VĚDECKÉ SPISY VYSOKÉHO UČENÍ TECHNICKÉHO V BRNĚ Edice PhD Thesis, sv. 660 ISSN 1213-4198

# Ing. Pavel Škarvada

# Lokální optické a elektrické charakteristiky optoelektronických součástek

# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií Ústav fyziky

Ing. Pavel Škarvada

# Lokální optické a elektrické charakteristiky optoelektronických součástek

Local optical and electrical characteristics of optoelectronic devices

zkrácená verze Ph.D. Thesis

Obor:Fyzikální elektronika a nanotechnologieŠkolitel:prof. RNDr. Pavel Tománek, CSc.Oponenti:prof. RNDr. Miroslav Hrabovský, DrSc.<br/>Doc. Ing. Dr. Josef Lazar

Datum obhajoby: 13. 3. 2012

# KLÍČOVÁ SLOVA

Mikroskopie skenující sondou, skenující mikroskop se sondou v blízkém optickém poli, světlem indukovaný proud, vyzařování ze závěrně polarizovaného pn přechodu, solární článek, lokalizace defektů, lokální průrazy.

#### **KEY WORDS**

Scanning probe microscopy, scanning near-field optical microscope, light beam induced current, light emission from reversed biased pn junction, solar cell, defects localization, local breakdown.

#### Místo uložení rukopisu:

Vědecké oddělení děkanátu FEKT VUT v Brně, Technická 10, 616 Brno.

© Pavel Škarvada, 2012 ISBN 978-80-214-4524-6 ISSN 1213-4198

# OBSAH

1	ÚVOD5		
	1.1	Cíle dizertační práce5	
2	CHA	ARAKTERIZAČNÍ TECHNIKY6	
	2.1	Makroskopický přístup	
	2.2	Mikroskopický přístup	
3	EXP	ERIMENTÁLNÍ PRÁCE 7	
	3.1	Experimentální aparatura	
	3.2	Světlem indukovaný proud	
	3.3	Vyzařování ze solárních článků9	
	3.4	Vliv teploty vzorku na emisi záření11	
	3.5	Mikroskopická plocha povrchu	
	3.6	Rekonstrukce mikroskopického povrchu	
	3.7	Opticky indukovaný proud v blízkém poli15	
	3.8	Mikroskopická lokalizace vyzařování ze vzorků	
4	4 DOSAŽENÉ VÝSLEDKY		
	4.1	Techniky pro detekci defektů17	
	4.2	Defekt plynné inkluze	
	4.3	Defekt mikrotrhliny	
	4.4	dokonalost textury	
	4.5	Šum mikroplazmy18	
	4.6	Mechanické poškození struktury	
	4.7	Nehomogenita vzorku	
5	ZÁV	/ĚR A ZHODNOCENÍ PRÁCE21	
6	LITE	ERATURA	
CURRICULUM VITAE			

# 1 ÚVOD

S rozvojem optoelektroniky, tj. s užitím kvantových struktur v laserech a detektorech, se objevuje stále větší potřeba lépe a individuálně charakterizovat tyto struktury a studovat jednotlivé krystalografické defekty v nich. Ačkoliv optické mikroskopy jsou nejhodnotnějšími nástroji ve vědeckých laboratořích, jejich rozlišení v tzv. vzdáleném poli je limitované difrakční mezí.

Objev skenovacích sondových mikroskopů umožnil v optoelektronice např. studium laserů s kvantovými jámami, lokální dynamiku nábojů a zobrazení pn přechodů, studium elektricky aktivních defektů.

Z hlediska diagnostiky lze metody dělit na destruktivní a nedestruktivní. Cílem testování je zjistit, zda zkoumaný vzorek obsahuje defekty a zda se neodchyluje od normativních standardů. Pokud vzorek defekty obsahuje, je žádoucí určit jejich přesnou polohu a podstatu. Detekce, identifikace a lokalizace defektů představuje diagnostiku technického stavu testovaného objektu. Standardní měření umožňuje určovat parametry zkoumaných struktur pouze jako celku. Naproti tomu lokální měření poskytuje čistě lokální vlastnosti vzorku, a proto je možné lokalizovat a dále charakterizovat nedokonalosti struktury i jiné defekty.

Primárním cílem této disertační práce je studium nedestruktivní charakterizace optoelektronických součástek. Na příkladu solárních článků na bázi monokrystalického křemíku přispět zejména k rozvoji charakterizačních metod pro lokalizaci rekombinačních defektů, zvláště defektů, které při polarizaci pn přechodu emitují záření ve viditelné části spektra, mikroskopické studium těchto defektů a jejich katalogizace.

Téma fotovoltaiky je značně široké a bezpochyby živé téma, o čemž svědčí i množství publikací v této oblasti. Mikroskopická lokalizace a charakterizace defektu monokrystalických solárních článků, s využitím vyzařování ze závěrně polarizovaného pn přechodu, bývá autory takřka opomíjena, nejspíše proto, že se jedná o experimentální a málo rozšířenou techniku.

# 1.1 CÍLE DIZERTAČNÍ PRÁCE

Hlavní zobecněné cíle disertace lze shrnout do dvou následujících bodů:

- o Specifikovat možnosti využití experimentálních nedestruktivních charakterizačních technik pro studium optoelektronických součástek a zvláště pak klasifikaci jejich defektů.
- Rozšířit znalosti o defektech struktury solárních článků a zvláště pak porovnat jejich charakteristické elektrické vlastnosti a vyzařování (při závěrně i propustně polarizovaném pn přechodu).

# 2 CHARAKTERIZAČNÍ TECHNIKY

# 2.1 MAKROSKOPICKÝ PŘÍSTUP

Elektrická měření jsou základním přístupem pro testování polovodičových součástek. Umožňují odhalit defekty, avšak neumožňují jejich lokalizaci.

Významnou skupinou technik tvoří luminiscenční techniky. Pomocí elektroluminiscence je možné zkoumat rozložení sériového odporu solárních článků, či difuzní délky minoritních nosičů. V poslední době nachází své uplatnění také termografické techniky.

Rozšířenou charakterizační technikou je technika laserem lokálně indukovaného proudu Laser Beam Induced Current (LBIC), která slouží ke zmapování prostorového rozložení fotoproudu. Pomocí této techniky lze odhalit lokální nehomogenity pn přechodu.

Vzhledem k difrakčnímu omezení existuje u optických technik mezní rozlišení stejně jako u klasické optické mikroskopie. Spojení mikroskopie v blízkém poli s technikou LBIC tvořící silnou charakterizační metodu n-OBIC [1], která umožňuje toto omezení překonat, avšak již spadá do mikroskopického přístupu.

Již v roce 1955 byly publikovány první články, které obsahovaly informace o pozorovaném vyzařování závěrně polarizovaných pn přechodů [2]. Určitá souvislost mezi vyzařováním a bistabilní proudovou fluktuací tzv. mikroplazmatickým šumem byla prezentována o několik let později [3].

#### 2.2 MIKROSKOPICKÝ PŘÍSTUP

Vývoj v oblasti mikroskopie postupem času dosáhl svého limitu. V klasické optické mikroskopii totiž existuje určité omezení tzv. Rayleighovo kritérium.

Pro rovinnou vlnu dopadající kolmo na kruhovou aperturu vznikne na stínítku difrakční obrazec. Funkce popisující rozložení intenzity obrazce ve válcových (cylindrických) souřadnicích se nazývá Airyho funkce [4], přičemž pro poloměr centrálního disku  $\Delta r_0$  platí

$$\Delta r_0 = 1,22 \frac{\lambda z}{l} , \qquad (1)$$

kde l je průměr kruhové apertury a z je vzdálenost od stínítka. Tento vztah popisuje fundamentální limit všech zařízení s kruhovými čočkami nebo zrcátky.

Již v roce 1928 měl E. H. Synge ideu, jak tuto difrakční mez překonat, či vlastně obejít [5], tuto ideu podařilo experimentem potvrdit v mikrovlnné oblasti až v roce 1972 [6]. Mezitím Max Knoll sestavil první elektronový mikroskop, který umožnil zkoumání struktur s rozlišením lepším, než je vlnová délka viditelného světla. Před tím než se podařilo sestavit první optický rastrovací mikroskop SNOM, byl vytvořen také skenovací tunelový mikroskop STM (1981), kterému svým rozlišením nemohly žádné jiné mikroskopické techniky konkurovat [7]. Své uplatnění si SNOM našel v oblasti molekulární biologie, ale také v oblasti materiálových věd.

# **3 EXPERIMENTÁLNÍ PRÁCE**

# 3.1 EXPERIMENTÁLNÍ APARATURA

Pro makroskopickou charakterizaci bylo navrženo a realizováno uspořádání ukázané na obr. 1. Celý systém je řízen počítačem, který mimo jiné řídí posuv vzorku, monitoruje teplotu vzorku a umožňuje její změnu, řídí měřící elektroniku a realizuje interakci s uživatelem spolu s vizualizací a uložením naměřených dat. Vzorek je umístěn na elektrodovém systému, který je připevněn na posuvný člen lineárního vedení. Celková polohová přesnost činí 20 µm.

Zkratový proud vzorku je možné měřit využitím vytvořeného S transimpedančního zesilovače. Pokud je při měření nutné předpětí na vzorku, přepínač přivede patřičné předpětí na vzorek a odpojí zmíněný zesilovač. Předpětí s proudovou pojistkou je realizováno zdrojem Agilent E3631A. Na statické měřící hlavě, umístěné nad vzorkem, se nacházejí dva lasery ( $\lambda = 532 \text{ nm}$  a  $\lambda = 650 \text{ nm}$ ) o výkonech do 10 mW, jejichž paprsek je fokusován do roviny vzorku. Dále je zde umístěna optika pro navázání světelné emise ze vzorku do optického vlákna, které je vedeno buď přímo do chlazeného fotonásobiče, nebo může být vedeno přes monochromátor. Fotonásobič s maximální citlivostí ve viditelném spektru je podchlazen na teplotu T = 260 K a za účelem vysoké citlivosti je provozován v režimu počítání fotonů (PC). Jeho výstupní pulsy jsou vedeny diskriminátorem a čítány čítačem.



Obr. 1: Blokové uspořádání pracoviště pro makroskopickou charakterizaci solárních článků.

Aparatura mikroskopické charakterizace defektů solárních článků je založena na skenovacím mikroskopu se sondou v blízkém optickém poli SNOM. Ten umožňuje dosáhnout vysokých optických rozlišení a současně poskytuje topografii měřeného povrchu. Blokové uspořádání pracoviště ilustruje obr. 2. Hrotem mikroskopu je optické vlákno, jehož konec se upravuje leptáním či tažením do špičky. Aby vznikla apertura subvlnových rozměrů viditelného světla, poskytující možnost vysokých optických rozlišení, je na tento hrot naprašováním nanesena vrstva kovu. Na špičce hrotu tak vznikne apertura o průměru do 100 nm.

Mikroskop může standardně pracovat ve třech modifikacích: iluminační režim, sběrný režim, smíšený režim. V daném uspořádání však uvažujeme pouze iluminační režim, protože sběrná konfigurace se pro charakterizaci defektů neosvědčila vzhledem k vysokému útlumu optické cesty. V iluminačním režimu tedy hrot působí jako lokální zdroj optického záření. Světlo laseru ( $\lambda = 532$  nm,  $\lambda = 650$  nm nebo  $\lambda = 808$  nm) o výkonu do 10 mW, které může být klíčováno střídačem, je do jednovidového vlákna sondy zavedeno s využitím vazebního systému s mikrometrickým posuvem. Vzorek je umístěn v elektrodovém systému a jeho elektrická odezva na lokální optické buzení je dále zpracována elektronikou zpracování signálu. Touto elektronikou může být transimpedanční zesilovač, lock-in zesilovač, nebo napěťový zesilovač s proměnnou zátěží v závislosti na požadovaném měření. Světlo lokálně odražené od vzorku je detekováno citlivým fotodetektorem.



Obr. 2: Blokové uspořádání pracoviště pro mikroskopickou charakterizaci solárních článků.

#### 3.2 SVĚTLEM INDUKOVANÝ PROUD

Technika LBIC spočívá ve snímání proudové odezvy součástky na skenující světelný paprsek. Světelná kvanta záření, která dopadají na zkoumanou součástku, mohou být absorbována a následně mohou generovat volné nosiče. Volba vhodné vlnové délky může ovlivnit hloubku zkoumané vrstvy a napomoci tak analyzovat různé materiálové a strukturní defekty článků.

Výstup LBIC měření je ukázán na obr. 3. Na obrázku je patrný defekt vírového typu. Obdobné nehomogenity jsou způsobeny intersticiálními příměsmi, které se do krystalu dostanou během procesu tažení krystalu Czochralského metodou [8].

S využitím LBIC je možné zviditelnit kromě prasklin, škrábanců a nežádoucích příměsí také lokální zkraty včetně špatně izolované hrany. Příklad nedokonale izolované hrany je na obr. 4 vlevo.



Obr. 3: Relativní mapa LBIV, nehomogenita substrátu.

Obr. 4: Mapa LBIC vzorku solárního článku se špatně izolovanou hranou.

# 3.3 VYZAŘOVÁNÍ ZE SOLÁRNÍCH ČLÁNKŮ

Emise záření může být z podstaty: luminiscencí či inkadescencí (tepelné vyzařování). Luminiscence nezahrnuje emisi záření jako výsledek teploty materiálu. Vyzařování tepelných těles dle Planckova zákona uvažuje inkadescence. Ze všech typů luminiscence je pro účely této práce zajímavá především elektroluminiscence.

Kromě injekčního procesu (obr. 5) může ke světelné emisi docházet i při závěrné polarizaci přechodu (obr. 6) a to nejen díky tepelnému vyzařování míst s vysokou proudovou hustotou. Podle rekombinačního záření je možné identifikovat místa s vysokou koncentrací nerovnovážných nosičů náboje [9]. Jedním z procesů, který může vést k emisi záření, je nárazová ionizace, která zajistí dostatek volných nosičů k rekombinaci [10]. Druhým procesem, který za určitých podmínek může přispívat k závěrnému proudu, je tunelový jev. Pro vysoké prahové hodnoty závěrného napětí  $(U_r > 5 \text{ V})$  je pravděpodobný lavinový mechanismus.

Citlivost použitého detektoru nad viditelnou částí spektra rychle klesá a měření emise při propustné polarizaci přechodu je problematické, ne však nemožné (obr. 5). Emise při závěrné polarizaci přechodu je ukázána na obr. 6. Obrázky obr. 3, obr. 5 a obr. 6 zobrazují stejný vzorek s využitím různých technik.



přechodu,  $U_{\rm f} = 1,3$  V.

Obr. 6: Emise při závěrné polarizaci přechodu, závěrné napětí  $U_r = 3,7 \text{ V}.$ 

Při závěrné polarizaci přechodu je emise záření vysoce lokalizována oproti emisi při propustné polarizaci přechodu. Body emitující záření mají určitou prahovou hodnotu. Pro hodnoty nad touto prahovou hodnotou již zůstávají trvale ve stavu emise záření. Nejnižší objevená prahová hodnota je těsně pod hodnotou závěrného napětí  $U_r = 1.9$  V.

Některé objemové zářící body souvisí s defekty pozorovanými v rámci VA charakteristik. VA charakteristika a průběhy světelné emise v závislosti na závěrném napětí pro čtyři pozorované emisní body jsou ukázány na obr. 7. Z průběhu VA charakteristiky lze vyčíst, že daný vzorek obsahuje minimálně dva defekty.



Obr. 7: VA charakteristika a závislost vyzařování bodů na závěrném napětí.

Ze závislosti vyzařování na závěrném napětí vyplývá, že dvěma událostem ve VA charakteristice odpovídají BOD 1 a BOD 2. Další dva body vykazující emisi mají jiný průběh závislosti emise na závěrném napětí. Emise v těchto případech narůstá pozvolna bez jasně vymezené prahové hodnoty. Při hodnotě závěrného napětí  $U_r = 9,5$  V byl u tohoto vzorku pozorován bistabilní proudový šum.

#### 3.4 VLIV TEPLOTY VZORKU NA EMISI ZÁŘENÍ

Pro lavinový průraz způsobí vyšší teplota vzorku posun průrazného napětí k vyšším hodnotám, čímž sníží emisi záření. K závěrnému proudu může přispívat i tunelování nosičů bariérou přechodu. Dalším mechanismem průrazu je tepelný průraz, kdy lokální zvýšení teploty z důvodu vysoké proudové hustoty zvýší závěrný proud článku a tedy i ztrátový výkon.

Charakteristiky vzorku s výrazným objemovým defektem pro různé teploty lze pozorovat na obr. 8 a obr. 9. Hodnota průrazného napětí roste spolu s teplotou. Nad průrazným napětím je možné detekovat lokalizovanou emisi z objemu vzorku.



Mechanické poškození struktury může být zviditelněno s využitím emise při závěrné polarizaci vzorku. Okrajová část vzorku se dvěma mikrotrhlinami procházejícími pod metalizací je ukázána na relativní LBIC mapě obr. 10. Rozložení světelné emise při závěrné polarizaci ilustruje obr. 11. Vzhledem k nezaměnitelnému tvaru trhliny je možné přisoudit emisi z této části vzorku právě trhlině. Dále je možné pozorovat emisi z hrany a osamělého bodu umístěného v levé



části obrázku. Označme nyní tedy tři body, ze kterých dochází k vyzařování jako

Obr. 10: LBIC části solárního článku s mikrotrhlinami.

body 1-3.

Obr. 11: Emise části solárního článku,  $U_r = 24$  V, teplota okolí T = 298 K.

Bylo zjištěno, že teplotní závislost vyzařování z praskliny (Bod 2) má opačnou teplotní závislost než strukturní defekt (Bod 3). Zmíněná závislost pro tři zvolené body je na obr. 12. Teplotní závislost bodu 3 je negativní, stejně jako u všech strukturních defektů pozorovaných dříve. Mechanismus vyzařování z praskliny a hrany nemůže tedy být lavinovým průrazem.



Obr. 12: Závislost emise vybraných bodů článku na teplotě vzorku.

V objemu se mohou vyskytovat body emitující světlo, které jednoznačně nejsou způsobeny mikrotrhlinami, a přesto vykazují pozitivní závislost vyzařování na teplotě vzorku. Tato místa jsou lokálním poškozením struktury (obr. 13). V dané oblasti došlo k ulomení špiček dvou pyramid a odkrytí pn přechodu (přechod asi 200 nm pod povrchem).



Obr. 13: SEM lokálního poškození struktur vzorku solárního článku.

Bylo zjištěno, že hrany vytvořené lámáním takřka nevykazují žádnou emisi oproti výrobcem standardně opracovaným hranám. Závislost emise z hrany na závěrném napětí má velice podobný průběh jako emise z mikrotrhlin a lokálního poškození struktury (obr. 14). Také teplotní závislost emise z hrany se shoduje s teplotní závislostí emise vytvořené mechanickým poškozením struktury. Je pravděpodobné, že mechanismus záření bude pro všechny tyto defekty stejný.



Obr. 14: Závislost emise z hrany opracované pilou na závěrném napětí.

Pro zobrazení hran byl použit elektronový mikroskop SEM. Hrana vytvořená lomem je na obr. 15. Pro většinu takto vytvořených hran nedochází k poškození povrchové struktury. Naproti tomu při pozorování hrany vytvořené s využitím drátové pily či broušením bývá zřetelné poškození povrchové struktury (obr. 15).



Obr. 14: SEM hrana vytvořená čistě lomem vlevo a obráběním vpravo.

#### 3.5 MIKROSKOPICKÁ PLOCHA POVRCHU

Měření kapacitních charakteristik (CV) je možností jak získat hodnotu koncentrace dopantů článku. Pro zpracování je ovšem nutné znát plochu přechodu. Mikroskopická plocha přechodu  $S_{\text{MIC}}$  není shodná s makroskopicky měřenou plochou solárního článku  $S_{\text{MAC}}$ .

Pokud pro změření povrchové textury použijeme mikroskopii skenující sondou, získáme obraz povrchu v diskrétní formě. Informace o povrchu mezi body je ztracena a zavádí do výpočtu chybu. Teoretickou plochu nelze stanovit přímo, ale je nutné použít statistických parametrů definujících povrchovou texturu, protože alkalicky vytvořená textura solárního článku má náhodný charakter. Podíl mikroskopické a makroskopické plochy, pro dostatečně velké plochy  $S_{MAC}$ , definuje zvětšující faktor  $r_z$ 

$$r_z = \frac{S_{\mu}}{S_{\text{MAC}}}.$$
(2)

Za předpokladu, že je hloubka *pn* přechodu mnohem menší než velikost povrchové textury (což je splněno), lze za přibližnou hodnotu plochy *pn* přechodu považovat mikroskopickou plochu povrchu.

Pro vzorky s pyramidální texturou vychází zvětšující faktor  $r_z = 1,64 \pm 0,14$ a pro vzorky bez pyramidální textury  $r_z = 1,09 \pm 0,08$ . K podobným výsledkům dospěl také Hinken s využitím jiného přístupu [11]. Pro články dvou různých výrobců s podobnými parametry určil z bariérové kapacity a znalosti koncentrace akceptorů zvětšující faktory  $r_z = 1,67 \pm 0,12$  a  $r_z = 1,4 \pm 0,10$ .

#### 3.6 REKONSTRUKCE MIKROSKOPICKÉHO POVRCHU

Protože reálný hrot má určité rozměry a tvar, bude výsledný obraz povrchu zkreslen (obr. 16). Uvažuje se nelineární morfologická operace dilatace [12]. Pro funkci obrazu  $I_{\rm f}$  platí

$$I_{\rm f} = S_{\rm f} \oplus P_{\rm f}, \tag{3}$$

kde  $S_f$  je funkcí povrchu vzorku a  $P_f$  je funkcí tvaru hrotu. Je-li znám tvar hrotu, můžeme provést inverzní operaci "erozi" a získat tak rekonstruovaný povrch  $S_R$  jako

$$S_{\rm R} = I_{\rm f} \ominus P_{\rm f} \,. \tag{4}$$

Přesný tvar hrotu nebývá většinou znám a skutečný obraz povrchu obsahuje šum, což může být při rekonstrukci problém. Duální k metodě eroze je obálková metoda [13], lze také použít Legendrovu transformaci [14]. V případě vzorku s pyramidální texturou je možné určit částečně tvar zkreslujícího hrotu (obr. 17). Výsledek rekonstrukce je ukázán na obr. 18. Vzhledem k extrémnímu poškození hrotu, je více než 25 % rekonstruovaného obrazu zatíženo značnou nejistotou rekonstrukce.



Obr. 15: Naskenovaný povrch solárního článku (poškozený hrot).

Obr. 16: Určený tvar zkreslujícího hrotu.



Obr. 17: Rekonstruovaný povrch solárního článku s využitím obálkové metody.

#### 3.7 OPTICKY INDUKOVANÝ PROUD V BLÍZKÉM POLI

Mikroskopická měření na hrubých površích přináší určité komplikace. Například měření lokální odrazivosti je zatíženo značnou systémovou chybou. Chyba by mohla být eliminována pouze při použití více detektorů, což ovšem v daném uspořádání experimentu není možné.

Při měřeních světlem indukovaného proudu je možné využít tři způsoby měření nízkých hodnot proudu. Stejnosměrně vázaná měření mohou být problematická vzhledem k úrovni rušivých signálů. Alternativně lze použít uspořádání se selektivním nanovoltmetrem a s fázově citlivým detektorem. Difuzní délka nosičů není limitujícím faktorem pro rozlišení indukovaného proudu [15]. Příklad dosahovaných výsledků s vysokým prostorovým rozlišením je na obr. 19 a mapa indukovaného proudu na obr. 20.



Interní kvantovou účinnost lze vypočítat z externí kvantové účinnosti za předpokladu, že je známa odrazivost povrchu. Vzhledem k rozlišení a možnosti získání topografie je optická mikroskopie skenující sondou v blízkém poli v souboru světlem indukovaných technik jedinečná.

# 3.8 MIKROSKOPICKÁ LOKALIZACE VYZAŘOVÁNÍ ZE VZORKŮ

Sběrný režim SNOM, není pro lokalizaci zářících defektů vhodný, z důvodu nedostatečné citlivosti systému. Lze využít uspořádání reflexního režimu, kdy sonda není použita jako lokální excitační zdroj. Princip navržené metody je zřejmý z obr. 21. Vzorek je připojen na závěrné napětí, které vyvolá světelnou emisi. Protože obraz je u mikroskopie skenující sondou vytvářen postupným skenováním sondy nad povrchem vzorku, bude detekovaná intenzita závislá na poloze sondy.



Obr. 20: Princip mikroskopické lokalizace vyzařující nehomogenity.

K hlavním výhodám patří: řádově vyšší citlivost, nezávislost na transmisním koeficientu sondy, detekce celého spektra, snadná lokalizace defektu. Oproti tomu nevýhodou je nižší prostorové rozlišení a nutnost přepočtu stínové mapy (obr. 22) na lokální vyzařování.

Bohužel stejně jako v případě rekonstrukce mikroskopického povrchu jsou vzniklé stíny závislé na tvaru hrotu. Určitých výsledků lze dosáhnout i s idealizovaným tvarem hrotu a iterační optimalizací jeho parametrů (obr. 23).



Obr. 21: Stínová mapa světlo emitujícího defektu.



Obr. 22: Obraz lokálního vyzařování namapovaný na topografii vzorku.

# 4 DOSAŽENÉ VÝSLEDKY

# 4.1 TECHNIKY PRO DETEKCI DEFEKTŮ

Protože existují případy, kdy se struktura povrchu zářící oblasti žádným způsobem neliší od struktury okolí, je zřejmé, že techniky, které zkoumají pouze povrch vzorku, nejsou schopny všechny nehomogenity detekovat. Proto lze doporučit kombinaci s dalšími metodami. Po makroskopické lokalizaci vyzařování je vhodné použití mikroskopické sondové lokalizace dané oblasti a následné nalezení konkrétních defektů také pomocí SEM.

Emise záření při závěrné polarizaci je indikátorem nehomogenity vzorku. Bez mikroskopického studia nehomogenit lze pouze ze znalosti závislosti emise na teplotě usuzovat, zda se jedná o poškození struktury, či jiný objemový defekt. Technika emise záření není schopna věrohodně lokalizovat mikrotrhliny a z tohoto pohledu se jako její vhodný doplněk jeví LBIC.

LBIC spolehlivě odhalí špatnou izolaci hran, praskliny, nehomogenitu substrátu a nečistoty povrchu. Umožňuje také lokalizovat některé defekty, které narušují pn přechod. Zde se jeví problematické rozlišení této techniky. V daném makroskopickém uspořádání avšak technika není vhodná pro lokalizaci mikroskopických defektů. Jednak z důvodu rozlišení, ale také protože některé zářící body jsou s využitím LBIC ze své podstaty nedetekovatelné. To ovšem neplatí o charakterizaci nalezených defektů vvužitím n-OBIC. S která ie pro mikroskopickou charakterizaci defektů nepostradatelná.

# 4.2 DEFEKT PLYNNÉ INKLUZE

Defekt sám se jeví jako otvor do substrátu, přičemž průměr tohoto otvoru se pohybuje v řádu jednotek mikrometrů (obr. 24). Zkoumané vzorky obsahují těchto defektů více, avšak pouze některé emitují viditelné záření při připojení na dostatečně velké závěrné napětí.

![](_page_17_Picture_7.jpeg)

Obr. 23: SEM defektu vykazujícího emisi při  $U_r = 3 \text{ V}, T = 304 \text{ K}.$ 

Prahová hodnota závěrného napětí, při němž je možné již pozorovat emisi, je doprovázena částečným průrazem většinou pozorovatelným ve VA charakteristice. Oblasti těchto defektů nemívají výrazně narušen pn přechod. Nehomogenity tedy musely být přítomny na substrátu ještě před difuzí. Při dostatečném závěrném napětí vychází emise přímo z oblasti otvoru. Teplotní závislosti ukazují na lavinový průraz.

#### 4.3 DEFEKT MIKROTRHLINY

Emise záření pro závěrné napětí  $U_r = 10$  V vychází z oblasti prohlubně (obr. 25), stejně jako v případě plynné inkluze. Výrazně lokalizované minimum v LBIC mapě tentokrát odhalilo mikrotrhliny vzniklé pravděpodobně teplotním namáháním vzorku (obr. 26). Jediným možným zdrojem tepla je defekt na rohu útvaru, kdy vysoká proudová hustota mohla způsobit i lokální změnu struktury.

![](_page_18_Figure_3.jpeg)

Obr. 24: Relativní mapa stínu hrotu mapovaná na topografii,  $U_r = 10 \text{ V}$ .

![](_page_18_Figure_5.jpeg)

Obr. 25: Relativní LBIC mapovaný na topografii.

#### 4.4 NEDOKONALOST TEXTURY

V mikroskopickém měřítku je možné pozorovat různé vady morfologie povrchu (obr. 27). Vliv těchto nedokonalostí na vlastnosti vzorku nebyl prokázán.

![](_page_18_Picture_9.jpeg)

Obr. 26: SEM oblasti solárního článku s defektní morfologií.

# 4.5 ŠUM MIKROPLAZMY

Na obr. 28 je defektní oblast umístěna takřka uprostřed obrázku a defekt se nachází u vrcholku pyramidy. U tohoto defektu byl navíc při hodnotě blízké průraznému napětí pozorován šum mikroplazmy. Špička pyramidy chybí, přičemž z detailu snímku hran této oblasti lze vyvodit, že ke vzniku tohoto útvaru nevedlo mechanické poškození.

Vyzařování při závěrné polarizaci přechodu vychází takřka z vrcholku pyramidy, ale ne přímo z oblasti, kde se nachází i minimum světlem indukovaného proudu. Prahová hodnota detekce emise je  $U_r = 9,5$  V a této hodnotě odpovídá také hodnota závěrného napětí zalomení VA charakteristiky. Průrazné napětí vykazuje pozitivní teplotní závislost, což je v souladu s lavinovým průrazem.

![](_page_19_Picture_2.jpeg)

Obr. 27: SEM defektu solárního článku.

#### 4.6 MECHANICKÉ POŠKOZENÍ STRUKTURY

Mechanické poškození struktury solárního článku má za následek povětšinou nečistý lom a výrazné poškození okraje lomu (obr. 29). Emise záření vychází z odkrytého pn přechodu. Mechanismus emise bude nejspíše shodný s mechanismem z hrany vzorků, čemuž napovídá charakter vyzařování, ale také jeho pozitivní teplotní závislost. Ve VA charakteristice není patrný žádný výrazný zlom, ale v oblasti detekce vyzařování defektu dochází k nelineárnímu nárůstu závěrného proudu. Teplotní závislost vyzařování vylučuje lavinový průraz.

![](_page_19_Picture_6.jpeg)

Obr. 28: SEM mechanicky poškozeného povrchu solárního článku.

#### 4.7 NEHOMOGENITA VZORKU

Byly zkoumány také oblasti, které při vyšších závěrných napětích emitují světlo, avšak v dané oblasti se nevyskytuje žádný zřejmý defekt. SEM snímek povrchu takové oblasti je ukázán na obr. 30. Oblast vyzařování (obr. 31) není tak lokální, jako u předchozích ukázaných defektů. Světelná emise byla pozorována nad hodnotou  $U_r = 19$  V. Závěrná část VA charakteristiky je značně nelineární a není na ní patrný žádný lokální průraz. Světelná emise s rostoucí teplotou vzorku klesá.

![](_page_20_Picture_2.jpeg)

Obr. 29: SEM povrchu vzorku v oblasti lokalizované světelné emise.

![](_page_20_Figure_4.jpeg)

Obr. 30: Relativní mapa stínu hrotu mapovaná na topografii  $U_r = 21$  V.

# 5 ZÁVĚR A ZHODNOCENÍ PRÁCE

Práce shrnuje experimentální výsledky základního výzkumu defektů polovodičových struktur, které při závěrné polarizaci emitují záření ve viditelné části spektra. Za nejvýznamnější přínos práce považuji především fakt, kdy pomocí kombinace komplementárních charakterizačních technik došlo poprvé k zobrazení defektů v mikroskopickém měřítku na daném typu vzorků spolu s lokálními optoelektronickými vlastnostmi vzorků.

Konkrétní závěry, vyplývající z provedených experimentů, jsou shrnuty v několika následujících odstavcích:

Emise záření ze závěrně polarizovaných článků má ve většině případů přímou souvislost s VA charakteristikami a konkrétními defekty. V objemu je možné lokalizovat první zářící body již pod hodnotu závěrného napětí  $U_r = 2$  V. Oproti tomu pro emisi z hran a z mechanického odkrytí pn přechodu je potřeba vyšších závěrných napětí  $U_r > 8$  V.

Průběh závislosti intenzity vyzařování na závěrném napětí se liší pro jednotlivé typy defektů. Pro vyzařování z hran emise pozvolně narůstá se zvyšujícím se závěrným napětím i se zvyšující se teplotou vzorku. Mohl by tedy souviset s tepelnými průrazy, avšak vzhledem k nízké intenzitě vyzařování z hran oproti objemovým defektům nebylo možné změřit spektrum vyzařovaného záření. Emise záření nemusí být v mikroskopickém měřítku vždy spojena s existencí povrchového defektu vzorku. Nejzávažnějším defektem jsou tvarové nehomogenity povrchu, které byly pravděpodobně přítomny již v monokrystalu po výrobě. Morfologie defektů může způsobit snížení hranice minimálního napětí pro vznik nárazové ionizace. Emise záření je u těchto defektů lokalizována do oblastí o průměru maximálně několika mikrometrů.

Spektrum vyzařování objemových defektů není totožné s teplotním vyzařováním. Přestože byl pro vzorky uvažován závěrný proud, který za předpokladu rozložení do celé plochy článku nevede k degradaci vzorku, experimentální výsledky jasně ukazují, že v závislosti na defektu může většina závěrného proudu procházet pouze malými plochami defektů a vést k lokální degradaci vzorků. Z tohoto důvodu není možné považovat jakoukoli metodu, která vyžaduje závěrné napětí na vzorku, za nedestruktivní! Tímto zjištěním je také určena nebezpečnost jednotlivých defektů.

Defekty doprovázené bistabilním proudovým šumem v okolí prahové hodnoty nejsou způsobeny mechanickým poškozením struktury, ani zřejmou inkluzí.

Mechanické poškození struktury, které má za následek odkrytí pn přechodu, vede při dostatečně vysokých hodnotách napětí k emisi záření z této oblasti. Stejným způsobem dochází k vyzařování také na hranách solárních článků. Hrany opracované drátovou pilou, či broušením vykazují větší poškození struktury a kvantitativně větší emisi. Nejlepším z hlediska poškození struktury se pro tyto účely izolace hrany jeví lom.

#### 6 LITERATURA

- [1] UNLU, M., S., et al. Near-field Optical Beam-induced Current Measurements on Heterostructures, Applied Physics Letters. 1995, vol. 67, is. 13, pp. 1862-1864.
- [2] NEWMAN, R. Visible Light from a Silicon pn Junction. Physical Review Letters. 1955, vol. 100, no. 2, pp. 700-703.
- [3] CHYNOWETH, A., G., MCKAY, K., G. Light Emission and Noise Studies of Individual Microplasmas in Silicon pn Junction. Journal of Applied Physics. 1959, vol. 30, no. 11, pp. 1811-1817.
- [4] FILLARD, J., P., Near Field Optics and Nanoscopy. World Scientific Publishing. Singapore. 1996.
- [5] SYNGE, E., H. A Suggested Method for Extending the Microscopic Resolution into the Ultramicroscopic Region. Philosophical Magazine. 1928, vol. 6, pp. 356-362.
- [6] ASH, E., A., NICHOLLS, G. Super-resolution Aperture Scanning Microscope. Nature. 1972, vol. 237, pp. 510-512.
- [7] BINNING, G., et al. Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy. Physics Review Letters. 1982, vol.49, pp. 57-61.
- [8] HOURAI, M., et al. Nature and generation of grown-in defects in Czochralski silicon crystals. Electrochemical Society Proceedings, vol. 98-1, pp. 453-467.
- [9] BENDA, V., PAPEŽ, V., Komponenty výkonové elektrotechniky, ČVUT, Praha, 2006.
- [10] NEVIANI, A., et al. Impact ionization and light emission in GaAs metalsemiconductor field effect transistors. Journal of Applied Physics, 1993, vol. 74, pp. 4213-4220.
- [11] HINKEN, D., et al. Determination of the Base Dopant Concentration of Large Area Crystalline Silicon Solar Cells. IEEE Transaction on Electron Devices, 2010, vol. 57, pp 2831-2837.
- [12] SERRA, J., Image analysis and mathematical morfology. Academic Press, 1982, ISBN 012637242X.
- [13] KELLER, D., Reconstruction of STM and AFM images distorted by finitesize tips, Surface Science, 1991, vol. 253, pp. 353-364.
- [14] CHICON, R., et al. An algorithm for surface reconstruction in scanning tunneling microscopy. Surface Science, 1987, vol. 181, pp. 107-111.
- [15] HSU, J.W.P, et al. Scanning probe microscopy studie sof electrically aktive defects in lattice mismatched films. Scanning Microscopy, 1996, vol. 12, pp. 71-80.

# **CURRICULUM VITAE**

Jméno:	Ing. Pavel Škarvada
Pracoviště:	Vysoké učení technické v Brně, FEKT, Technická 8, 616 00 Brno
E-mail:	xskarv03@stud.feec.vutbr.cz
Tel.:	+420 541 143 277

#### Vzdělání

- 2007-2012 Doktorské studium obor "Fyzikální elektronika a nanotechnologie" na Ústavu fyziky, Fakulty elektrotechniky a komunikačních technologií VUT v Brně
- 2005-2007 Magisterské studium obor "Elektronika a sdělovací technika" VUT v Brně
- 2002-2005 Bakalářské studium obor "Elektronika a sdělovací technika" VUT v Brně

#### Účast na projektech – řešitel

- 2011 436/G1 Projekt Fondu rozvoje vysokých škol "Modernizace laboratorní výuky magisterského předmětu Nanotechnologie"
- 2010 2071/G1 Projekt Fondu rozvoje vysokých škol "Rozvoj laboratorní výuky magisterského předmětu Nanotechnologie"

#### Účast na projektech – spoluřešitel

- FEKT-S-10-4 "Výzkum metodik pro zlepšení kvality optoelektronických materiálů a součástek", poskytovatel VUT
- GAP102/10/2013 "Fluktuační procesy v PN přechodech solárních článků", poskytovatel GAČR
- FR-TI1/305 "Aplikace laserových technologií do procesu výroby krystalických křemíkových solárních článků", poskytovatel MPO
- FEKT-S-11-11 "Diagnostika defektů v materiálech pro elektroniku", poskytovatel VUT
- LH110660 "Studium lokálních elektronických a optických charakteristik solárních článků", poskytovatel MŠMT