



TFE4530 - Fotonikk, Fordypningsprosjekt

Kryogen mikro-fotoluminescense på silisium solcellemateriale

av

Jon Skarpeteig

18. desember 2009

Veiledere:
Helge Weman
Arne Røyset

*Norges Teknisk-Naturvitenskapelige Universitet
Institutt for Elektronikk og Telekommunikasjon*

Sammendrag

Det er nyttig å kunne karakterisere ulike former for tap i solcellematerialer, slik at det er mulig å forbedre dem. En måte å gjøre dette på er målinger basert på fotoluminiscens. Tidligere fotoluminiscens målinger gjort av Sintef på multikrystallinsk silisium mangler såkalte D-Linjer, som relaterer seg til dislokasjonslinjer og defekter for multikrystallinsk silisium. Disse defektene er kilder til tap for solceller. Årsaken til at ikke disse linjene er observert antas å ha med tap i selve labutstyret å gjøre.

Det viser seg at det er flere kilder til tap i laboppsettet som ble tatt i bruk, for bølgelengder rundt 1550nm, eller 0,8eV. Det er disse bølgelengdene som er mest interessante med tanke på å kunne karakterisere tap i en prøve med silisium [19]. Ved å utbedre laboppsettet kom det mer enn tre ganger så mye lys på bølgelengde 1530nm fram til spektrometeret.

Ved å se på ulike posisjoner på en prøve av multikrystallinsk silisium er det observert en posisjonsavhengighet på spekteret. Ytterpunktene på disse posisjonene er i et såkalt bra område, og et dårlig område. Et dårlig område har kilder til tap, som defekter, mens et bra område hovedsaklig består av intrinsikk silisium.

Nye målinger er gjort på en prøve med multikrystallinsk silisium ved lavtemperatur. For et dårlig område vises et spekter med dislokasjonslinjer, som ikke har vært observert ved hjelp av det gamle oppsettet. D-linjene som er omtalt som D3 og D4 kommer til syne, samt antydning til en ukjent karakteristikk ved 0,98eV. Linjene som omtales som D1 og D2, blir ikke observert. Årsaken til manglende D1 og D2 linjer er ikke kjent. For et bra område stemmer spekteret mye bedre med forventede verdier [3].

Innhold

1	Introduksjon	1
1.1	Mangelfulle tidligere resultater	1
1.2	Nye målinger	3
2	Teori	4
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	Støy	13
2.6.3	Forventet spekter for multikrystallinsk silisium	13
2.6.4	Bra område	14
2.6.5	Dårlig område	15
3	Målemetode og instrumentering	16
3.1	Tidligere oppsett	16
3.2	Forslag til nytt oppsett	17
3.3	Test av nytt oppsett	19
3.4	Lavtemperatur målinger i cryostat	21
4	Resultater	23
4.1	Referanseprøve i romtemperatur	23
4.2	Polert og upolert prøve i romtemperatur	24
4.3	Sample 4 i romtemperatur	26
4.4	Sample 4 ved lavtemperatur	27
5	Diskusjon	33
5.1	Forbedring med nytt oppsett	33
5.2	Upolert og polert prøve i romtemperatur	33
5.3	Sample 4 i romtemperatur	34
5.4	Sample 4 ved lavtemperatur	35
5.4.1	Bra område	36
5.4.2	Dårlig område	37
5.5	Gausstilnærming av dårlig område	38
6	Konklusjon	40
A	Transmisjonskurver	43
A.1	Første veibane	45
A.2	Andre veibane	46

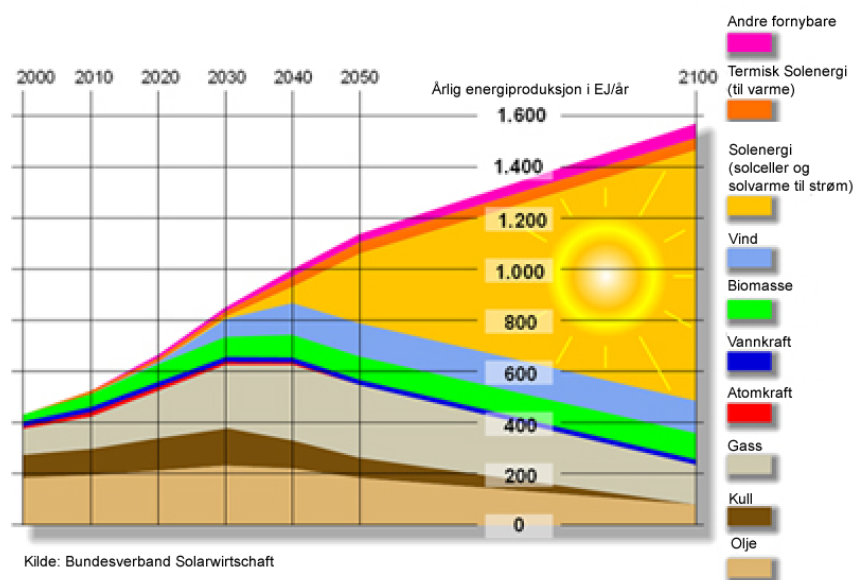
Figurer

1	Prognose for årlig energiproduksjon i exajoule/år (10^{18} J/år)	1
2	Fotoluminesensspekter ved 20K i cryolab	2
3	Fotoluminesensspekter ved 20K forskjellige steder på prøven .	3
4	Energibånd	4
5	Typiske båndgap ved 0K	5
6	Generasjon og rekombinasjon	8
7	Direkte og indirekte rekombinering (figur fra [7])	8
8	Deplesjonssjiktet	10
9	Strøm-spenningskarakteristikken for en solcelle	10
10	Strøm-spenningskarakteristikk med fyllfaktor	11
11	Eksitasjon og rekombinering	12
12	Spekter for intrinsikk silisium fra [3]	14
13	D-linjer fra [19]	15
14	Laboppsett brukt på tidligere målinger	16
15	Parallell veibane for bølgelengdene $1\mu\text{m}$ - $1,5\mu\text{m}$	18
16	Erbium prøve referanseverdi for absorpsjon	19
17	Erbium prøve referanseverdi for eksitasjon	20
18	Eksitert lys sendt gjennom laboppsett brukt på tidligere målinger	23
19	Eksitert lys sendt gjennom nye komponenter	24
20	Polert multikrystallinsk silisium	25
21	Upolert multikrystallinsk silisium	25
22	Sample 4 i et dårlig område	26
23	Sample 4 i et bra område	27
24	Sample 4 belyst med 13mW, ved 23K	28
25	Sample 4 belyst med 4.6mW, ved 18K	28
26	Sample 4 belyst med 15mW, ved 23K	29
27	Sample 4 belyst med 30mW, ved 23K	30
28	Ulike posisjoner på Sample 4 belyst med 13mW, ved 23K . .	30
29	Sample 4 avbildet, med posisjonene til resultat i figur 30 og 31	31
30	Resultatene fra posisjon 1 i figur 29	31
31	Resultatene fra posisjon 2 i figur 29	32
32	Referanseprøve med angitt toppunkt gjennom gammelt oppsett	33
33	Referanseprøve med angitt toppunkt fra nytt oppsett	33
34	Sample 4 for et bra område med merkede topper	36
35	Sample 4 for et dårlig område med merkede topper	37
36	Gausstilnærming av spekter fra dårlig område	38
37	Transmisjon gjennom viduet til cryostaten [5] 27.10.2009 . . .	43
38	Transmisjon gjennom objektivet [11] 08.12.2009	43
39	Refleksjon for speil [26] 08.12.2009	44
40	Kameraeffektivitet [13] 27.10.2009	44
41	Beamsplitter transmisjon for 400-700nm [20] 12.12.2009 . . .	45
42	Transmisjon gjennom linse fra gammel veibane [24] 27.10.2009	45

43	Beamsplitter transmisjon for 1100-1600nm [21] 12.12.2009 . .	46
44	Transmisjon gjennom ny linse [27] 08.12.2009	46

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 relevant for forbedringer.



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

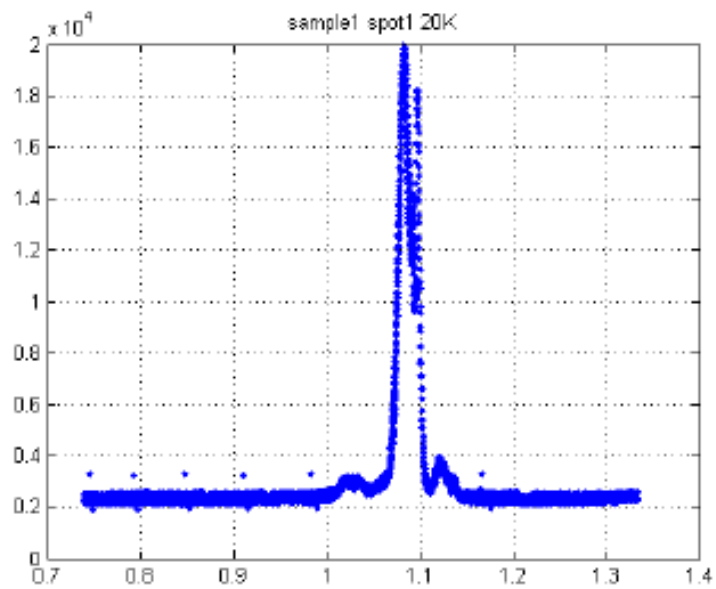
Dette prosjektet tar for seg karakterisering basert på fotoluminescens ved lavtemperatur. Ved belysning av en prøve med multikrystallinsk silisium, er det mulig å hente ut informasjon om prøven på bakgrunn av det eksiterte lyset som kommer ut av prøven. Om en belyser et dårlig område på en prøve med multikrystallinsk silisium kommer det til syne såkalte d-linjer. Disse relateres ofte til dislokasjonslinjer, eller defekter i krystallen [19].

1.1 Mangelfulle tidligere resultater

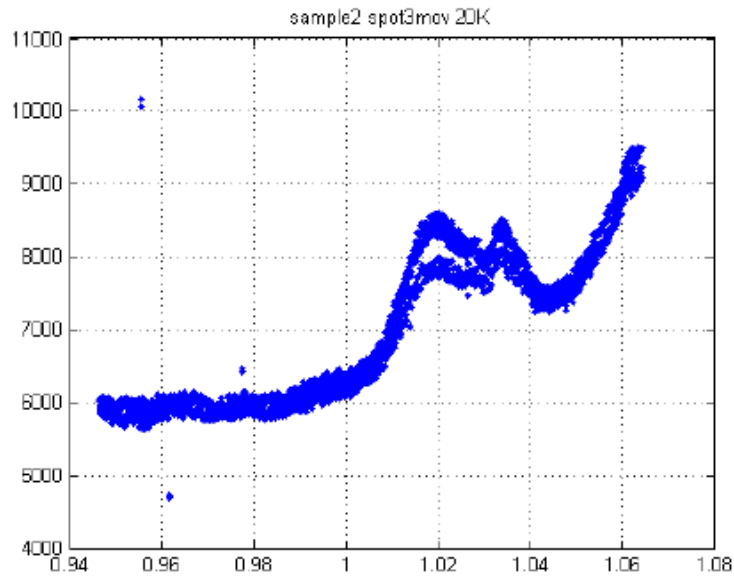
Sintef har tidligere gjort forsøk på prøver med multikrystallinsk silisium uten å kunne observere d-linjer. Årsaken til dette er ikke kjent, men antas å være relatert til tap i selve labutstyret. I løpet av dette prosjektet utbedres kilder

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 sampe1, sample2 og sample3.



Figur 2: Fotoluminesensspekter ved 20K i cryolab



Figur 3: Fotoluminesensspekter ved 20K forskjellige steder på prøven

Publikasjoner som [19] (figur 13) viser et spekter rundt 0,7-1 eV som ikke er synlig på målinger gjort tidligere på cryolab (figur 2 og 3) gjort av Sintef. Det er her d-linjene er ventet. Grunnen til at det ikke er noe spekter her er ikke kjent, men antas og være et resultat av tap i utstyr som linser og beamsplittere. Ligning (1 gir at 1eV tilsvarer en bølgelengde på 1240nm. Slik 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 [18].

1.2 Nye målinger

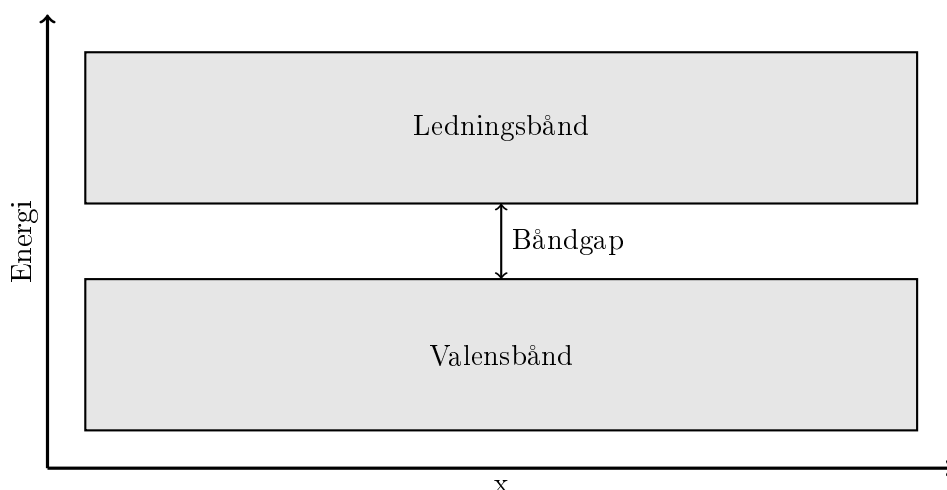
En ny prøve avbildet i figur 29, som her er kalt for Sample 4, skal brukes til å gjøre nye målinger på. Linjene som relaterer seg til tap, er bare synlige ved lavtemperatur [18]. For å kunne observere disse, gjøres målingen ved vakuum i en cryostat som pumpes fri for luft, før helium sendes inn til å fordampe slik at prøven avkjøles. Målet er å kunne se d-linjene som er relatert til tap, som ikke var synlig ved tidligere målinger på denne laben.

2 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

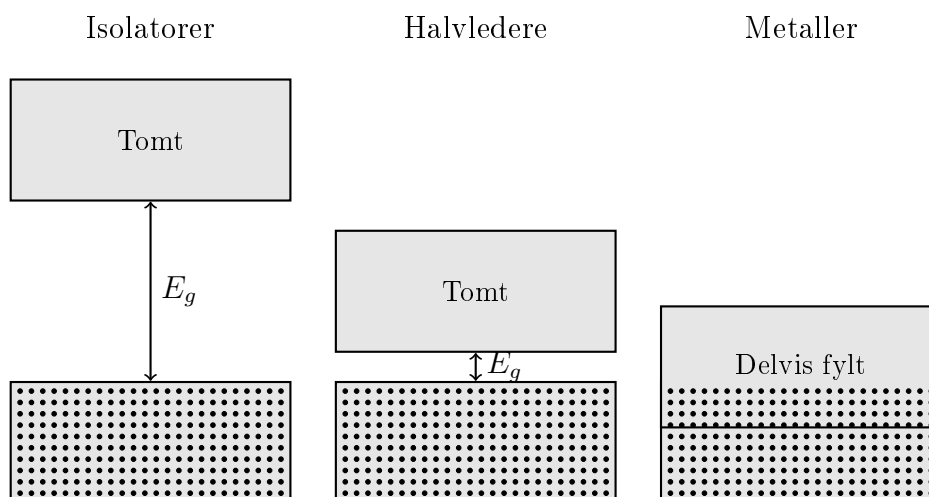
Det øverste båndet kalles ledningsbåndet. Energibåndet umiddelbart under ledningsbåndet, kalles valensbåndet. De ikke tillatte tilstandene mellom valensbåndet og ledningsbåndet kalles båndgapet. Dette båndgapet er veldig viktig i forbindelse med solceller og oppgis ofte i elektronvolt (eV).

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, ν 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 5eV for diamant som er en isolator. [17, 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 [17]. 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. Majoritetsbærere 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 μ_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 μ_n er mobiliteten for elektroner, og σ er halvlederens ledningsevne. J_n er elektronstrømtettheten.

Strømmen blir da

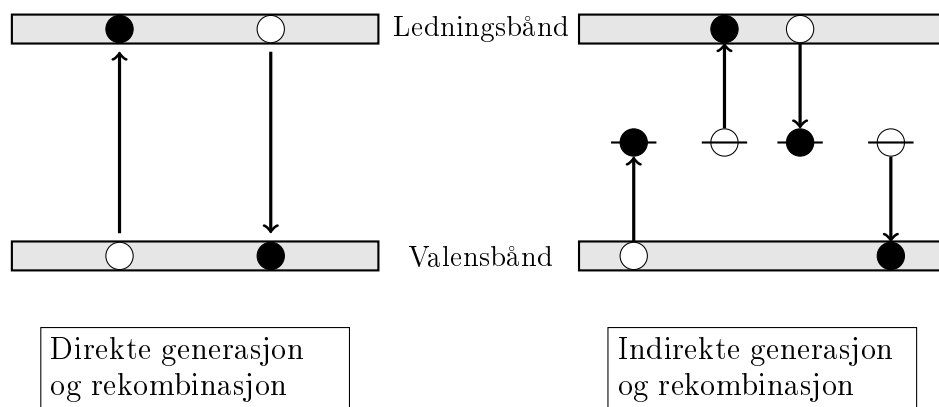
$$I = J A = A \sigma E = \left(\frac{A \sigma}{L} \right) V \quad (11)$$

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 [17, Kapittel 4]

2.4 Eksitasjon og rekombinasjon

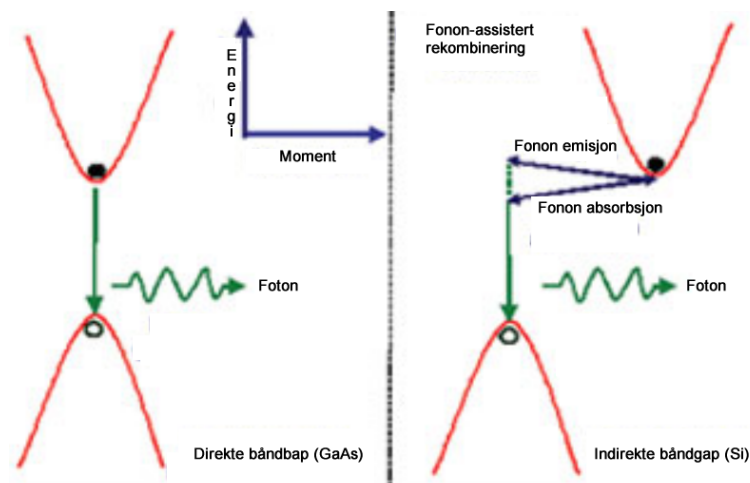
Elektronet kan gå fra det ene båndet til det andre direkte eller indirekte. Ved indirekte generasjon og rekombinasjon kan elektronet benytte seg av såkalte gap-tilstander. Dette er tilstander som er knyttet til forurensinger, defekter i krystallstrukturen, grenseflater mellom krystallkorn for multikrystallinske

materialer, og overflater. Gap-tilstander ligger mellom valensbåndet og ledningsbåndet, som er ikke tillatte tilstander for en perfekt krystall (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 fra [7])

Generasjons- og rekombinasjonsprosesser kan beskrives ved nettoproduk-

sjon av elektroner til ledningsbåndet, U_n , proporsjonalt med avviket fra likevekt

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

der τ_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

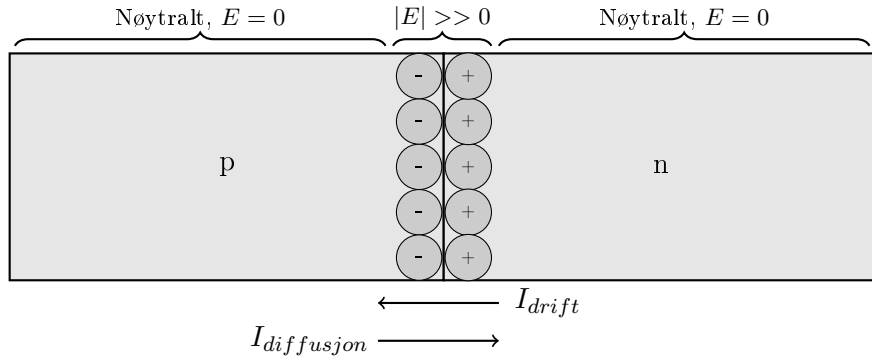
$$U_p = -\frac{p - p^0}{\tau_p} \quad (13)$$

der p er konsentrasjonen av hull og p^0 er likevektskonsentrasjonen av hull. τ_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.

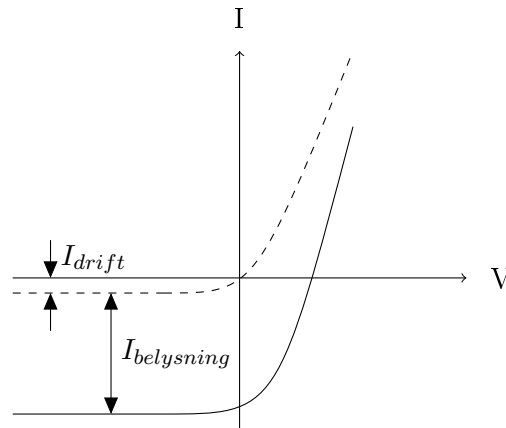


Figur 8: Deplesjonssjiktet

Ved belysning genereres det minoritetsbærere i pn-overgangen utover dem 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:

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

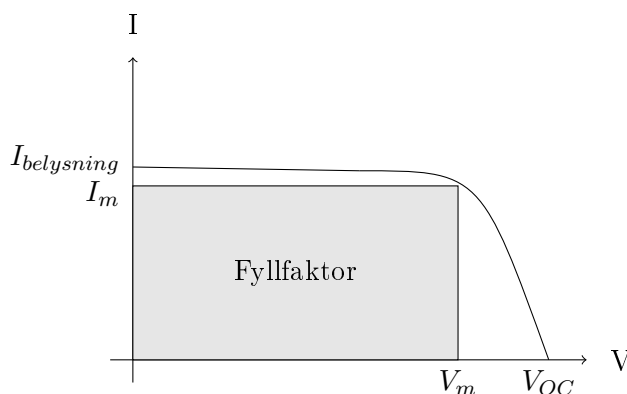
Maks effekt som genereres av solcellen er gitt av:

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

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-spenningskarakteristikk med fyllfaktor

Virkningsgraden til en solcelle er representert ved η , som er gitt ved:

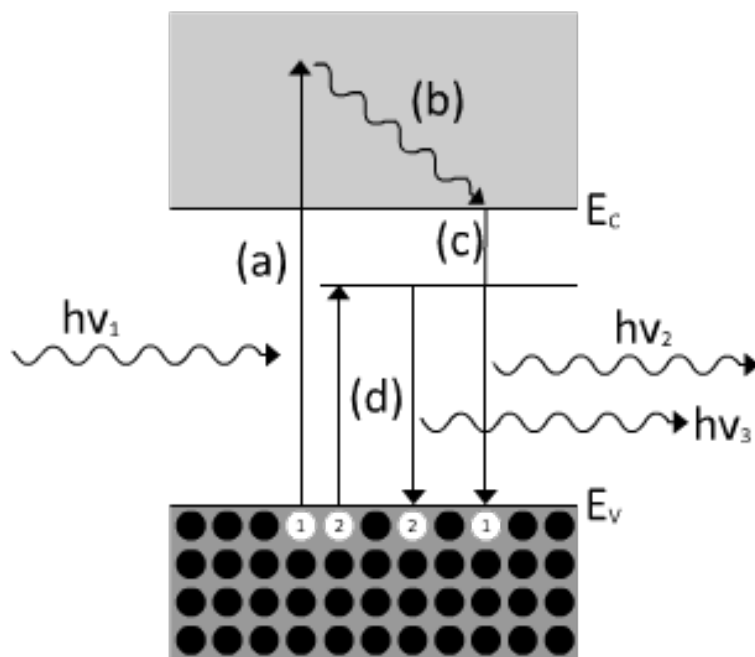
$$\eta = \frac{P_m}{P_{inn}} = FF \frac{I_{belysning} V_{OC}}{P_{inn}} \quad (19)$$

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 innkommende 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, θ_m er vinkelen til lyset, m er et heltall for diffraksjonsordenen og λ er bølgelengden. I et spektrometer er det ofte mulig å bytte mellom flere ulike spalteåpninger. 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 senterbølglengde. For å få ut et helt spekter må det gjøres flere målinger, med ulike senterfrekvenser.

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. Mengden lys, og bølgelengden til lyset registreres og lagres i en tabell som sendes til en datamaskin.

2.6.2 Støy

I tillegg til selve signalet er det også innslag av støy. Støy kan både være i lyset som treffer detektoren, og i selve kameraet. Eksempler på dette er termisk støy, mørkestrøm, ulik forsterkning på forskjellige piksler i kameraet, uønskede refleksjoner, andre ordens diffraksjonstopper, artefakter og ulikheter med tanke på forskjellig energi for forskjellige fotoner. Det vil alltid være støy på målingene, og ved å ha lengre integreringstid vil også støyen få større verdi på resultatet. Mørkestrøm kommer fra termisk energi i detektoren på kameraet, og er uavhengig av innkommende lys. Denne støyen blir registrert som et signal. Ved å kjøle ned kameraet, kan en redusere mørkestrømmen ned til neglisjerbar størrelse. Dette gjør at man kan ha lang integreringstid uten at resultatene drukner i støy. Andre ordens diffraksjon kan også dukke opp i spekteret. Hvis en laser på 532nm sendes inn, er intensiteten så høy at andre ordens diffraksjonstopp også er synlig. Den kommer da på 1064nm, som tilsvarer 1,165eV. For eksempel vil det ved en polert prøve være en del refleksjoner. Andre ordens diffraksjon fra laserens er ventet å være vesentlig høyere for en polert prøve, enn for en upolert.

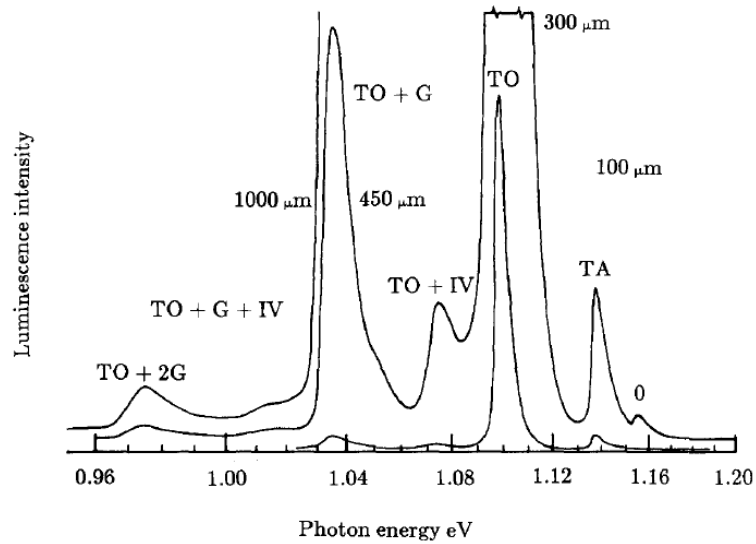
2.6.3 Forventet spekter for multikrystallinsk silisium

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 [3]. For et såkalt dårlig område er det ifølge [19] fire tydelige linjer som kommer til syne på multikrystallinsk silisium; D1, D2, D3 og D4 (se figur 13) som ikke er ventet å finne ved intrinsikk silisium.

Disse dårlige områdene er antatt å være relatert til dislokasjonslinjer [19] [2] [14]. 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 [10]. For å få fram tydelige topper, gjøres målinger

ved temperaturer under -150°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 karakteristikene.

2.6.4 Bra område



Figur 12: Spekter for intrinsikk silisium fra [3]

Disse målingene er gjort ved 28K med 4 ulike åpning mellom 100μm og 1000μm for lys inn på prøven. Labelene refererer til ulike fonon interaksjoner og modi.

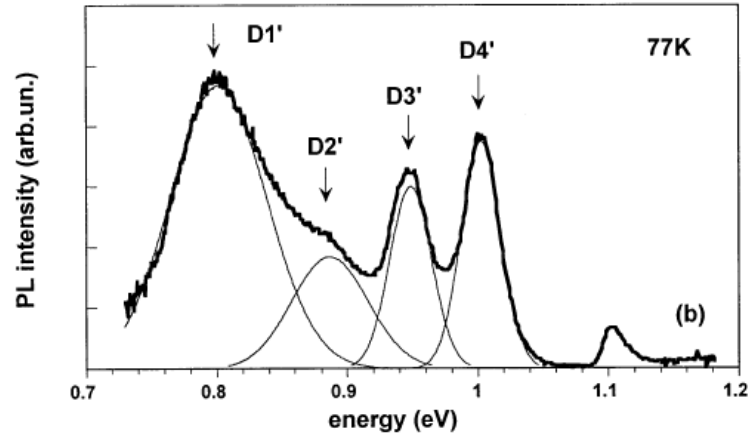
Energi	Årsak	Referanse
0,97eV	To fonon replika av TO (TO+2G)	[3]
1,015eV	Fonon replika av EHD (TO+G+IV)	[3]
1,04eV	En-fonon replika av TO (TO+G)	[3]
1,08eV	Elektron-hull droplet (EHD / TO+IV)	[3] [4]
1,10eV	Bånd til bånd rekombinering (TO)	[3] [1]
1,14eV	Transversal Akustisk Mode (TA)	[3]
1,16eV	Null-fonon komponent	[3]

Tabell 1: Forventede topper for et bra område ved lavtemperatur

Hovedtyngden er ventet ved bånd til bånd rekombinering. 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 (TO) 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 [3].

2.6.5 Dårlig område



Figur 13: D-linjer fra [19]

Energi	Årsak	Referanse
0,8eV	D1	[6] [18] [19]
0,83-0,89eV	D2	[6] [18] [19] [2]
0,95eV	D3	[6] [18] [19]
1,00eV	D4	[6] [18] [19]
1,04eV	En-fonon interaksjon (TO+G)	[3]
1,1eV	Bånd til bånd rekombinering (TO)	[1]
1,14eV	Transversal Akustisk Mode (TA)	[3]

Tabell 2: Forventede topper for et dårlig område ved lavtemperatur

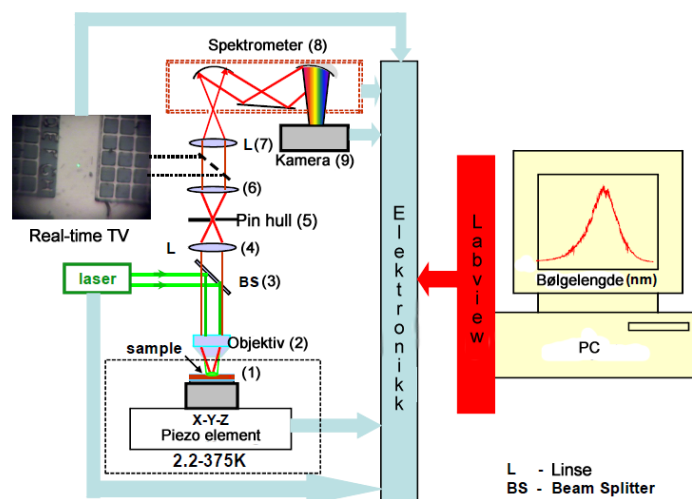
D1-4 er dislokasjonsrelaterte linjer [19]. Disse er kun tilstede i et dårlig område. Transversal optisk og akustisk fonon assisterte linjer ved 1,1eV og 1,14eV er også tilstede, men med betydelig mindre intensitet enn for et bra område [19] [1].

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 bølglengder 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 bølglengdene 900nm til 1700nm.



Figur 14: Laboppsett brukt på tidligere målinger

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

Nummer fra figur	Beskrivelse	Produktnavn	Produsent	Referanse
1	Vindu på cryostaten	Janis ST-500	Janis Research Company	[5]
2	Objektiv	NT46-405	Edmund Optics	[11]
3	Beam splitter	BS017	Thorlabs	[20]
4 6 7	Linse	ACN127-020-B	Thorlabs	[24]
5	Pin hull	ID12SS/M	Thorlabs	[25]
8	Spektrometer	iHR550 Imaging Spectrometer	Horiba Scientific	[16]
9	Kamera	InGaAs Spectroscopy CCD	Andor Technology	[13]

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. 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 37 under vedlegg) Objektivet har en transmisjonsfaktor på rundt 60% for bølgelengder mellom 500 og 1800nm (figur 38). Beamsplitteren er oppgitt til å dele strålen 50:50, med mellom 40% og 50% transmisjon for 400-700nm. Men ut ifra figur 41 ser det ut til å være økende tap for bølgelengder over 700nm (figur 41). På grunn av split prosessen forsvinner 50% av lyset uansett. 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 40)

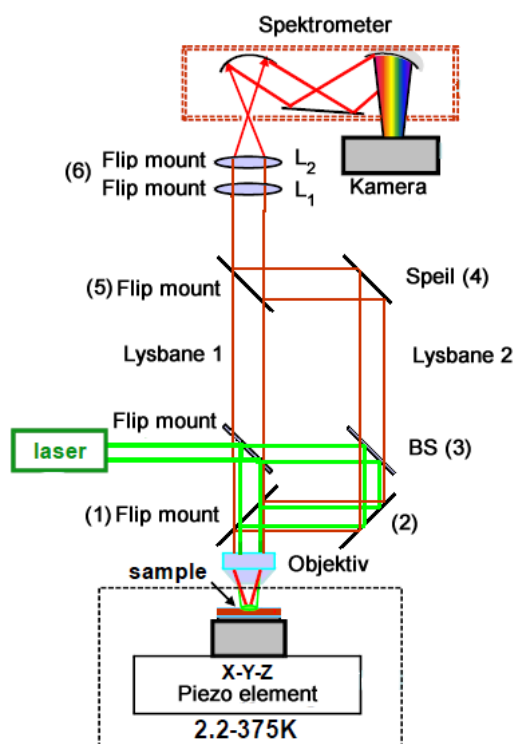
Dette viser at beamsplitteren og linsene som er brukt i oppsettet er kilder til tap, og bør byttes ut for målinger med bølgelengder over 700nm.

3.2 Forslag til nytt oppsett

Det kommer fram av datablad at beamsplitteren og linsene er optimalisert for andre bølgelengder enn de som er mest interessante. For å kunne gjøre målinger mellom 1 μ m og 1,5 μ m bør disse byttes ut med komponenter som har begrenset med tap for disse bølgelengdene. 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 15: Parallell veibane for bølglengdene $1\mu\text{m}$ - $1,5\mu\text{m}$

Utstyr for å realisere dette oppsettet:

Nummer fra figur	Beskrivelse	Produktnavn	Produsent	Referanse
1 2 4 5	Speil	PF10-03-P01-10	Thorlabs	[26]
1 4	Flip mount (for speil)	FM90/M	Thorlabs	[22]
3	Beam Splitter	BS018	Thorlabs	[21]
6	Linse	LB4330	Thorlabs	[27]
6	Flip mount (for linse)	TRF90/M	Thorlabs	[23]

Tabell 4: Utstyr til parallell lysbane

Linsa som er valgt ut skal i følge datablad (figur 44) klare over 90% transmisjon helt opp til $2\mu\text{m}$ i motsetning til den forrige linsa som er optimalisert for bølglengder 650nm-1050nm (figur 42). Da målingene som skal gjøres

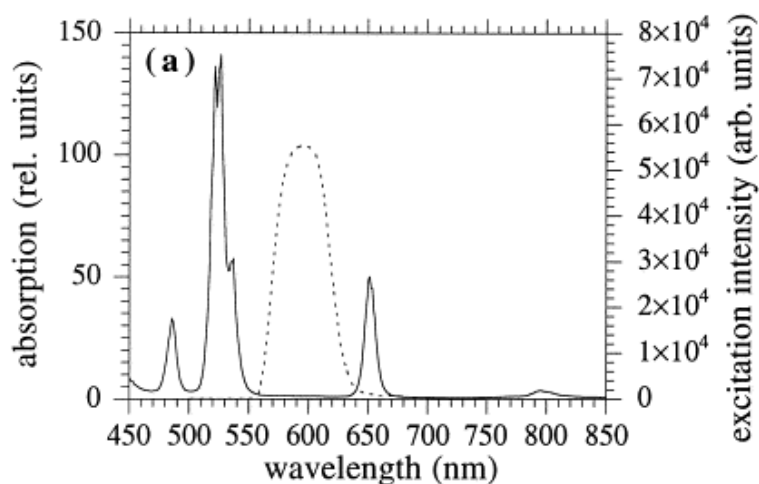
kan gjøres over et relativt stort område på prøven er det ikke så farlig om det belyste området ikke holder 100% fokus, slik at et avvik på noen grader i strålebanen ikke er kritisk for resultatet. Det trengs kun en linse på den parallelle banen for å fokusere inn til spektrometeret som alene gjør at det blir mindre tap. Beamsplitteren er oppgitt til å ha mindre enn 0,3% refleksjon for bølglengdene 1,1 til 1,6 μm (figur 43). Det vil fortsatt forsvinne 50% intensitet her på grunn av at lyset splittes, men det frekvensavhengige tapet for disse bølglengdene er minimalisert ved at den er optimalisert for de bølglengdene som er mest interessante for multikrystallinsk silisium.

Laseren har bølglengde 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.

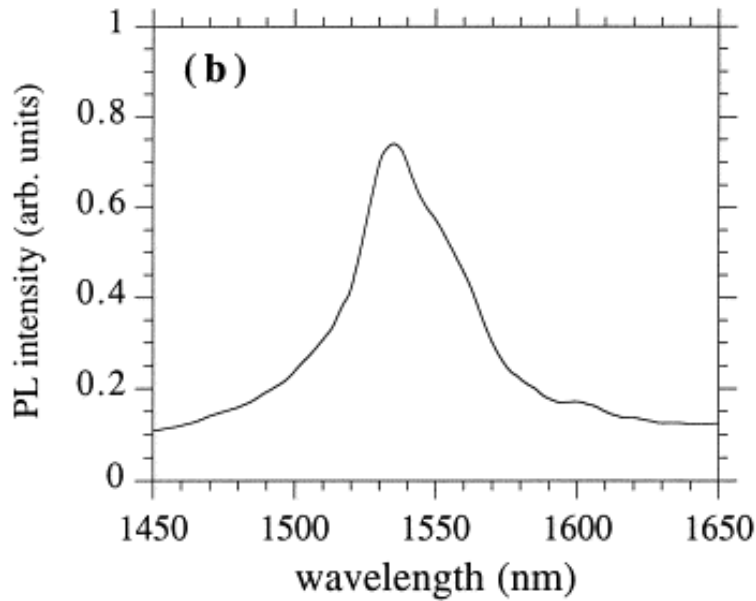
Speil monteres på en såkalt 'flip mount', slik at det kan skrus fast i det optiske bordet i en bestemt posisjon, og vippes 90 grader inn eller ut av strålebanen, slik at det blir en parallell optisk bane for lyset å følge når målinger som antas å ligge over 1000nm skal gjøres.

3.3 Test av nytt oppsett

For å verifisere det nye laboppsettet, er det tatt i bruk en prøve dopet med Erbium som i følge [8] skal lyse opp rundt 1550 (se fig. 17). Denne prøven har et absorpsjonsspekter som vist i figur 16, som gjør grønn laser på 532nm særdeles godt egnet som pumpelys.



Figur 16: Erbium prøve referanseverdi for absorpsjon



Figur 17: Erbium prøve referanseverdi for eksitasjon

Til å måle på prøven brukes grating lik 300 i spektrometeret, som gir et intervall på 140nm som er detekterbart i kameraet. Så settes en senterfrekvens for målingene, 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 85% effektivt for bølgelengder mellom 900nm og 1700nm (se figur 40). Det gir ut en verdi i form av et tall, som sier noe om hvor mye lys de ulike bølgelengdene har i form av intensitet. Disse dataene sendes til en datamaskin som behandler dem.

Linsene i det gamle oppsettet var optimalisert for bølgelengder mellom 700nm og 1000nm. Bølgelengdene som er interessante her ligger rundt 1550nm som tilsvarer 0,8eV. 0,8eV er hvor D1 linja forventes. Det er ikke oppgitt i datablad hvor mye tap det er for bølgelengder rundt 1550nm i denne linsa, men det er antydning til at det blir flere prosent. Den nye linsa er oppgitt til å ha 5% tap for 1550nm. Tatt i betraktning at den parallelle veibanen bare har en linse, mot tre linser tidligere, er det rimelig å anta at minst 10% av tapet unngås ved bruk av en ny linse, i forhold til tre gamle. Beamsplitteren i det gamle oppsettet antyder voldsom økning i tap for bølgelengder over 650nm. Datablad viser 0,7% tap for 650nm. Hvis tendensen fra databladet til beamsplitteren fortsetter for høyere bølgelengder vil tapet rundt 1550nm være over 90% for transmisjon gjennom splitteren.

For et signal med verdi 100%, vil det gjennom veibane 1 være:

$$100\% * 0,9^3 * 0,1 \approx 7\% \quad (21)$$

igjen av lyset på 1550nm når det når spektrometeret. Hvis man antar 10% tap i hver av linsene, og antar at tendensen til tap i beamsplitteren fra datablad fortsetter for høyere bølgelengder. For lysbane 2 blir det følge datablad

$$100\% * 0,95 * 0,4 * 0,98^4 \approx 35\% \quad (22)$$

av som lyset kommer fram til spektrometeret. Dette tilsvarer fem ganger så mye signal ved 1550nm til spektrometeret gjennom lysbane 2, enn gjennom lysbane 1.

I det nye oppsettet vil emmitert lys ut av prøven med bølgelengde 900-1600nm i gjennomsnitt miste 5% gjennom vinduet til cryostaten, 40% gjennom objektivet, 0,02% i speilene, 55% i beamsplitteren og 5% i linsa før det når spektrometeret. Kameraet har en effektivitet på 85 % for disse bølgelengdene. Det vil si at det kun er

$$100\% * 0,6 * 0,98^4 * 0,45 * 0,85 \approx 21\% \quad (23)$$

av emmiterte fotoner som blir detektert av kameraet, selv med nye komponenter.

3.4 Lavtemperatur målinger i cryostat

For å oppnå lave temperaturer tas det i bruk en Janis ST-500 kryostat [5]. Med denne er det mulig å operere fra 3,5K til 375K. Flytende helium brukes til å kjøle ned prøven. Veldig lave temperaturer kan oppnås ved å bruke flytende helium som fordamper 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 fordamper. Hadde det vært luft i systemet ved innføring av helium ville eventuell vanndamp ha fryst til is og blokkert flyten av helium.

532nm laser har en inntrengningsdybde på 9,5 μm i krystallinsk silisium [12]. Det vil si at defekter som dislokasjoner som ligger dypere enn det ikke er mulig å observere med pumpelaser på 532nm.

Kameraet integrerer opp lyset over et gitt intervall, og gir ut et tall. Dette tallet sier noe om hvor mye lys som treffer det bestemte pikselet. Formålet med dette er å gi ut en oversikt over mengden fotoner ved en bølgelengde, for å kunne enkelt se og sammenligne topper i spekteret. Jeg har i denne oppgaven valgt å kalle dette tallet som kommer ut av kameraet for lysmengde.

I dette prosjektet kjøles kameraet ned til -75°C før målingene tas, for å være innenfor en sikkerhetsmargin på avkjølingen da kameraet er oppgitt til å ha en minimum driftstemperatur på -85°C. For å transportere bort

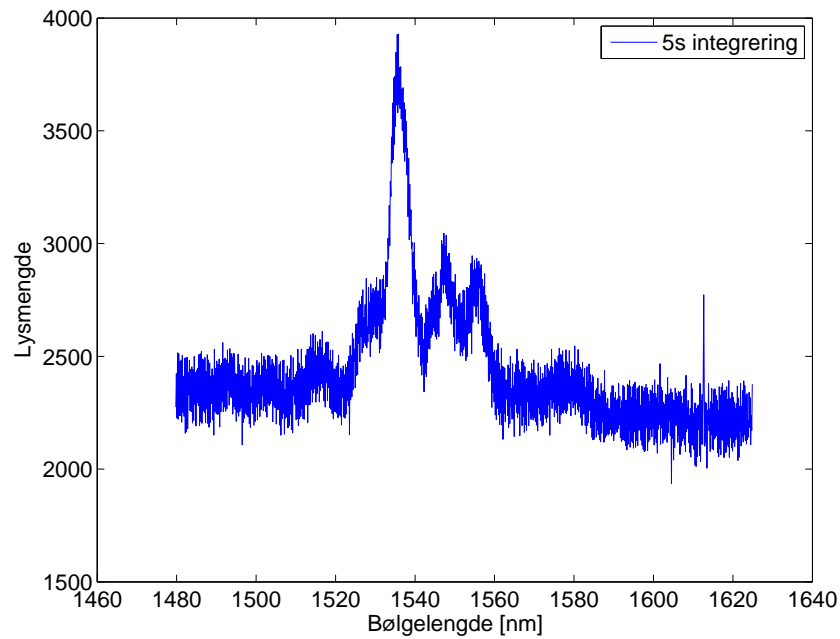
varmen fra kameraet benyttes vannkjøling. Dette gjøres for å minimere støy fra mørkestrøm, for å kunne ha lang integreringstid.

Kameraet er oppgitt til å ha en effektivitet på 85% for bølgelengder mellom 900nm og 1700nm. Dette tilsvarer henholdsvis 1,38eV og 0,73eV (1), og er det området som er interessant for målinger på multikrystallinsk silisium [3] [19].

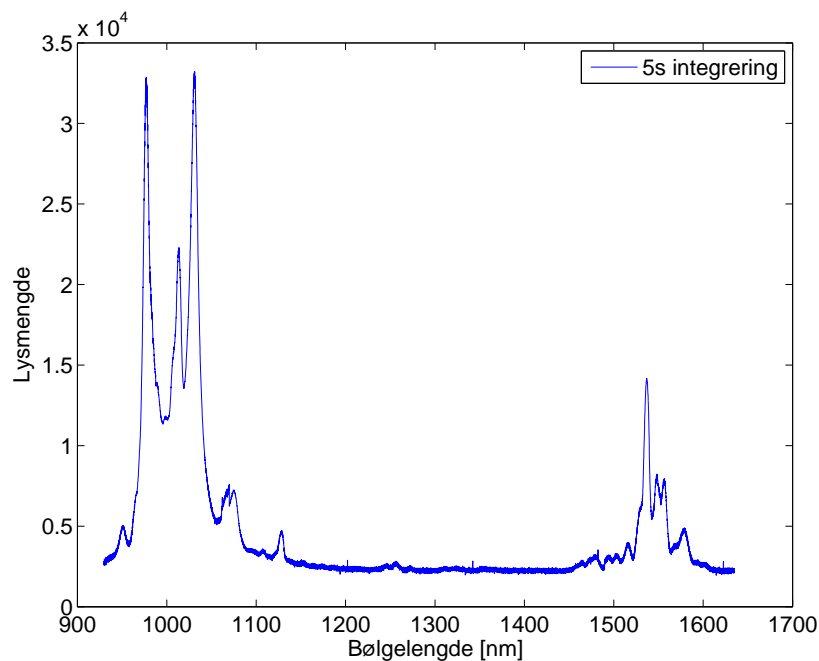
4 Resultater

4.1 Referanseprøve i romtemperatur

Figur 18 og 19 viser Erbium referanseprøve ved 300K, pumpet med 532nm laser, med grating lik 300.



Figur 18: Eksitert lys sendt gjennom laboppsett brukt på tidligere målinger, med senterfrekvens rundt 1550nm

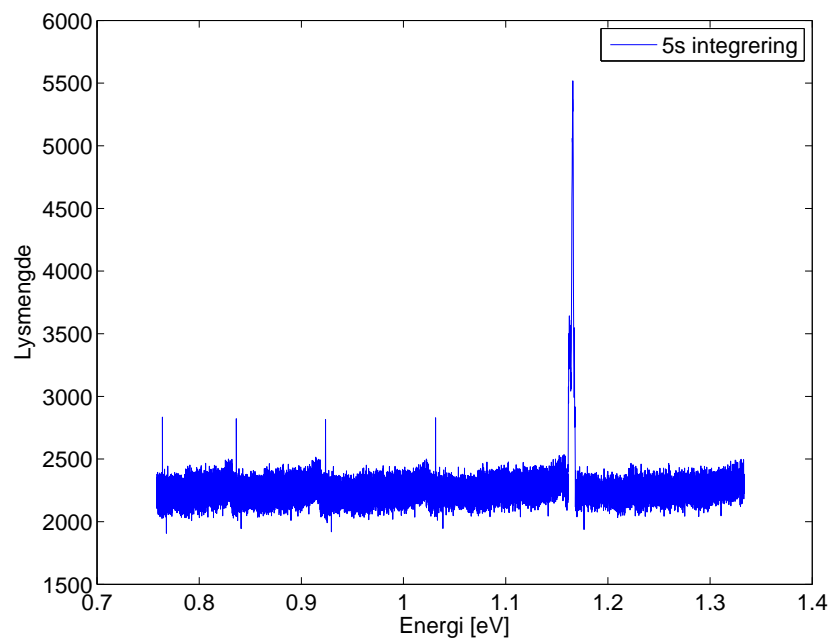


Figur 19: Eksitert lys sendt gjennom nye komponenter

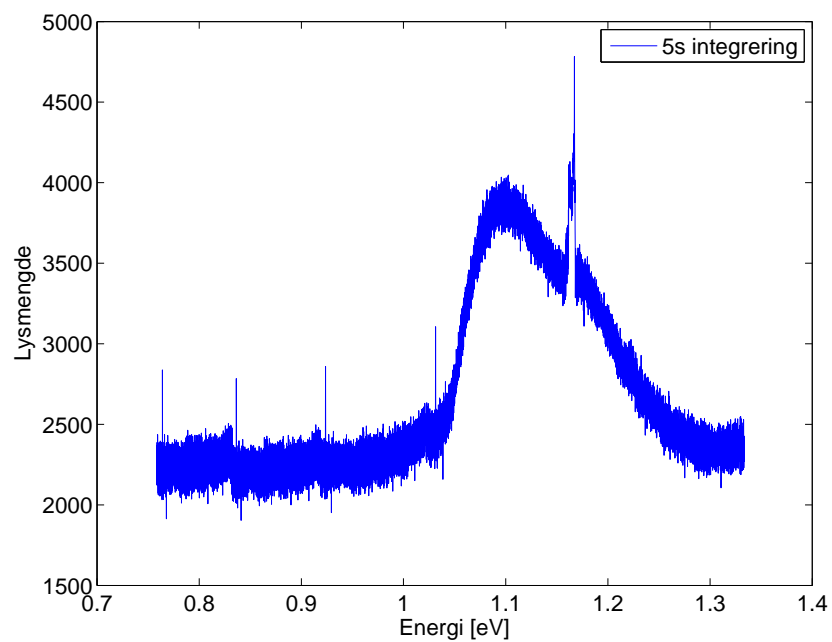
Figur 18 og 19 viser resultatet fra erbium dopet prøve gjennom gammelt og nytt oppsett. Målet med denne var å observere forskjeller mellom ny og gammel strålebane.

4.2 Polert og upolert prøve i romtemperatur

Figur 21 og 20 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. Disse prøvene er de samme prøvene som sintef har brukt på tidligere målinger.

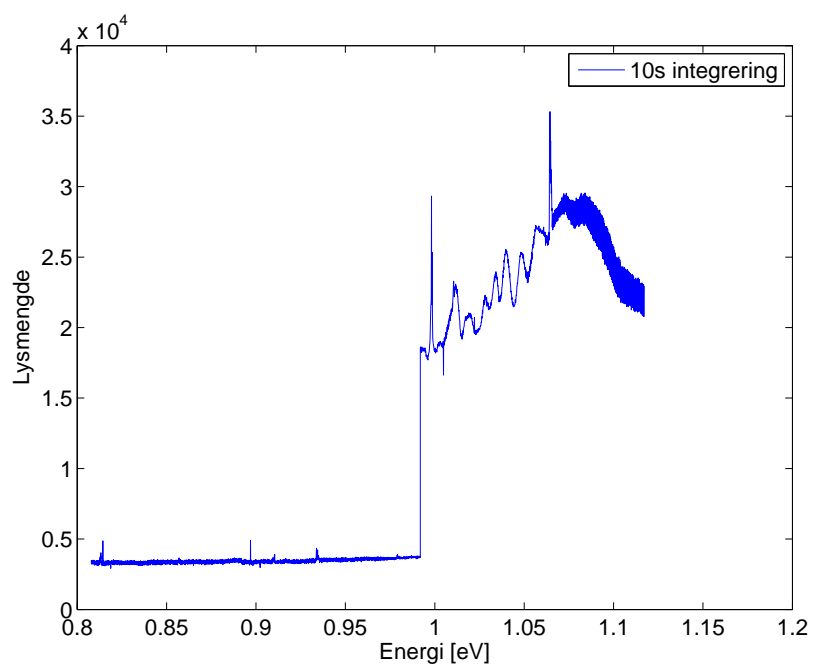


Figur 20: Polert multikrystallinsk silisium



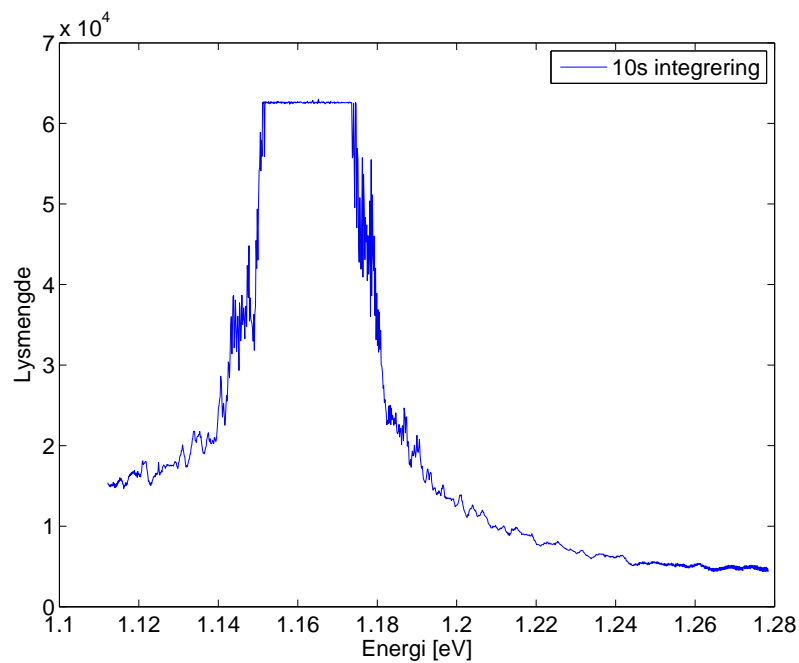
Figur 21: Upolert multikrystallinsk silisium

4.3 Sample 4 i romtemperatur



Figur 22: Sample 4 i et dårlig område

Figur 22 bruker 60s integreringstid for intervallet 1 til 1,1eV

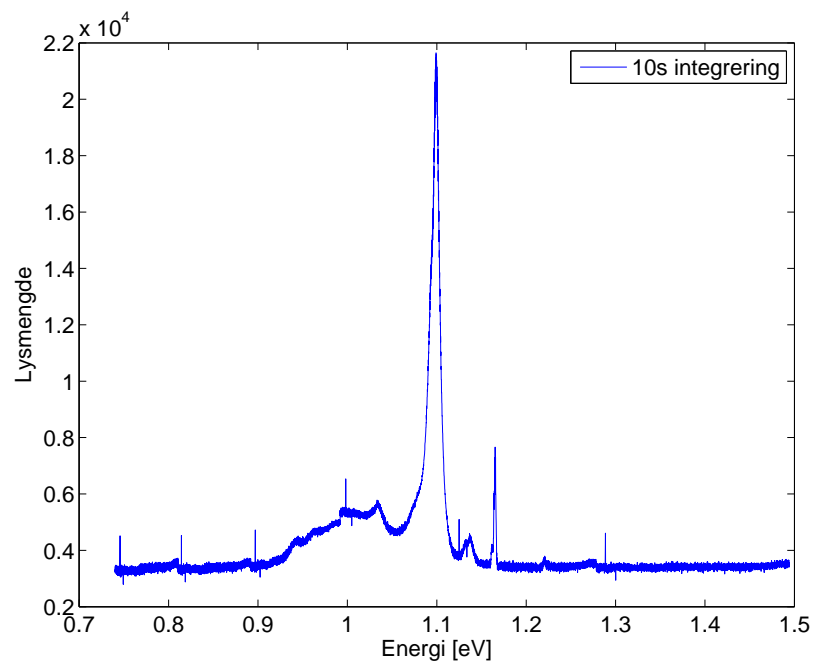


Figur 23: Sample 4 i et bra område

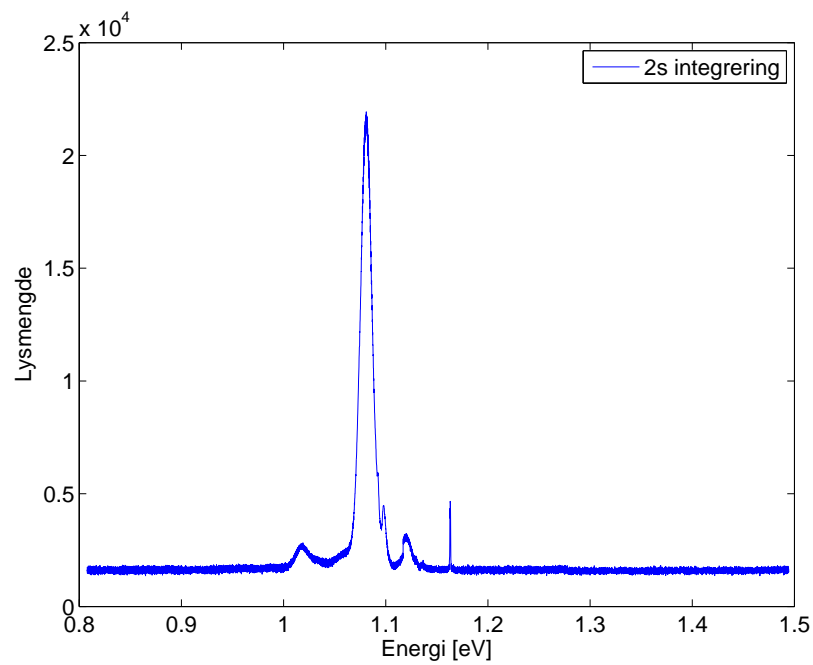
Figur 23 viser den eneste markante karakteristikken som ble observert i et bra område ved romtemperatur.

4.4 Sample 4 ved lavtemperatur

Grating er satt til 300, og pumpelyset er fortsatt 532nm på samtlige målinger.



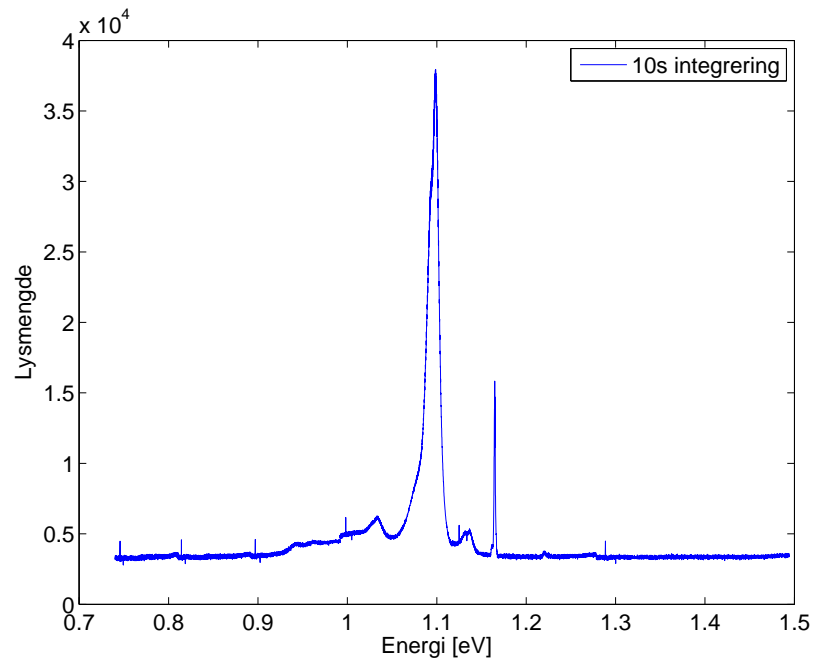
Figur 24: Sample 4 belyst med 13mW, ved 23K



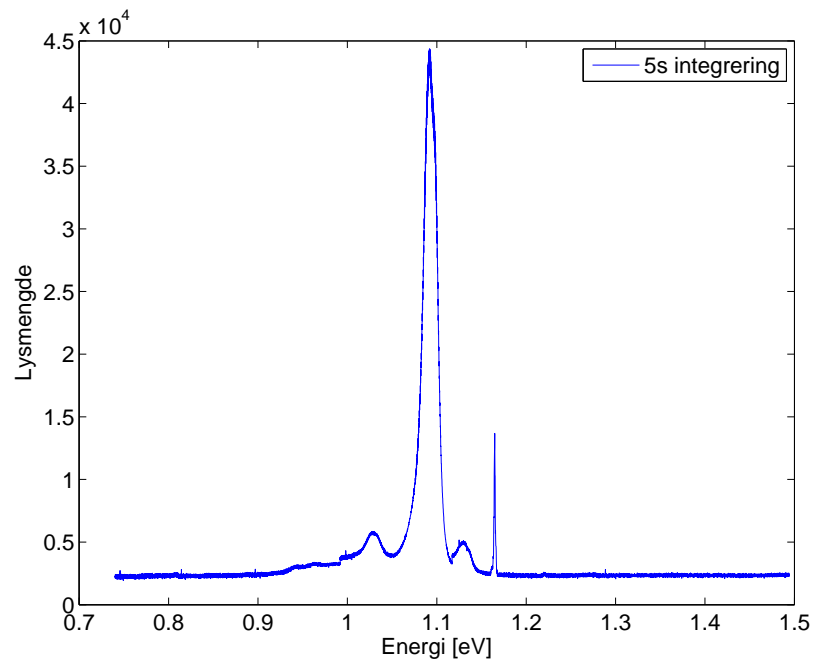
Figur 25: Sample 4 belyst med 4.6mW, ved 18K

Resultatene fra figur 24 og 25 viser til punkter på prøven med stor

forskjell i størrelse på den dominerende karakteristikken. Det er ikke undersøkt på forhånd hva slags områder som blir belyst i disse figurene.

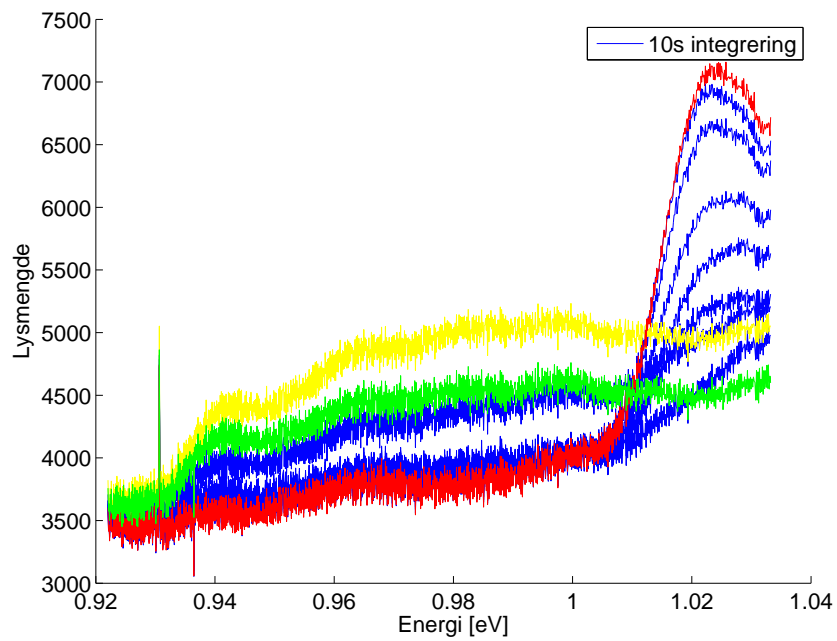


Figur 26: Sample 4 belyst med 15mW, ved 23K



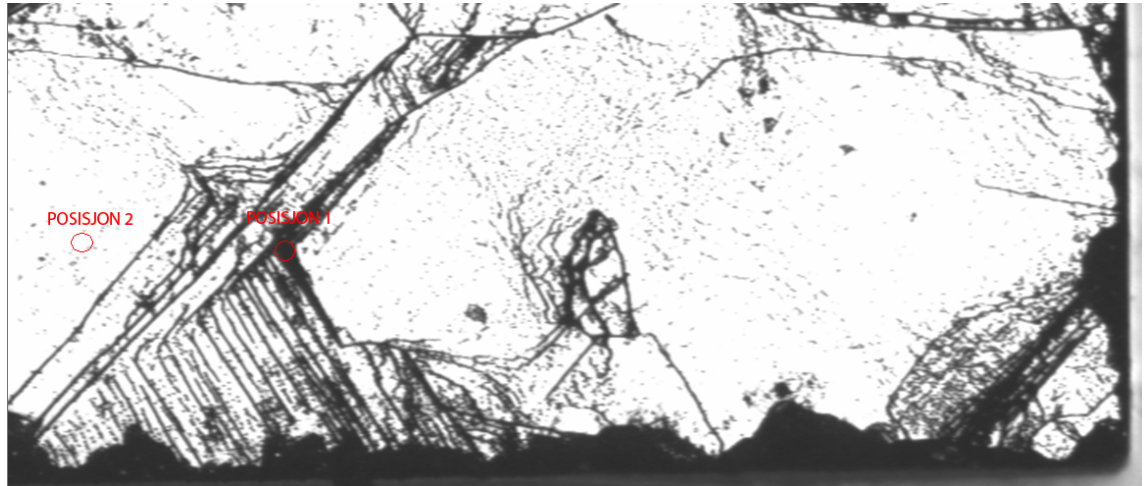
Figur 27: Sample 4 belyst med 30mW, ved 23K

Forskjeller i temperatur og intensitet på laseren blir prøvd ut på samme punkt i figur 26 og 27.



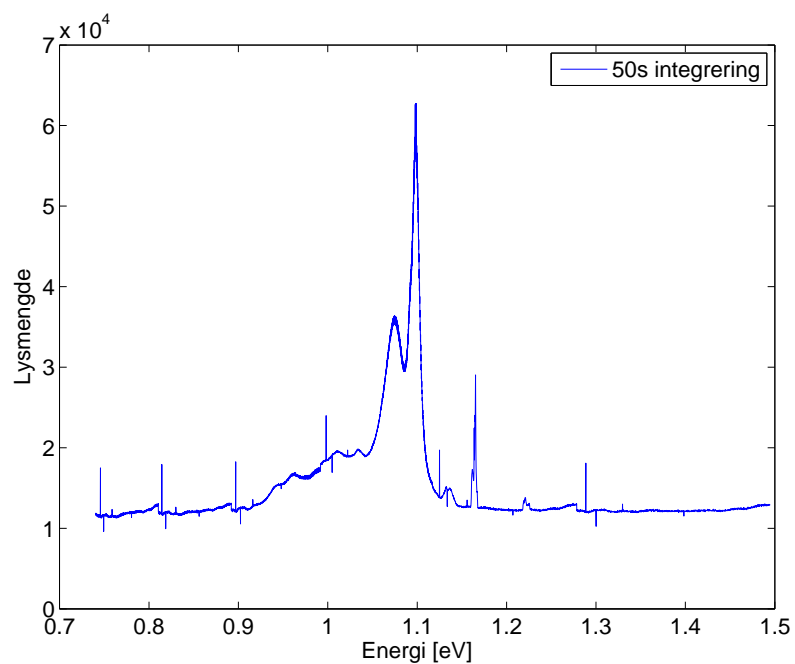
Figur 28: Ulike posisjoner på Sample 4 belyst med 13mW, ved 23K

Figur 28 viser et utdrag av 20 ulike punkter på prøven.

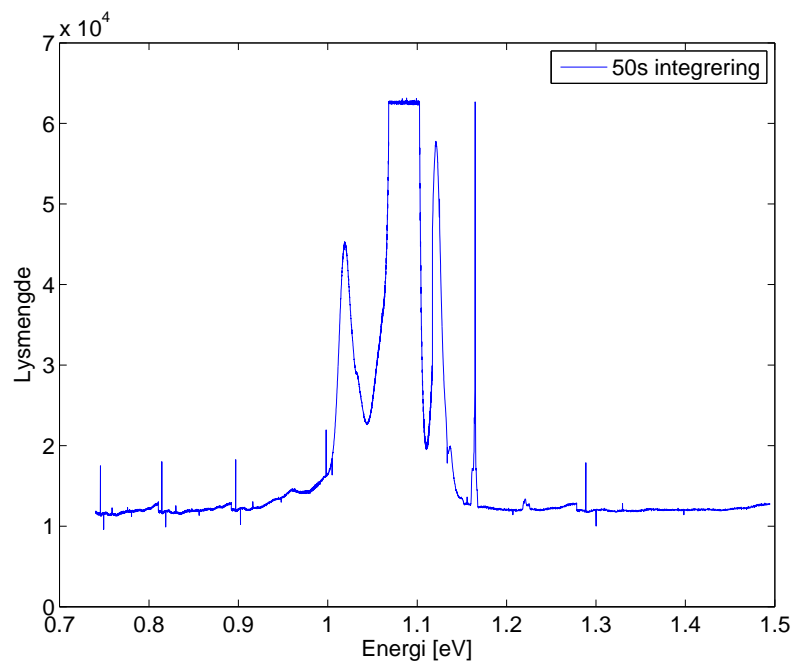


Figur 29: Sample 4 avbildet, med posisjonene til resultat i figur 30 og 31

Bildet i figur 29 av Sample 4 er tatt med lysmikroskop og 50x forstørring. Avstanden mellom posisjon 1 og posisjon 2 er rett under $300\mu\text{m}$.



Figur 30: Resultatene fra posisjon 1 i figur 29



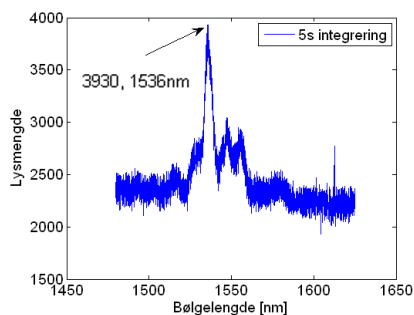
Figur 31: Resultatene fra posisjon 2 i figur 29

5 Diskusjon

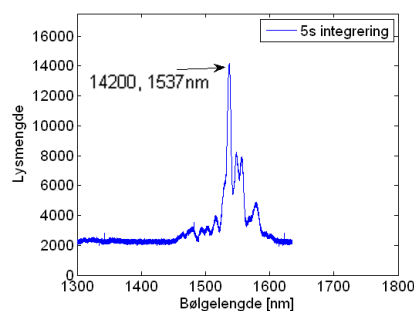
For å optimalisere laboppsettet ble det gjort målinger hvert sekund, og utstyret justert slik at det ble høyest mulig amplitude. Høyere amplitude viser til mindre tap i systemet.

5.1 Forbedring med nytt oppsett

Emmitert lys fra referanseprøven ble sendt gjennom gammelt oppsett, og nytt oppsett. De mest interessante bølgelengdene befinner seg i området rundt 1550nm, altså ved 0,8eV. Det var på forhånd ventet en vesentlig forbedring for disse bølgelengdene.



Figur 32: Referanseprøve gjennom gammelt oppsett



Figur 33: Referanseprøve gjennom nytt oppsett

Figur 32 og 33 viser at det nye utstyret gir mer enn tre ganger så mye lys for bølgelengder rundt 1550nm. Forventet resultat var fem ganger så mye lys, men dette var basert på en rekke antagelser om tap i eksisterende utstyr. Det nye oppsettet gir en klar forbedring for interessante bølgelengder.

5.2 Upolert og polert prøve i romtemperatur

Prøven i figur 20 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.

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 luminescensspekteret, og antas å komme fra andre ordens diffrasjon gitt av (20)

Det er også dukket opp enkeltstående 'spiker' som ikke hører til noe kjent karakteristikk for silisium. Dette er en voldsom økning i lysmengde i resultatet for et veldig lite bølgelengdeområde. Eksempelvis med senterfrekvens på 1280nm fra resultatene i figur 20 viser en verdier rundt en spiker:

Bølgelengde	Lysmengde
1341.950nm	2089.000
1342.088nm	2419.000
1342.225nm	2814.000
1342.362nm	2338.000
1342.499nm	2109.000

Tabell 5: Uregelmessig resultat ved 1342.2nm

Og med senterfrekvens på 1420nm:

Bølgelengde	Lysmengde
1482.136nm	2089.000
1482.272nm	2403.000
1482.408nm	2822.000
1482.544nm	2320.000
1482.680nm	2140.000

Tabell 6: Uregelmessig resultat ved 1482.4nm

Årsaken til disse er sannsynligvis et defekt piksel på kameraet, da de dukker opp helt konsekvent på samme sted i målingen rundt senterfrekvens + 62nm. Bredden på disse er også under 0,4nm, som er oppgitt nøyaktighet for spektrometeret [16].

Den upolerte prøven i figur 21 er mer som forventet med bakgrunn i [3], 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. Refleksjoner fra laseren er også vesentlig mindre her enn for den polerte prøven.

5.3 Sample 4 i romtemperatur

Målingene gjort i romtemperatur på sample 4 er preget av mye støy som en følge av høy intensitet fra laseren. Sample 4 i figur 23 er gjort på et såkalt bra område som hovedsaklig består av krystallinsk silisium. Her er det kun refleksjon fra laseren som er synlig. Det er samme resultat som for den polerte prøven i figur 20. Det er fortsatt uklart hvorfor ikke båndgapet til silisium

kommer til syne her. Den polerte blanke overflaten reflekterer store mengder laserlys, som gir en kraftig spiker ved andreordens diffraksjonsmønster.

Intervall fra 1eV til 1,1eV er tatt med lenger integreringstid, for å lokalisere toppen ved 1,1eV i et dårlig område. For et dårlig område (figur 22) er det antydning til en topp ved 1,1eV som tilsvarer båndgapet til silisium. D-linjene er ikke synlig i romtemperatur her i det hele tatt. Det er samme resultat som i [18]. Det ventes en topp tilsvarende den i figur 30, bare bredere, men denne er sterkt påvirket av støy. Også her er refleksjoner fra laserlyset dominerende på spekteret.

5.4 Sample 4 ved lavtemperatur

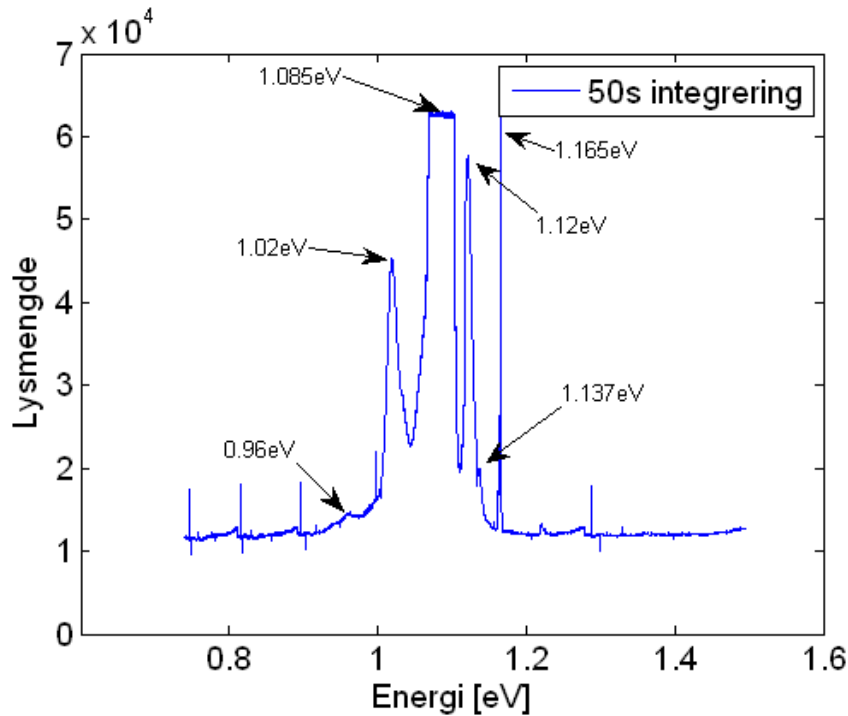
Med bakgrunn i figur 28 ble det gjort en måling i et såkalt dårlig område, og en måling i et bra område, med lang integreringstid. Et bra område består hovedsakelig av intrinsikk silisium. Posisjonene er avmerket på figur 29.

Resultatene i figur 24 og 25 viser til en voldsom endring i lysmengde for den høyeste toppen. Den ene figuren har en høyere topp, med en femtedel av integreringstiden, enda pumpelyset er under halvparten. Det vil si at antall tilstander over båndgapet er dramatisk redusert i figur 25.

Figur 26 og 27 viser at det er liten forskjell mellom intensitet fra laseren. Dette er sannsynligvis et resultat av at intensiteten fra laseren er høy i begge tilfeller til å kunne fylle alle ledige tilstander i prøven som er synlig på spekteret.

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 [19] er dominert av effekter i forbindelse med dislokasjonslinjer eller defekter i krystallstrukturen. Eksempelvis i figurene 24 og 25. I figur 28 er det et utdrag av 20 målinger gjort på forskjellige lokasjoner på Sample4. Her kommer det fram at denne karakteristikken er posisjonsavhengig.

5.4.1 Bra område

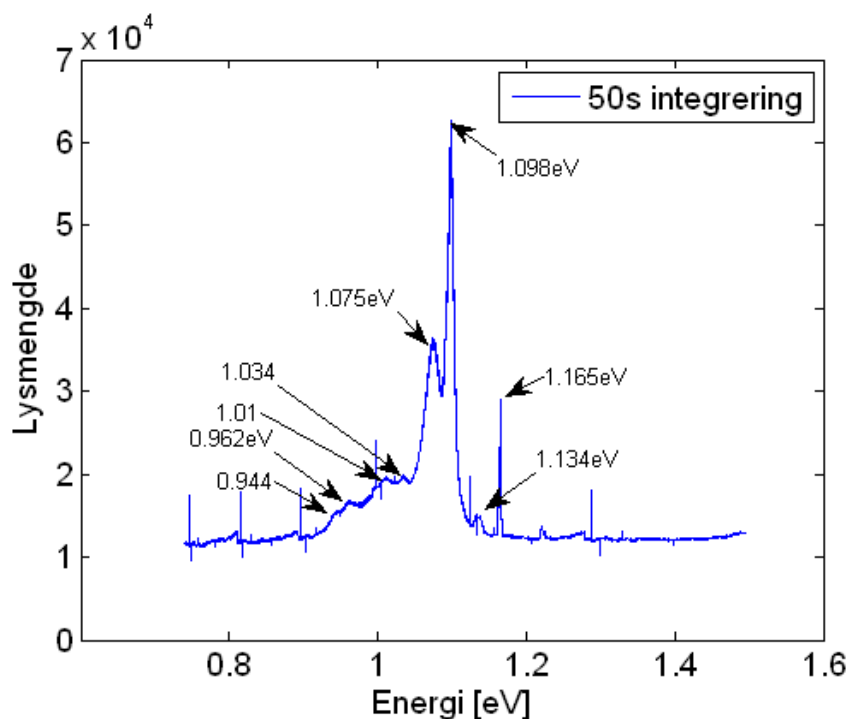


Figur 34: Sample 4 for et bra område

Sammenlignet med intrinsikk luminescense måling av silisium ved 26K gjort i [3] stemmer figur 31 veldig bra med forventende verdier. Hovedtyngden ligger rundt 1,1eV som blir kalt transversal optisk mode i [3]. Dette er bånd til bånd rekombinering [1]. Med 50s integreringstid gikk kameraet i metning for denne bølgelengden, men med bakgrunn i resultater fra figur 26 og 27 er det tydelig at denne karakteristikken er dominant også her. Altså, at mesteparten av energien ligger ved det indirekte båndgapet til silisium. Det var ventet en elektron-hull droplet karakteristik ved 1,08eV. Bånd til bånd karakteristikken ser ut til å være for dominant til å kunne separere elektron-hull droplet karakteristikken. Fotonene assistert av to fonon var ventet ved 1,04eV. Det antas at den her forsvinner i fonon replika til elektron-hull droplett ved 1,02eV som har vesentlig høyere intensitet enn for et dårlig område. Andre ordens diffraksjon fra laseren er som forventet ved 1,165eV. Linjene som er karakteristisk for et dårlig område, som for eksempel ved dislokasjonslinjer, er ikke å finne i figur 31. I følge [3] har det dukket opp en antydning til tre fonon assisterte fotoner rundt 0,96eV, transversal akustisk linje ved 1,12eV og en ideelt sett forbudt prosess der det ikke er noen fononer involvert med energier like over 1,14eV synlig som en liten topp. Toppene har et lite avvik i forhold til [3]. Det er mulig dette skyldes

støy, eller forskjeller i kamera eller spektrometer. Resultatet er som forventet, uten store forskjeller.

5.4.2 Dårlig område

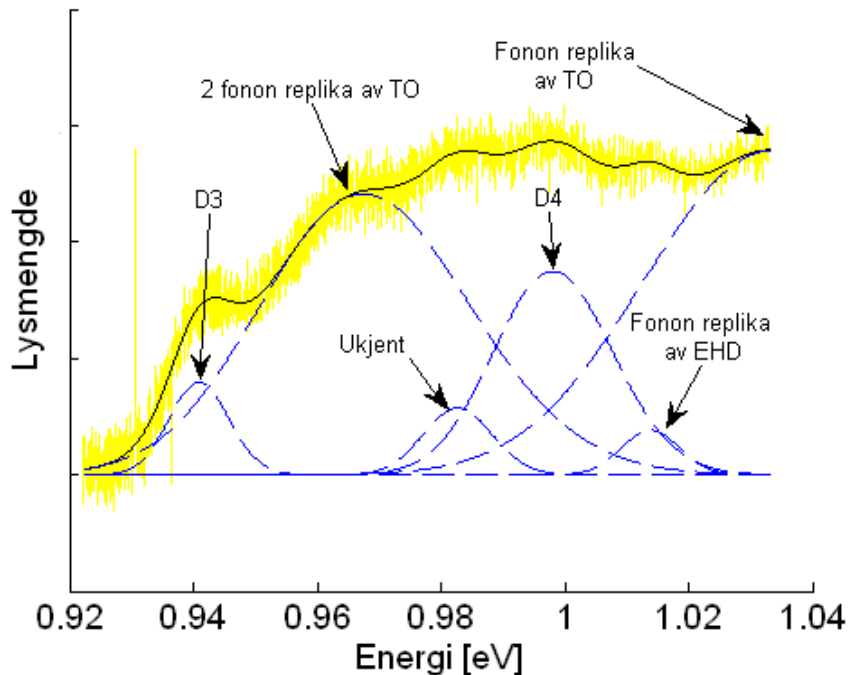


Figur 35: Sample 4 for et dårlig område

Resultatene fra et dårlig område i figur 30 viser et bredt spekter rundt 1eV som ikke er synlig for et bra område, som vist i figur 31. Resultatene fra [19] viser til mye tydeligere topper for dette området, 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 [19] [1]. Linjene som omtales som D1 og D2 ser ut til å være helt borte. D3 og D4 er fra tabell 2 var ventet å være synlige ved henholdsvis 0,95eV og 1,00eV. Resultatet viser en topp ved 0,944eV og en ved 1,01eV. Toppen ved 1,01eV er også høyere enn toppen ved 0,944, som ikke samsvarer med forholdet mellom D3 og D4. D3 er et fonon replika av D4 [9], og ventes derfor å være vesentlig lavere. Toppen ved 1,1eV, som kommer av båndgapet til silisium, er som ventet lavere enn for et bra område. Det samme er fonon replikert topp ved 1,034eV (ventet ved 1,04eV). Toppen ved 1,12eV blir omtalt som transversal akustisk fonon assisert rekombinering [3]. Det er også antydning til en tre-fonon assisert topp ved 0,962eV, som ligger på akkurat samme energi som for

et bra område. Det samme gjelder toppen ved 1,134eV som for et bra område som kan relatere seg til null-fonon interaksjon. Det er også mulig at denne toppen kommer av forurensinger fra jern [15], da forurensinger også bidrar til å gjøre et område dårlig. Det er en topp ved 1,075eV som er antatt å komme fra elektron-hull droplet [4]. Posisjon og amplitude på denne toppen er avhengig av intensiteten på laseren [4]. Det antas at denne karakteristikken først blir synlig når 1,1eV toppen blir liten nok til ikke å dominere spekteret. Det er et lite avvik i resultatene i forhold til forventede verdier på d-linjene. En forklaring kan være at posisjon og temperatur til d-linjene er avhengig av temperatur [2].

5.5 Gausstilnærming av dårlig område



Figur 36: Gausstilnærming av spekter fra dårlig område

Ved å sette inn gausskurver for kjente karakteristikker for et dårlig område, kan gausskurvene tilnærmes for å treffe spekteret best mulig (figur 36). For å kunne forklare dette spekteret er det satt inn en ekstra ukjent kurve for å få tilnærmingen til å stemme. Det ser ut til at det inngår en ukjent karakteristik rett under D4 linja. Videre studie bør gjøres for å finne årsaken til denne. D4 ligger rett under forventet verdi, mens D3, som er et fonon replika av D4, har enda mer avvik fra forventet energi. D3 er ventet å ha vesentlig

mindre amplitude enn D4, noe som stemmer bra her [9].

D1 og D2 linjene er ikke å finne på spekteret i det hele tatt. Disse er antatt å ha noe med hverandre å gjøre [19]. [1] antyder at D1 og D2 linjene kan ha noe å gjøre med lokale fenomen, som materialstress. Hva som gir disse linjene er ikke kjent, men antas å være relatert til dislokasjoner. [18] viser at D1 linja ofte dominerer spekteret for dislokasjoner, med relativt bred utstrekning. Dersom linjene hadde vært tilstede, er det sannsynlig at de ville dukket opp på spekteret, selv med tap i systemet, da D3 og D4 linjene er synlige. Fraværet av D1 og D2 bør undersøkes mer nærmere.

Tidligere forsøk gjort av Sintef 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. Å kunne se D3 og D4 linjene er en klar forbedring i forhold til tidligere forsøk. Det er mulig at det er forskjeller i prøvene som utgjør problemet. Tatt i betraktning hvor lav intensitet d-linjene har, og hvor mye tap som kom av tidligere utstyr, er det usikkert om disse linjene ville vært synlige tidligere, selv om de var tilstede.

6 Konklusjon

Oppsettet fra tidligere har store tap for bølgelengder rundt 1550nm, eller 0,8eV, som er relatert til dislokasjoner og defekter for multikrystallinsk silisium. Ved å sette opp en parallell veibane til bruk for disse bølgelengdene, kommer det fram over tre ganger så mye lys til spektrometeret, enn gjennom det gamle oppsettet ved 1540nm.

Det er observert posisjonsavhengighet på spekteret. Ytterpunktene befinner seg i et såkalt bra område, og et dårlig område med defekter og dislokasjoner. Nye målinger på et bra område viser en karakteristikk som stemmer bra med tidligere publikasjoner, og viser kjente fotoluminescens spekter.

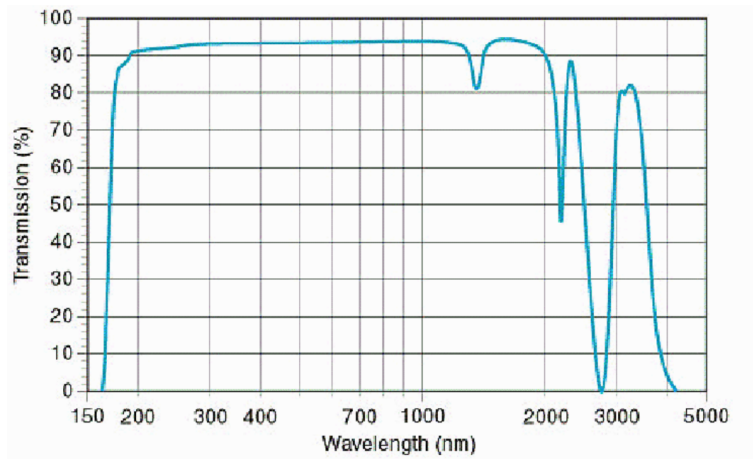
Nye målinger for et dårlig område får fram et spekter som er relatert til dislokasjonslinjer. Det er kun D3 og D4 linjer som er synlige. D1 og D2 er ikke observert. Årsaken til fraværet av D1 og D2 er ikke kjent, og bør undersøkes nærmere. Det samme gjelder antydning til en ukjent karakteristikk med energi rett under D4 linja. Det er også kommet fram en topp som relateres til elektron-hull droplet, som ikke er synlig for et bra område. Spekteret med dislokasjonslinjer har ikke vært synlig tidligere ved denne labben. Prosjektet er i så måte et steg framover.

Referanser

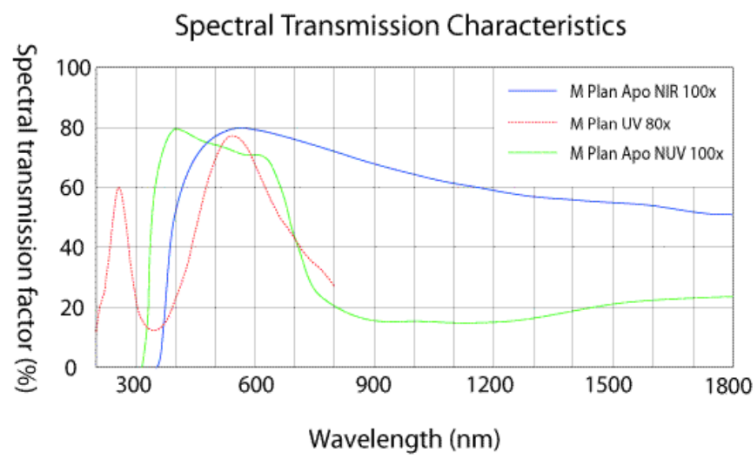
- [1] T. Arguirov, W. Seifer, G. Jia, and M. Kittler. Photoluminescence study on defects multicrystalline silicon. 2006.
- [2] Tz Arguirov, W Seifert, and M Kittler and J Reif. Temperature behaviour of photoluminescence and electron-beam-induced current recombination behaviour of extended defects in solar grade silicon. *J. Phys: Condens*, 2002.
- [3] Gordon Davies. The optical properties of luminescence centres in silicon. 1988.
- [4] N. Drozdov and A. Fedotov. Electron-hole drops in dislocational silicon. *Microelectronic Engineering* 66, 2002.
- [5] Janis Research Company Inc. Cryostat janis st-500. <http://www.janis.com/products/productsoverview/SuperTranContinuousFlowCryostatSystems/ST-500MicroscopyCryostat.aspx#>.
- [6] 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.
- [7] Bahram Jalali. Physics and technology forefronts - silicon lasers. *American Physical Society*, 2006.
- [8] A. J. Kenyon, C. E. Chrysosoua, C. W. Pitta, T. Shimizu-Iwayamab, D. E. Holec, N. Sharmad, and C. J. Humphreysd. Broad-band and flash-lamp pumping of 1.53 μm emission from erbium-doped silicon nanocrystals. 2001.
- [9] 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.
- [10] K. Leosson, J.R. Jensen, J.M. Hvam, and W. Langbein. Linewidth statistics of single ingaas quantum dot photoluminescence lines. 2000.
- [11] 50x mitutoyo plan nir hr infinity-corrected objective. <http://www.edmundoptics.com/uk/onlinecatalog/displayproduct.cfm?productID=1950>.
- [12] E.D. Palik. *Handbook of optical constatns of solids*. 2001.
- [13] Andor Technology plc. idus ingaas spectroscopy ccd. http://www.andor.com/scientific_cameras/idus-ingaas/models/default.aspx?iProductCodeID=27.

- [14] R. Sauer, J. Weber, , and J. Stolz. Dislocation-related photoluminescence in silicon. *Applied Physics*, 1985.
- [15] R. Sauer, J. Weber, and J. Stolz. Dislocation-related photoluminescence in silicon. 1985.
- [16] Horiba Scientific. ihr550 imaging spectrometer. <http://www.horiba.com/us/en/scientific/products/optical-spectroscopy/spectrometers-monochromators/ihr/ihr550-imaging-spectrometer-200/>.
- [17] Ben G. Streetman and Sanjay Kumar Banerjee. *Solid state electronic devices*. Prentice Hall, 2006.
- [18] 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.
- [19] 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.
- [20] Thorlabs. Broadband non-polarizing beam splitter cube. <http://www.thorlabs.com/thorProduct.cfm?partNumber=BS017>.
- [21] Thorlabs. Broadband non-polarizing beam splitter cube. <http://www.thorlabs.de/thorProduct.cfm?partNumber=BS018>.
- [22] Thorlabs. Flip mount. <http://www.thorlabs.com/thorProduct.cfm?partNumber=FM90/M>.
- [23] Thorlabs. Flip mount - lens holder. http://www.thorlabs.com/NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup_ID=1447.
- [24] Thorlabs. Linse acn127-020-b. http://www.thorlabs.de/NewGroupPage11.cfm?ObjectGroup_ID=259.
- [25] Thorlabs. Mounted stainless steel iris. <http://www.thorlabs.com/thorProduct.cfm?partNumber=ID12SS/M>.
- [26] Thorlabs. Protected silver mirror. http://www.thorlabs.de/NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup_ID=903&pn=PF10-03-P01-10&CFID=807318&CFTOKEN=81881983.
- [27] Thorlabs. Uncoated uv fused silica bi-convex lens. http://www.thorlabs.com/NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup_ID=126.

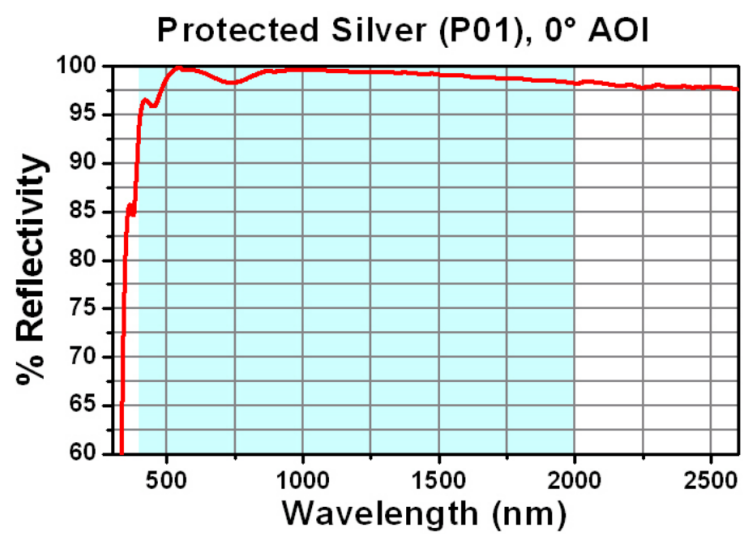
A Transmisjonskurver



Figur 37: Transmisjon gjennom viduet til cryostaten [5] 27.10.2009

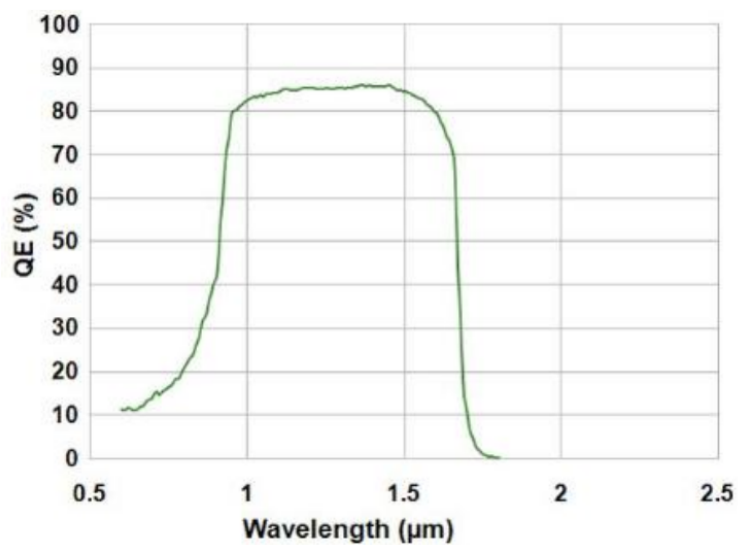


Figur 38: Transmisjon gjennom objektivet [11] 08.12.2009



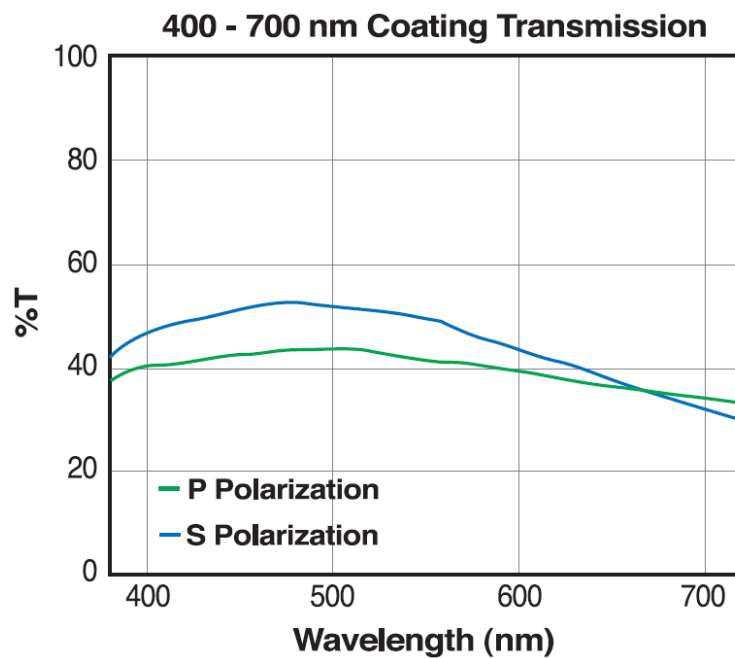
Figur 39: Refleksjon for speil [26] 08.12.2009

Quantum Efficiency Curve

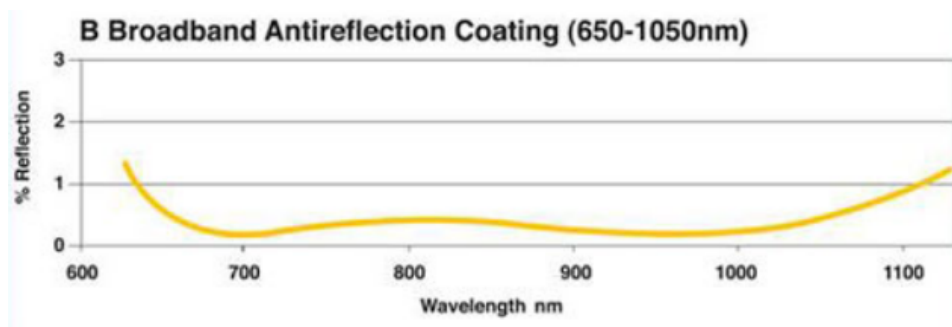


Figur 40: Kameraeffektivitet [13] 27.10.2009

A.1 Første veibane

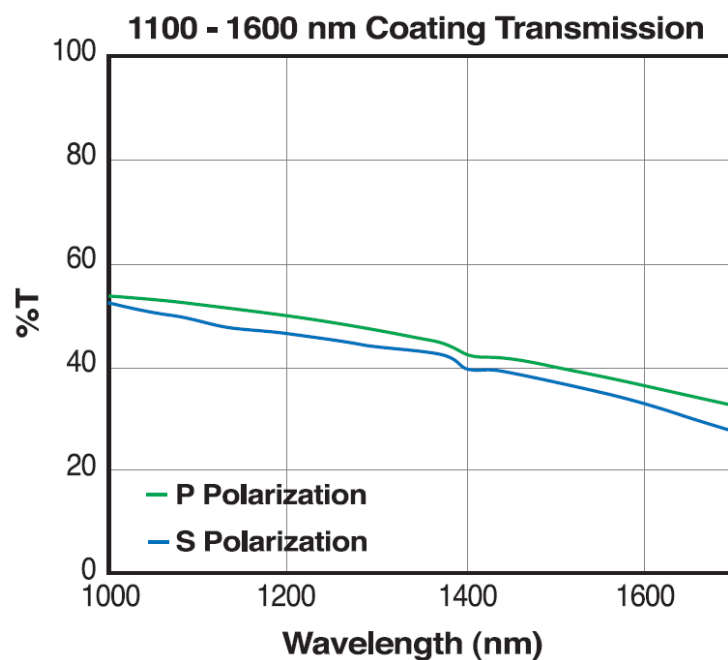


Figur 41: Beamsplitter transmisjon fra datablad optimalisert for 400-700nm [20] 12.12.2009

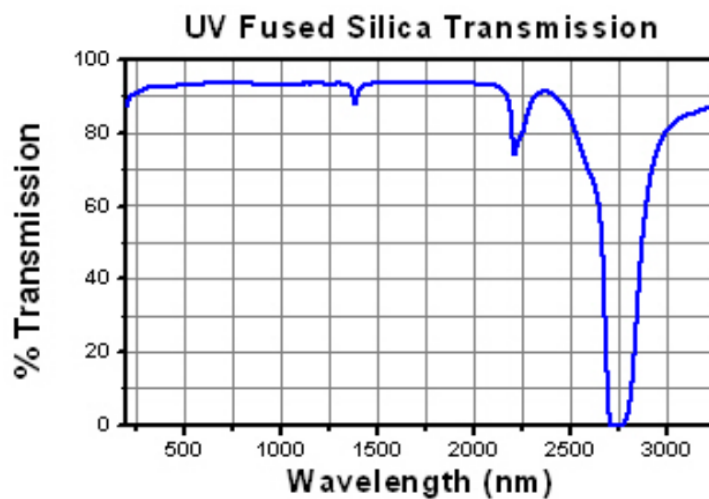


Figur 42: Transmisjon gjennom linse fra gammel veibane [24] 27.10.2009

A.2 Andre veibane



Figur 43: Beamsplitter transmisjon fra datablad optimalisert for 1100-1600nm [21] 12.12.2009



Figur 44: Transmisjon gjennom ny linse [27] 08.12.2009