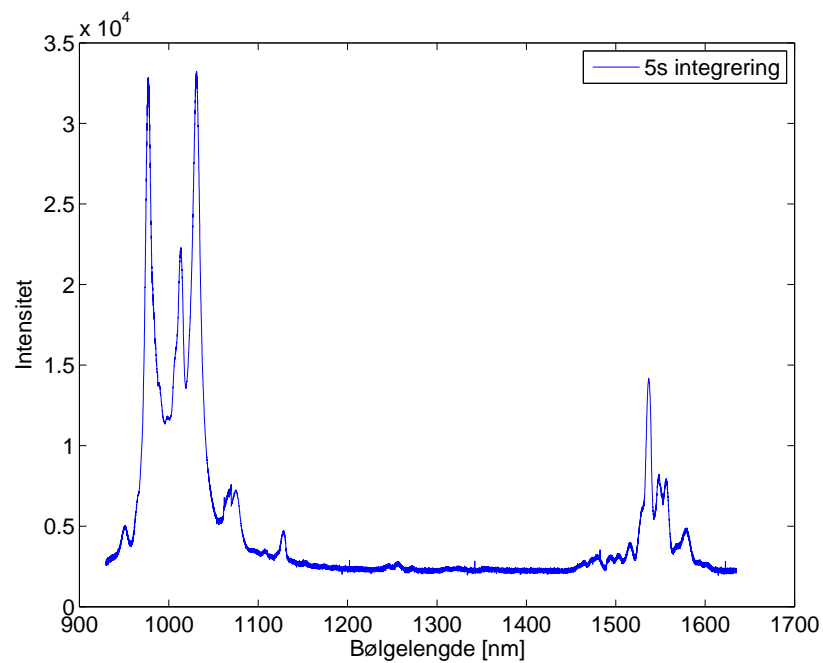
## 4 Resultater

### 4.1 Målinger i romtemperatur

Figur 19 og 20 viser Erbium referanseprøve ved 300K, pumpet med 532nm laser, med grating lik 300.

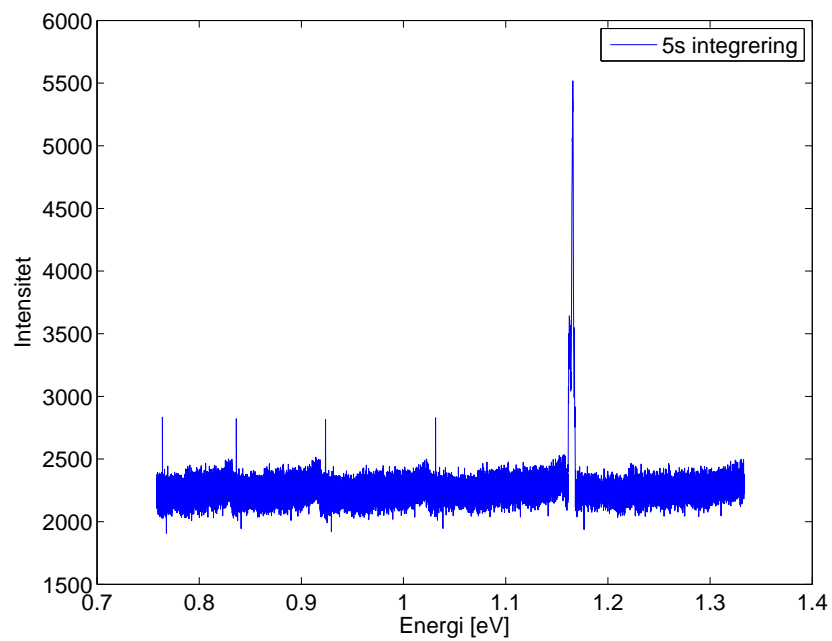


Figur 19: Eksitert lys sendt gjennom laboppsett brukt på tidligere målinger, med senterfrekvens rundt 1550nm

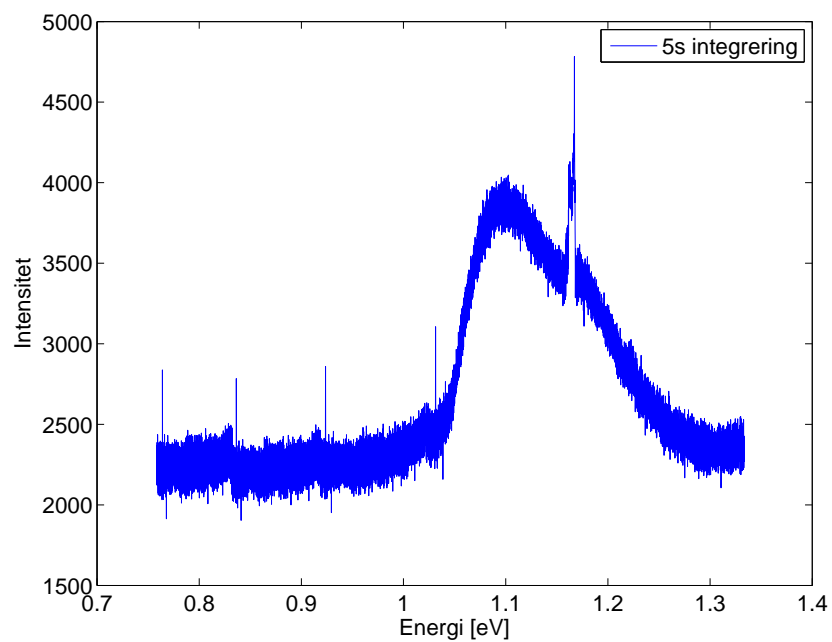


Figur 20: Eksitert lys sendt gjennom nye komponenter

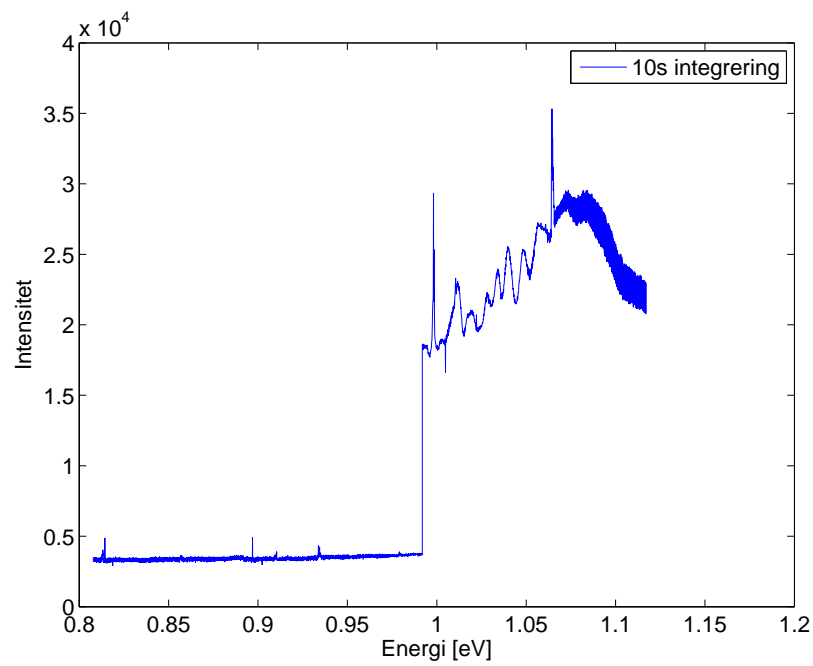
Figur 21 og 22 er målinger gjort ved 300K, pumpelys lik 532nm, og grating lik 300. Den upolerte prøven er samme som i figur 2. Den andre prøven i figur 21 er lik den upolerte i figur 21, bortsett fra at den er polert på overflaten.



Figur 21: Polert multikrystallinsk silisium

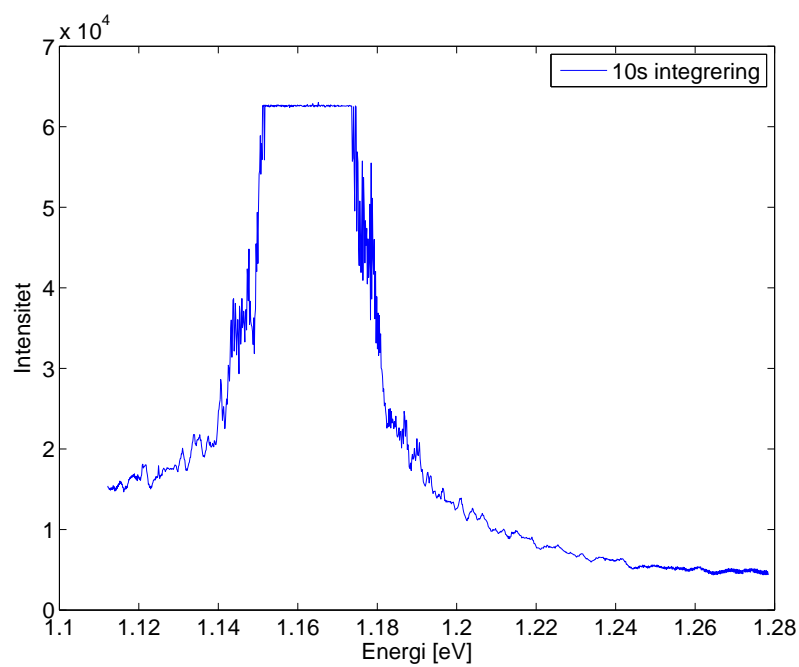


Figur 22: Upolert multikrystallinsk silisium



Figur 23: Sample4 i et dårlig område

Figur 23 bruker 60s integreringstid mellom 1 og 1.1eV

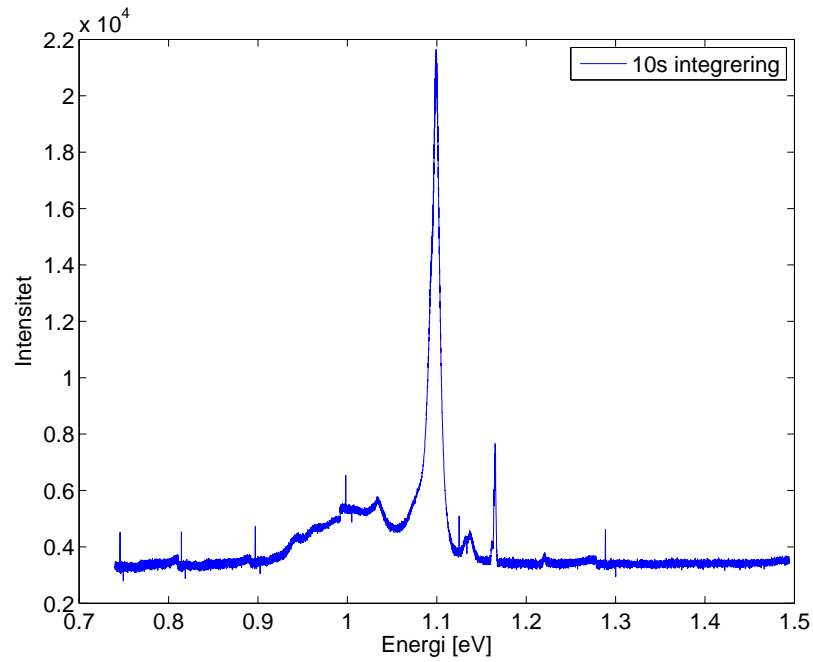


Figur 24: Sample4 i et bra område

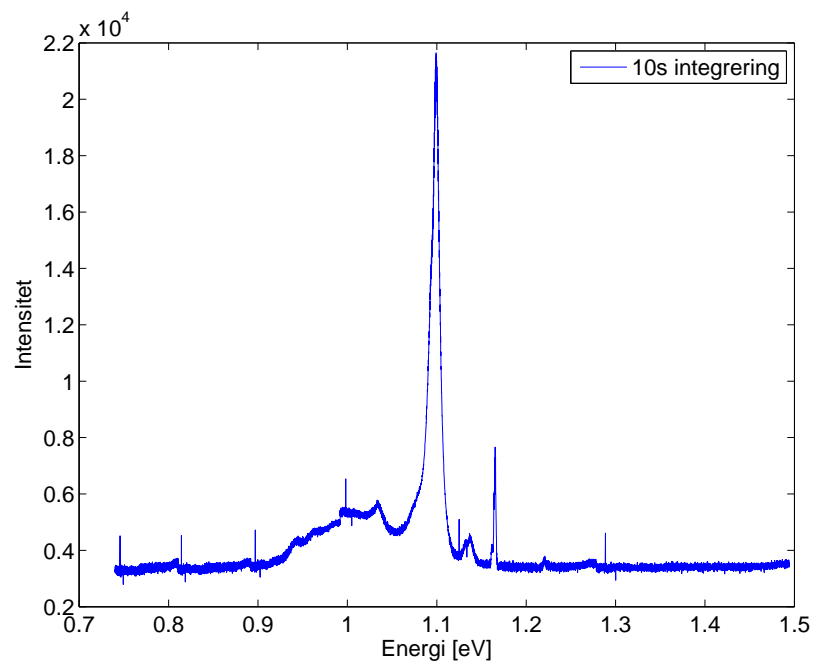


## 4.2 Målinger ved lavtemperatur

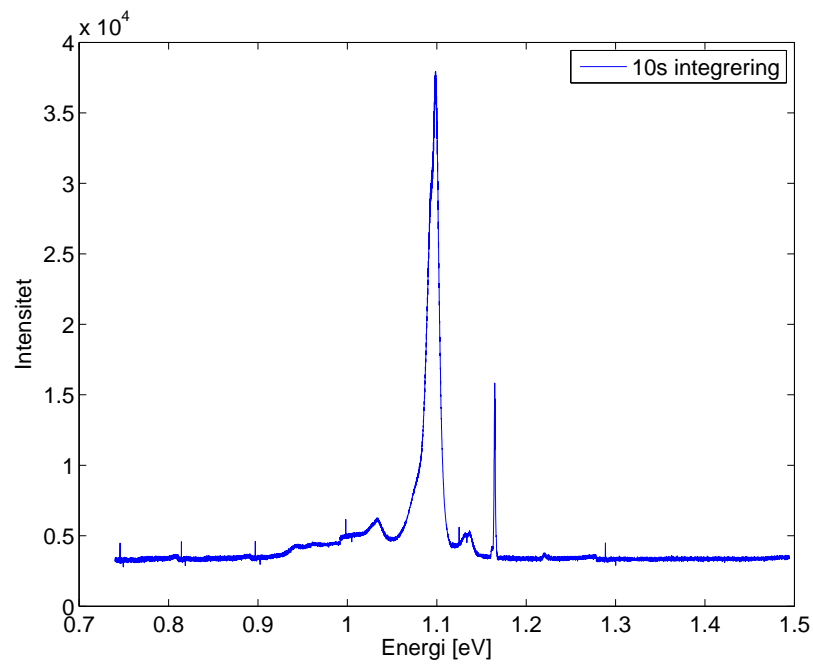
Grating er satt til 300, og pumpelyset er fortsatt 532nm. Resultatene i figur 27 og 28 viser til samme punkt på prøven.



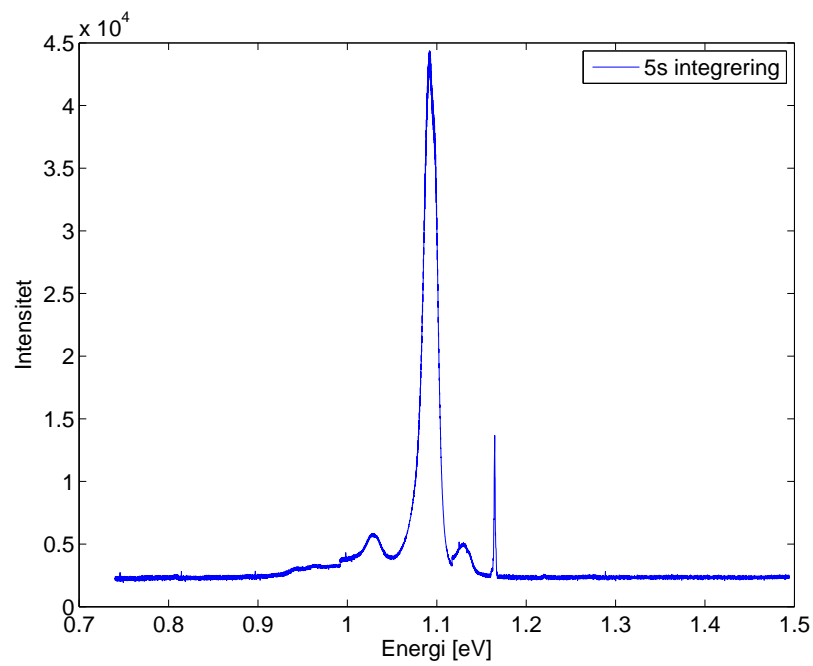
Figur 25: Belyst med 13mW, ved 23K



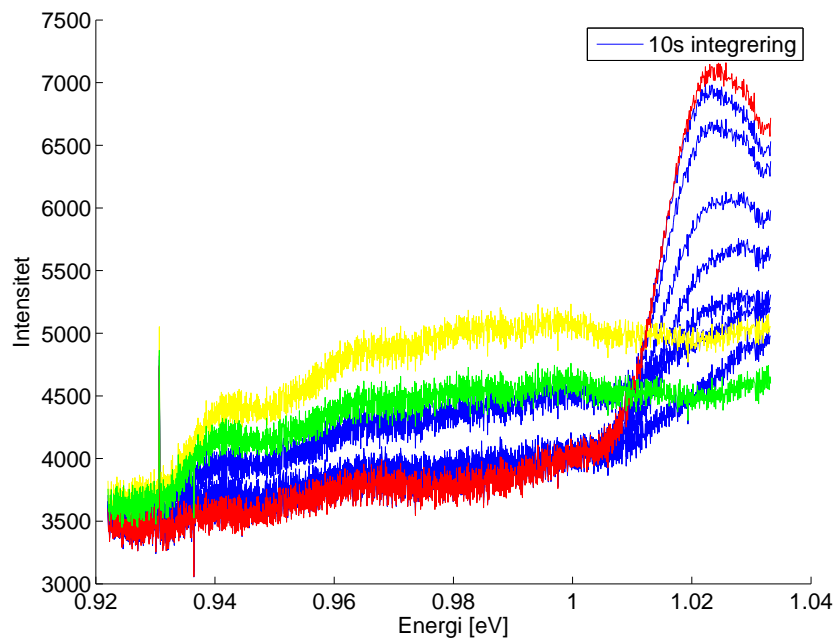
Figur 26: Belyst med 4.6mW, ved 18K



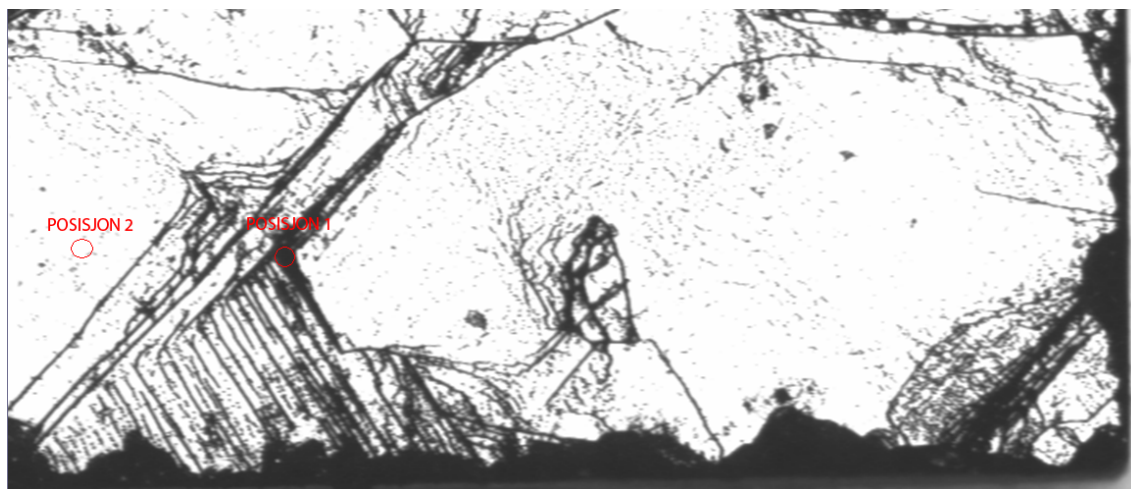
Figur 27: Belyst med 15mW, ved 23K



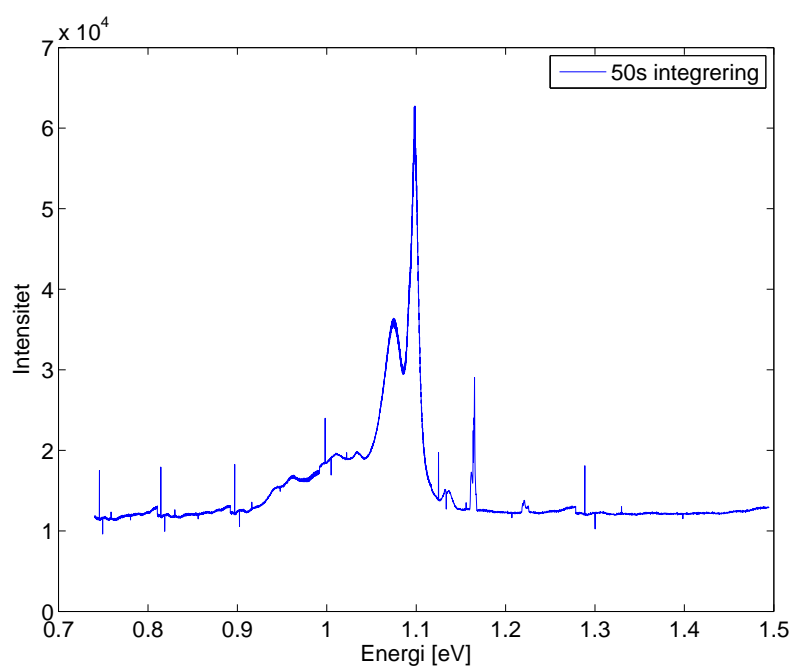
Figur 28: Belyst med 30mW, ved 23K



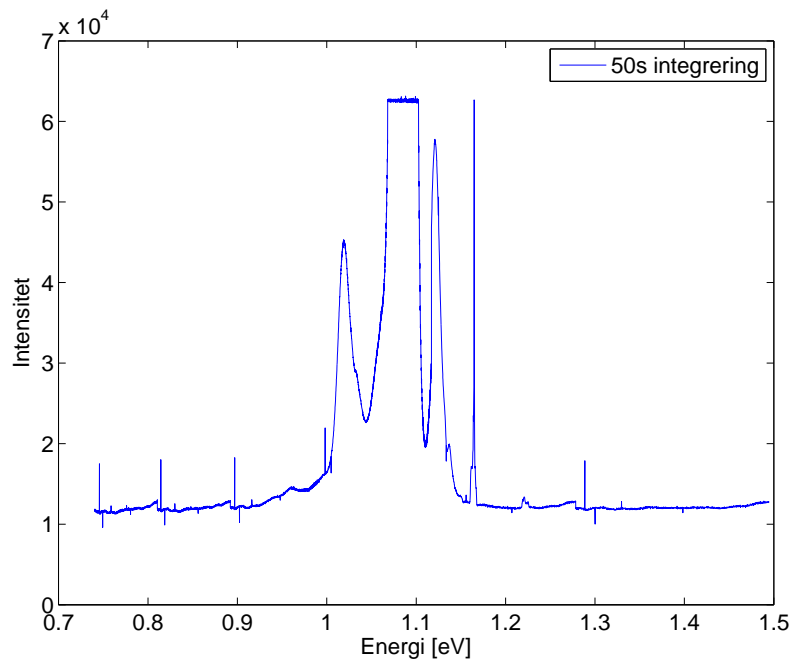
Figur 29: Ulike posisjoner belyst med 13mW, ved 23K



Figur 30: Posisjoner brukt for målinger med lang integreringstid



Figur 31: Resultatene fra posisjon 1 i figur 30



Figur 32: Resultatene fra posisjon 2 i figur 30

## 5 Diskusjon

For å optimalisere laboppsettet ble det gjort målinger hvert sekund, og utstyret justert slik at det ble høyest mulig amplitude. Høyere amplitude viser til mindre tap i systemet. Målingene som ble gjort på referanseprøven forgikk i romtemperatur.

### 5.0.1 Erbium dopet referanseprøve

Målet med denne prøven var å forsikre seg om at utstyret fungerer som forventet, og for å kunne finjustere vinkler og fokalplan. Figur 19 viser intensiteten til det eksiterte lyset fra referanseprøven gjennom det eksisterende utstyret. Sammenlignet med resultatet fra figur 20 kommer det frem at det nye utstyret gir mer enn tre ganger så høy amplitude for bølgelengder rundt 1550nm. I figur 20 kommer det også fram en tydelig karakteristikk ved 1064nm, som er det dobbelte av bølgelengden til pumpelyset. Denne er altfor smal til å komme fra luminisensspekteret, og antas å komme fra andre ordens diffrasjon gitt av (20)

### 5.0.2 Upolert og polert prøve

Prøven i figur 22 er den samme polerte prøven som er gitt i figur 2. Det eneste som er tilstede her er andreordens diffraksjon fra laseren som kommer på

nøyaktig 1064nm. Hvorfor prøven ikke gir ut noe spekter er ukjent. Det antas å være feil i målingen som for eksempel feil fokus. Andre feilkilder kan være at prøven har en vinkel i forhold til sample holderen, eller at termisk pasta på overflaten fra tidligere målinger absorberer mesteparten av det eksiterte lyset.

Det er også dukket opp enkeltstående "spiker" som ikke hører til noe kjent karakteristikk for silisium. Eksempelvis med senterfrekvens på 1280nm viser en spiker verdiene:

1341.950	2089.000
1342.088	2419.000
1342.225	2814.000
1342.362	2338.000
1342.499	2109.000

Tabell 5: Uregelmessig resultat ved 1342.2nm

Og med senterfrekvens på 1420nm:

1482.136	2089.000
1482.272	2403.000
1482.408	2822.000
1482.544	2320.000
1482.680	2140.000

Tabell 6: Uregelmessig resultat ved 1482.4nm

Årsaken til disse kan være et defekt pixel på kameraet, da de dukker opp helt konsekvent på samme sted i målingen rundt senterfrekvens + 62nm.

Den polerte prøven i figur 22 er mer som forventet med bakgrunn i [4], med mesteparten av intensiteten rundt 1.1eV. Silisium har et indirekte båndgap, som gjør at et elektron-hullpar ikke kan rekombinere uten hjelp fra et fonon. Ved romtemperatur har disse fononene høyere termisk energi slik at et eksitert foton kan få høyere energi når det eksiteres via et slik fonon. Dette gir utslag på spekteret ved at det blir en utbredning i energinivåer på detekterte fotoner.

## 5.1 Sample 4 i romtemperatur

Målingene gjort i romtemperatur på sample 4 er preget av mye støy som en følge av høy intensitet fra laseren. Lavere intensitet på laseren ga mindre støy, men også mye mindre intensitet på spekteret. Deler av spekteret er utelatt i mangel på informasjonsverdi. Sample 4 i figur 24 er gjort på et såkalt bra område som hovedsaklig består av krystallinsk silisium. Her er det et tydelig bredere spekter enn for lavtemperatur i et tilsvarende område i

figur 32. Dette er som forventet [13]. For et dårlig område (figur 23) er ikke d-linjene synlig i romtemperatur. Årsaken til dette er ukjent, men støyproblemer er nok en medvirkende årsak. Intervallet fra 1eV til 1.1eV er tatt med lenger integreringstid. Her ventes det en topp tilsvarende den i figur 31, bare bredere, men denne er sterkt påvirket av støy.

## 5.2 Sample4 ved lavtemperatur

Ved målinger på 23K er det ikke lenger noe særlig utbredning i spekteret av fotoner direkte relatert til båndgapet til silisium. Det kommer til syne en karakteristikk med lavere energi som i følge [25] er dominert av effekter i forbindelse med dislokasjonslinjer eller defekter i krystallstrukturen. Eksempelvis i figurene 25 og 26. I figur 29 er det et utdrag av 20 målinger gjort på forskjellige lokasjoner på Sample4. Her kommer det fram at denne karakteristikken er posisjonsavhengig.

Med bakgrunn i figur 29 ble det gjort en måling i et såkalt dårlig område, og en måling i et bra område, med lang integreringstid. Et bra område består hovedsakelig av intrinsikk silisium. Posisjonene er avmerket på figur 30. Resultatene fra et dårlig område i figur 31 (svart område) viser et bredt spekter rundt 1eV som ikke er synlig for et bra område, som vist i figur 32. Resultatene fra [25] viser til mye tydeligere topper, som refererer til såkalte D-linjer. Disse kommer ikke tydelig fram her. Mellom 0,9eV og 1,0eV er det antydning til topper som ofte omtales som D3 og D4 [25] [1]. D3 er et fonon replika av D4 [12] Linjene som omtales som D1 og D2 ser ut til å være helt borte. I følge [2] er posisjon og intensitet avhengig av temperatur. Videre studie bør gjøres for å finne årsaken til fraværet av D1 og D2. Tidligere forsøk på å karakterisere slike dislokasjonslinjer, som figur 2 og 3 viser heller ingen tegn til D1 eller D2, men her var heller ikke D3 og D4 synlige. Det er også mulig at det var forskjeller i prøvene som utgjør problemet. Tatt i betraktning hvor lav intensitet disse linjene har, og hvor mye tap som kom av tidligere utstyr, er det usikkert om disse linjene ville vært synlige, selv om de var tilstede.

Sammenlignet med intrinsikk luminisence måling av silisium ved 26K gjort i [4] stemmer figur 32 veldig bra med forventende verdier. Hovedtyngden ligger rundt 1.1eV som blir kalt transversal optisk mode i [4]. Med 50s integreringstid gikk kameraet i metning for denne bølgelengden, men med bakgrunn i resultater fra figur 27 og 28 er det tydelig at denne karakteristikken er dominant også her. Altså, at mesteparten av energien ligger ved det indirekte båndgapet til silisium. Videre har fotonene assistert av to fonon (energi rundt 1.04eV) vesentlig høyere intensitet enn for et dårlig område. Området som er karakteristisk for et dårlig område, som for eksempel ved dislokasjonslinjer, er ikke å finne i figur 32. I følge [4] har det dukket opp en antydning til tre fonon assisterte fotoner rundt 0.97eV, transversal akustisk linje ved 1,14eV og en ideelt sett forbudt prosess der det ikke er noen fononer

involvert med energier like over 1,14eV synlig som en liten topp.

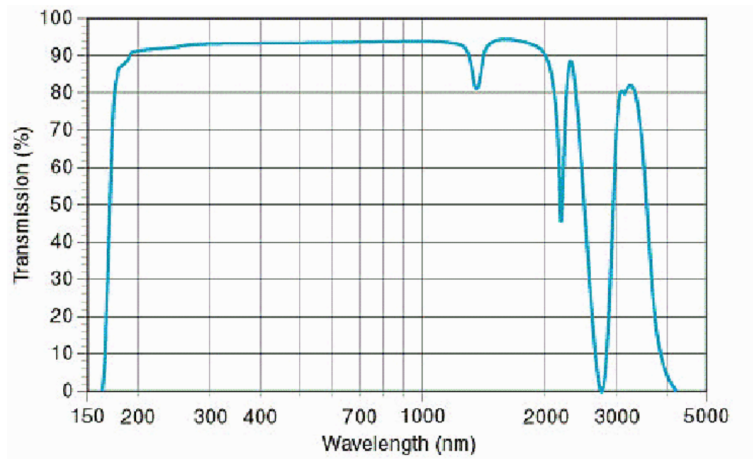


## Referanser

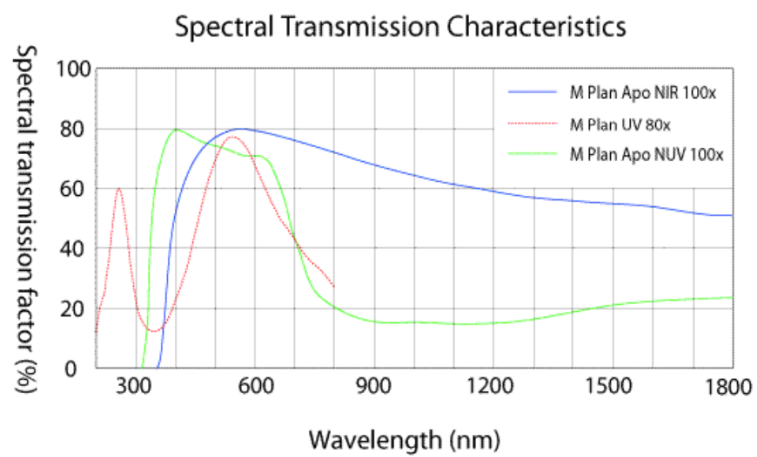
- [1] T. Arguirov, W. Seifer, G. Jia, and M. Kittler. Photoluminescence study on defects multicrystalline silicon. 2006.
- [2] Tz Arguirov, W Seifert, and M Kittler and J Reif. Temperature behaviour of photoluminescence and electron-beam-induced current recombination behaviour of extended defects in solar grade silicon. *J. Phys: Condens*, 2002.
- [3] Cryostat janis st-500. <http://www.janis.com/products/productsoverview/SuperTranContinuousFlowCryostatSystems/ST-500MicroscopyCryostat.aspx#>.
- [4] Gordon Davies. The optical properties of luminescence centres in silicon. 1988.
- [5] Flip mount. <http://www.thorlabs.com/thorProduct.cfm?partNumber=FM90/M>.
- [6] Flip mount - lens holder. [http://www.thorlabs.com/NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup\\_ID=1447](http://www.thorlabs.com/NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup_ID=1447).
- [7] M. Inoue, H. Sugimoto, M. Tajima, Y. Ohshita, and A. Ogura. Microscopic and spectroscopic mapping of dislocation-related photoluminescence in multicrystalline silicon wafers. *Mater Electron*, 2008.
- [8] Mounted stainless steel iris. <http://www.thorlabs.com/thorProduct.cfm?partNumber=ID12SS/M>.
- [9] Bahram Jalali. Physics and technology forefronts - silicon lasers. *American Physical Society*, 2006.
- [10] idus ingaas spectroscopy ccd. [http://www.andor.com/scientific\\_cameras/idus-ingaas/models/default.aspx?iProductCodeID=27](http://www.andor.com/scientific_cameras/idus-ingaas/models/default.aspx?iProductCodeID=27).
- [11] A. J. Kenyon, C. E. Chrysosua, C. W. Pitta, T. Shimizu-Iwayamab, D. E. Holec, N. Sharmad, and C. J. Humphreysd. Broad-band and flash-lamp pumping of 1.53  $\mu\text{m}$  emission from erbium-doped silicon nanocrystals. 2001.
- [12] V. V. Kveder, E. A. Steinman, S. A. Shevchenko, and H. G. Grimmeiss. Dislocation-related electroluminescence at room temperature in plastically deformed silicon. *Phys. Rev. B*, 1995.
- [13] K. Leosson, J.R. Jensen, J.M. Hvam, and W. Langbein. Linewidth statistics of single ingaas quantum dot photoluminescence lines. 2000.

- [14] Broadband non-polarizing beam splitter cube. <http://www.thorlabs.de/thorProduct.cfm?partNumber=BS018>.
- [15] Uncoated uv fused silica bi-convex lens. [http://www.thorlabs.com/NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup\\_ID=126](http://www.thorlabs.com/NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup_ID=126).
- [16] Broadband non-polarizing beam splitter cube. <http://www.thorlabs.com/thorProduct.cfm?partNumber=BS017>.
- [17] 50x mitutoyo plan nir hr infinity-corrected objective. <http://www.edmundoptics.com/uk/onlinecatalog/displayproduct.cfm?productID=1950>.
- [18] Linse acn127-020-b. [http://www.thorlabs.de/NewGroupPage11.cfm?ObjectGroup\\_ID=259](http://www.thorlabs.de/NewGroupPage11.cfm?ObjectGroup_ID=259).
- [19] E.D. Palik. *Handbook of optical constatns of solids*. 2001.
- [20] R. Sauer, J. Weber, , and J. Stolz. Dislocation-related photoluminescence in silicon. 1985.
- [21] Protected silver mirror. [http://www.thorlabs.de/NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup\\_ID=903&pn=PF10-03-P01-10&CFID=807318&CFTOKEN=81881983](http://www.thorlabs.de/NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup_ID=903&pn=PF10-03-P01-10&CFID=807318&CFTOKEN=81881983).
- [22] ihr550 imaging spectrometer. <http://www.horiba.com/us/en/scientific/products/optical-spectroscopy/spectrometers-monochromators/ihr/ihr550-imaging-spectrometer-200/>.
- [23] Ben G. Streetman and Sanjay Kumar Banerjee. *Solid state electronic devices*. Prentice Hall, 2006.
- [24] H. Sugimoto, K. Araki, M. Tajima, T. Eguchi, I. Yamaga, M. Dhamrin, K. Kamisako, and T. Saitoh. Photoluminescence analysis of intragrain defects in multicrystalline silicon wafers for solar cells. *Journal of Applied Physics*, 2007.
- [25] I. Tarasov, S. Ostapenko, C.Haessler, and E.-U. Reisner. Spatially resolved defect diagnostics in multicrystalline silicon for solar cells. *Elsevier Science S.A*, 2000.

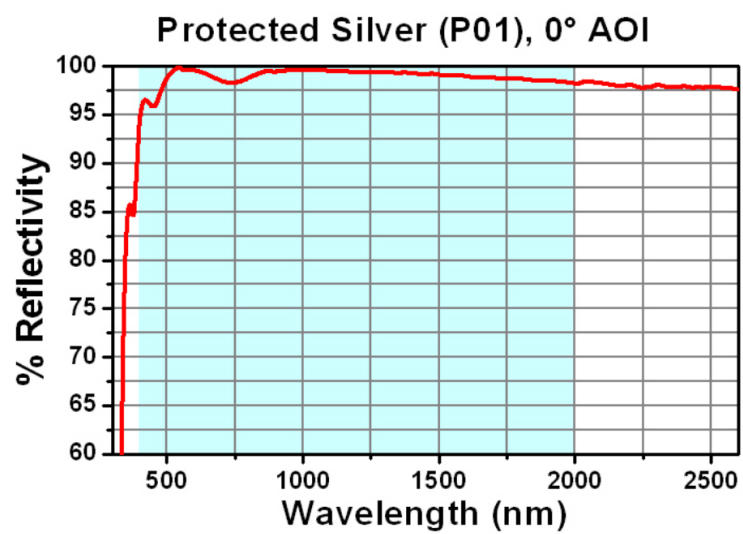
## A Transmisjonskurver



Figur 33: Transmisjon gjennom viduet til cryostaten

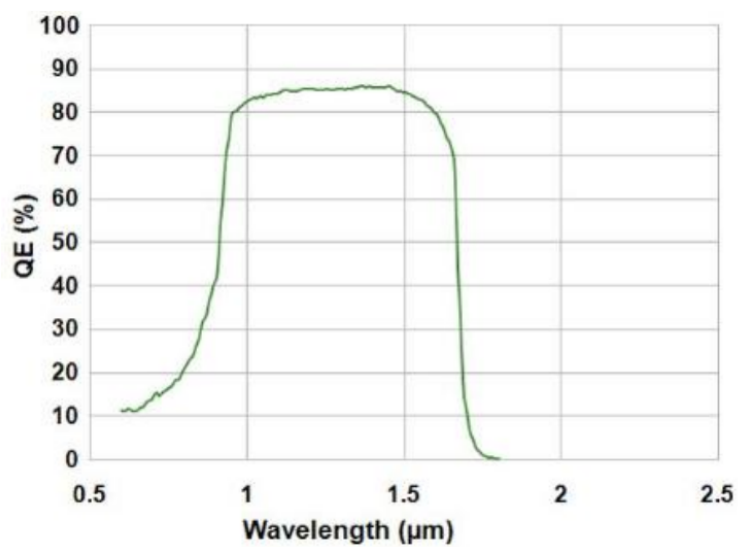


Figur 34: Transmisjon gjennom objektivet



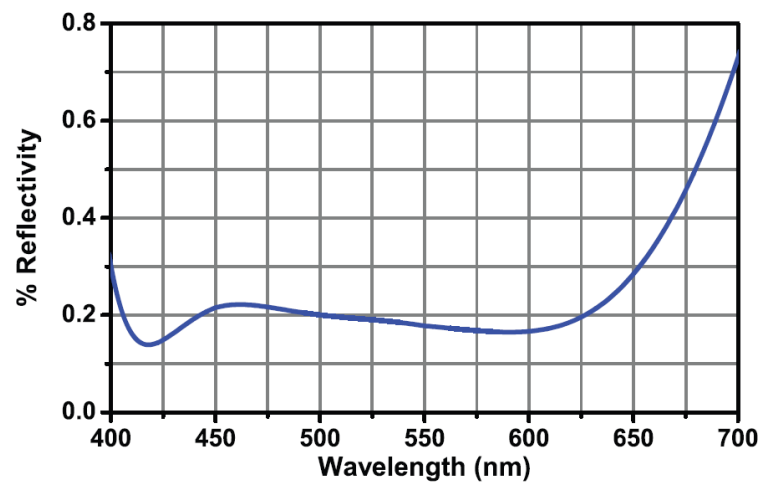
Figur 35: Refleksjon for speil

Quantum Efficiency Curve

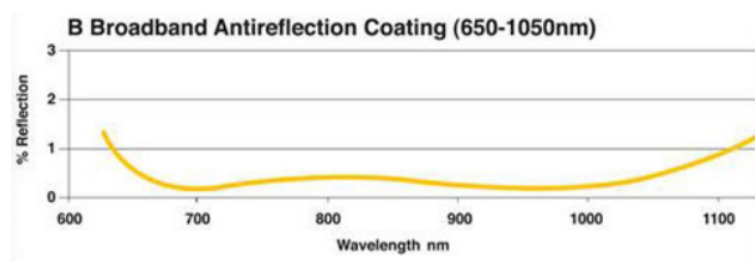


Figur 36: Kameraeffektivitet

### A.1 Første veibane

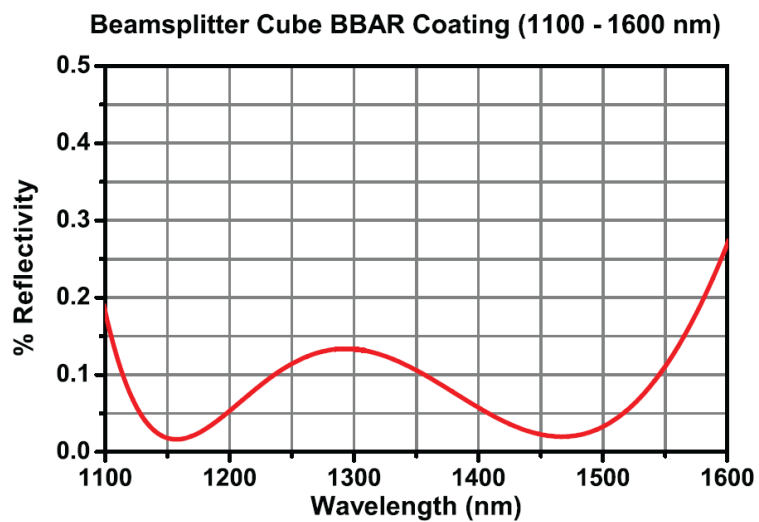


Figur 37: Beamsplitter refleksjon fra datablad optimalisert for 400-700nm

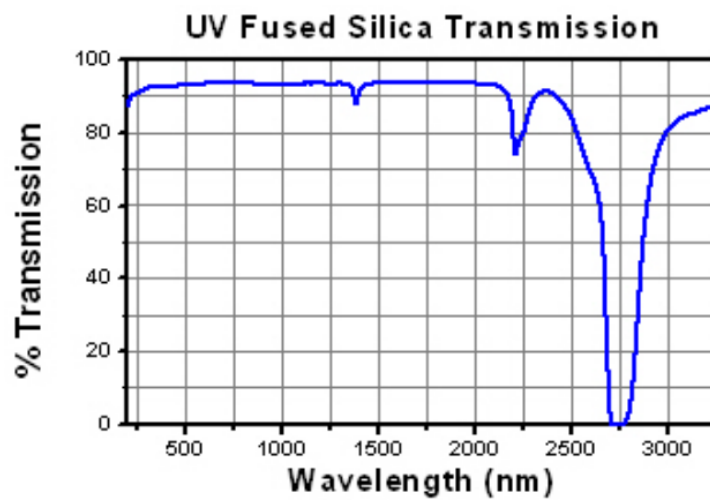


Figur 38: Transmisjon gjennom linse fra gammel veibane

## A.2 Andre veibane



Figur 39: Beamsplitter refleksjon fra datablad optimalisert for 1100-1600nm



Figur 40: Transmisjon gjennom ny linse