

# **Schlussbericht – Teilprojekt**

**Zum Vorhaben “NanoSPV – Ermittlung der Methodik und praxisrelevante Anwendung”**

**des Verbundprojektes „Rastersondenmikroskopieverfahren zur Bestimmung der Ladungsträgerdiffusionslänge (NanoSPV)“**

Der vorliegende Bericht ist zur Veröffentlichung bestimmt.

**Zuwendungsempfänger:** Fraunhofer-Institut für Integrierte Systeme und Bauelementetechnologie (IISB)

**Förderkennzeichen:** 13 N 11890

**Laufzeit des Vorhabens:** 01.01.2013 – 31.07.2015

## **1 Zusammenfassung**

Die im Projektantrag definierten Ziele für das Teilvorhaben konnten teilweise erreicht werden. Der Halbzeitmeilenstein wurde erfolgreich umgesetzt. Allerdings war eine reproduzierbare Quantifizierung der Messergebnisse nicht immer möglich. Die Messung der Diffusionslängen auf den Referenzproben und den relevanten Proben für die Photovoltaikindustrie konnten stets qualitativ gezeigt werden. Die bestimmten Diffusionslängen zeigten die richtige Tendenz, d.h. Proben mit höherer Eisenkonzentration wiesen geringere Diffusionslängen auf.

Der Schwerpunkt des Teilvorhabens wurde zu Projektbeginn auf die Simulation und die Charakterisierung der Referenzproben gelegt, auf Grund einer zeitlichen Verschiebung bei der Lieferung des Messgerätes. Die für diese Teilbereiche gesetzten Ziele konnten im Laufe des Projektes erfolgreich abgeschlossen werden. Die Referenzproben wurden erfolgreich hergestellt und mit den makroskopischen Messverfahren getestet und quantifiziert. Im Rahmen der Simulation wurden die Referenzproben simuliert und damit die Prozessparameter für die Messungen bestimmt. Die experimentellen Untersuchungen und Evaluierungen wurden durch nicht vorhersehbare Probleme beeinflusst, deren Auswirkungen zu Beginn des Projektes nicht einschätzbar waren. Die Probleme waren hauptsächlich ein niederfrequentes Schwanken des Messsignales, welches das Ergebnis um nicht statistisch ermittelbare Werte veränderte und der Einfluss des Cantileverlasers, der sehr oberflächennah Ladungsträger injiziert, die die Messung verfälschen.

## 2 Zielsetzung

Das Verbundprojekt und somit auch das Teilvorhaben wurden im Rahmen der Ausschreibung „KMU-innovativ: Nanotechnologie“ (NanoChance) gefördert. Ziel des Verbundprojektes ist es, ein neuartiges und praxisrelevantes Messverfahren zur Bestimmung der Diffusionslänge von Ladungsträgern mit sehr hoher lateraler Auflösung, kleiner 50 nm, zu entwickeln. Das Verfahren soll die Prozessoptimierung bei der Produktion von poly- und mikrokristallinen Siliziumsolarzellen entscheidend unterstützen und daher möglichst einfach in die Produktionskette eingliederbar sein. Daher muss ein Messverfahren gefunden werden, das bei Umgebungsbedingungen und mit relativ kurzer Messzeit die erwünschte laterale Auflösung erreichen kann.

Dies soll dadurch erreicht werden, dass zwei bekannte und etablierte Messverfahren, namentlich Kelvinsondenrasterkraftmikroskopie (**K**elvin **P**robe **F**orce **M**icroscopy, KPFM) und Oberflächenphotospannungsmessung (**S**urface **p**hotovoltage, SPV), miteinander vereint werden. Diese Technik wurde NanoSPV genannt. Die Methode der SPV ist theoretisch nur durch die Größe des Messkopfes des Messgerätes beschränkt, der in der Größenordnung von mehreren Hundert Mikrometern bis Millimetern liegt. Durch die Kombination mit KPFM und somit der Messspitze eines Rasterkraftmikroskops (**a**tomic force **m**icroscope, AFM) kann diese Auflösung in den Nanometerbereich reduziert werden. Das Ziel des hier relevanten Teilvorhabens ist die numerische Simulation dieser Messmethode und die experimentelle Durchführung und Validierung an Referenzproben und Photovoltaikmaterial.

## 3 Wissenschaftlich – technologische Ergebnisse

Die wesentlichen Ergebnisse des Teilvorhabens können wie folgt zusammengefasst werden:

1. Herstellung von Referenzproben und Verifizierung der Proben mit etablierten Messverfahren (SPV,  $\mu$ -PCD (**m**icrowave-detected **p**hotoconductive **d**ecay), Photolumineszenz)
2. Realisierung einer 2D-Simulation für theoretische Untersuchungen des Verfahrens und Verifizierung durch Referenzproben
3. Messung der Referenzproben und praxisrelevanter polykristalliner Proben (Photovoltaikmaterial) mit der NanoSPV-Methode

### 3.1. Herstellung und Messung der Referenzproben

Dem Hauptteil des Projektes galt neben der qualitativen auch die quantitative Bestimmung der Ladungsträgerdiffusionslängen. Daher wurden Proben mit sehr genau definierten Eigenschaften benötigt. Insgesamt wurden 25 monokristalline Si-Wafer (Durchmesser: 150 mm, Dicke: 625  $\mu\text{m}$ , Bor dotiert, 10  $\Omega\text{cm}$ , mit 20 nm thermisch aufgewachsenem Siliziumdioxid) für die Referenzprobenerstellung benutzt. Neben fünf Referenzwafern, die nicht weiterprozessiert wurden, wurden jeweils fünf Wafer mit Eisen jeweils gleicher Dosis implantiert und anschließend mit „schneller thermischer Ausheilung“ (rapid thermal annealing, RTA) und Formiergas-Temperung, zur homogenen Verteilung des implantierten Eisen prozessiert. Die jeweiligen resultierenden Eisenkonzentrationen betragen ca.  $3,2 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-3}$ ,  $1,1 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ ,  $3,2 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-3}$  und  $1,1 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ . Eisen wurde gewählt, da das Rekombinationsverhalten von Eisen sehr gut bekannt ist und somit die resultierenden Ladungsträgerdiffusionslängen genau vorhersagbar sind [1, 2]. Ein weiterer Grund ist, dass Eisen eine der wesentlichen Verunreinigungen in typischem Photovoltaikmaterial darstellt [3].

Zur Verifizierung der Ladungsträgerdiffusionslängen wurden die Ergebnisse der SPV-Messmethode mit den theoretischen Werten verglichen. Bei der SPV-Methode werden an jedem einzelnen Punkt auf der Probe acht Laser mit unterschiedlicher Wellenlänge nacheinander durchgeschaltet und die Änderung des Oberflächenpotentials im Vergleich zum Dunkelniveau (Oberflächenpotential ohne Beleuchtung) gemessen und damit die Diffusionslänge bestimmt. Die Übereinstimmung von Theorie und Messung lässt sich sehr gut in Abbildung 1a) erkennen. Bei der Theorie wurde zusätzlich eine Rekombinationslebensdauer von  $\tau = 334 \mu\text{m}$  für das Substrat angenommen.

Zusätzlich wurde die Qualität der Referenzproben überprüft, indem die Eisenkonzentration mit SPV gemessen und mit der theoretisch erwarteten Konzentration verglichen wurde. Dafür wird zunächst die Diffusionslänge der Probe wie gewohnt gemessen. Dann wird die Probe einem Blitzlicht ausgesetzt, welches die FeB-Paare dissoziiert. Da sich das nun vorliegende interstitielle Eisen deutlich von den FeB-Paaren in Bezug auf das Defektniveau unterscheidet, ändert sich auch das Rekombinationsverhalten der Probe und somit die Diffusionslänge. Aus der Differenz der Diffusionslänge vor und nach der Dissoziation lässt sich die Eisenkonzentration bestimmen (Abbildung 2). Die Ergebnisse für die unterschiedlichen Eisenkonzentrationen sind in Abbildung 1b) dargestellt. Die gemessene Konzentration entspricht auf der Vorder- wie auch auf der Rückseite sehr genau der Konzentration, die sich aus der Implantationsdosis bei Annahme einer homogenen Verteilung des Eisens im Volumen ergibt und verifiziert damit die homogene Verteilung des Eisens in der gesamten Probe und die Qualität der Referenzproben.

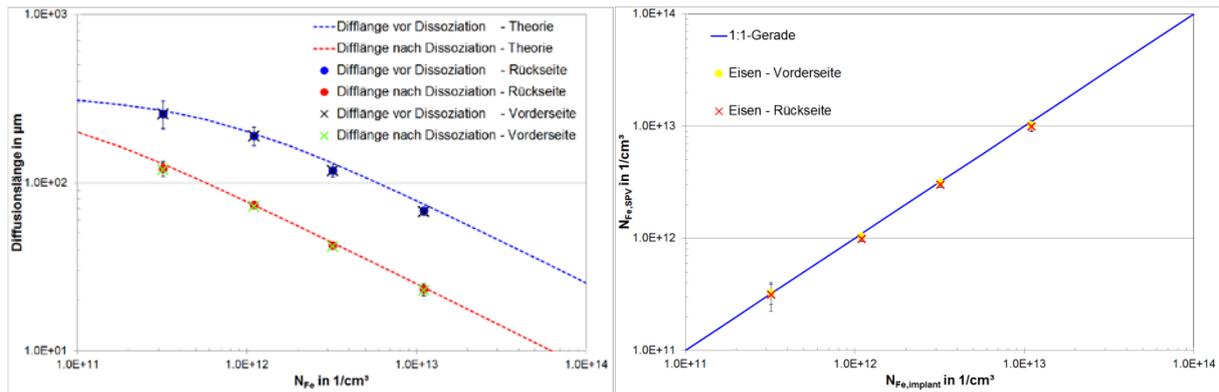


Abbildung 1: a) Diffusionslänge als Funktion der Eisenkonzentration für Theorie und Messungen auf der Vorder- und Rückseite vor (blau) und nach (rot) der Dissoziation der FeB-Paare. b) Plot der gemessenen Eisenkonzentration in Abhängigkeit von der implantierten nominellen Eisenkonzentration. Die blaue 1:1-Gerade spiegelt den idealen Fall wider, in dem die gemessene der nominellen Konzentration entspricht.

Mit der makroskopischen SPV-Methode wurden die Diffusionslängen für die unterschiedlichen Eisenkonzentrationen wie folgt bestimmt:

Tabelle 1: Messung der Diffusionslängen mit dem makroskopischen SPV-Gerät

Eisenkonzentration [ $\text{cm}^{-3}$ ]	Diffusionslänge [ $\mu\text{m}$ ]
$1,1 \cdot 10^{13}$	72,8
$3,2 \cdot 10^{12}$	127,6
$1,1 \cdot 10^{12}$	198,4
$3,2 \cdot 10^{11}$	274,1

### 3.2. Realisierung einer 2D-Simulation

Im Rahmen des Teilvorhabens sollte neben den Messungen der Aufbau und die Messmethode zusätzlich simuliert werden. Dies ist vor allem notwendig, da diese Messmethode weder experimentell noch theoretisch erschlossen ist und somit eine Grundlage für die Ergebnisinterpretation benötigt wird. Die Simulationen wurden mit der Software Sentauros der Firma Synopsis durchgeführt.

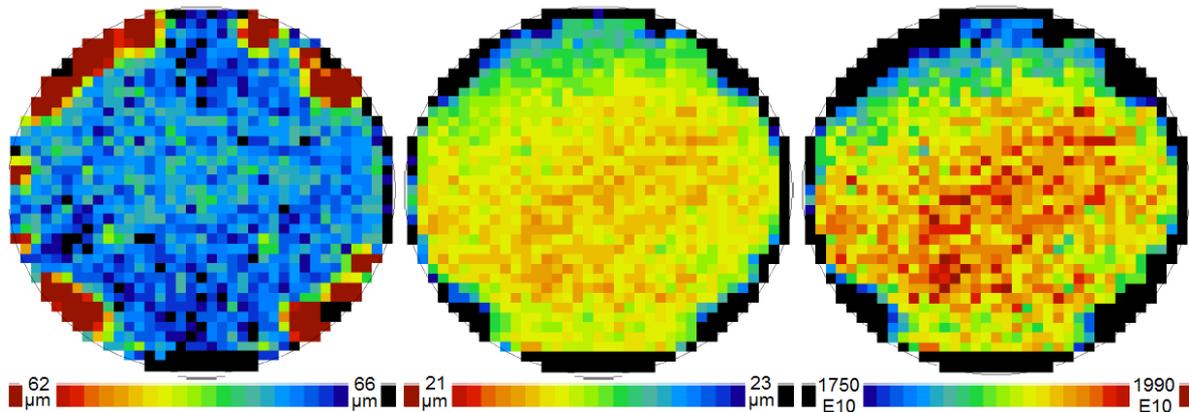


Abbildung 2: Bestimmung der Eisenkonzentration mit Hilfe der SPV-Methode. Ladungsträgerdiffusionslänge auf der Probe mit höchster Eisenkonzentration a) vor und b) nach der Dissoziation der FeB-Paare. c) Aus dem Unterschied lässt sich die Eisenkonzentration bestimmen.

Die ersten Simulationen wurden für 2D-Siliziumproben durchgeführt, die den Referenzproben in Dotierung und Abmaßen entsprechen, allerdings ohne Eisenverunreinigungen. Hiermit sollten die Grundvoraussetzungen an den Messaufbau, die Messdurchführung und die Anforderungen an die benötigten externen Laser bestimmt werden. Letzteres ist notwendig, da es sich bei SPV um eine Niedriginjektionslevel-Messmethode handelt. Für die Auswertung muss ein linearer Zusammenhang zwischen SPV-Signal und Überschussladungsträgerkonzentration gegeben sein. Dieser ist gegeben für den Fall, dass das SPV-Signal nur einige wenige mV misst. Die Grenze der Laserleistung bei der dieser lineare Zusammenhang noch gilt, wurde in der Simulation bestimmt.

Für die Bestimmung der Diffusionslänge gibt es bei der SPV-Methode zwei unterschiedliche Ansätze. Entweder wird die Photonenzahl der einzelnen Laser auf denselben Wert eingestellt und die Diffusionslänge über die Änderung des SPV-Signals bestimmt. Oder die Laser werden während der Messung so reguliert, dass das SPV-Signal für jeden Laser konstant bleibt, und die Diffusionslänge dann über die unterschiedliche Photonenzahl der Laser bestimmt wird. Die unterschiedlichen Messmethoden wurden simuliert, die Ergebnisse sind in Abbildung 3 dargestellt. In den Graphen wird je nach Messmodus entweder der Kehrwert des SPV-Signals über die Eindringtiefe der Laser angetragen (Abb. 3a)) oder die Photonenzahl über die Eindringtiefe (Abb. 3b)). Anschließend werden die Messpunkte mit einem linearen Fit ausgewertet, falls die Messung sich im linearen Bereich befindet. Der Schnittpunkt der Fit-Gerade mit der Abszisse gibt den Absolutwert der Diffusionslänge.

Überschreitet man die Grenzen für die lineare Auswertung, darf nicht mehr mit einem linearen Fit gearbeitet werden.

Aus Abb. 3b) ergibt sich, dass sich die ausgewertete Diffusionslänge für den Modus konstanter SPV über einen sehr großen Bereich steigender Laserleistungen nicht ändert. In Abb. 3a) hingegen ist eine deutliche Steigerung der mittels linearem Fit ausgewerteten effektiven Diffusionslänge mit steigender Leistung zu beobachten. Der Wert „Leistung x“ in der Legende beschreibt den Faktor, mit dem die Grundlaserleistung multipliziert wurde. Dieser Vergleich zeigt, dass die Messmethode mit konstanter SPV bei üblicher Auswertung mittels linearem Fit deutlich konstanter in Bezug auf die Laserleistungen ist und Messungen mit größeren Laserleistungen ermöglicht. Das SPV-Signal von 175 mV entspricht der fünffachen Laserleistung, wie bei Abbildung 3 a) die Messung beim Leistungsfaktor 500. Beim Modus mit konstanter Photonenzahl hingegen variieren die Diffusionslängen schon bei geringen Laserleistungssteigerungen, da dann die Auswertung mittels linearem Fit nicht mehr zu korrekten Ergebnissen führt (man sich somit nicht mehr im „linearen Bereich“ befindet). Aus diesen Simulationen folgt, dass ein Aufbau mit Nachregelung der Laserleistungen für ein konstantes SPV-Signal eine vereinfachte Auswertung erlaubt und die Restriktionen für die Laserleistungen deutlich abschwächt. Allerdings gewährleistet die Messung mit konstanter Photonenzahl ein vereinfachtes Setup und eine schnellere Messung, da nicht nachgeregelt werden muss.

Daher werden im experimentellen Teil alle Messungen mit konstanter Photonenzahl durchgeführt und dafür in der Auswertung die zusätzlichen Einflüsse durch die Nichtlinearität berücksichtigt.

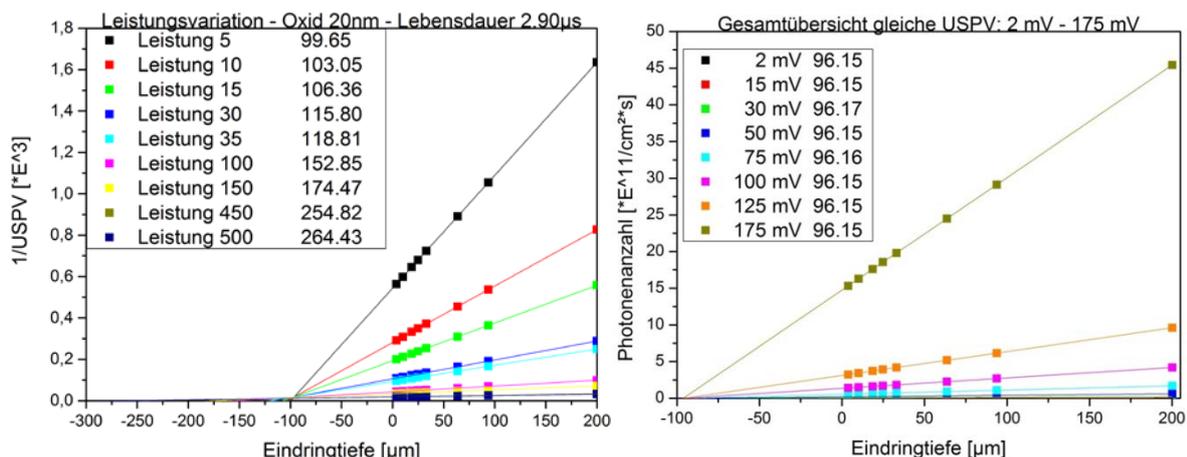


Abbildung 3: Graphen für die Simulation der Diffusionslänge für unterschiedliche Messmethoden der SPV. Messmodus mit a) konstanter Photonenzahl und b) konstantem SPV-Signal. Bei konstantem SPV-Signal zeigt sich ein deutlich stabileres Verhalten der Diffusionslänge über einen großen Bereich der Laserleistung.

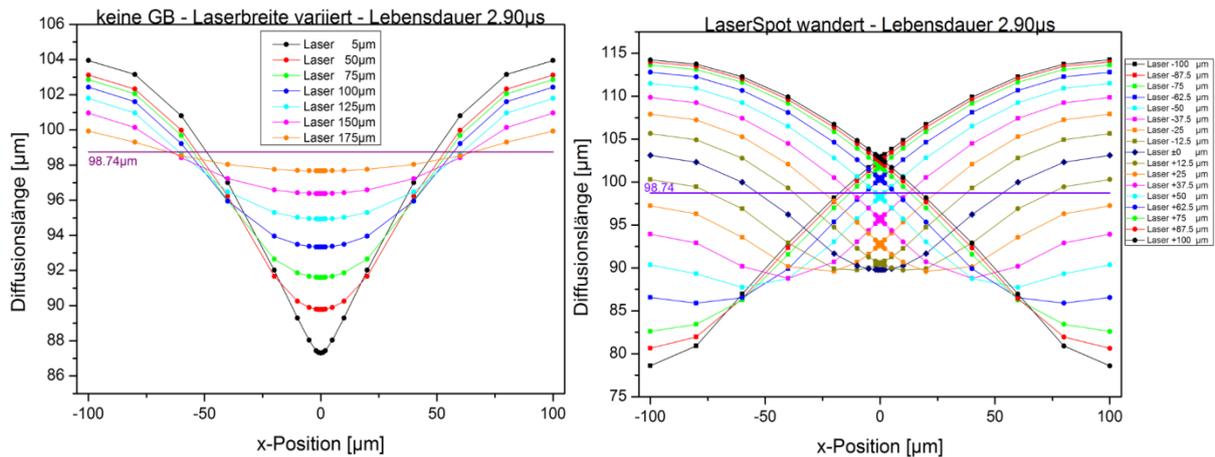


Abbildung 4: Simulationsgraphen der Diffusionslänge über die Position auf der Probe für unterschiedliche a) Laserspotgrößen und b) Position des 50 μm Laserspots auf der Probe. Die violette horizontale Linie beschreibt den simulierten Wert für die Diffusionslänge einer vollständig ausgeleuchteten Probe.

Ein weiterer Einfluss auf die Messung ist die homogene Ausleuchtung des Messbereiches bzw. die Größe des Laserspots. In der Simulation wurde der Einfluss einer Änderung der Position bzw. der Größe des Laserspots auf die Ergebnisse bestimmt. In Abb. 4a) wurde der Laserspot in der Mitte der Probe fixiert und die Breite des Spots variiert. Angetragen wurde die simulierte Diffusionslänge in Abhängigkeit der Position auf der Probe für unterschiedliche Laserspotbreiten. Die horizontale violette Linie beschreibt die erwartete Diffusionslänge für eine ganzflächig homogen ausgeleuchtete Probe. Wie in Abb. 4a) ersichtlich, ergibt sich durch eine nicht vollständig homogene Beleuchtung eine starke Veränderung der Diffusionslänge, die zusätzlich noch messpositionsabhängig wird.

Eine zusätzliche Änderung der Diffusionslänge ergibt sich, wenn der Laserspot nicht auf den Messpunkt zentriert ist, sondern lokal davon abweicht, wie in Abbildung 4b) dargestellt. Aus diesen Simulationen folgt, dass eine homogene und ausreichend großflächige Beleuchtung notwendig ist, um verlässliche Werte für die Diffusionslänge zu erhalten, die nicht durch die Messmethode selbst verfälscht werden. Im experimentellen Teil wurde daher der Laserspot auf einen Durchmesser von 2 mm eingestellt um die großflächige homogene Beleuchtung zu gewährleisten.

### 3.3. NanoSPV-Messungen

Zur Verifizierung der Messmethode und dem Erreichen des Halbzeitmeilensteins (Messergebnisse an Referenzproben erfolgreich verifiziert; Vergleich NanoSPV zu Makroskopischer SPV) wurden die Messungen mit dem Gerät des Projektpartners DME Nanotechnologie GmbH durchgeführt. Bei dem Gerät handelt sich um ein Standard-AFM der Firma, welches um einen offenen Laseraufbau mit vier unterschiedlichen Laserquellen erweitert wurde.

Zunächst wurden keine Maps mit dem AFM aufgenommen, sondern die Messungen ruhend an einem Punkt durchgeführt. Dadurch sollten zusätzliche Fehlerquellen, z.B. eine Drift des AFMs, ausgeschlossen werden, die die Auswertung erschweren. Da es sich bei der NanoSPV um eine relative Messmethode handelt, wird zur Auswertung die Differenz des Dunkelsignals zu dem Signal mit externem Laser benötigt. Zu diesem Zweck wurden abwechselnd Messungen ohne externe Laserquelle durchgeführt („Dark Signal“) und Messungen mit dem jeweiligen Laser („Laser 650 nm“, „Laser 850 nm“, „Laser 904 nm“, „Laser 980 nm“), siehe Abbildung 5a). Bei jeder Messung wurden jeweils 20 Messpunkte aufgenommen, die wiederum jeweils aus einer Mittelung von 2000 Einzelmessungen bestehen, um Messschwankungen zu minimieren.

Die Auswertung der Diffusionslänge erfolgt wie in Kapitel 2.2 beschrieben durch den linearen Fit der Kehrwerte der SPV-Signale. Diese Auswertung ist in Abb. 5b) – d) für drei unterschiedliche Eisenkonzentrationen dargestellt. Ein Vergleich der gemessenen Werte des makroskopischen Tools und der des NanoSPV-Gerätes ist in Tabelle 1 gezeigt. Es ergibt sich eine sehr genaue Übereinstimmung für die drei gemessenen Eisenkonzentrationen, womit der Halbzeitmeilenstein erfüllt wurde. Für die Proben mit der höchsten Diffusionslänge wurde nur eine qualitative, aber keine reproduzierbare quantitative Steigerung der Diffusionslänge gemessen. Da das geplante Anwendungsgebiet der NanoSPV mikro- und nanokristalline Proben mit geringen Lebensdauern sind, wird dies nicht als entscheidendes Problem bewertet.

Das Erreichen des Halbzeitmeilensteins zeigt, dass das Verfahren grundsätzlich für die vorgegebene Problemstellung geeignet ist. Allerdings haben sich im Verlauf des Projektes einige Fehlerquellen aufgezeigt, die die Reproduzierbarkeit der Messmethode erschweren.

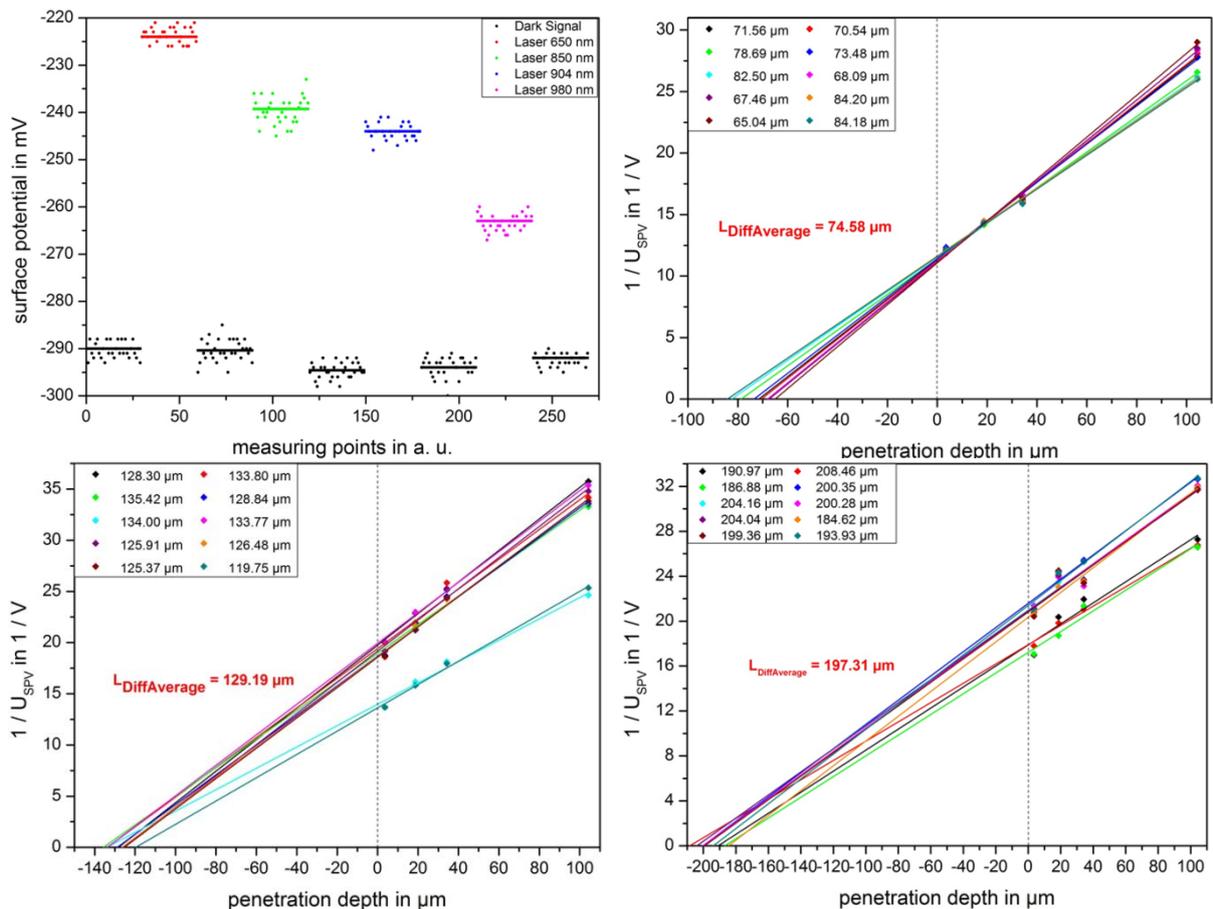


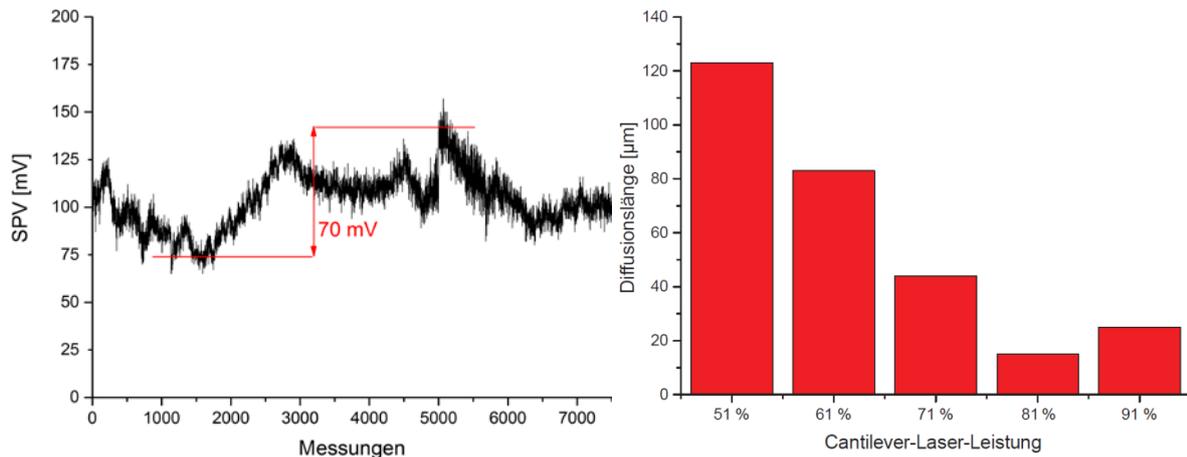
Abbildung 5: a) Darstellung einer Punktmessung mit der NanoSPV-Methode mit dem Wechsel von Dunkel- und Laserniveau zur Bestimmung der Oberflächenphotospannungsänderung. Auswertegraphen für die Diffusionslängenmessung der Referenzproben an zehn unterschiedlichen Positionen pro Probe, mit den Eisenkonzentrationen b)  $1,1 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-3}$  c)  $3,2 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-3}$  und d)  $1,1 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ . Der Mittelwert der Messungen ist in roter Schrift angegeben.

Tabelle 2: Übersicht über die gemessenen Diffusionslängen

Eisenkonzentration in $\text{cm}^{-3}$	SPV - $L_{\text{Diff}}$ in $\mu\text{m}$	NanoSPV - $L_{\text{Diff}}$ in $\mu\text{m}$
$1,1 \cdot 10^{13}$	72,8	74,6
$3,2 \cdot 10^{12}$	127,6	129,2
$1,1 \cdot 10^{12}$	198,4	197,3
$3,2 \cdot 10^{11}$	274,1	-----

Die Messungen ergaben ein niederfrequentes Signalschwanken, welches nicht über statistische Verfahren unterdrückt werden konnte, da es sich um große Signaländerungen im Minutenbereich handelte. Die Auswirkungen sind in Abbildung 6a) dargestellt. Das Signal veränderte sich im Verlauf von 30 Minuten um bis zu 70 mV und liegt damit in derselben Größenordnung wie das zuvor gemessene Messsignal. Zur Optimierung wurde ein anderer Messmodus gewählt („Lift-Mode“), bei dem das Schwanken reduziert werden konnte, aber dafür die Messzeit verdoppelt

wurde. Zuerst wurden Topographie und KPFM-Signal mit jeweils unterschiedlichen Frequenzen gleichzeitig gemessen. Beim neuen Lift-Modus wird zunächst die Oberfläche gemessen und dann die Messspitze einige Nanometer von der Probe entfernt (6 nm – 10 nm) und dann das KPFM-Signal ebenfalls bei der Resonanzfrequenz gemessen. Das Schwanken wurde damit auf Werte im Bereich von 20 mV reduziert, konnte aber nicht endgültig unterdrückt werden.



*Abbildung 6: Einfluss unterschiedlicher Fehlerquellen auf die Messungen. a) Niederfrequentes Rauschen des Messsignales über eine 30 Minuten Messung ruhend an einer Stelle. Es sind Schwankungen bis 70 mV sichtbar. b) Änderung der gemessenen Diffusionslänge in Abhängigkeit der Cantilever-Laserleistung auf derselben Stelle mit ansonsten unveränderten Messparametern auf der Probe mit einer Eisenkonzentration von  $1,1 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ .*

Eine weitere Fehlerquelle stellt der Cantileverlaser (CL) dar, der für die KPFM-Messung benötigt wird, um stets die Auslenkung des Cantilevers zu überprüfen, da es sich um eine Nicht-Kontakt-Messmethode handelt. Deshalb kann der CL unter keinen Umständen während der Messungen deaktiviert werden. Wie in Abbildung 6b), am Beispiel der Probe mit  $1,3 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-3}$  Eisenkonzentration ( $L_{\text{Diff}} = 74,6 \text{ µm}$ ), gezeigt, bewirkt eine Veränderung der CL-Leistung eine deutliche Variation der Diffusionslänge. Der CL hat mit 650 nm Wellenlänge nahezu dieselbe Wellenlänge wie einer der externen Laser und auch eine sehr oberflächennahe Absorption (Eindringtiefe 3,6 µm). Da der CL nicht perfekt reproduzierbar an dieselbe Stelle eingestellt werden kann, und somit nicht immer exakt denselben Einfluss auf die Messung hat, führt dies zu einer starken Beeinflussung des Messergebnisses, die unter nicht vernachlässigbarem Aufwand herausgerechnet werden muss. Der vorhandene Aufbau ermöglicht keine überwachte- oder steuerbare Laserposition in Bezug auf den Cantilever.

Deshalb wurden für weitere Untersuchungen die Messungen an einem zusätzlichen AFM im Haus durchgeführt (Dimension ICON, Fa. Bruker AG). Dieses AFM ermöglicht eine signifikante Änderung der Position des CL auf dem Cantilever bei Beibehaltung der Funktionalität hinsichtlich des KPFM-Modus. In Abbildung 7 sind beispielhaft zwei Messungen mit dem CL auf der Spitze (Abb. 7a)) und am hinteren Ende des Cantilevers (Abb. 7b)) dargestellt. Bei den Messungen sind jeweils die

Dunkelniveaus (helle Bereiche) und die Laserniveaus der einzelnen Laser (von oben nach unten aufsteigende Wellenlänge: Laser 650 nm – Laser 980 nm) zu erkennen. Durch die Verschiebung des CLs auf das hintere Drittel des Cantilevers ergab sich eine deutliche Verbesserung des Signales, bei der der Signal-Unterschied zwischen Dunkelniveau und hellem Niveau eindeutig zu erkennen ist.

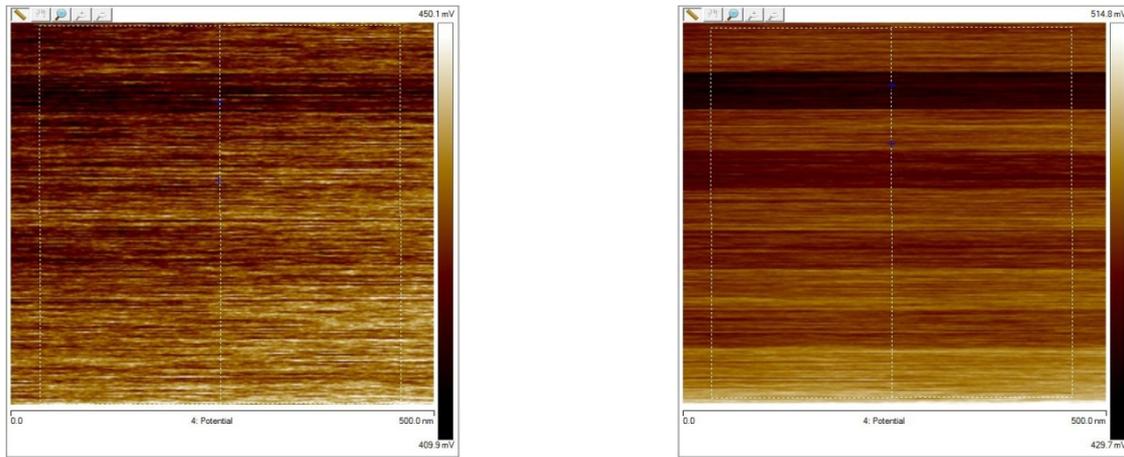


Abbildung 7: AFM-Maps des Oberflächenpotentials der Probe mit einer Eisenkonzentration von  $1,1 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-3}$  mit Cantilverlaser auf a) Spitze des Cantilever und b) hinterem Drittel des Cantilevers. Die helleren Bereiche stellen die Messungen ohne Laser dar. Die Lasermessungen sind von oben (Laser 650 nm) nach unten (Laser 980 nm) der Wellenlänge nach aufsteigend gemessen.

Neben den in diesem Kapitel erläuterten Optimierungen und Erkenntnissen wurden weitere mögliche Verbesserungen untersucht, siehe Kapitel 4. Insgesamt konnte die NanoSPV-Messmethode so hingehend optimiert werden, dass eine stabilere Messung des SPV-Signales realisiert wurde. Die unterschiedlichen Laser liefern eindeutig zu unterscheidende SPV-Signale, die der Theorie entsprechend, von der kürzesten zur längsten Wellenlänge in der Stärke abnehmen.

Allerdings konnte der Unterschied zwischen den Eisenkonzentrationen nicht immer quantitativ reproduzierbar gemessen werden. Das SPV-Signal für die unterschiedlichen Eisenkonzentrationen war für die jeweiligen Laser untereinander sehr ähnlich und die damit errechneten Diffusionslängen ergaben stets qualitativ den richtigen Trend, d.h. die niedrigste Eisenkonzentration entsprach der größten Diffusionslänge und umgekehrt. Aber bei der quantitativen Betrachtung ergaben sich neben den erwarteten Unterschieden von circa  $60 \mu\text{m}$  zwischen den Proben, auch teilweise bei Messungen nur Änderungen im Bereich von  $10 \mu\text{m} - 15 \mu\text{m}$ . Die Hauptursache hierfür ist vermutlich der CL, der zu viele Ladungsträger an der Oberfläche generiert und damit das eigentliche Messsignal überlagert. Als mögliche Lösungsansätze ergeben sich entweder piezo-resistive AFM-Spitzen, die ohne Laser betrieben werden können. Allerdings liegt das Rauschen dieser Spitzen bei circa  $50 \text{ mV}$  und würde somit ebenfalls das Messsignal zu stark überlagern. Zum anderen wäre ein AFM-Betrieb mit Infrarot-Laser denkbar ( $\lambda \approx 1550 \text{ nm}$ ), da für diese Wellenlänge das Silizium transparent für den CL wäre und somit die Messung nicht

beeinflusst werden sollte. Der Umbau war im Rahmen des Projektes mit dem Projektpartner jedoch nicht mehr möglich.

Abschließend wurden erste Messungen auf polykristallinen Si-Proben durchgeführt. Die Proben wurden mit EBIC untersucht, um die Positionen der Korngrenzen genau zu bestimmen und dann mit der NanoSPV-Methode zu vermessen. In Abbildung 8 ist eine Messung an einer polierten polykristallinen Probe zu sehen. Die Korngrenze wird mit den elektrischen Messmethoden deutlich sichtbar und mit der SPV-Methode kann dort die Diffusionslänge bestimmt werden. Damit konnte gezeigt werden, dass die NanoSPV dafür geeignet ist, zumindest qualitativ das Verhalten von Korngrenzen aufzuzeigen.

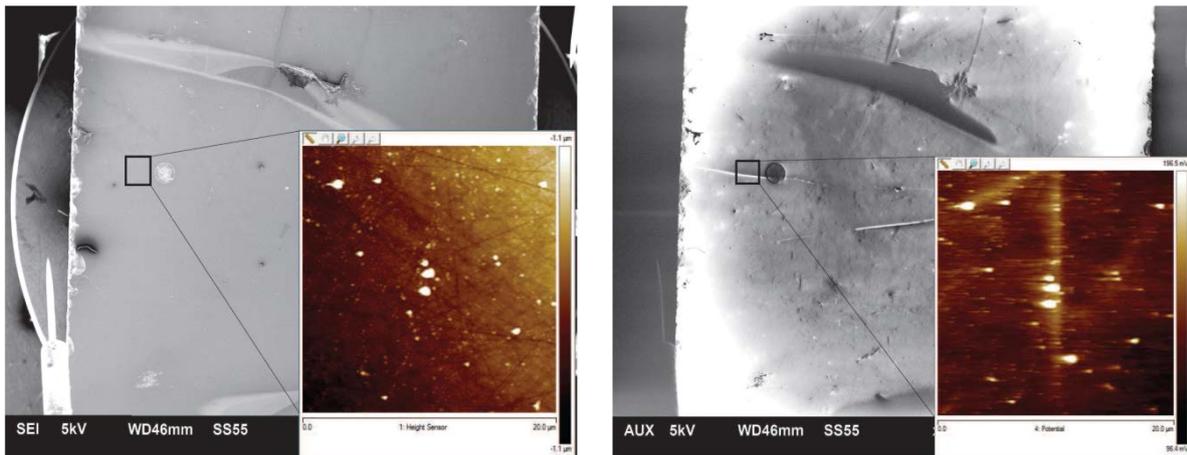


Abbildung 8: a) REM- und AFM-Topographie-Aufnahme einer polierten polykristallinen Si-Probe. b) EBIC- und NanoSPV-Messungen an derselben Stelle wie a). Die Korngrenze ist deutlich sichtbar (Die AFM-Bilder sind 90° verdreht zu den REM-Bildern).

## 4 Ausblick

Im Rahmen des Projektes stand im Vordergrund eine quantitative, schnelle Messmethode für die Bestimmung von Ladungsträgerdiffusionslängen mit hoher lateraler Auflösung zu realisieren. Auf Grund der aufgetretenen Probleme wurde das Ziel im Rahmen des Projektes nicht erfolgreich erreicht.

Da die Messungen allerdings qualitativ möglich waren und die Fehlerquellen durch umfangreiche Analysen stark eingeschränkt werden konnten, wird an dem Ansatz weiter geforscht. Es ist ein Umbau des AFMs denkbar, bei dem der Cantileverlaser durch einen Laser im Infrarot-Bereich ( $\lambda = 1550 \text{ nm}$ ) ausgetauscht wird. Bei dieser Wellenlänge ist das Silizium transparent für den Laser und es werden keine Ladungsträger mehr erzeugt, die das Sample schon vor der externen Beleuchtung in Sättigung bringen. Ein anderer Ansatz ist das Wechseln der Messmethode von KPFM zu leitfähigem AFM (cAFM). Dabei handelt es sich um eine Kontaktmessmethode, bei der AFM und Probe in Kontakt gebracht werden und der Photostrom direkt gemessen wird. Bei dieser Methode kann am Gerät der Firma Bruker AG der Cantileverlaser während der Messung ausgeschaltet werden und somit der reine, durch die externe Laserquelle erzeugte, Photostrom gemessen werden.

Beide Ansätze werden nach Ende des Projektes am Fraunhofer IISB fortgeführt.

## 5 Präsentation der Ergebnisse

Präsentation auf Konferenzen

- Stumpf, F.; Rommel, M.; Bauer, A.J.; Frey, L.; Hitzel, F.; Stadelmann, A.; Bartel, T.: NanoSPV – SPM Technique for the Quantitative Measurements of Minority Charge Carrier Diffusion Lengths with High Spatial Resolution; Vortrag auf der EU PVSEC 2014, European PV Solar Energy Conference and Exhibition 2014, 22. – 26.09.2014, Amsterdam, The Netherlands
- Stumpf, F.; Rommel, M.; Bauer, A.K.; Frey, L.; Hitzel, F.; Stadelmann, A.: Nano-SPV – SPM Technique for Measuring Minority Charge Carrier Diffusion Lengths with High Spatial Resolution, Vortrag auf der ICN+T 2014, International Conference on Nanoscience and Technology, 21. – 25.07.2014, Vail, Colorado, USA

## 6 Literaturverzeichnis

- [1] Rommel, M.; Zoth, G.; Ullrich, M.; Ryssel, H.: Recombination lifetimes of iron contaminated silicon wafers: Characterization through a single set of capture cross- sections, Diffusion and Defect Data Pt. B: Solid State Phenomena **82-84**, 373-380 (2002)
- [2] Rommel, M.; Bauer A.J.; Ryssel, H.: Detailed Carrier Lifetime Analysis of iron-contaminated Boron-doped Silicon by comparison of Simulation and Measurement, Journal of the Electrochemical Society **155** (2), H117 – H123 (2008)
- [3] Istratov, A.A.; Hieslmair, H.; Weber, E.R.: Iron contamination in silicon technology, Applied Physics A **70** (5), 489-534 (2000)