

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

LED-ek fejlesztése nagy víztartalmú szerves anyagok, biológiai minták optikai vizsgálatára

---

NÁDAS JÓZSEF

TÉMAVEZETŐ: DR. RAKOVICS VILMOS

# Tartalom

---

Feladat ismertetése

Első két félév rövid összefoglalása

Jelen félévben elvégzett feladatok

Mérési eredmények

Következtetések, kutatás további irányai

Feladatok a következő félévre

# Feladat

---

Biológiai eredetű szerves anyagok indikatív kimutatásához és spektroszkópiai vizsgálatához optimalizált GaInAsP/InP LED tervezése és készítése kéziműszerben történő alkalmazásra

Követelmények: [1] [7]

- miniatürizálás, pontszerűség a pontos optikai leképezéshez
- kis fogyasztás
- nagy intenzitás
- vizsgálandó anyaghoz illesztett széles hullámhossz tartomány [4]

Sajátos, egyedi tulajdonságokkal bíró LED-et kell készíteni. [5]

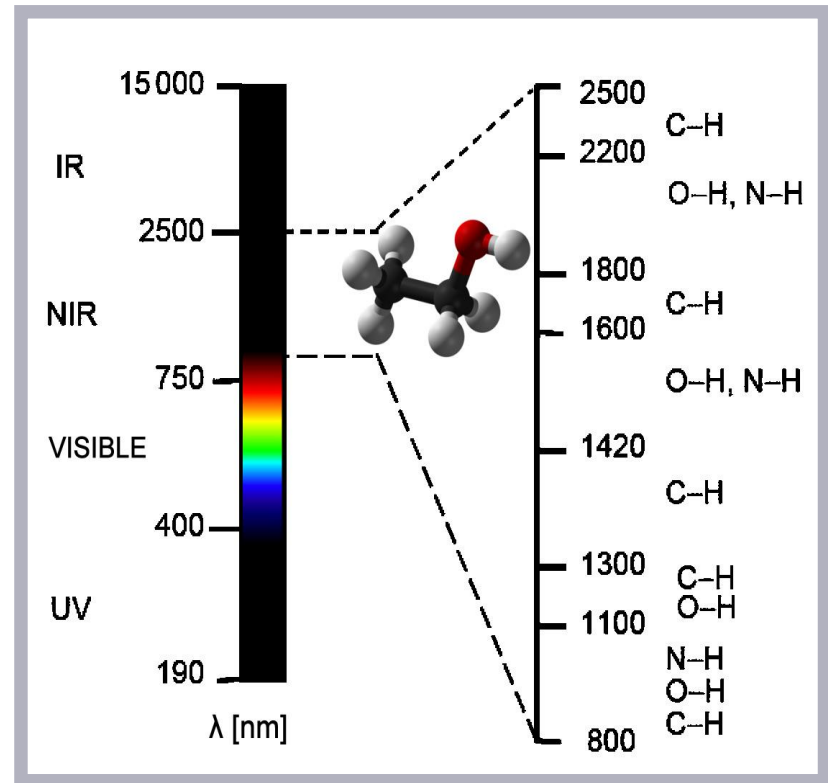
# Közeli IR

-OH, -NH, -CH funkciós csoportok kimutatása

kötések vegyértékrezgéseire jellemző rezonancia-hullámszám  $2500-4000\text{ cm}^{-1}$ , (kb.  $4-2.5\text{ }\mu\text{m}$ )

1-3. felharmonikus közeli IR-ben helyezkedik el, nagyságrendekkel kisebb jelek is hatékonyan mérhetők

felharmonikusok hullámhosszán „mélyebbre” látni az anyagban [1]



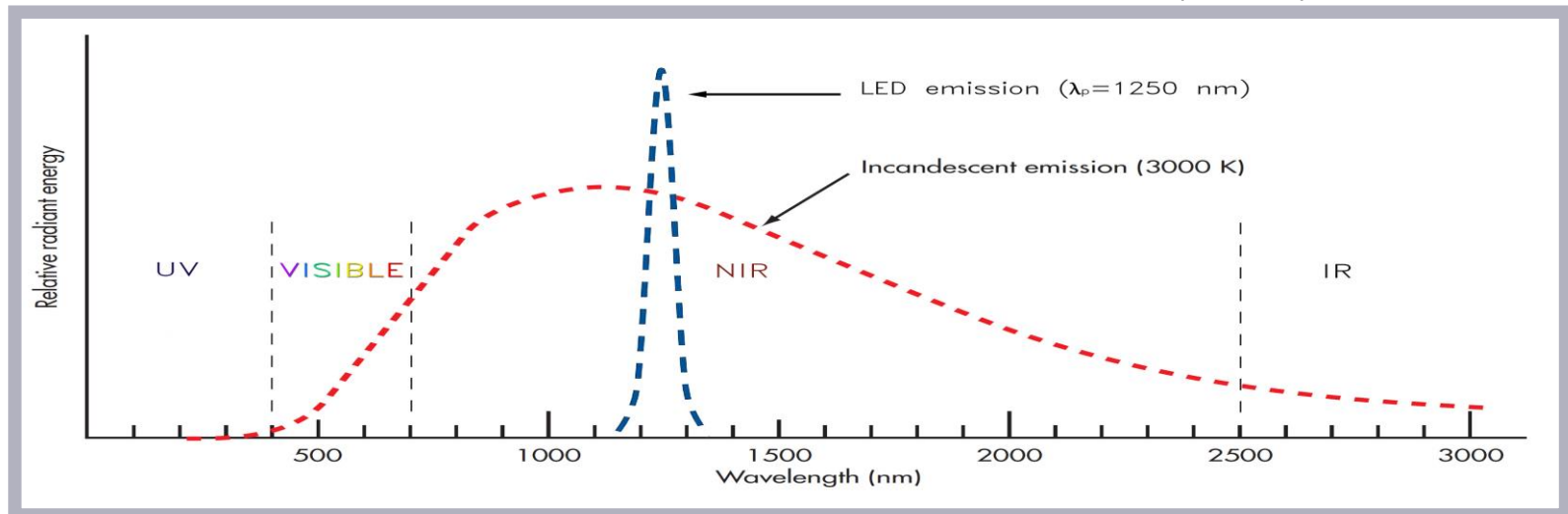
# Miért LED?

## Izzólámpa

- + Folytonos spektrum IR-ben
- Miniaturizálás nehézkes, 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) [2]



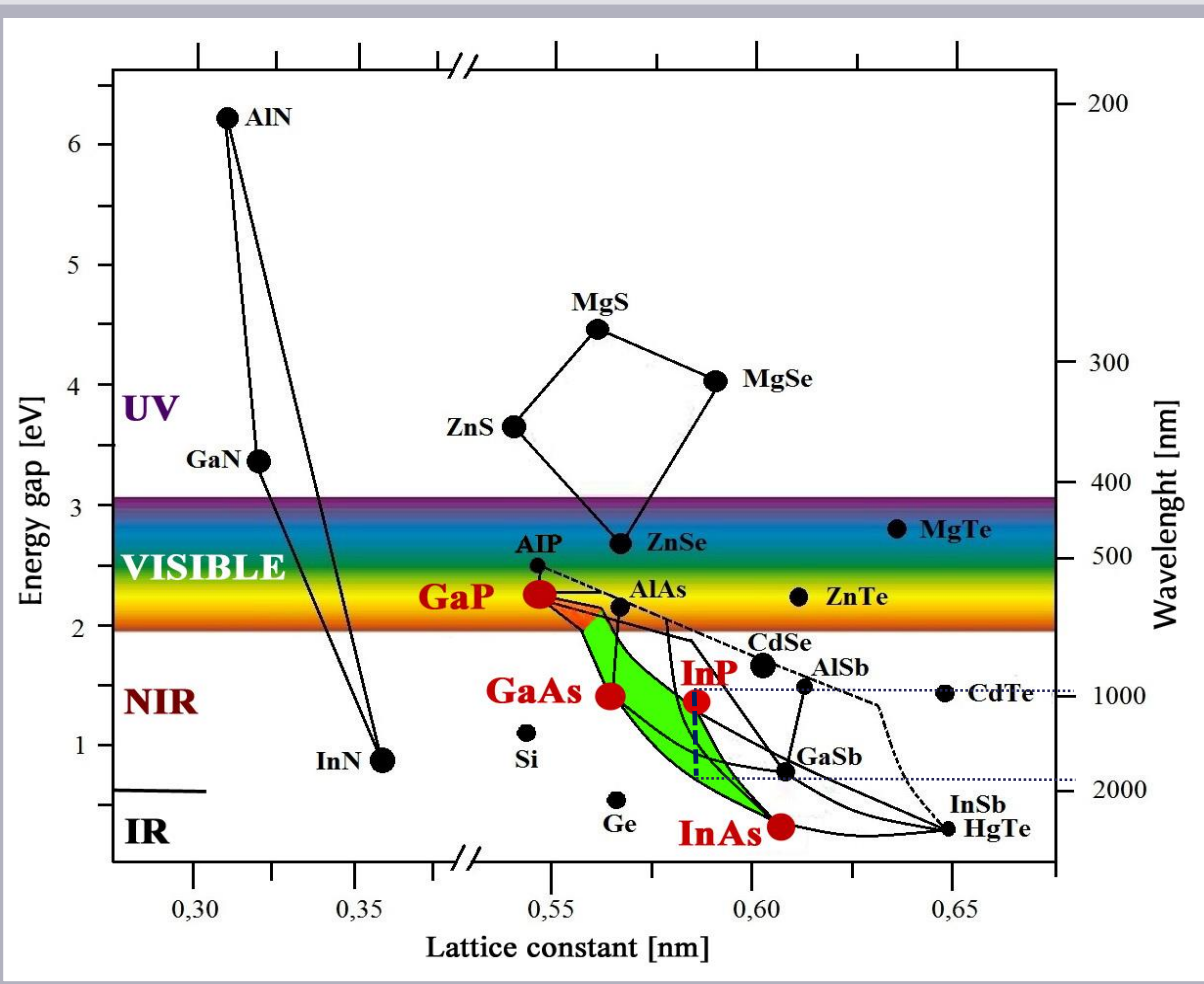
# Anyag- rendszerek

*Vegyületfélvezetők  
rácsállandó-tiltottsáv-  
hullámhossz összefüggése*

változtatni kell a  
fénykibocsátó félvezető  
réteg összetételét

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

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



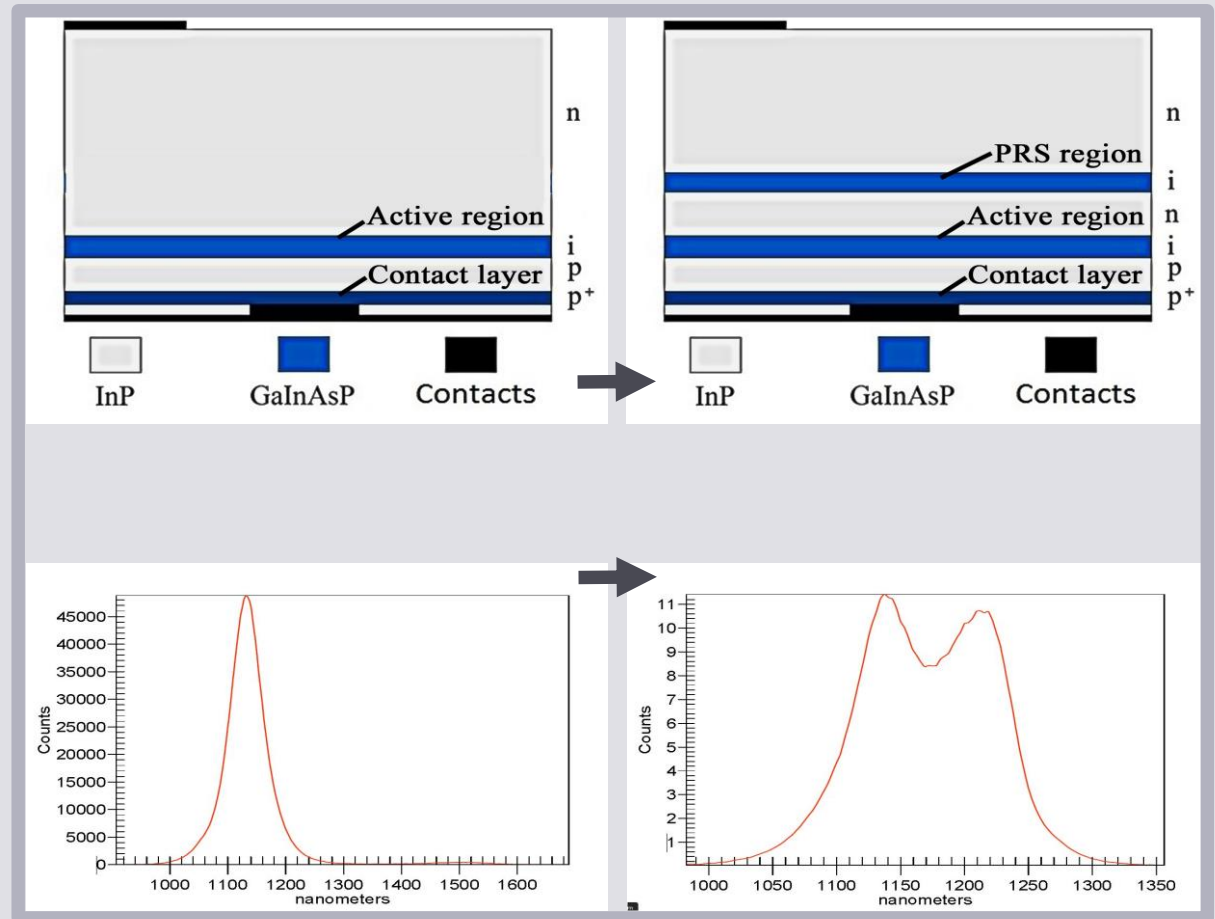
[3]

# Sávszélesítés lumineszkáló réteggel

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

Egy része a további rétegeket gerjeszti majd lumineszkálással több sugárzási csúcsot valósít meg

**PRS=Photon Recycling Semiconductor**



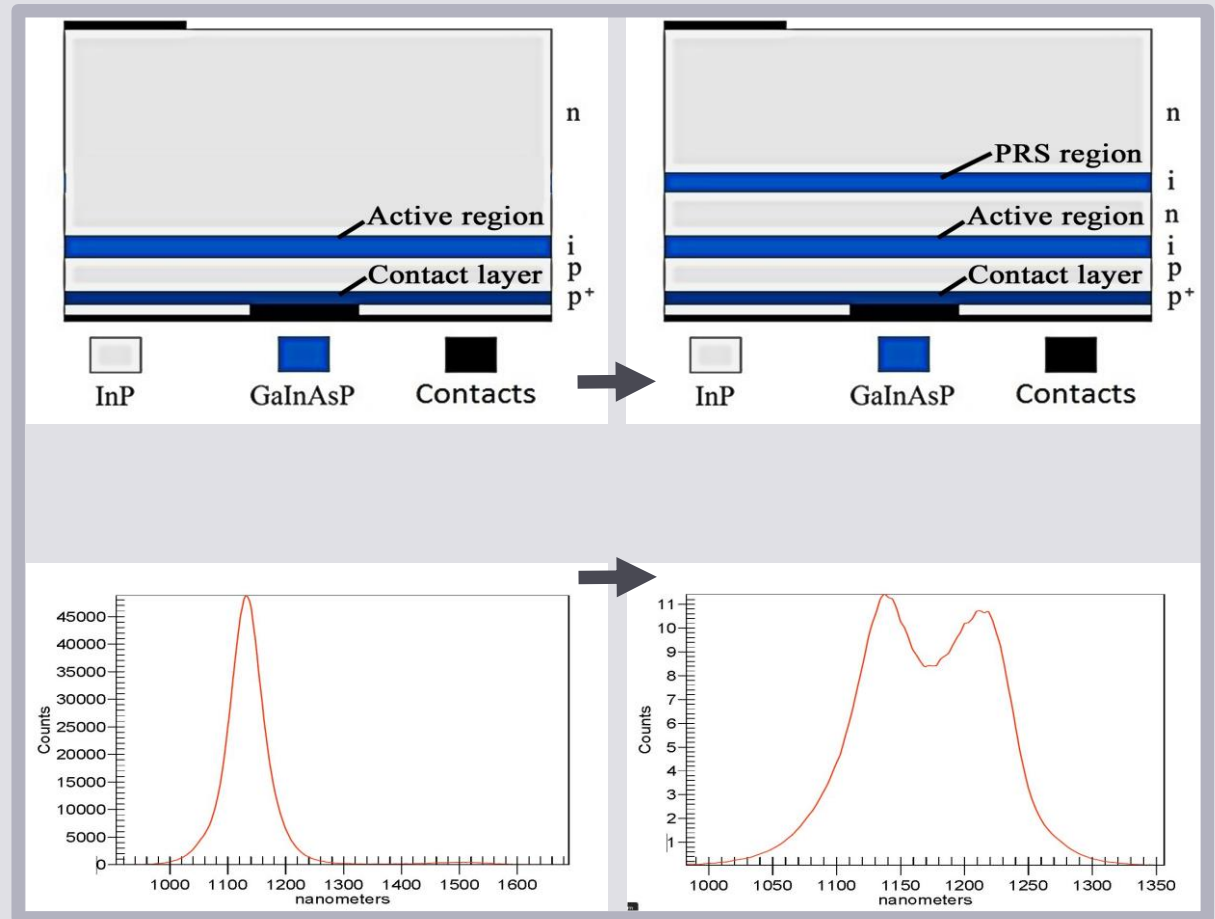
# Sávszélesítés lumineszkáló réteggel

A kontaktusréteg alatt körben szigetelő van

A kis kinyitott kontaktuson nagy áramsűrűség -> nagy sugárzási intenzitás

A hőelvezető felület nagy, a hőellenállás kicsi -> az aktív réteg kevésbé melegszik

A sugárzási kúpszög 2-3°, a sugárzás nagyon jól irányítható

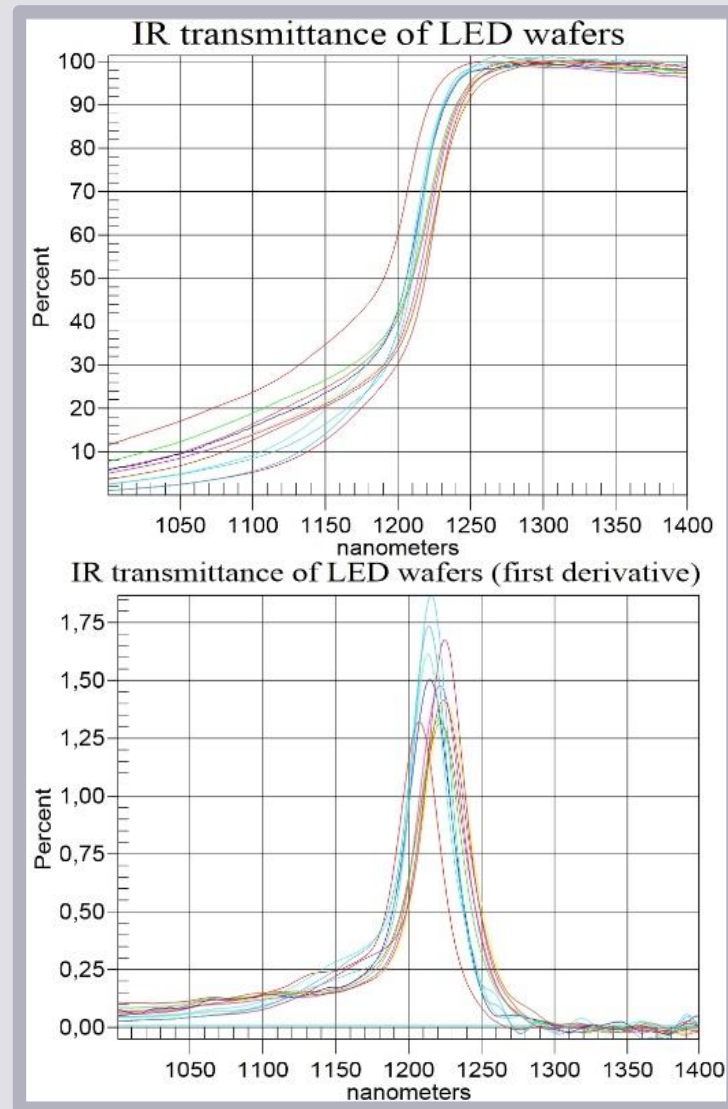


[5] [9]

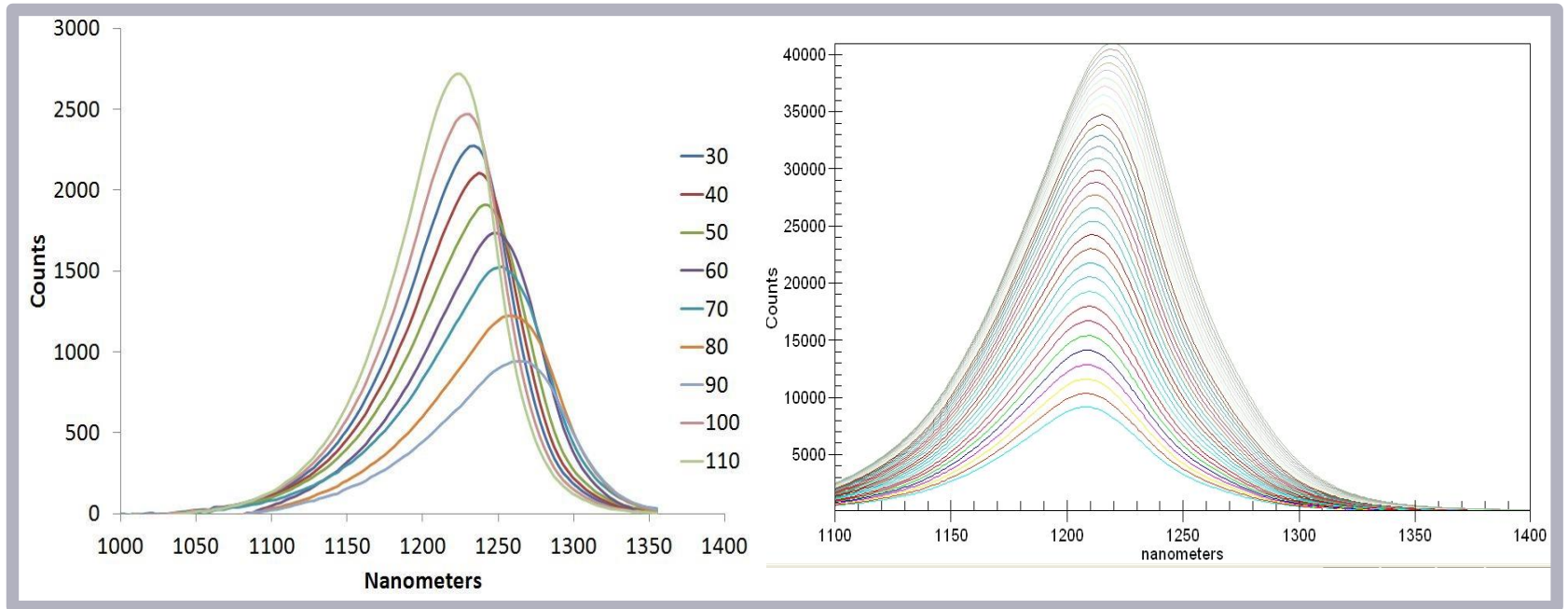


# Mérések

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 csúcspot.



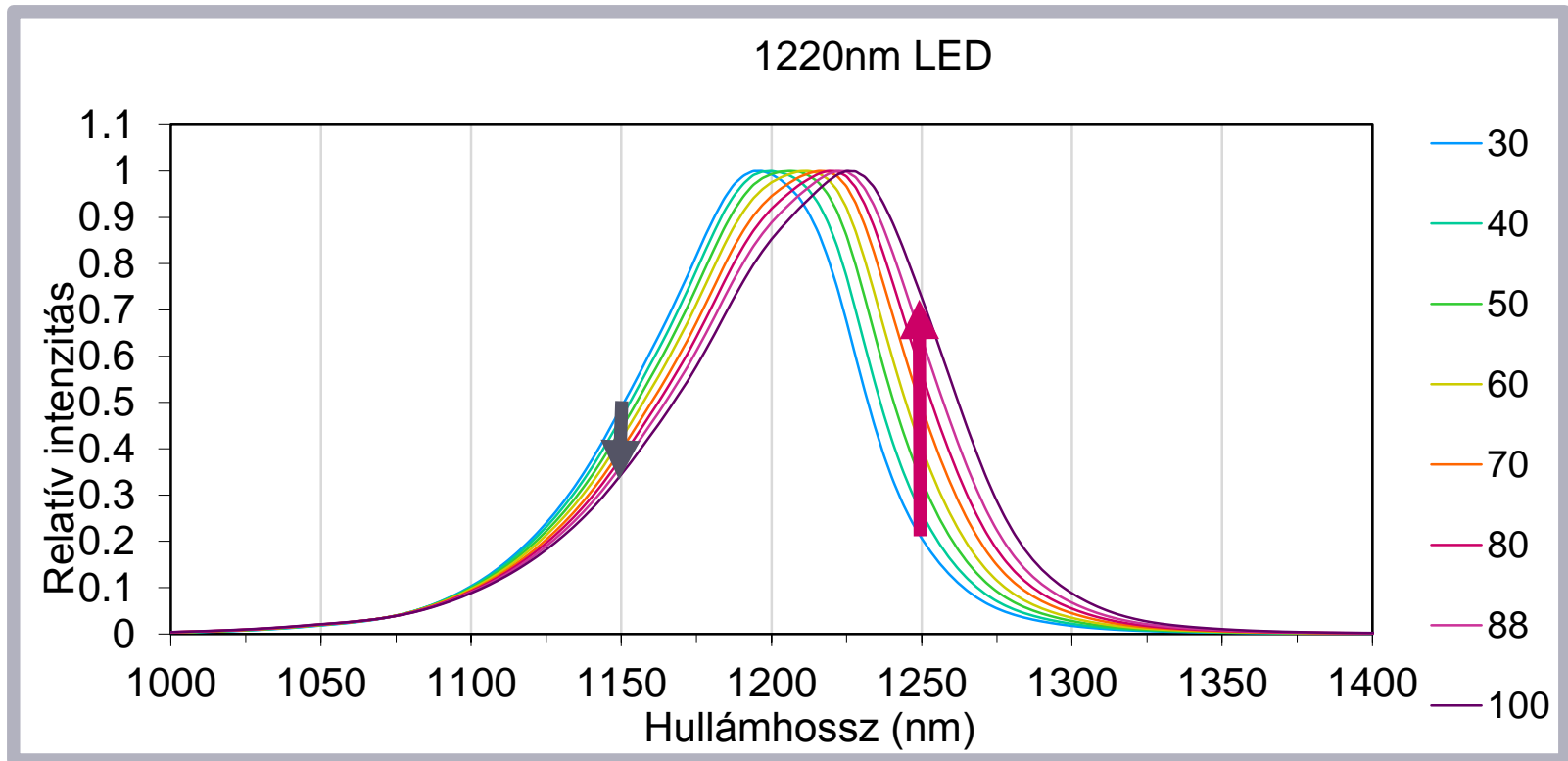
# Hőmérsékletfüggés



Hőmérsékletnövekedés hatására a sugárzási csúcs a nagyobb hullámhossz felé tolódik, miközben a hatások csökken ill. az eloszlás alakja változik.

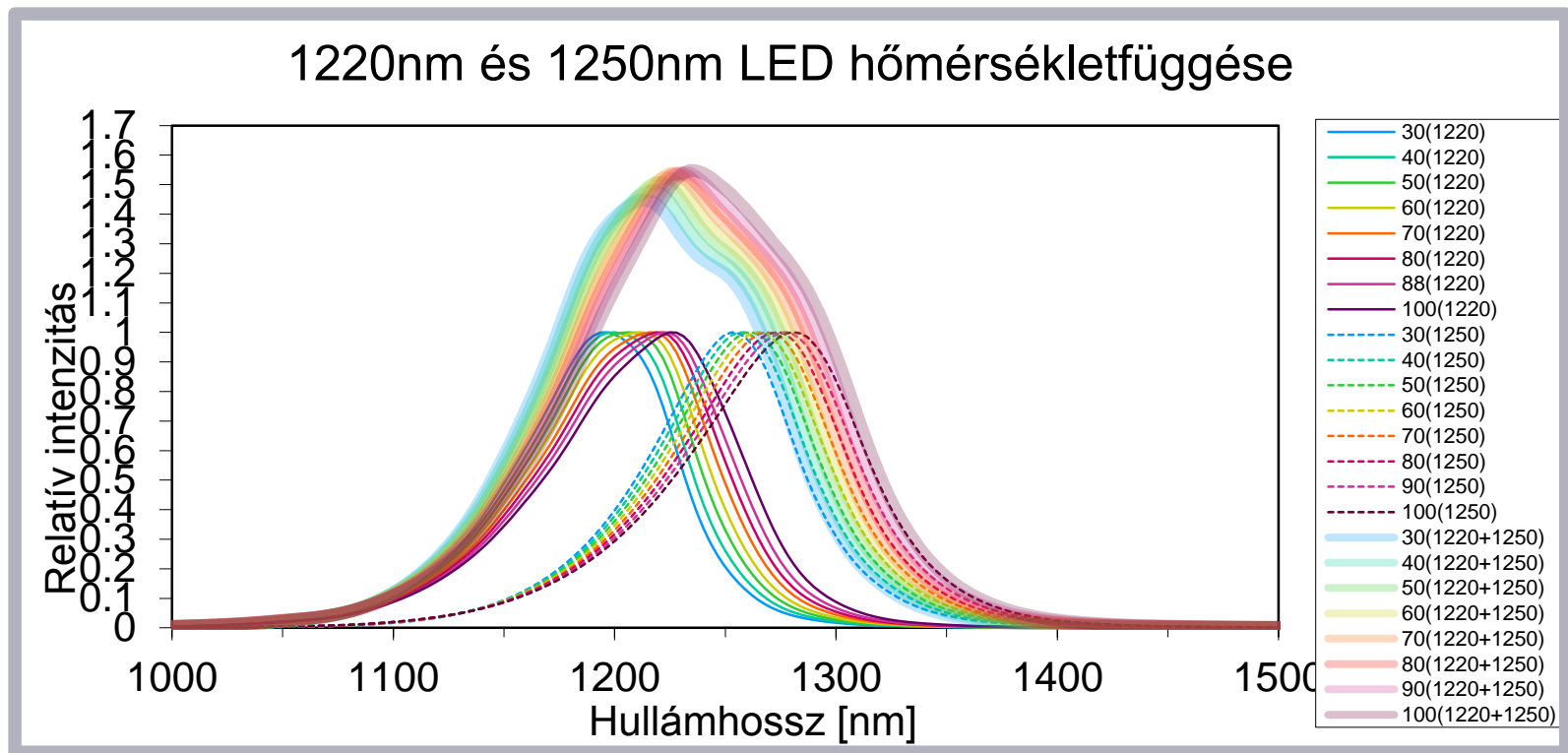
Nagy áramsűrűségek esetén vörös eltolódás a hőmérsékletemelkedés miatt, kis belső hőellenállás esetén a nagy áramok miatti kék eltolódás kis mértékben kompenzálja ezt. [5]

# Hőmérsékletfüggés



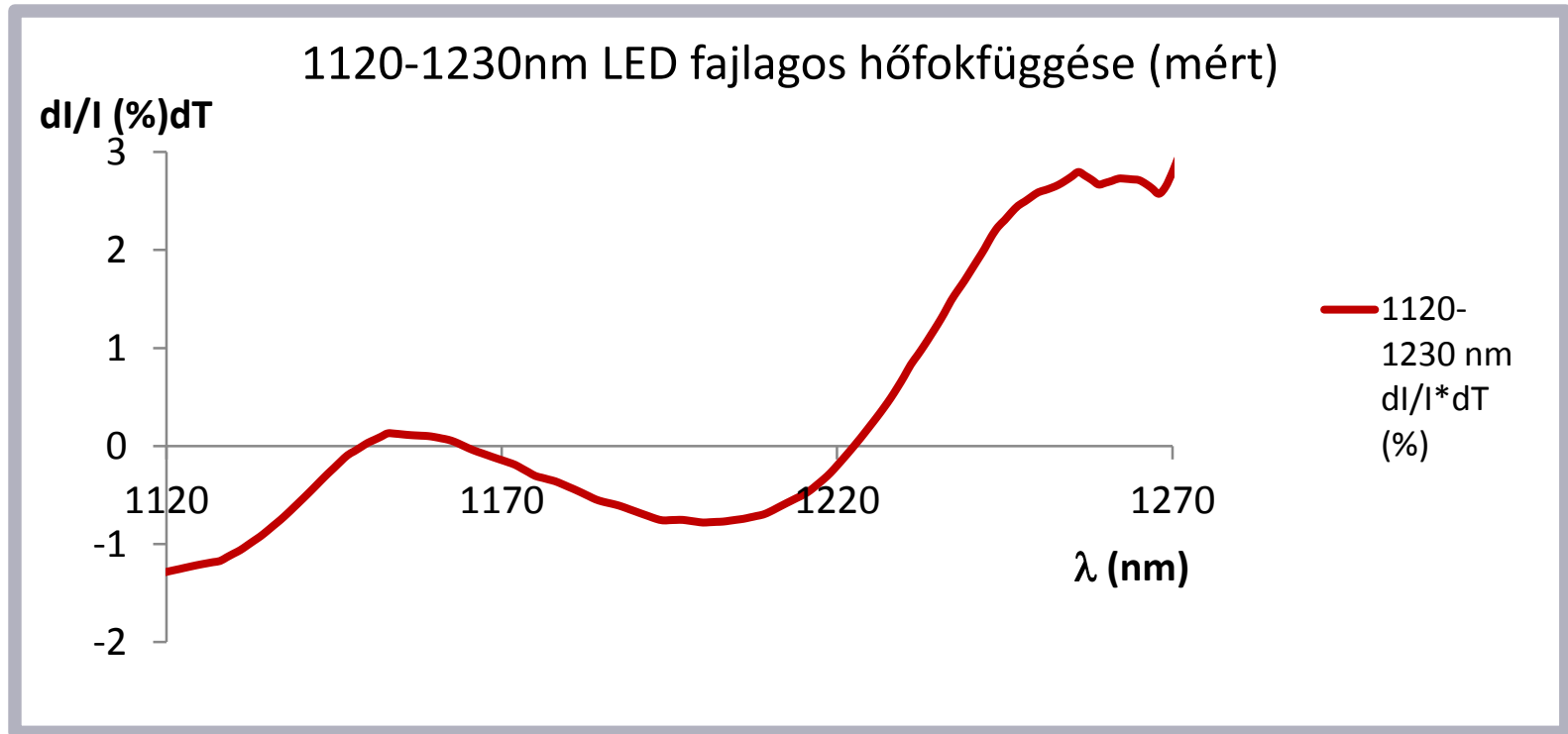
Hőmérsékletváltozás hatására egymáshoz közel álló hullámhosszokon nemlineárisan és ellentétes irányban változhat a sugárzás intenzitása

# Hőmérsékletfüggés



A két réteg sugárzása összeadódik, de hőfokfüggés jellege nem változik

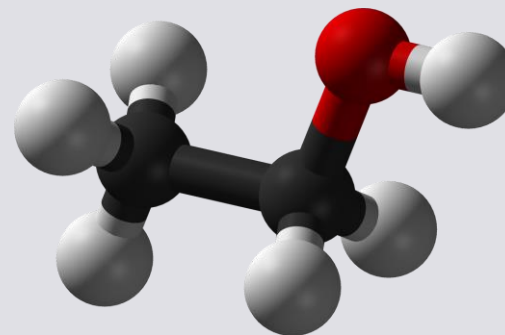
# Hőmérsékletfüggés



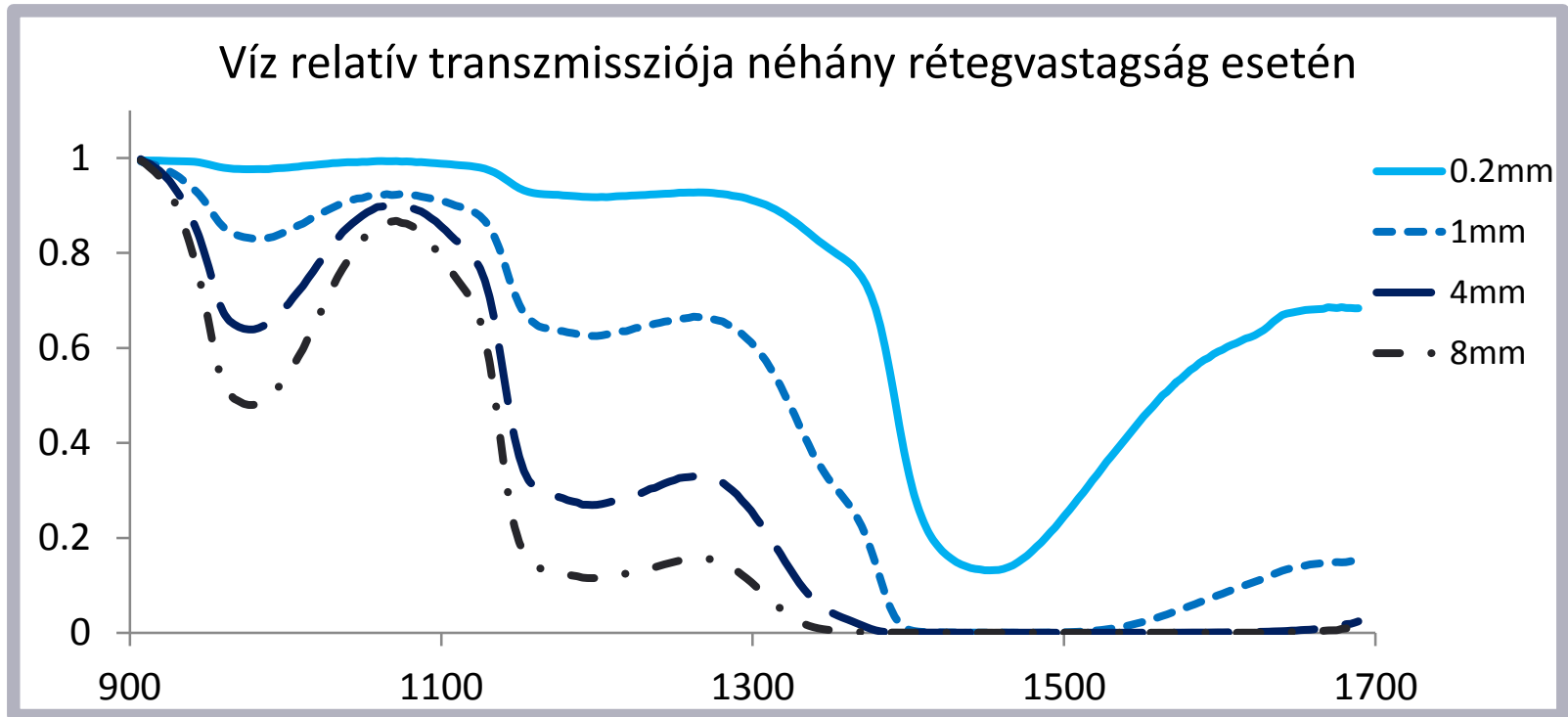
Lumineszkáló 1120-1230nm-es LED mért fajlagos (%) hőfokfüggése. A két sugárzási csúcs közt közel lineáris szakasz. Hőmérséklet kompenzálás nélküli mérés-technikai felhasználási lehetőség.

# Etanol kimutatása vízben

- 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
- Projektfeladat

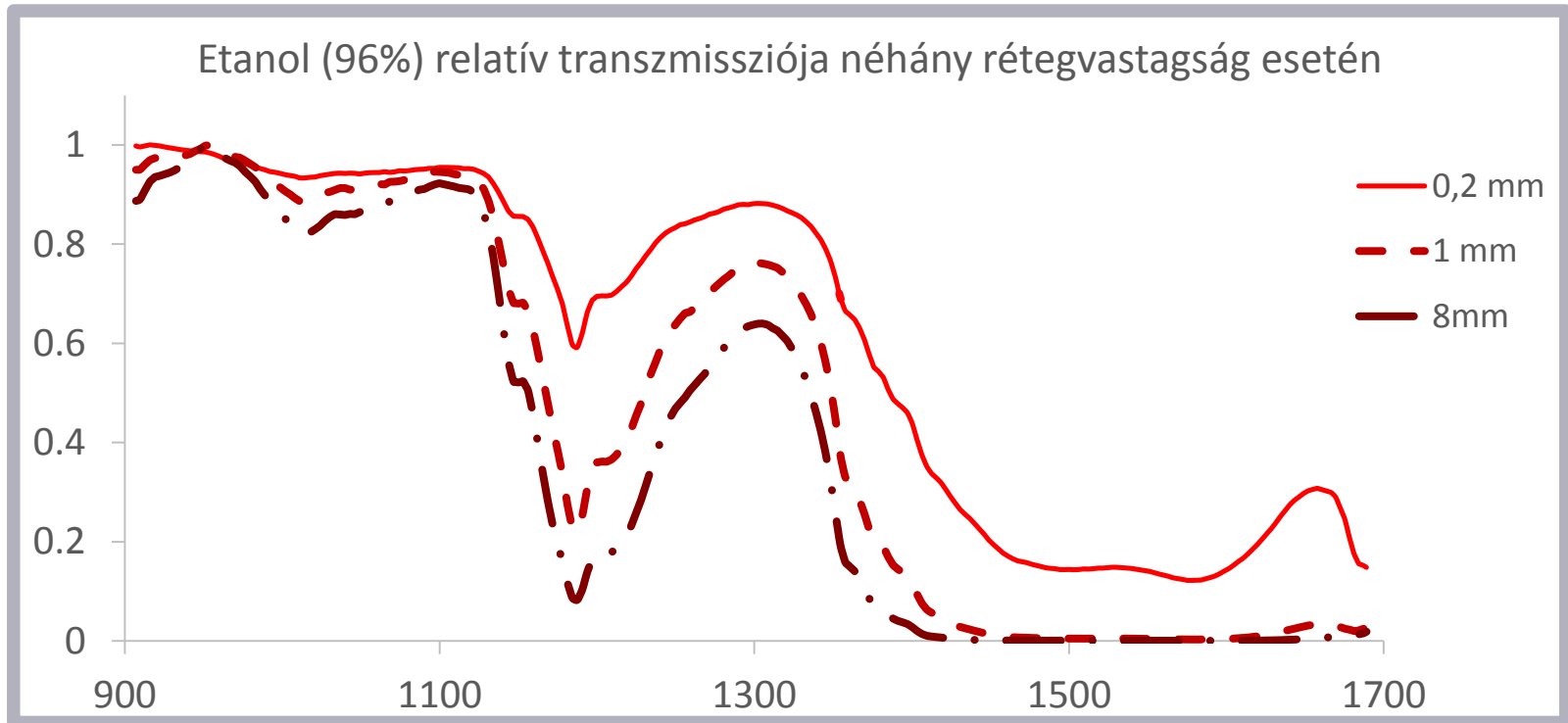


# Etanol kimutatása vízben



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

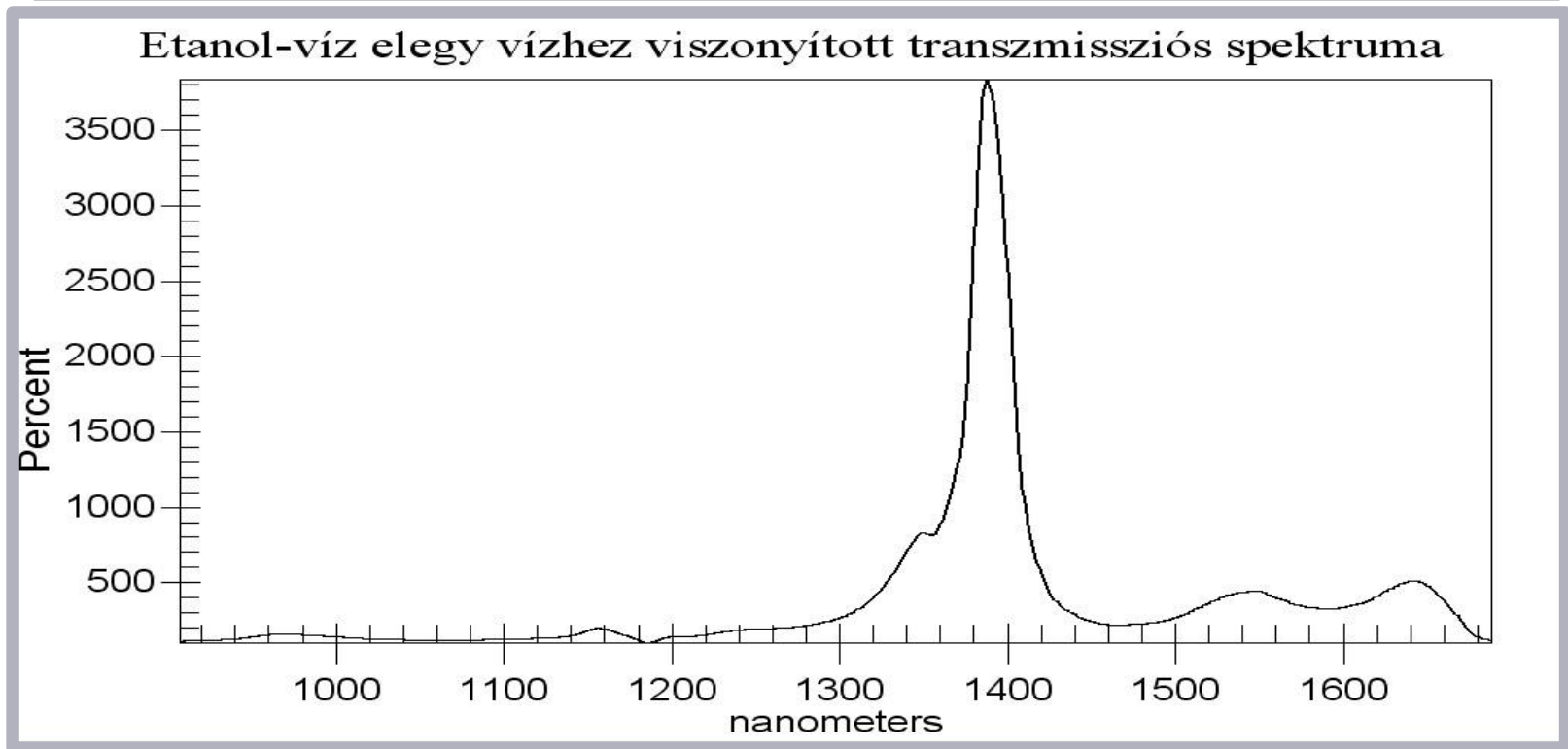
# Etanol kimutatása vízben



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.

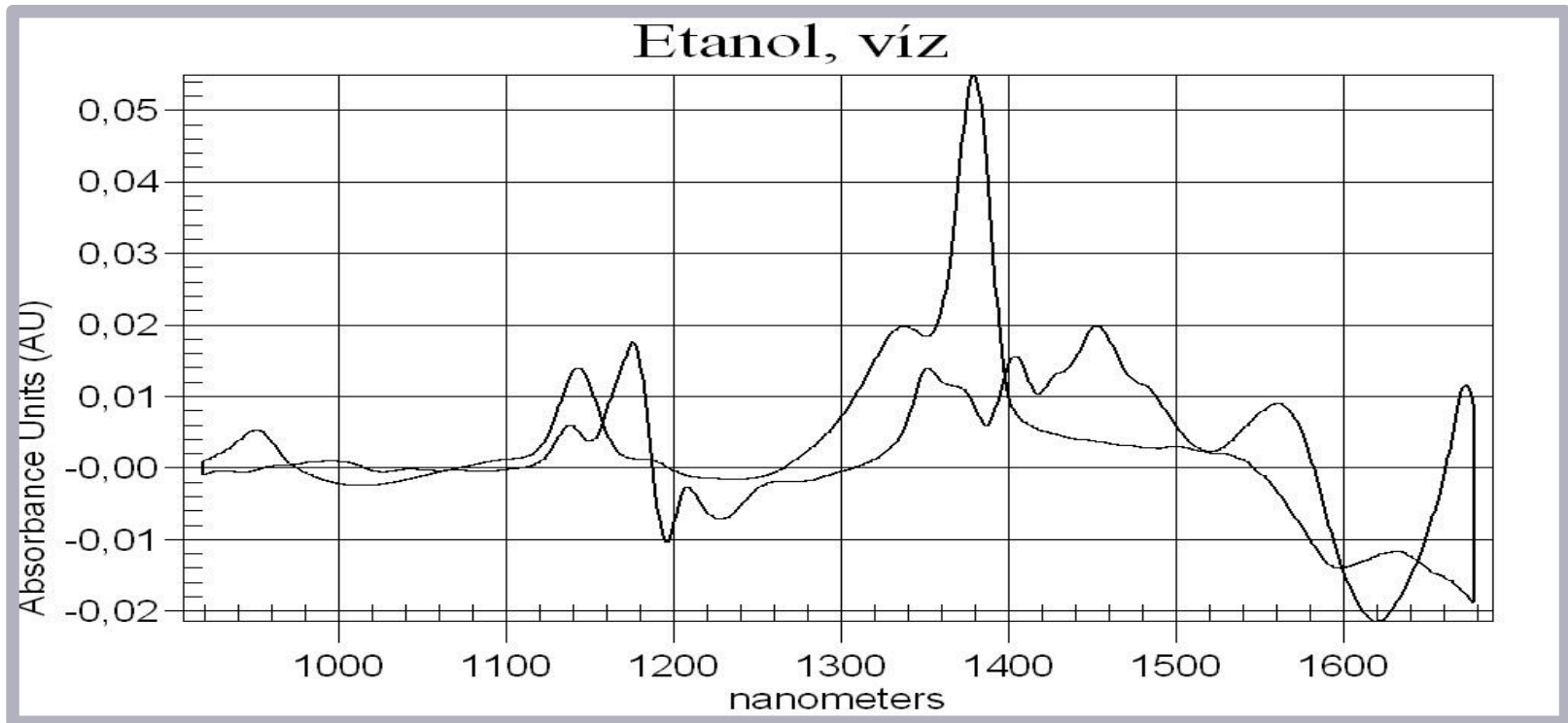


# Etanol kimutatása vízben



Az etanol koncentrációját a vízhez képest az 1400nm hullámhossznál lehet mérni, ahol az éles letörésnél jelentős a relatív abszorpciós különbség a két anyag közt. [1]

# Etanol kimutatása vízben



Pontosabb képet kapunk a vizsgálandó hullámhosszokról az abszorpció első deriváltjának elemzésével. [1]

# Műszerek etanol-víz mérésére

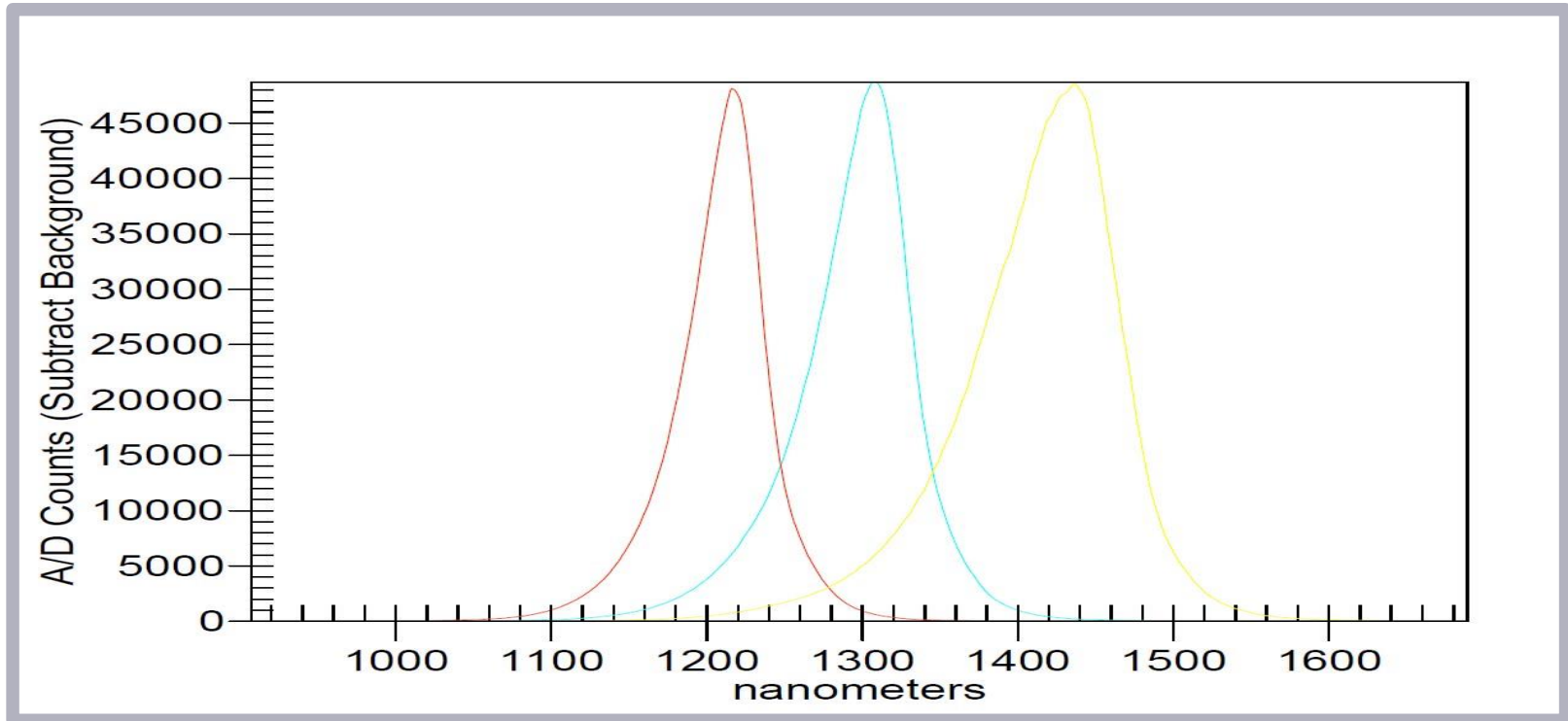
## Módszerek:

- laborműszerekkel
  - teljes spektrum felvétele
  - komplett spektrofotométer szükséges
  - csúcsok meghatározása
  - többismeretlenes egyenletrendszerrel
- kézi műszerek
  - egyszerű felépítés, egyszerű metodika, egyik ilyen:
  - 3 hullámhosszon mérés
    - ahol azonos a két összetevő abszorpciója
    - ahol az egyik sokkal nagyobb (helyi maximum)
    - ahol a másik sokkal kisebb (helyi minimum)



[11]

# 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

## Mérési alapelrendezések:

- szélessávú forrás – minta – 3 detektor



- szélessávú forrás – minta – 3 szűrő – 1 detektor



- 3 fényforrás – minta – 1 (nagyfelületű) detektor



# Mérési elrendezések

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

**Hátránya: nagyfelületű detektor kell**

nagy felületű detektor kell, nagy a sötétárama

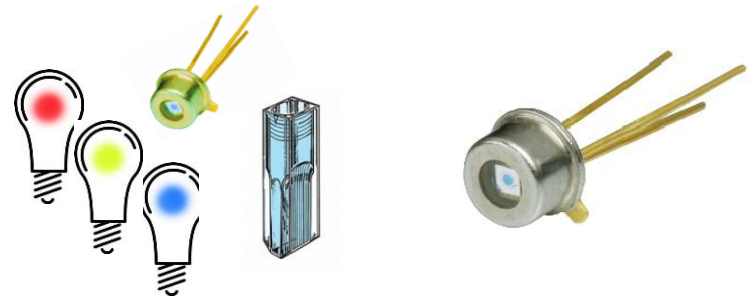
nem pontszerű

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 elegy mérése mint célfeladat

---

## 3 keskenyensugárzó 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

# Etanol-víz méréshez LED

Célfeladatra  
kifejlesztett LED:  
1200-1400 nm

jó hatásfokú

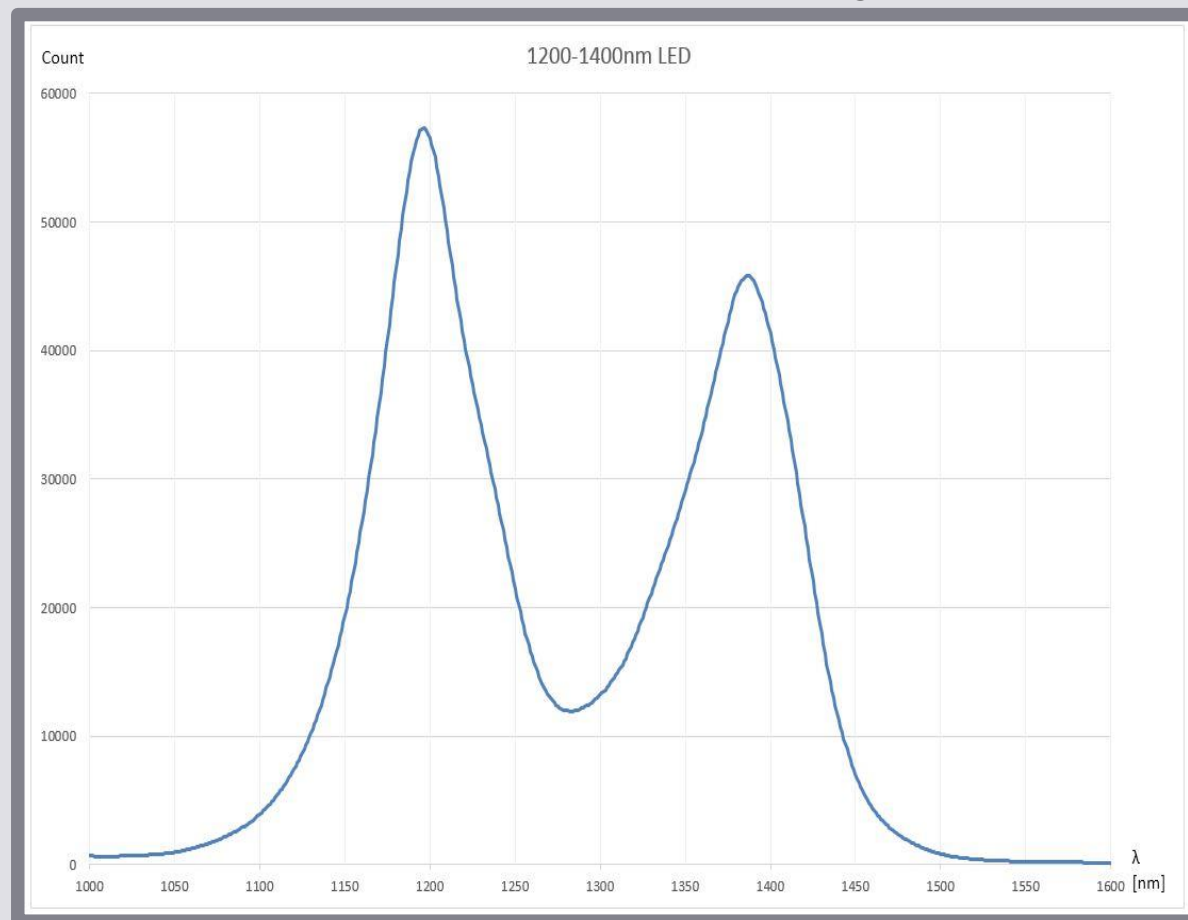
széles sugárzási  
tartomány

sugársűrűsége magas  
(nem a sugárzott  
teljesítménye)

Célfeladatra (csak víz-etanol) elegendő két  
hullámhosszon ( $\lambda_1; \lambda_3$ ) mérni

LED InGaAsP:

- két hullámhosszon sugároz ( $\lambda_1; \lambda_3$ )



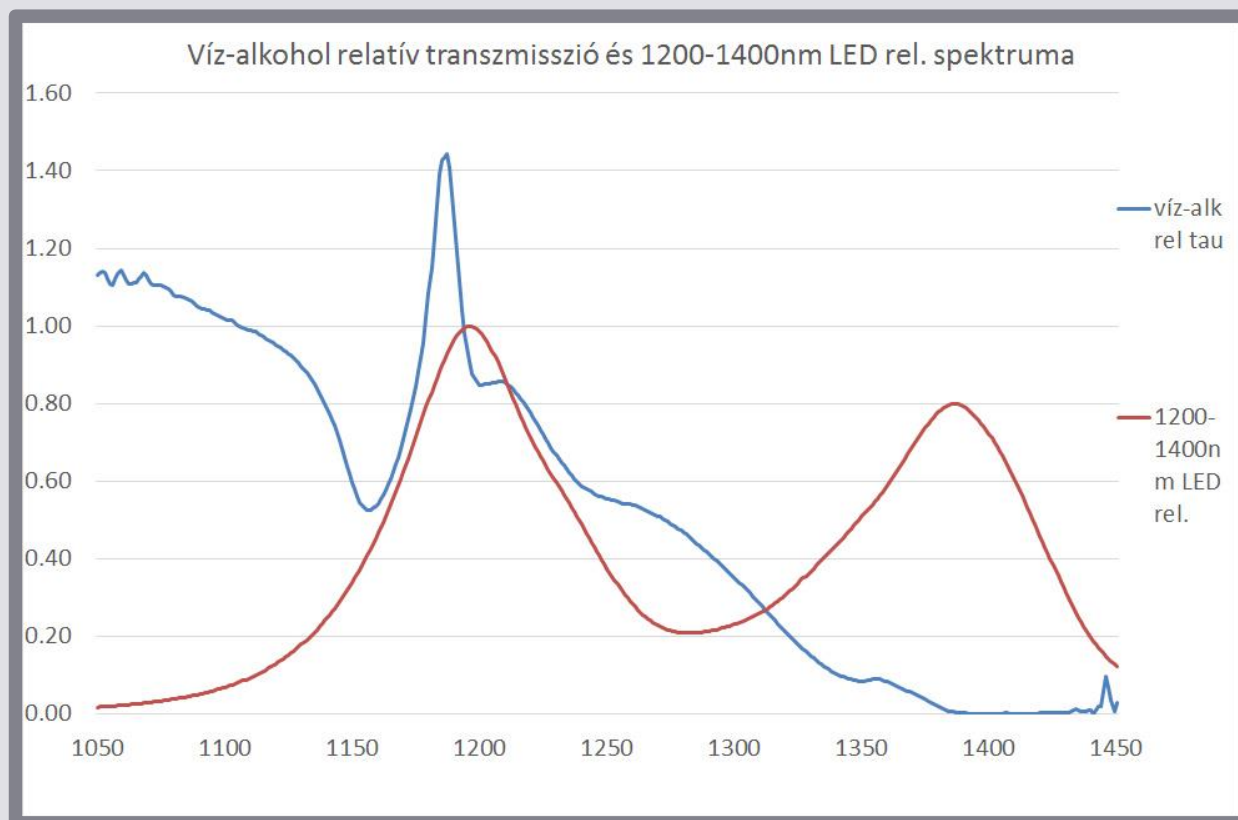


# Etanol-víz méréshez LED

Célfeladatra  
kifejlesztett LED:  
Miért nem 1450nm?

Víz abszorpciós csúcs  
1450 nm-nél  $\rightarrow 0$   
intenzitás

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



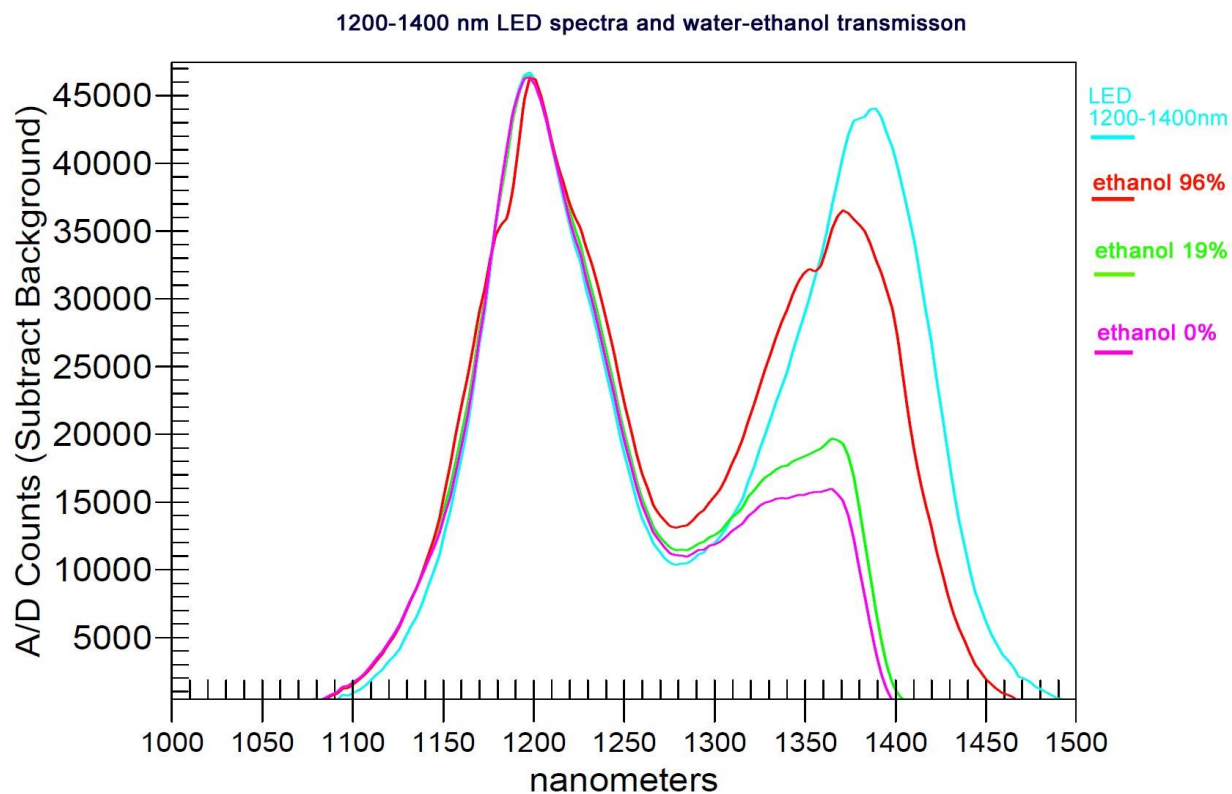
1200-1400 nm LED spektruma víz-etanol elegy  
relatív transzmissziója

# Etanol-víz méréshez LED

Célfeladatra  
kifejlesztett LED:  
Miért nem 1450nm?

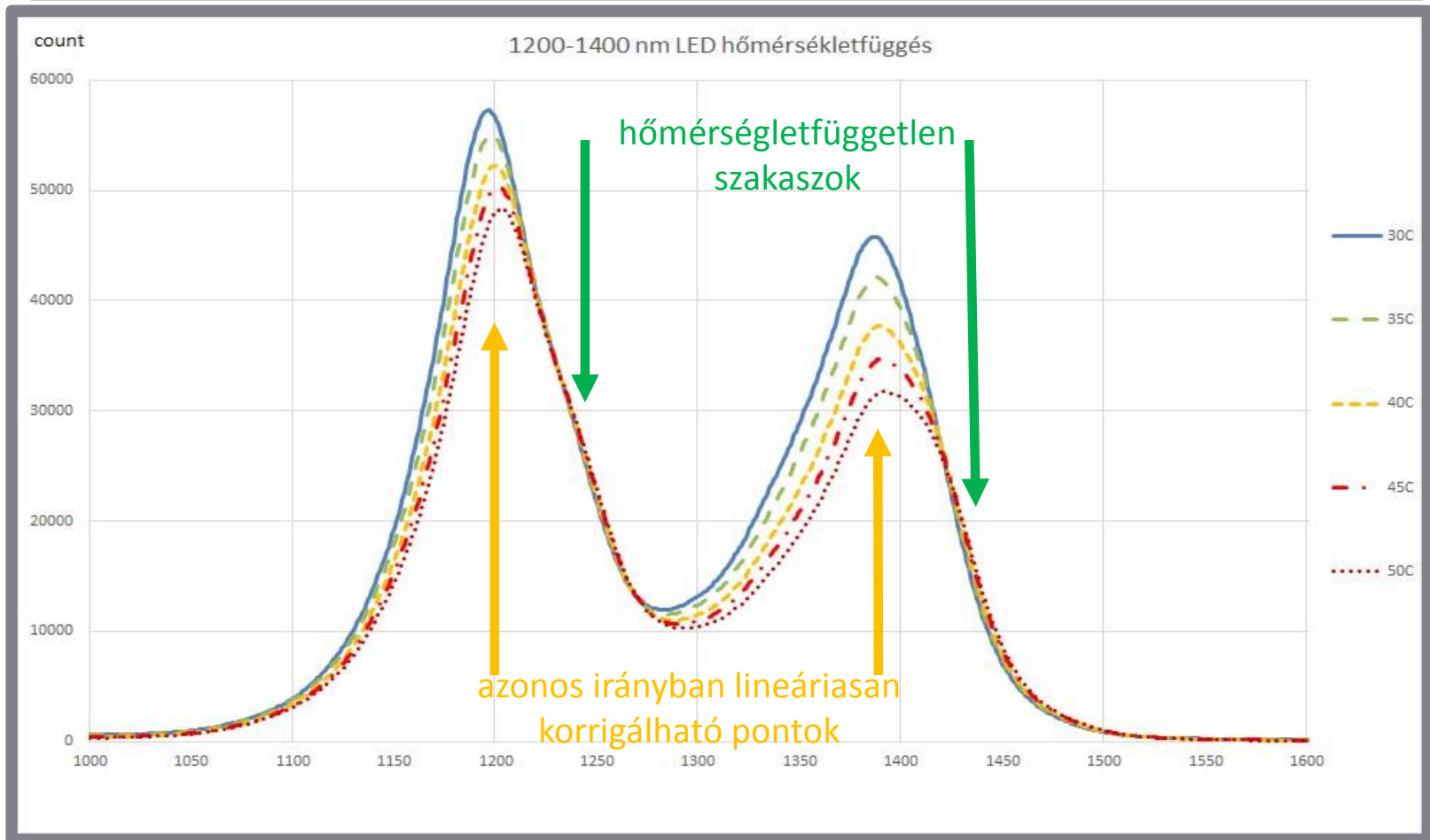
Víz abszorpciós csúcs  
1450 nm-él -> 0  
intenzitás

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



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

# 1200-1400 nm LED hőmérsékletfüggése



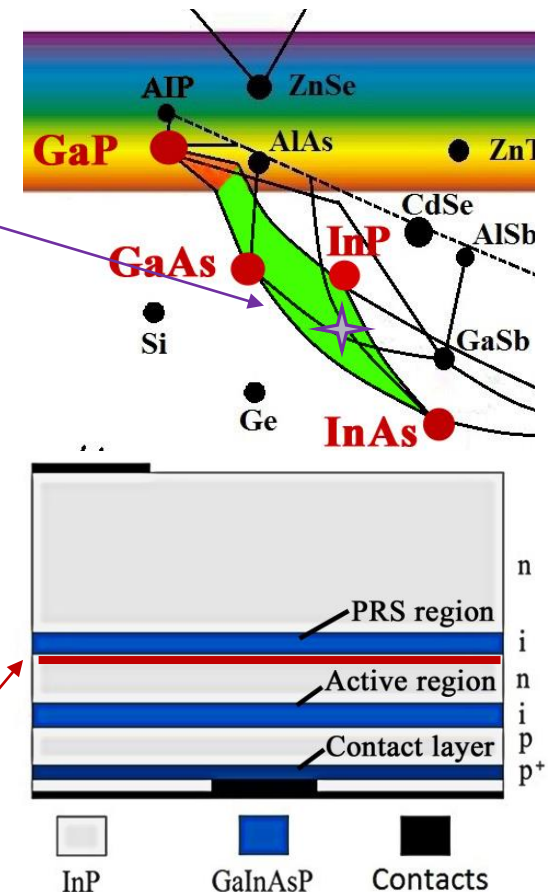
# Növesztési körülmények

## Növesztési hőmérséklet

- Elegendési 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).



# Kitűzött feladatok 3. félévre

---

- ✓ Etanol illetve víz méréséhez illesztett spektroszkópai rendszerek vizsgálata
- ✓ Etanol-víz elegy méréséhez LED optimalizálási lehetőségei
  - ✓ a sugárzás irányfüggése a lehetséges mérési hullámhosszokon (a mérések lehetséges geometriai elrendezése ismeretében)
  - ✓ áramfüggése
  - ✓ hőmérsékletfüggése
  - ✓ a növesztett szerkezetek abszorpcióinak mérése
    - rétegvastagságok mérése elektronmikroszkóppal
- ✓ Eredmények feldolgozása

# Tantárgyak

---

- Félvezető technológiák (Horváth Zsolt József) {6 kr}
- Folyadékfázisból előállított félvezetők (Rakovics Vilmos) {6 kr}
- Kutatás III. (Félvezető fényforrások kutatása és kissorozatú gyártása) {10 kr}
- Beszámoló III. {6 kr}

Helyzet:

- tanulmányi 39 / 48
  - beszámolók 18 / 44
  - kutatási projekt 30 / \_\_\_
  - oktatás 45 / 45
  - publikáció 16 / 50
- összesen 148 / 180

# Publikációk

---

Cikk:

- 

Konferencia előadás:

- *Nádas József: Elektro- és fotolumineszcencia együttes alkalmazásán alapuló LED-ek, VI. LED Konferencia, Budapest, 2015. február 3-4.*

Konferencia poszter:

-

# Munkaterv 4. félévre

---

- mérési sorozatok a bemutatott 1200-1400 nm LED-del
- összehasonlító mérések izzólámpával
- 1200-1650 nm szénhidrogén mérésekre alkalmas LED növesztése, vizsgálata (hőmérsékletfüggés, áramfüggés, mintákon mérési sorozatok)
- elektronmikroszkópos szerkezeti kép, a várt növesztési rétegvastagságokkal összehasonlítás
- eredmények feldolgozása
- publikációk



# Köszönöm a figyelmet!

---

NÁDAS JÓZSEF