

GaInAsP/InP LED-ek kutatása és spektroszkópiai alkalmazása a közeli infravörös tartományban

Fény abszorpció és reemisszió egyetlen szélessávú LED chip szerkezetében

NÁDAS JÓZSEF

TÉMAVEZETŐ: DR. RAKOVICS VILMOS



DOKTORANDUSZOK XVIII. HÁZIKONFERENCIÁJA

ÓBUDAI EGYETEM

2023-01-30

Kutatási terület

- Biológiai eredetű *szerves anyagok*
- indikatív kimutatásához és *spektroszkópi*ai vizsgálatához optimalizált
- *fényforrás* tervezése és készítése
- *kéziműszerek*ben történő alkalmazásra.

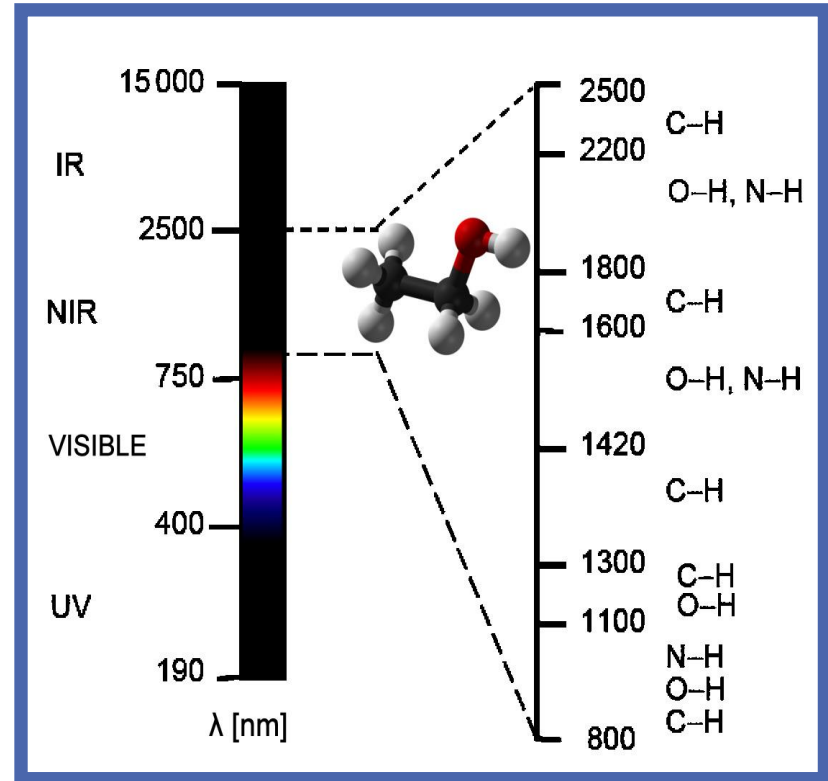


Követelmények:

- miniatürizálás, pontszerűség a pontos optikai leképezéshez
- kis fogyasztás, önálló kéziműszer (laptop nélkül)
- nagy intenzitás
- vizsgálandó anyaghoz illesztett hullámhossz tartomány

Spektroszkópiára alkalmas közeli IR hullámhossztartomány

- a spektroszkópia alkalmas a szerves anyagok **OH, -NH, CH** funkciós csoportjai kimutatására
- kötések vegyértékrezgéseire jellemző rezonancia-hullámszám $2500-4000\text{ cm}^{-1}$, ($\lambda=3-4\text{ }\mu\text{m}$)
- az **1-3. felharmonikusok mérése közeli IR-ben**, nagyságrendekkel kisebb jelek is hatékonyan mérhetők (jobb jel-zaj viszony)
- felharmonikusok hullámhosszán „mélyebbre” látni az anyagban



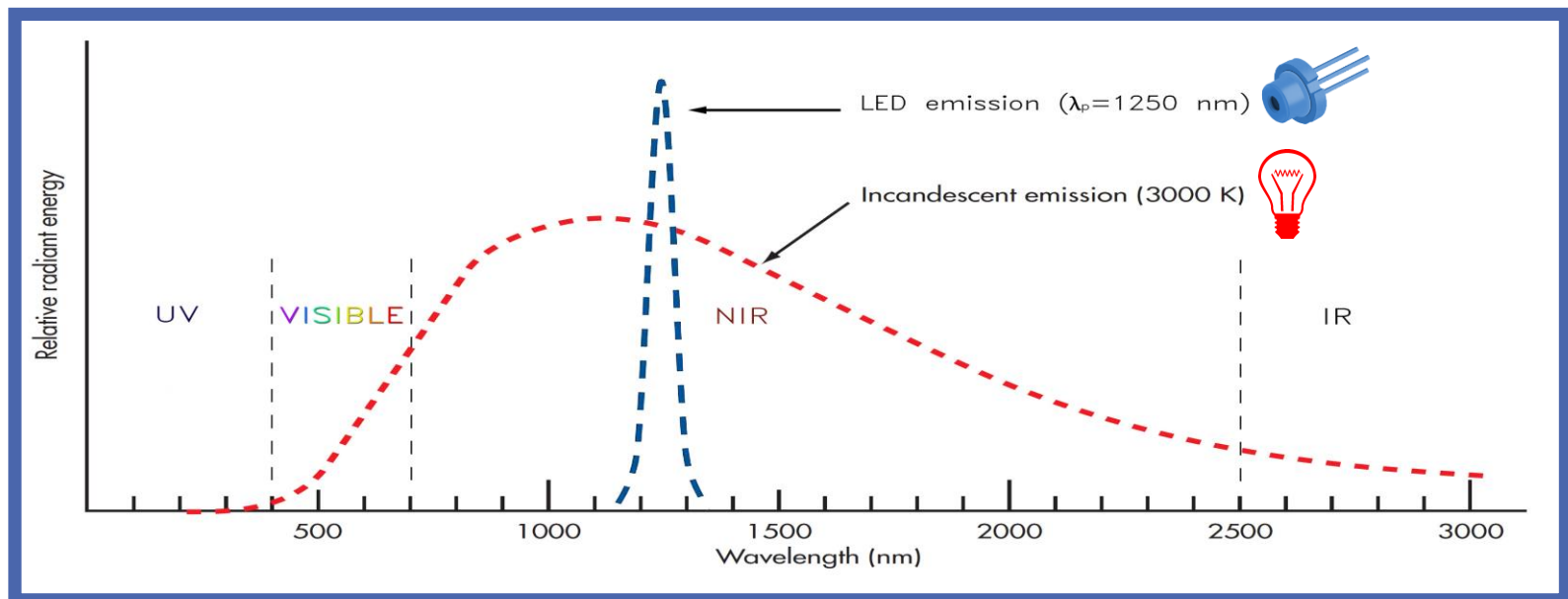
Miért a LED? LED előnyei az izzólámpához képest

Izzólámpa

- + Folytonos spektrum IR-ben
- Miniaturizálás nehéz, nem pontszerű
- Válaszidő hosszú ($x \cdot 10^{-1}$ s)
- Sugárzás erősen feszültségfüggő
- Élettartama rövid ($x \cdot 10^3$ h)

LED

- Tervezhető, de keskeny tartományú sugárzás
- + Miniaturizálható, pontszerű
- + Válaszidő rövid ($x \cdot 10^{-9}$ s)
- + Munkapont könnyen beállítható
- + Élettartama hosszú ($x \cdot 10^4$ h)

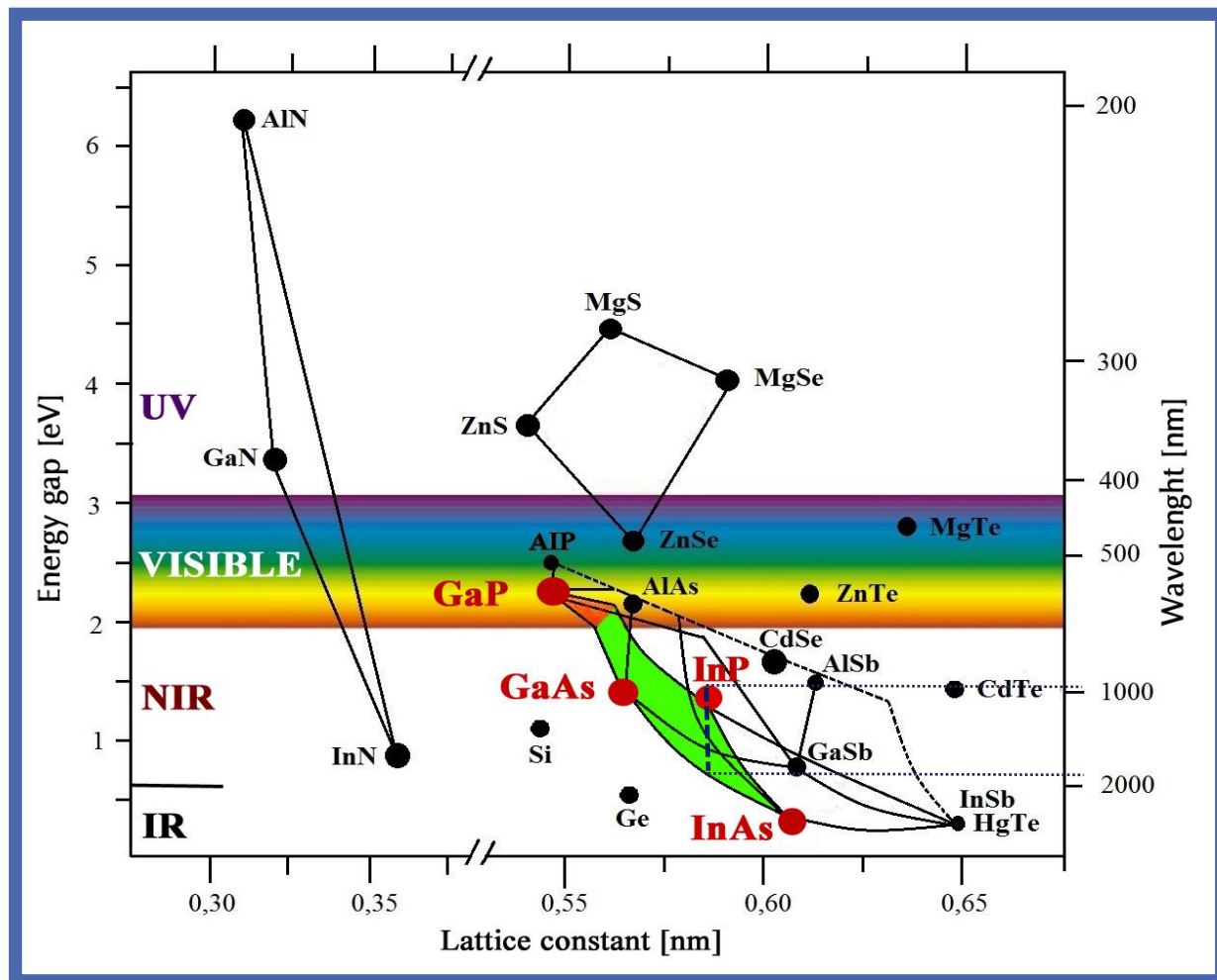


Anyag- rendszerek

*Vegyületfélvezetők
rácsállandó-tiltottsáv-
hullámhossz
összefüggése*

GaInAsP/InP: keskeny és az összetétellel hangolható a hullámhossz, közben a rácsállandó változatlan marad

960-1670 nm tartományban az InP-hoz rácsillesztett LED (hordozó abszorpciója elhanyagolható).



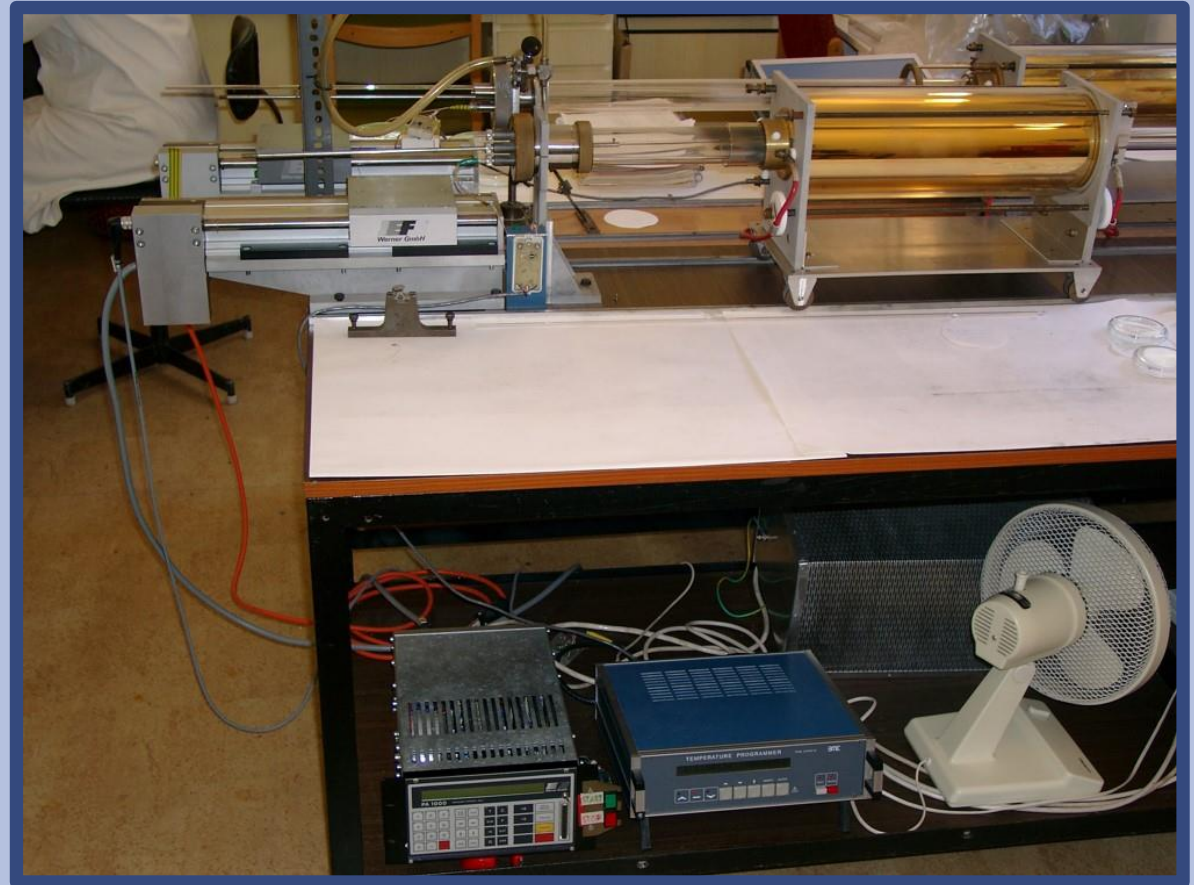
[3]

LPE technológia

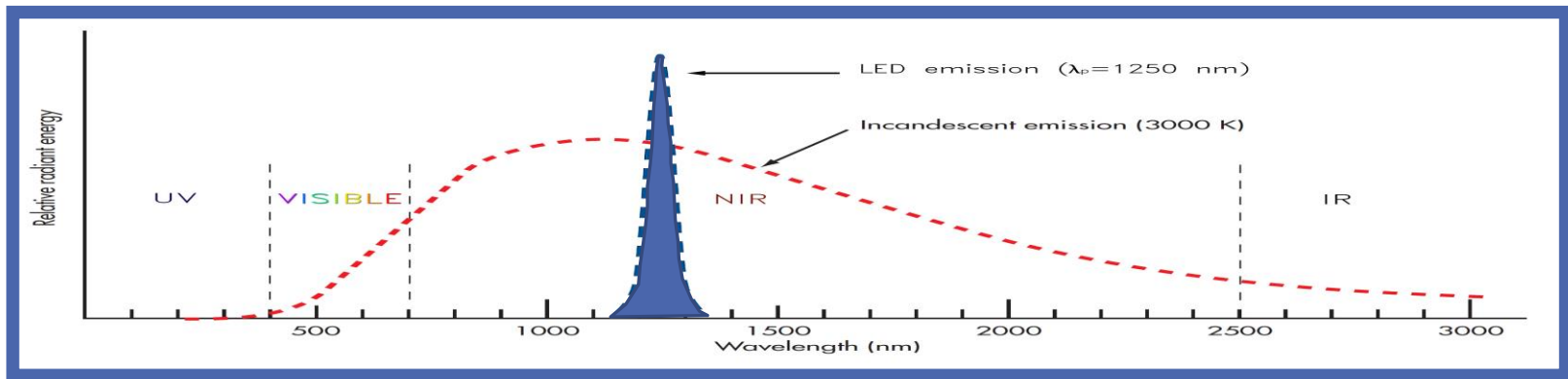
Liquid Phase Epitaxy

Folyadékfázisú epitaxia

- nagyon pontosan beállíthatók kis rétegvastagságok
- viszonylag olcsó és egyszerű
- anyagtakarékos
- gyorsan készíthetők kis sorozatok
- kísérleti-kutatási célokra és kissorozatú gyártásra ideális

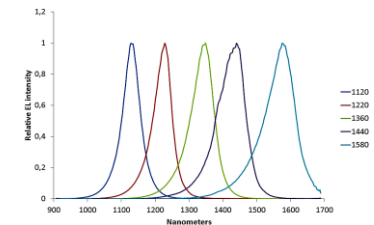
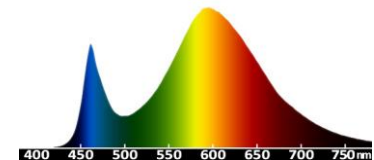


Sávszélesítés



Lehetséges elvi megoldások:

- fénypor alkalmazása (világítástechnikában elterjedt)
- aktív rétegek szerkezeti kialakításával (pl. tandem LED)
- eltérő hullámhosszúságon sugárzó LED-ek csoportja



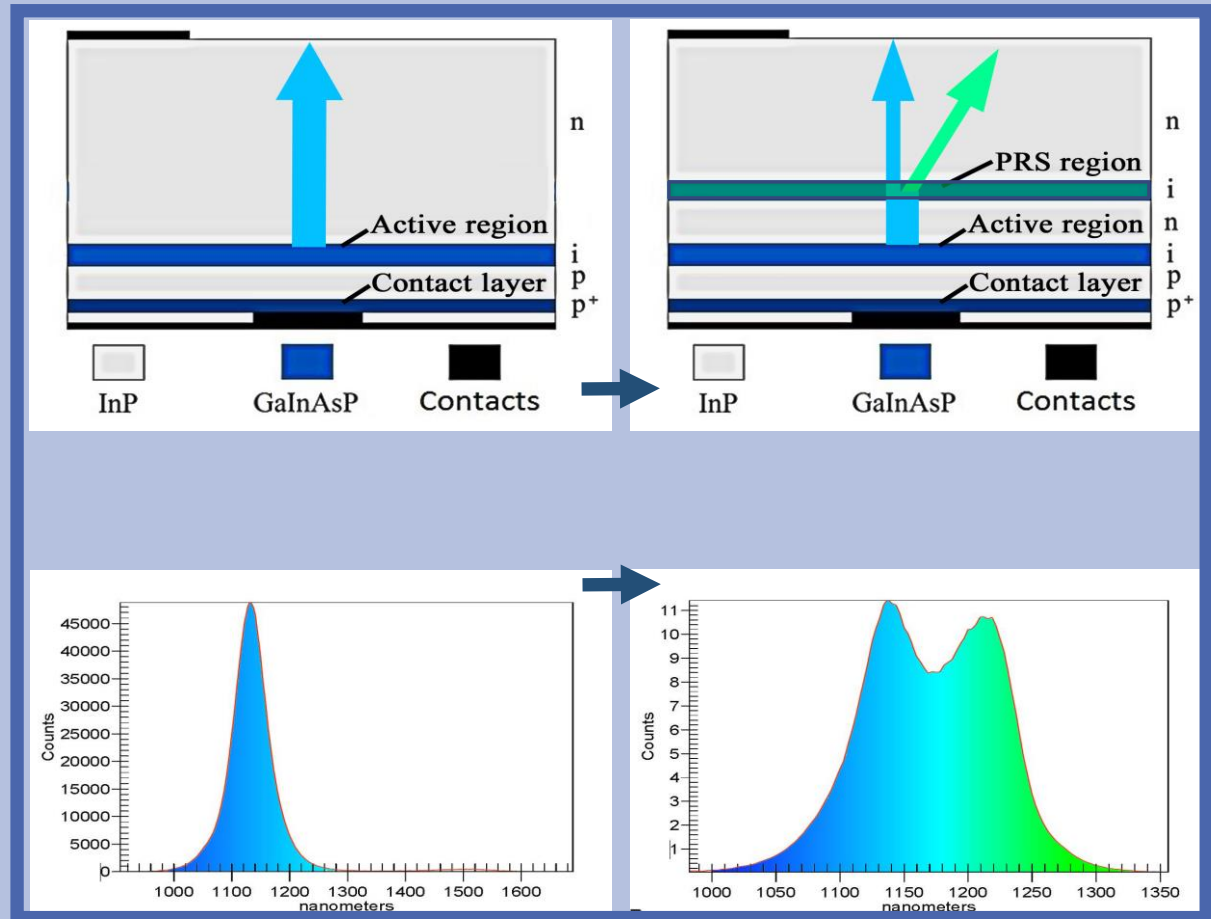
Sávszélesítés lumineszkáló réteggel

Elsődleges rétegben keletkező sugárzás csak részben lép ki változatlan formában a diódából,

Egy része a további rétegeket gerjeszti

Lumineszkálással több sugárzási csúcsot valósít meg

PRS=Photon Recycling Semiconductor



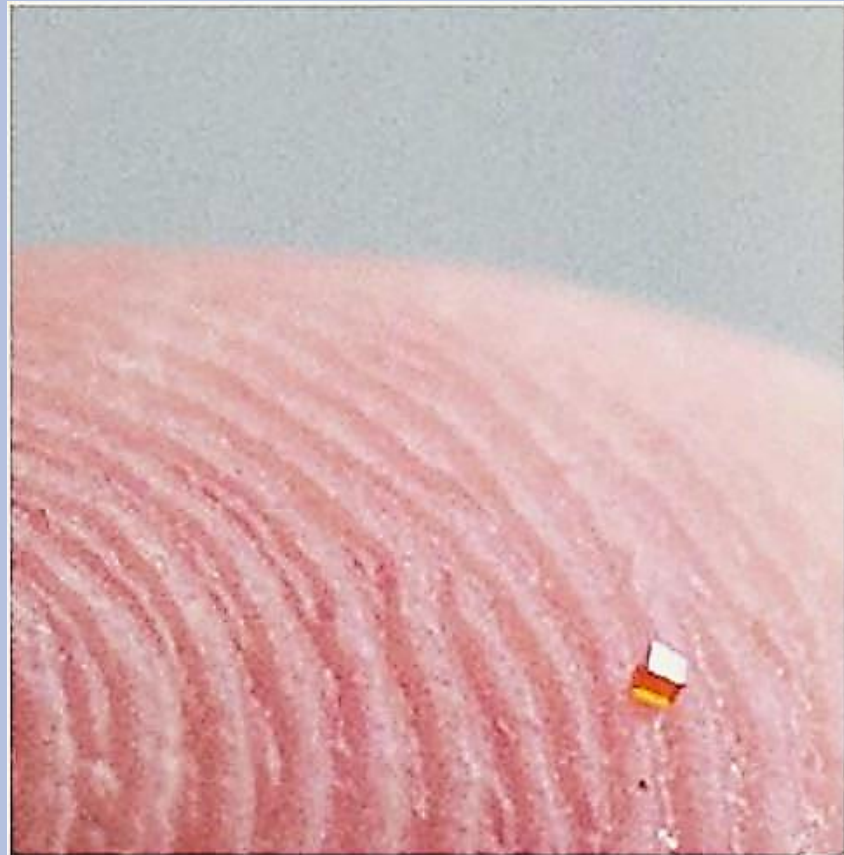
Kutatási irányok

- Lehet-e több (2-3) lumineszkáló réteggel GaInAsP/InP NIR LED-eket készíteni?
- Ha igen, milyen áron? (hatásfok, technológiai nehézségek, gazdaságosság)
- Pufferrétegek szerepe, vizsgálata.
- Rétegvastagságok szerepe.
- Rétegek egymásra hatásának szerepe. (p-n átmenet és lumineszkáló réteg kölcsönhatása, szomszédos lumineszkáló rétegek kölcsönhatása)



Mérések

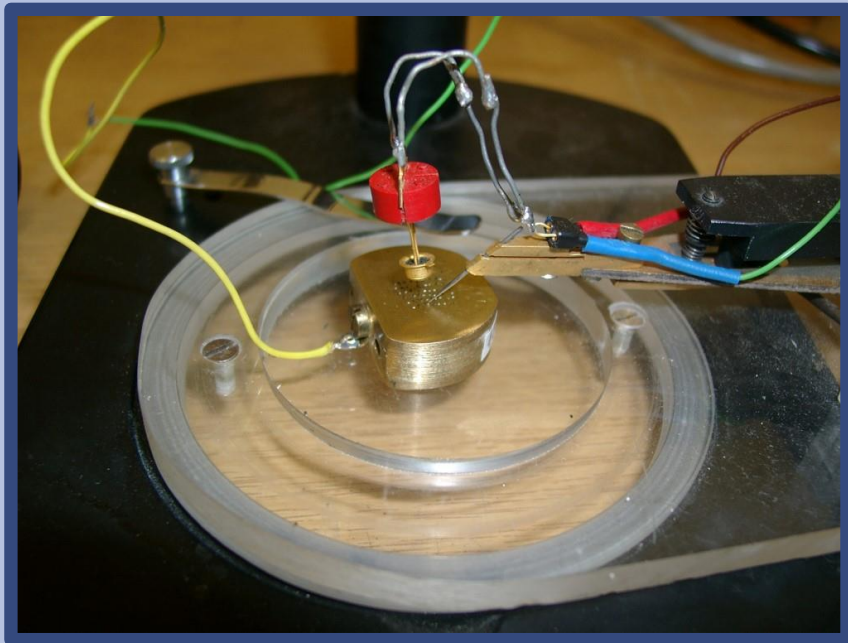
A tokozatlan LED.



Mérések

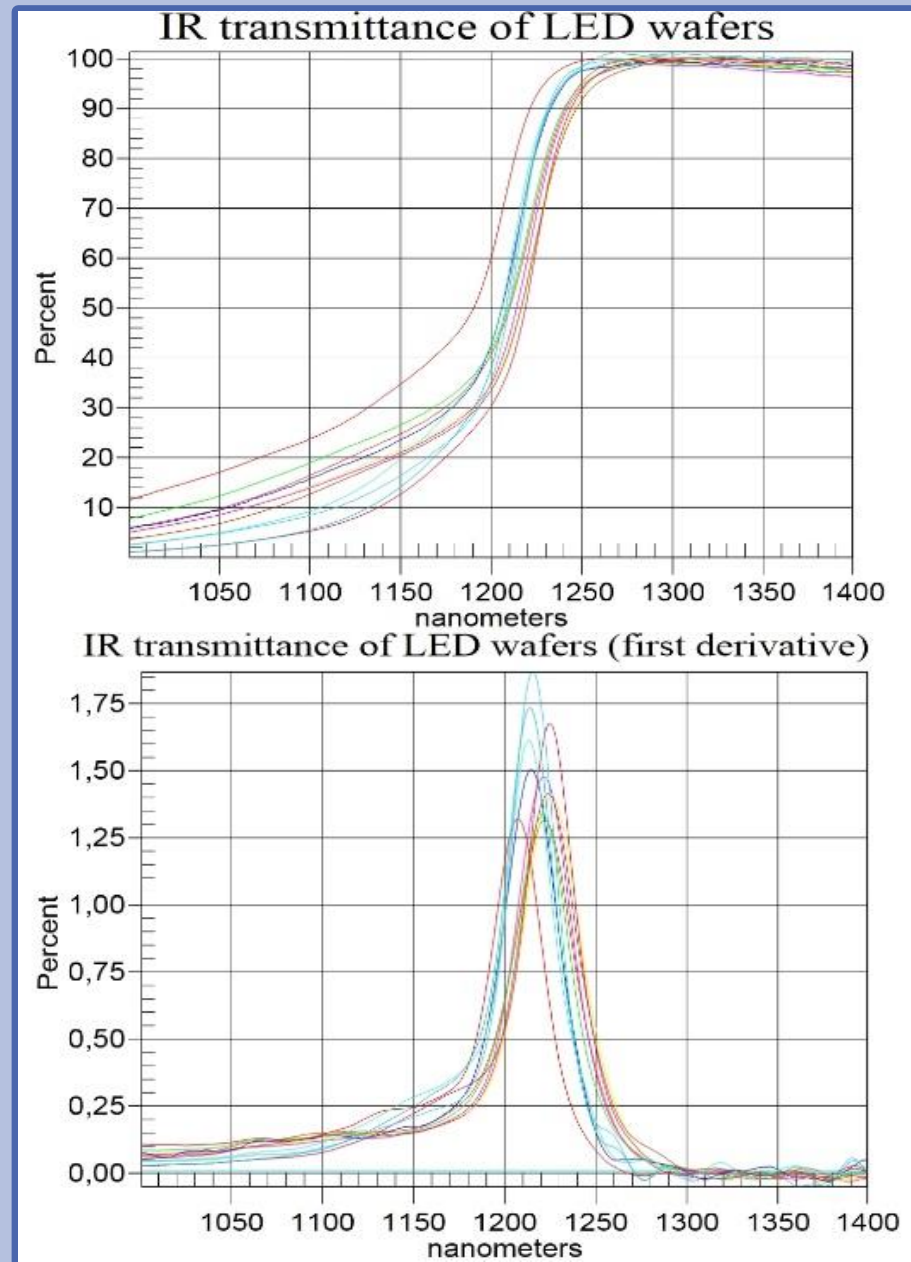
Tűs méréssel a LED teljes emisszióját és karakterisztikáját lehet mérni.

További mérési mód a külső gerjesztéssel mért lumineszkálás.

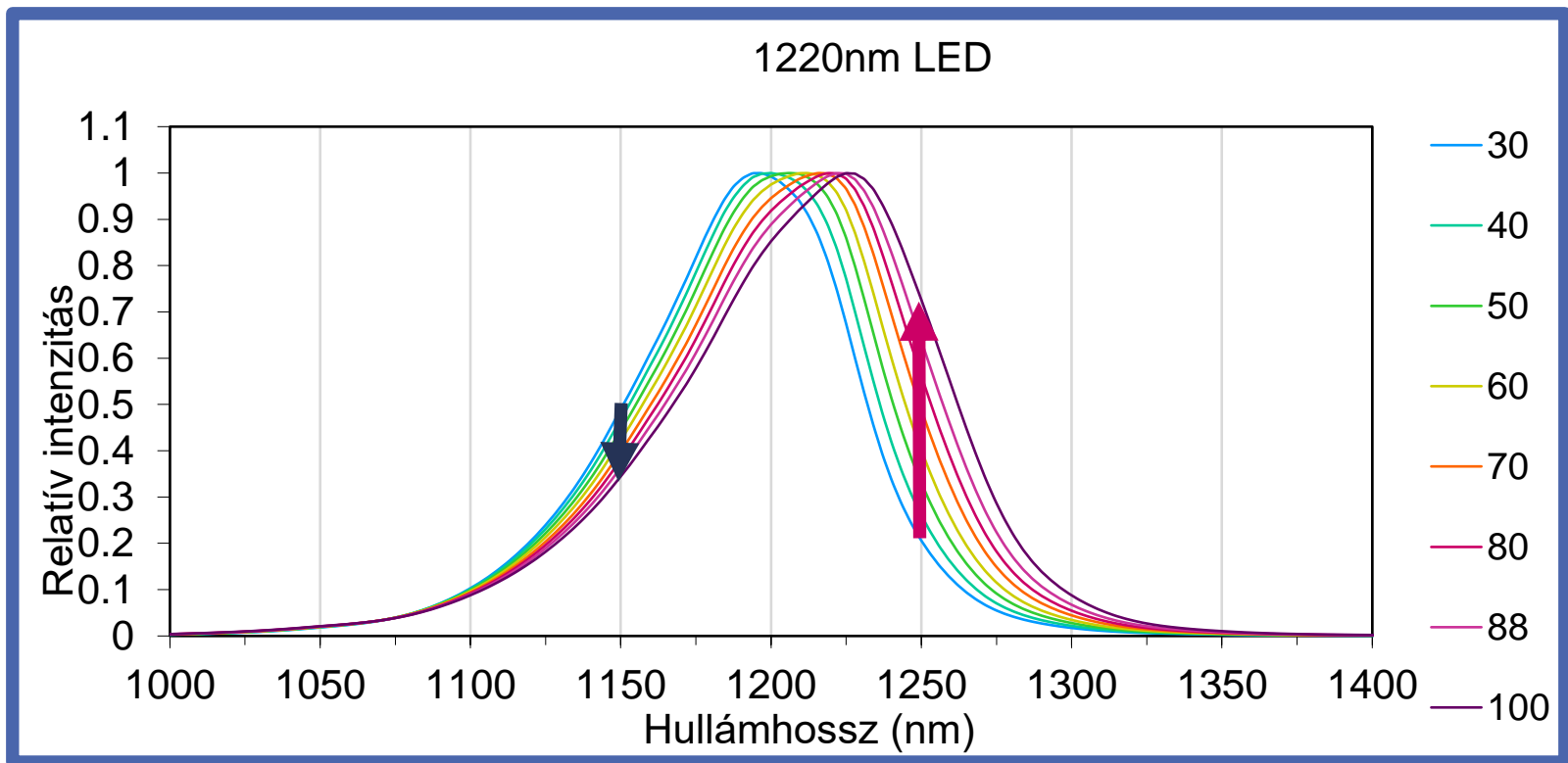


Mérések

A növesztett diódák sugárzási csúcsának ellenőrzéséhez egyszerű passzív spektrális transzmisszió mérés elegendő, ahol a transzmisszió gyors növekedési szakasza (első deriváltjának csúcsa) mutatja meg a sugárzási csúcsot.

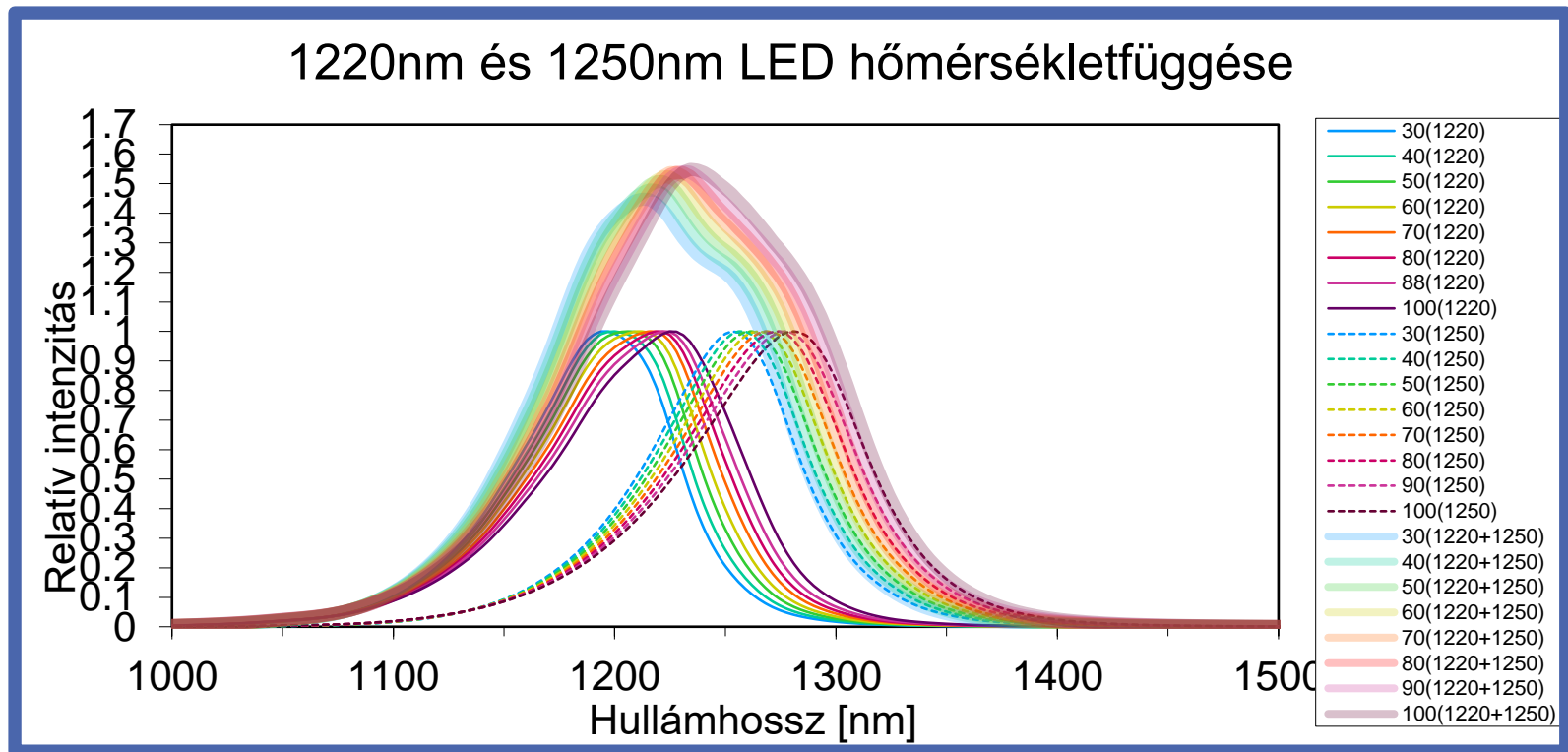


Hőmérsékletfüggés



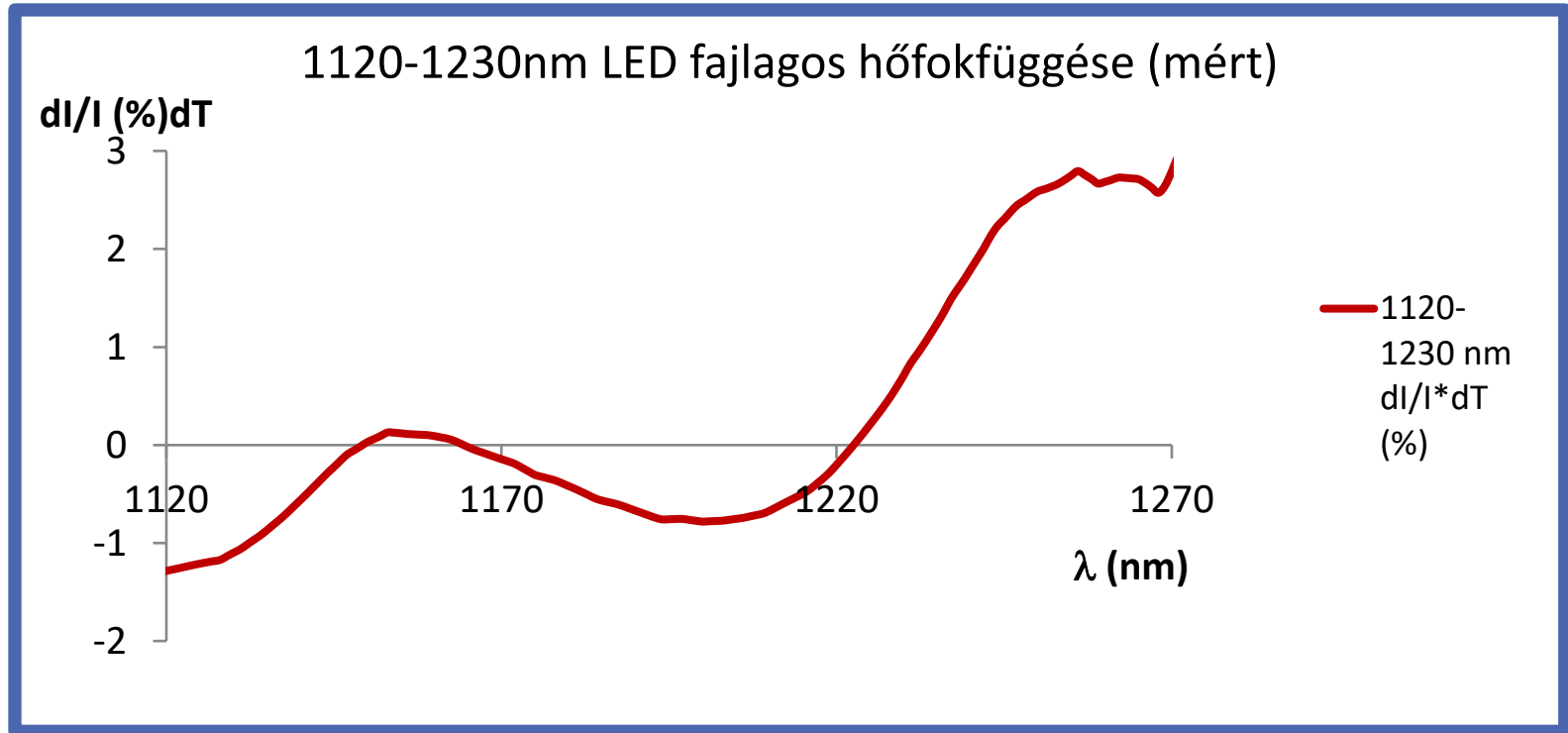
Hőmérsékletváltozás hatására egymáshoz közel álló hullámhosszokon nemlineárisan és ellentétes irányban változhat a sugárzás intenzitása

Hőmérsékletfüggés



A két réteg sugárzása összeadódik, de hőfokfüggés jellege nem változik

Hőmérsékletfüggés

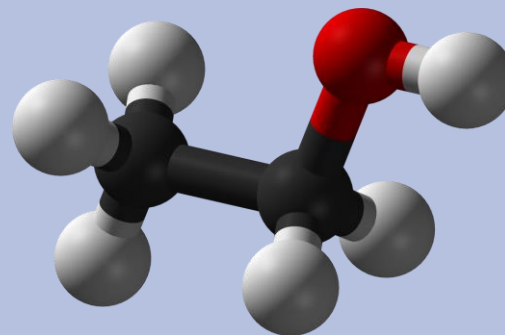


Lumineszkáló 1120-1230nm-es LED mért fajlagos (%) hőfokfüggése. A két sugárzási csúcs közt közel lineáris szakasz. Hőmérséklet kompenzálás nélküli méréstechnikai felhasználási lehetőség.

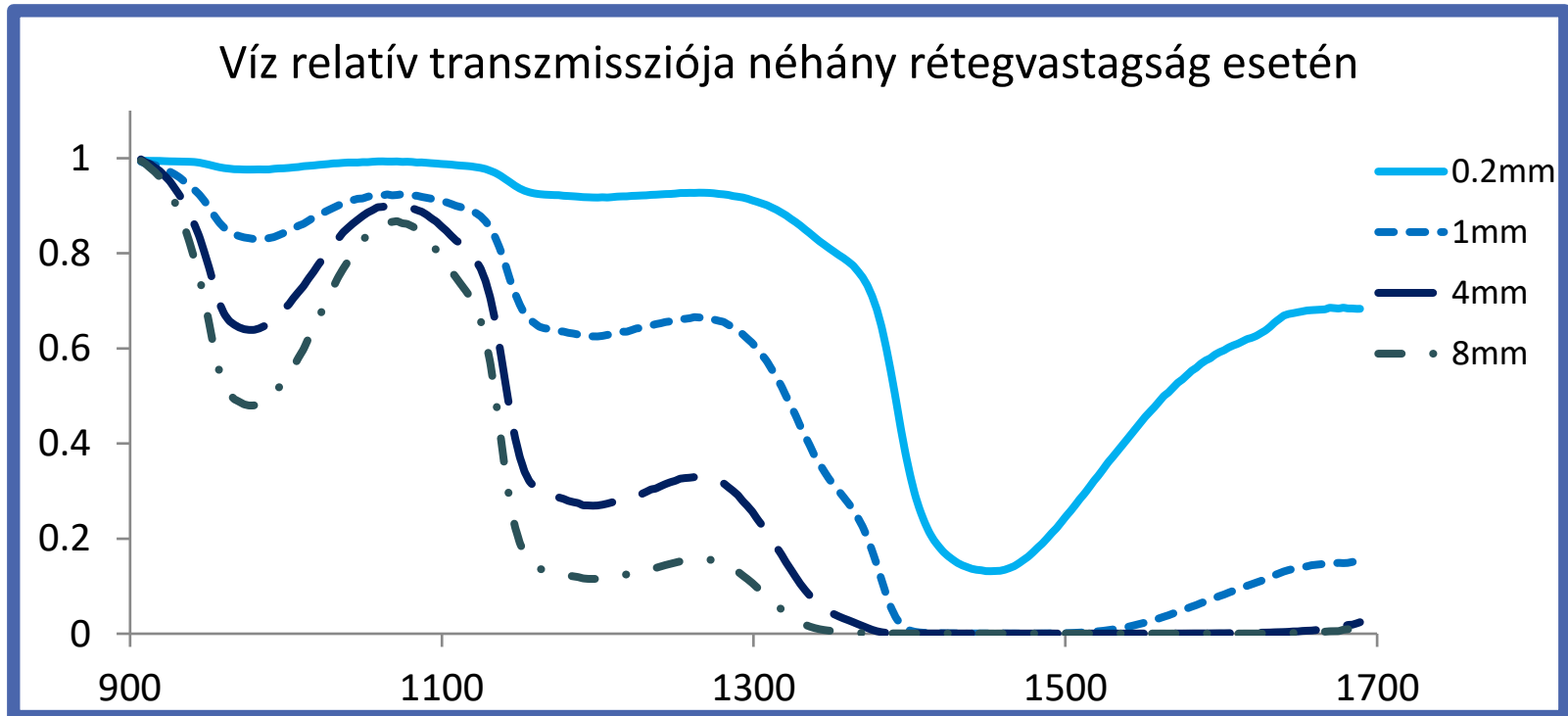
Etanol kimutatása vízben

GaInAsP/InP LED
optimalizálása etanol
kimutatására, etanol-
víz elegyben

- Modellanyag
- Jól reprezentálja szerves anyagok mérését a gyakorlatban (pl. etanol, víz és „egyéb” szerves anyagok arányainak kimutatása)
- Emberi szövetek, szerves növényi anyagok –OH –CH kötéseinek kimutatása vízben nagyon hasonló

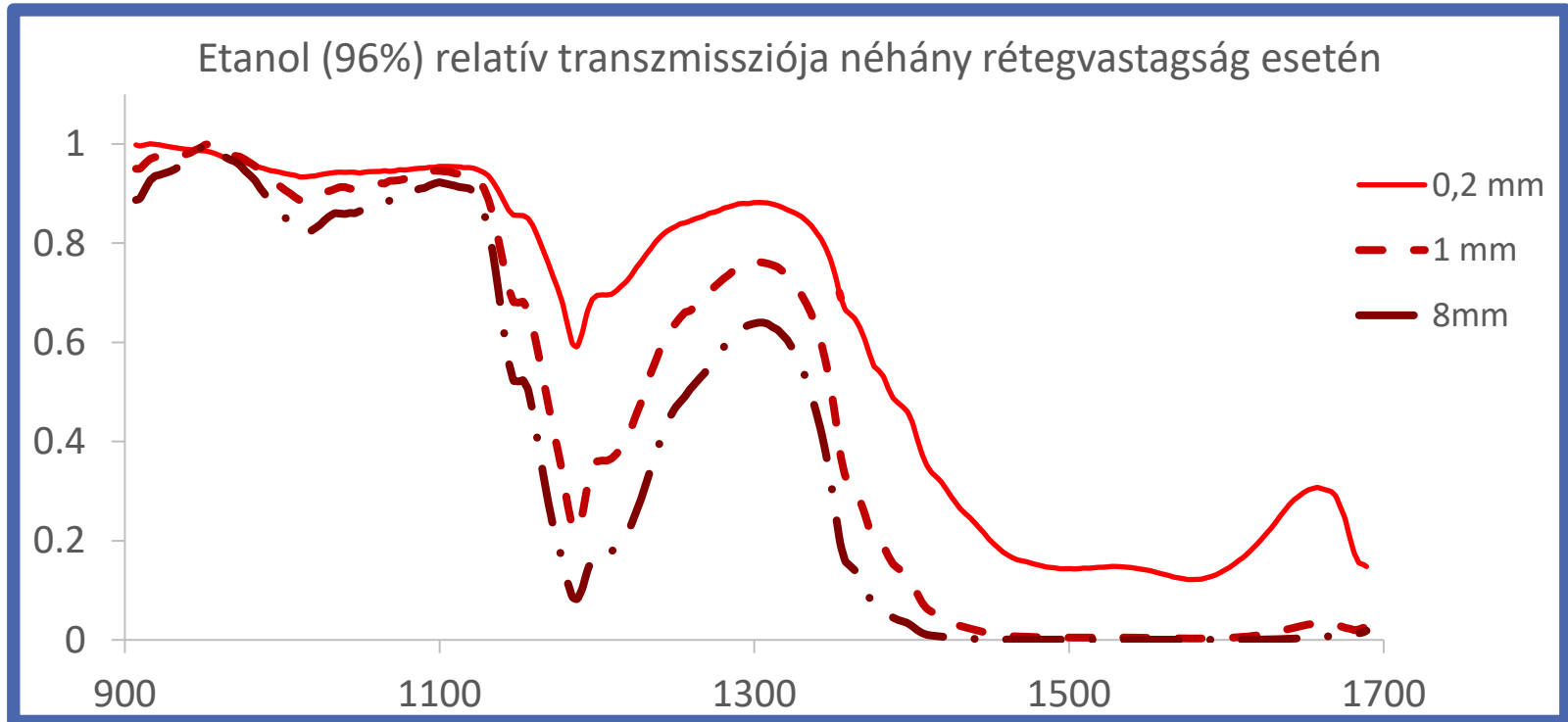


Etanol kimutatása vízben



Célszerű kis rétegvastagságokat mérni, ahol a víz relatív transzmissziója nagy és a mérendő anyagra jellemző abszorpció a vízhez képest nagyobb

Etanol kimutatása vízben



Az etanol $-CH$ és $-OH$ kötéseire jellemző 1200nm körüli tartományban a jelentős abszorpció. Ha cukroktól is meg kell különböztetni, akkor az 1300nm-es hullámhosszat is mérni kell.

Etanol-víz elegy mérése mint célfeladat

3 keskenysugárzó LED – minta – 1 detektor

$\lambda_1=1200$ nm: $\alpha_{\text{H}_2\text{O}} = \alpha_{\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}} \rightarrow$ egyenlő abszorpció

$\lambda_2=1300$ nm: $\alpha_{\text{H}_2\text{O}} \gg \alpha_{\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}} \mid \alpha_{\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}}(\lambda) \geq \alpha_{\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}}(1450) \rightarrow$ etanol min. absz.

$\lambda_3=1450$ nm: $\alpha_{\text{H}_2\text{O}} \gg \alpha_{\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}} \rightarrow$ víz max. absz.

Detektor: Si 1100 nm-ig + InGaAs 1700 nm-ig mér -> szendvicsdetektor

Kalkuláció: mért értékek $\lambda_1; \lambda_2; \lambda_3$ -nál ($\lambda_1 \pm \Delta\lambda; \lambda_2 \pm \Delta\lambda; \lambda_3 \pm \Delta\lambda$ -nál)

empirikus és kalibráción alapuló függvénnel etanol koncentráció

Mérési elrendezések

Mérési alapelrendezések:

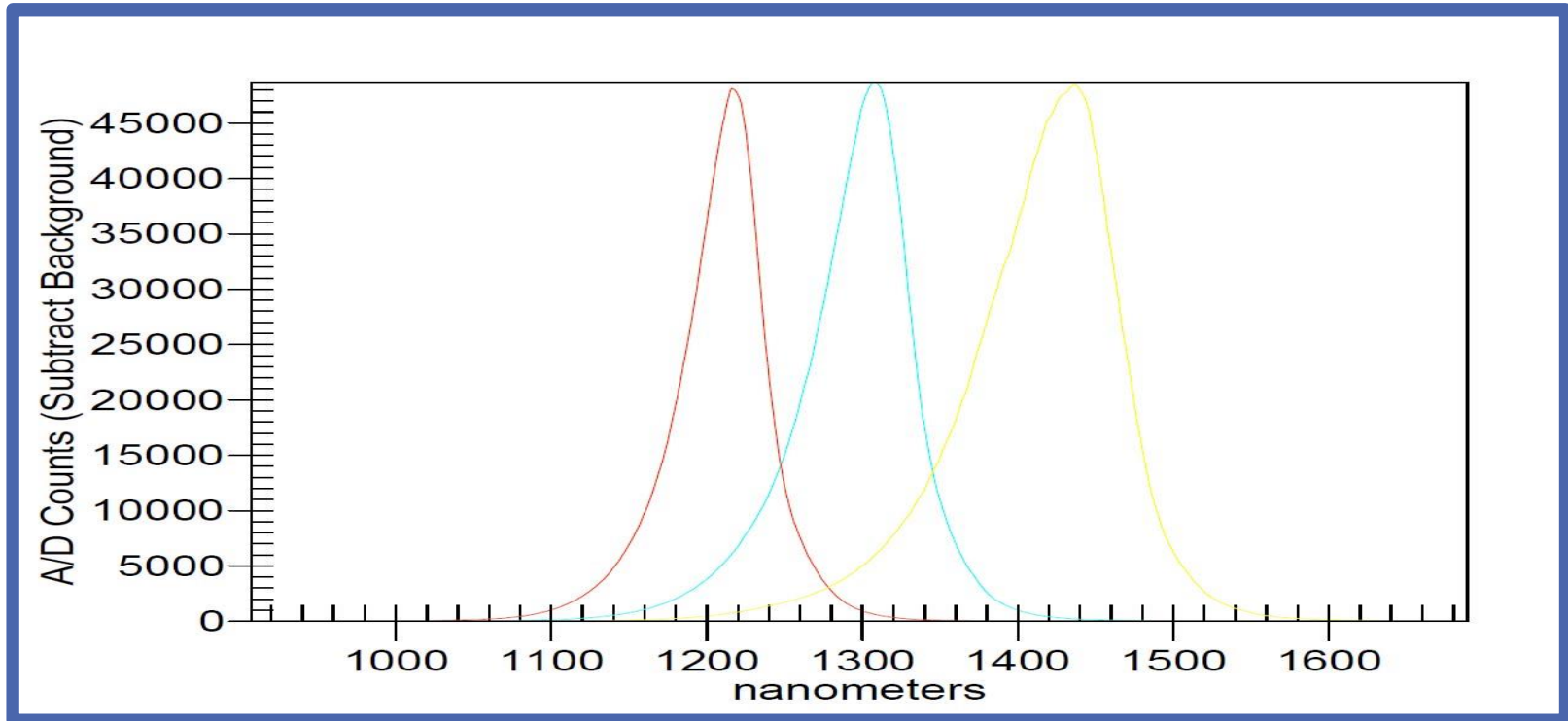
- szélessávú forrás – minta – 3 detektor



- szélessávú forrás – minta – 3 szűrő – 1 detektor



Korábbi szabadalom etanol-víz mérésére



Szabadalomban <US8106361B2> etanol kimutatására (kézi műszerrel), a méréshez használandó három független LED sugárzása egy diagramban ábrázolva (MFA-ban fejlesztett LED-ek)

Mérési elrendezések

- **3 keskenysugárzó LED + ref. dióda – minta – 1 detektor**

Hátránya: nagyfelületű detektor kell

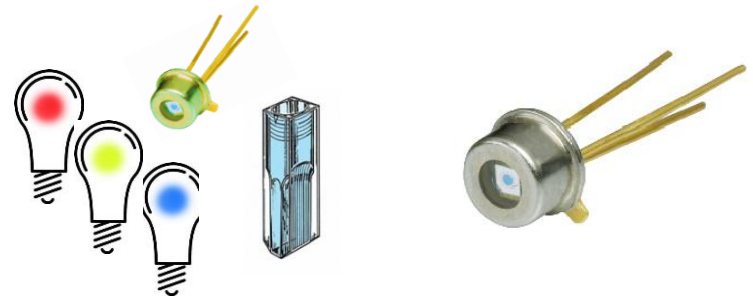
nagy felületű detektor kell, nagy a sötétárama
nem pontszerű

geometriailag nem optimális az elrendezés

hőmérséklet függése, öregedése eltérő

szűrőzése (ha szükséges) drága

monitordióda téves referenciaszintet szolgáltat



- **1 többsávú LED – minta – 1 szendvicsdetektor**

Előnye:

többsávú LED esetén pontszerű sugárforrás

hullámhosszeloszlása stabil

hőmérséklet- és áramingadozás függése minimális

optimális geometriai elrendezés

könnyen elkülöníthető hullámhosszok

szűrőzése (ha szükséges) olcsó

olcsó Si diódával a minta után is mérhető a referenciaszint



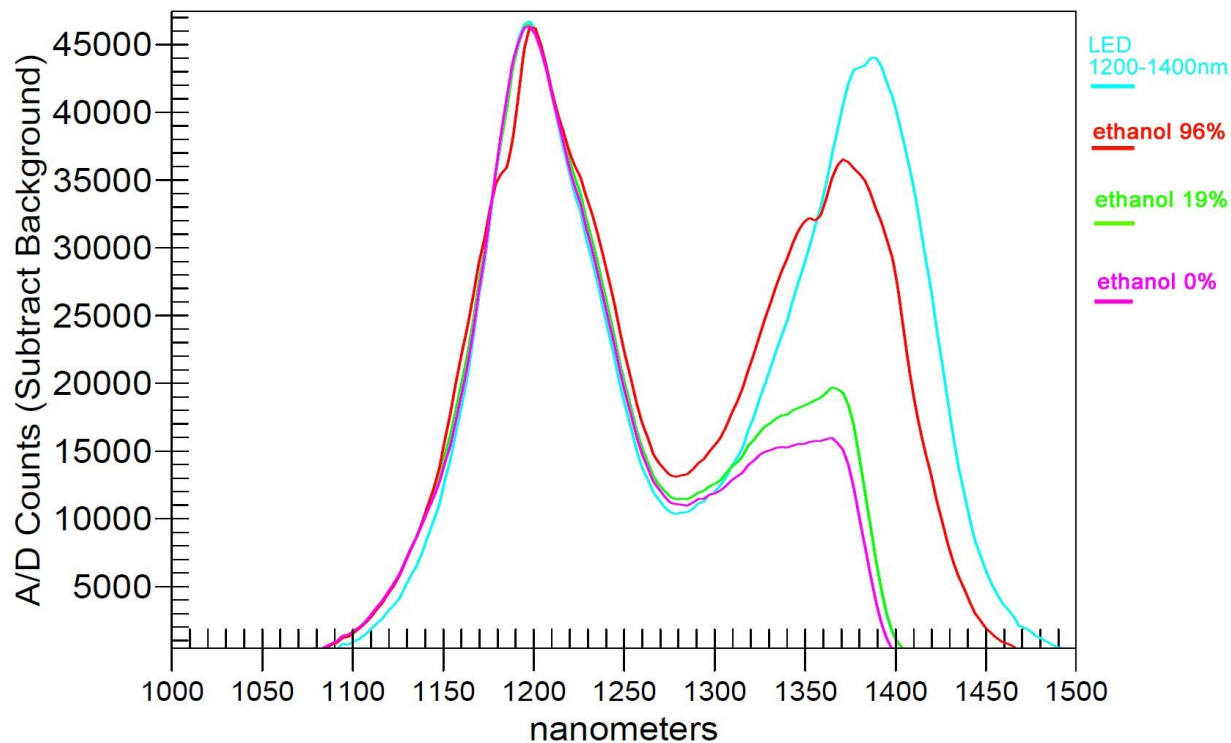
Etanol-víz méréshez LED

Célfeladatra
kifejlesztett LED:
Miért nem 1450nm?

**Víz abszorpciós csúcs
1450 nál -> 0
intenzitás**

LED spektruma
**„kilógna” a
legnagyobb
meredekségű (1390-
1400 nm) szakaszból**

1200-1400 nm LED spectra and water-ethanol transmisson

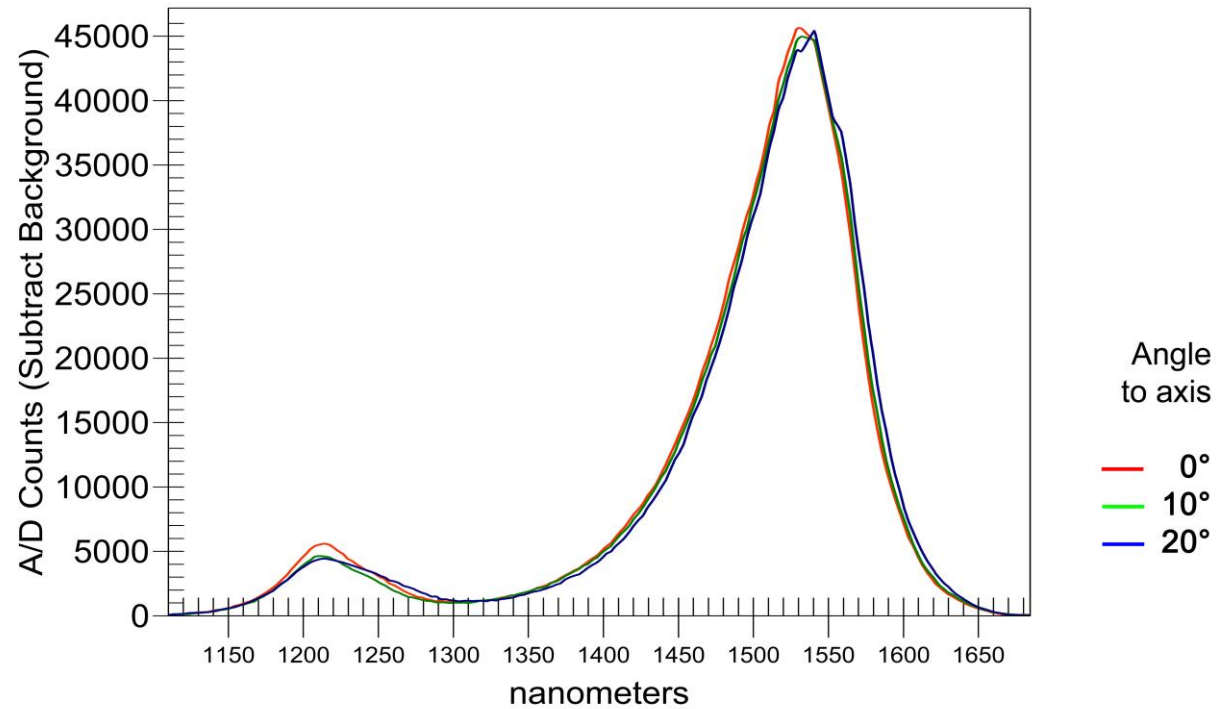


1200-1400 nm LED spektruma és ezzel mért víz-
etanol elegy transzmisszója néhány etanol
koncentráció esetén

Írány- függés

1230-1550 nm LED

Relative direction dependence of 1230-1550 nm LED



A mért irányokban a sugárzás spektruma gyakorlatilag állandó.

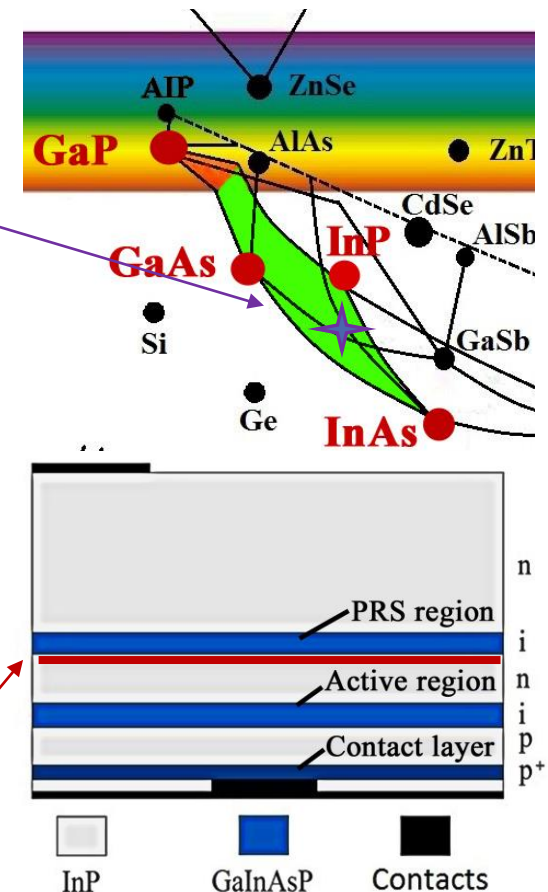
Növesztési körülmények

Növesztési hőmérséklet

- Elegyedési korlát a növesztési hőmérséklet meghatározásában döntő
- 1400nm: már **mind a négy összetevőből relatív sok van**
- A fázisszeparáció elkerülése érdekében növesztéskor magasabb hőmérséklet kell
- 600-650°C szokásos hőmérséklet, itt 645°C
- Lumineszcens réteg kevésbé érzékeny a növesztési hibákra, alacsonyabb hőmérsékleten kivált kristályok kevésbé csökkentik a hatásfokot, mint p-n átmenetben, visszaoldódási hajlamot ugyanakkor csökkenti.

Visszaoldódás

- A lumineszkáló réteget követően **visszaoldásgátló réteg** növesztése (praktikusan 1200nm összetétellel).



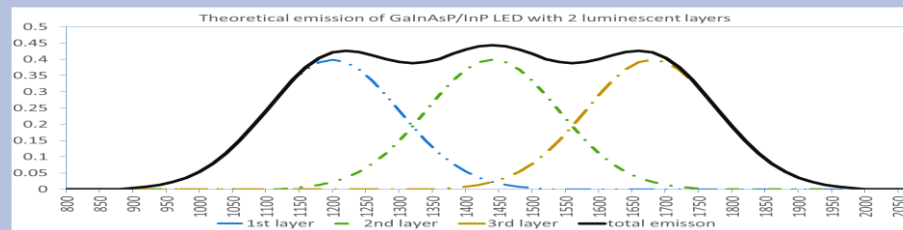
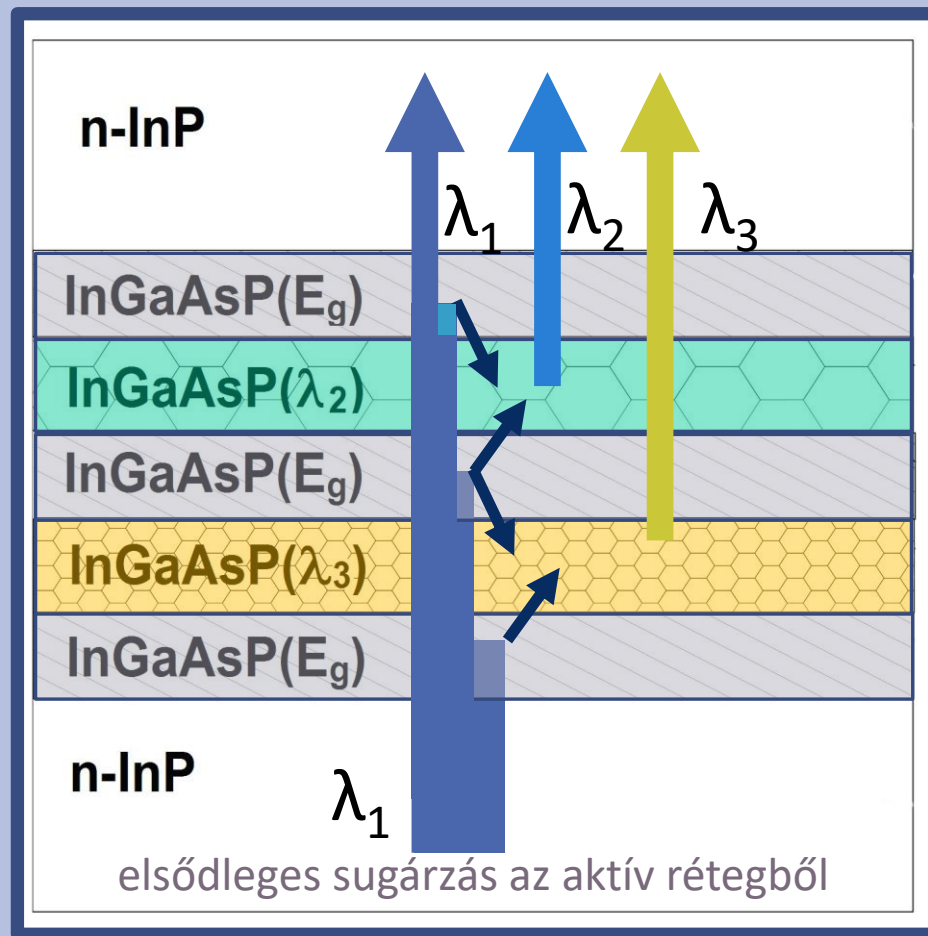
Hullámhossz konverter lumineszkáló réteg-rendszerrel

Külön abszorpciós és két beágyazott emissziós réteg

A emissziós rétegek is abszorbeálnak, de a kis rétegvastagság miatt ez elhanyagolható

Az abszorpciós rétegek potenciálját szerepét is betöltik

Az abszorpciós réteg egyben visszafordítógátló réteg is



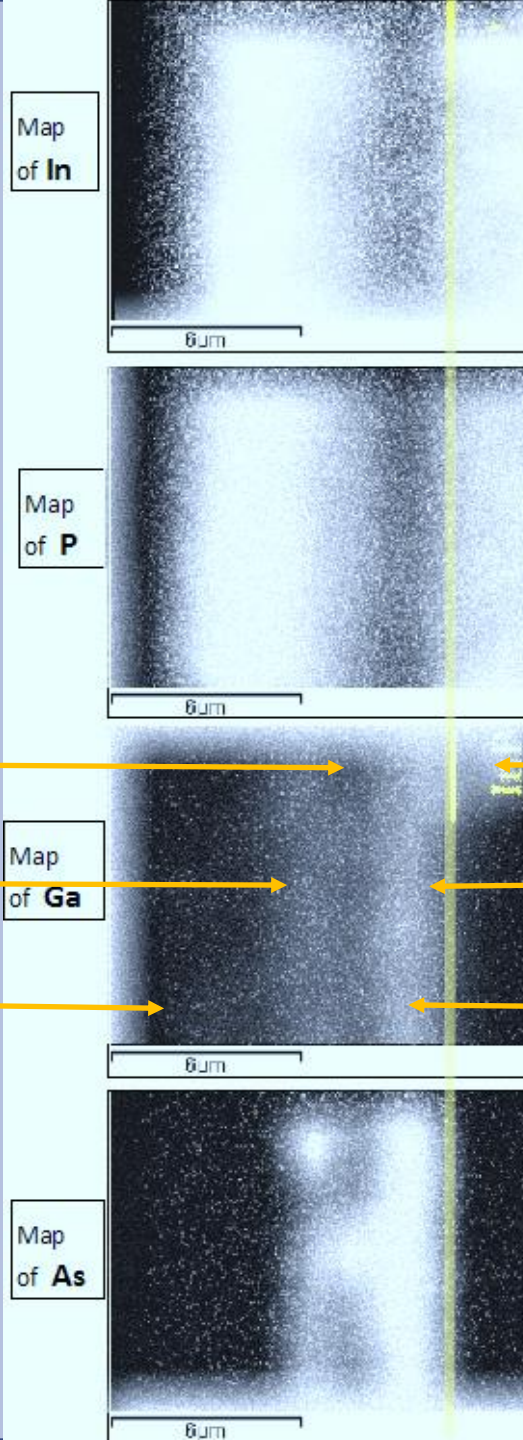
1230-1650 nm hullámhossz- konverteres LED réteg- szerkezete

X-EDS SEM
koncentráció
mérés –
kontraszt-
kiemeléssel

Köszönettel:
Dr. Cesare Frigeri
(Istituto CNR-IMEM,
Parma)

határoló
réteg
aktív
réteg
határoló
réteg

puffer
réteg
lumineszkáló
réteg
abszorpciós
réteg



1230-1400 nm hullámhossz- konverteres LED réteg- szerkezete

X-EDS SEM koncentráció mérés

Köszönettel:
Dr. Cesare Frigeri
(Istituto CNR-IMEM,
Parma)

határoló
réteg (4)
aktív
réteg (5)
határoló
réteg (6)

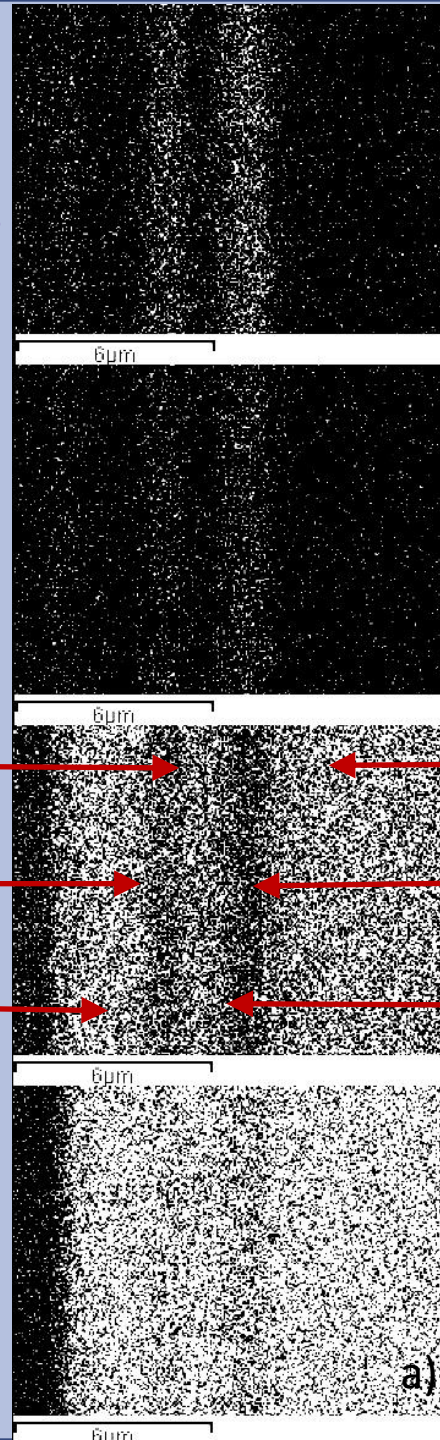
As

Ga

P

In

puffer
réteg (1)
lumineszkáló
réteg (2)
abszorpciós
réteg (3)

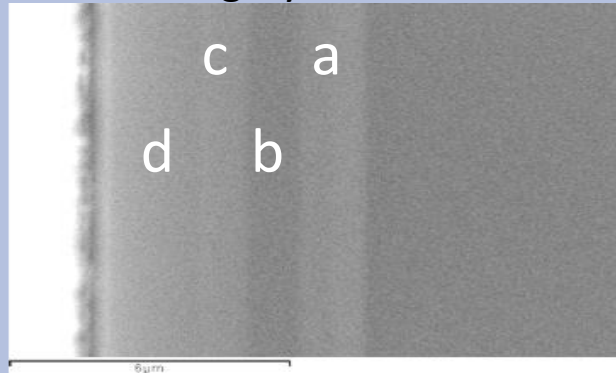


1230-1400 nm hullámhossz- konverteres LED réteg- szerkezete

X-EDS SEM koncentráció mérés

Köszönettel:
Dr. Cesare Frigeri
(Istituto CNR-IMEM,
Parma)

gray levels

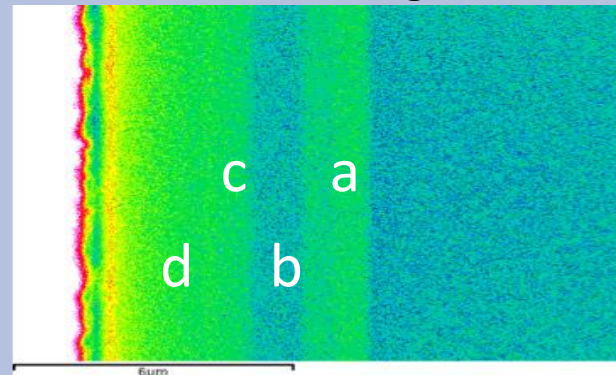


1 μm
↔

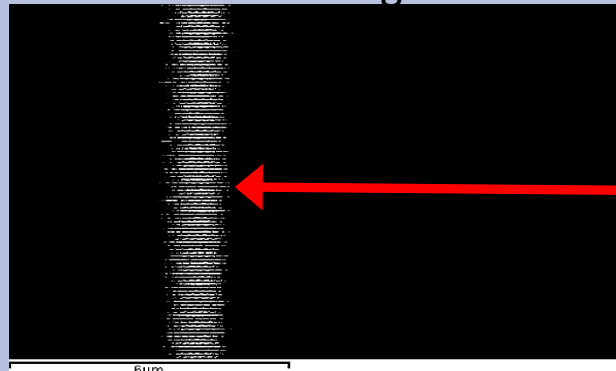
Thicknesses:

- stripe *a* (layers 2+3): 1470 nm
- stripe *b* (layer 4): 1120 nm
- stripe *c* (layer 5): 1045 nm
- stripe *d* (layers 6+7): 2190 nm

color image



EBIC image

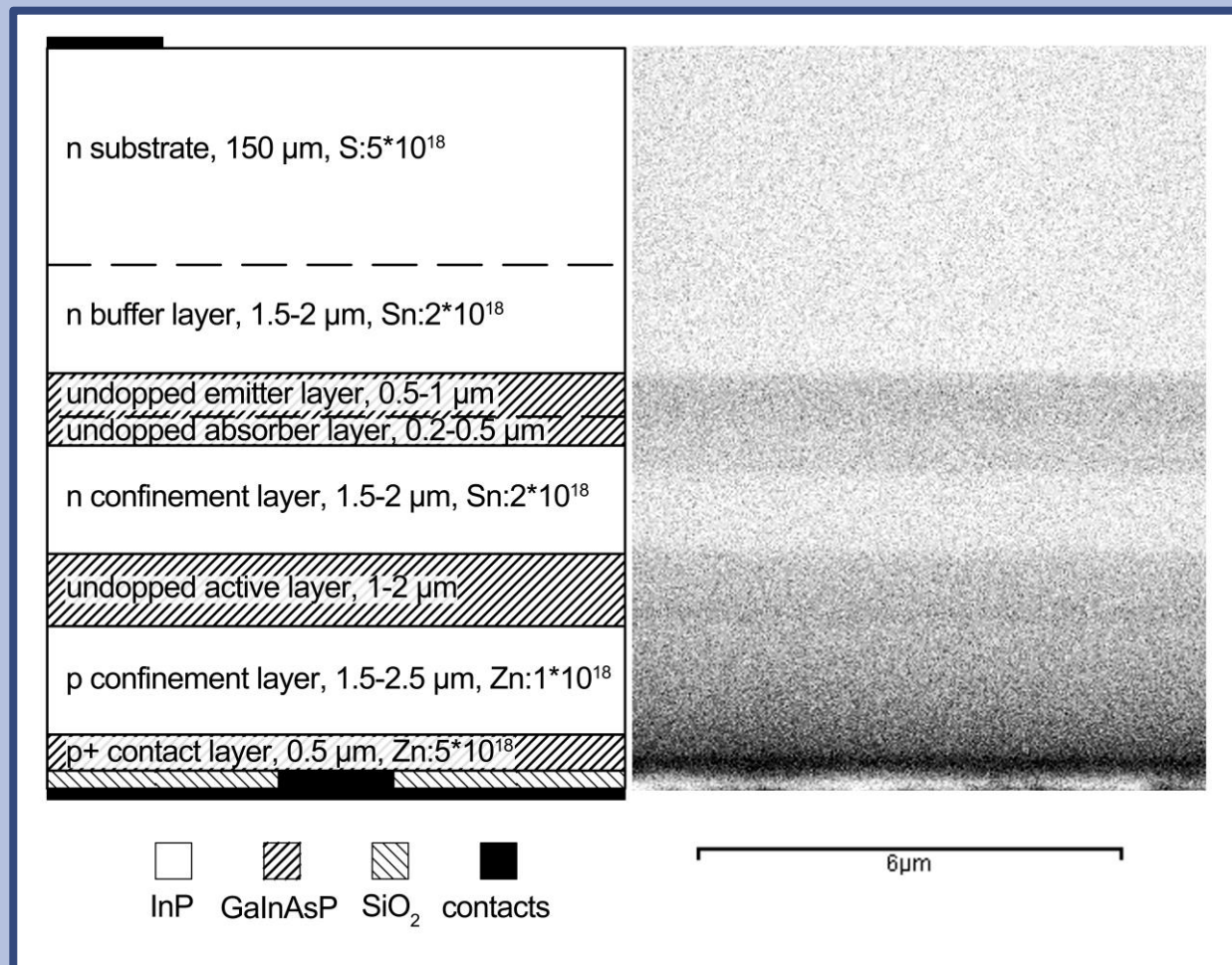


The **p-n junction** (bright stripe) is between stripes '*c*' and '*d*'

Hullámhossz- konverteres LED tipikus réteg- szerkezete

Elvi szerkezet és
X-EDS SEM
koncentráció
méréssel készített
keresztmetszeti
kép

Köszönettel:
Dr. Cesare Frigeri
(Istituto CNR-IMEM,
Parma)



Összefoglalás

- ✓ GaInAsP/InP anyagrendszerben a hullámhossz-konverziós NIR LED-ek megvalósíthatók
- ✓ a konverziós réteg hatékonyan gerjeszthető, függetlenül a gerjesztő és a konverziós réteg hullámhossz különbségétől
- ✓ az így kialakított LED-ek hőmérsékletfüggése csekély, közel hőmérsékletfüggetlen szakaszok keletkeznek a spektrum egyes részein
- ✓ a konstrukcióból adódóan keskenyen sugárzó, ugyanakkor a spektrum irányfüggése több sugárzási csúcsot megvalósító rétegrendszer esetén is elhanyagolható marad
- ✓ a kézi spektroszkópai műszerekben a korábban alkalmazott 3 chip-es megoldásoknál pontoszerűbb és könnyebben meghajtható
- ✓ az abszorpció és az emisszió szétválasztásával újszerű és jó hatásfokú összetett rétegszerkezet hozható létre (szabadalom)
- ✓ az összetett rétegszerkezet további konstrukciós előnyei a vékony emissziós réteg alacsony önabszorpciója és a vastag abszorpciós réteg jó abszorpciós hatásfoka
- ✓ a spektrum áramfüggetlenségéhez az emissziós réteg és az aktív réteg konverziós térfogatainak (közel) azonosnak kell lenniük

Összefoglalás

- ✓ akár 3 hullámhosszon sugárzó LED is megvalósítható az összetett konverziós rendszerrel
- ✓ az összetett konverziós rendszerben a hullámhossz konverzió hatásfoka akár 90% is lehet, mely lényegesen jobb más sávszélesítési módszereknél
- ✓ az aktív és konverziós rétegek tervezésénél az eddig ismert képletet kis mértékben korrigálni szükséges, így mérésekkel igazolhatóan pontosabban tervezhetők a hullámhosszak
- ✓ meghatározhatók azon körülmények, melyekkel adott kvaterner rétegek egy lépésben megnöveszthetők
- ✓ a tervezett rétegszerkezet összetétele és vastagsága mérésekkel igazolhatóan, igen nagy pontossággal megvalósítható
- ✓ a rétegszerkezet viszonylag kis áramok esetén (10-100 mA) az ideális LED karakterisztikát közelítve és nagyon jó reemisszós hatásfokkal működik
- ✓ nagyobb áram esetén a nagyobb áramsűrűség és nagyobb veszteség hőhatása belső hőmérsékleti lépcsőt hoz létre, a szerkezet tulajdonságai romlanak
- ✓ a konverziós rétegben kisebb kristályhibák nem csökkentik jelentősen a hatásfokot (60-70%), szemben a csak aktív réteget tartalmazó szerkezetekkel, ahol az alacsony hőmérsékleten növesztett aktív réteg kristályhibáin „elfolyik” az áram

Köszönöm a megtisztelő figyelmet!

NÁDAS JÓZSEF