

# 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

# Tartalom

---

Feladat ismertetése

Korábbi félévek munkájának áttekintése

Jelen félévben elvégzett feladatok és eredmények

Kutatás további irányai, feladatok a következő félévre

# Feladat

---

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

Követelmények: [1] [7]

- miniatürizálás, pontszerűség a pontos optikai leképezéshez
- kis fogyasztás, önálló kéziműszer (laptop nélkül)
- nagy intenzitás
- vizsgálandó anyaghoz illesztett széles hullámhossz tartomány [4]

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

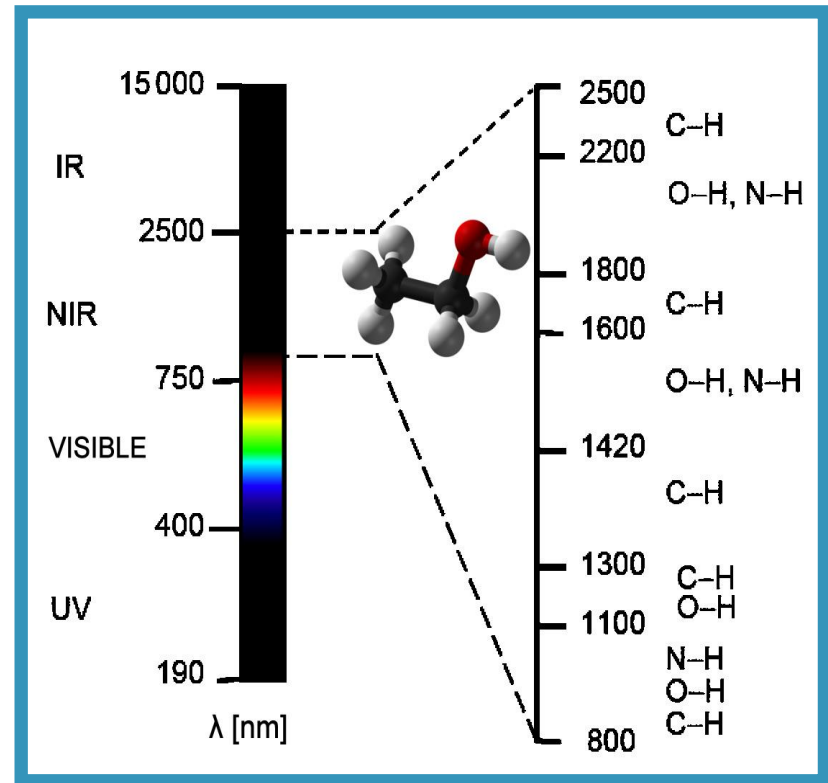
# Közeli IR

-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]



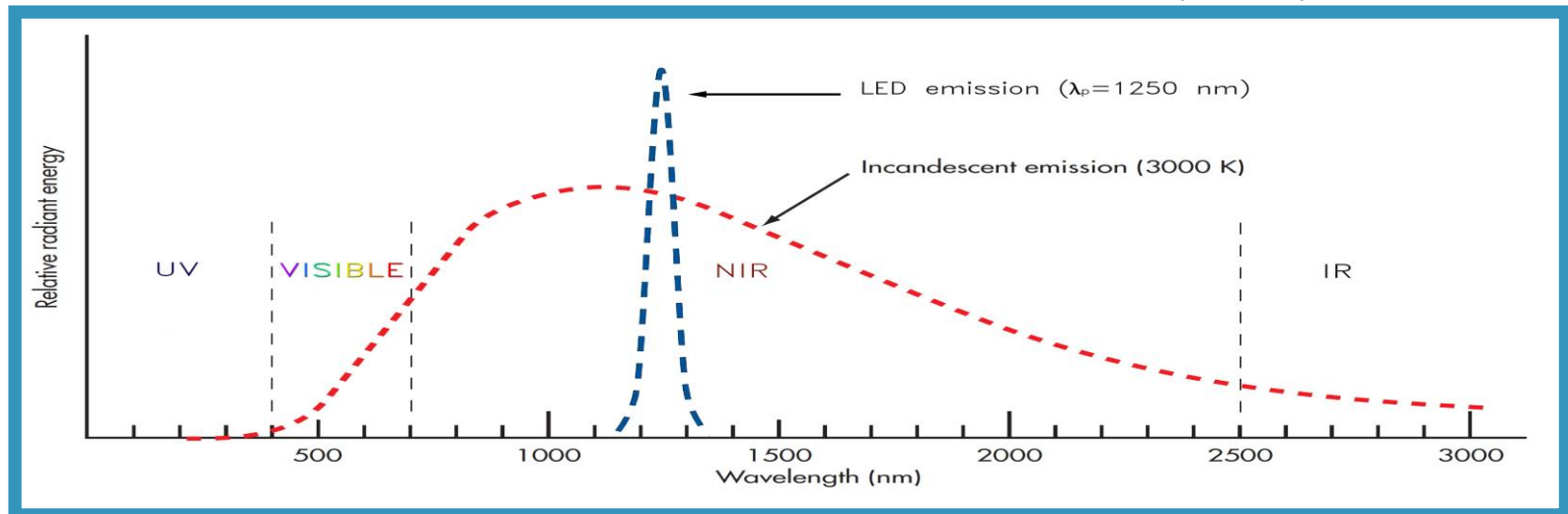
# Miért LED?

## Izzólámpa

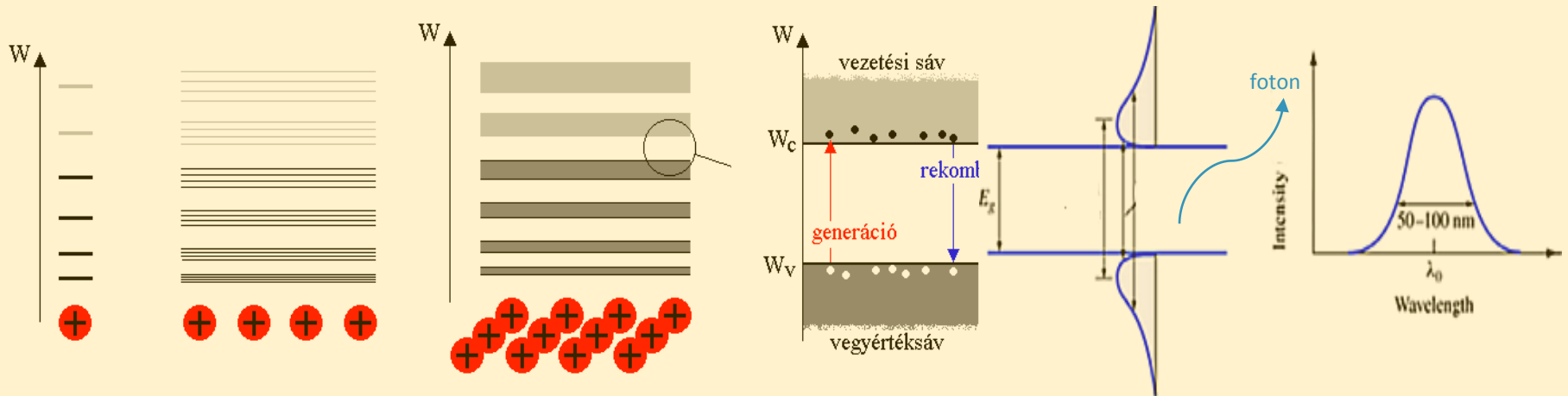
- + Folytonos spektrum IR-ben
- Miniaturizálás nehézkes, nem pontszerű
- Válaszidő hosszú ( $\times 10^{-1}$  s)
- Sugárzás erősen feszültségfüggő
- Élettartama rövid ( $\times 10^3$  h)

## LED

- Tervezhető, de keskeny tartományú sugárzás
- + Miniaturizálható, pontszerű
- + Válaszidő rövid ( $\times 10^{-9}$  s)
- + Munkapont könnyen beállítható
- + Élettartama hosszú ( $\times 10^4$  h) [2]



# LED fénykeltése



Az egyedülálló atom energiaszintjei a kristályban sávokká szélesednek.

A legfelső, (majdnem) teli sávban lyukak és a fölötté levő, (majdnem) üres sávban elektronok rekombinációja során foton keletkezhet [21].

Gerjesztés: elektromos (nyitóirányú áram) vagy fény (foton energia)

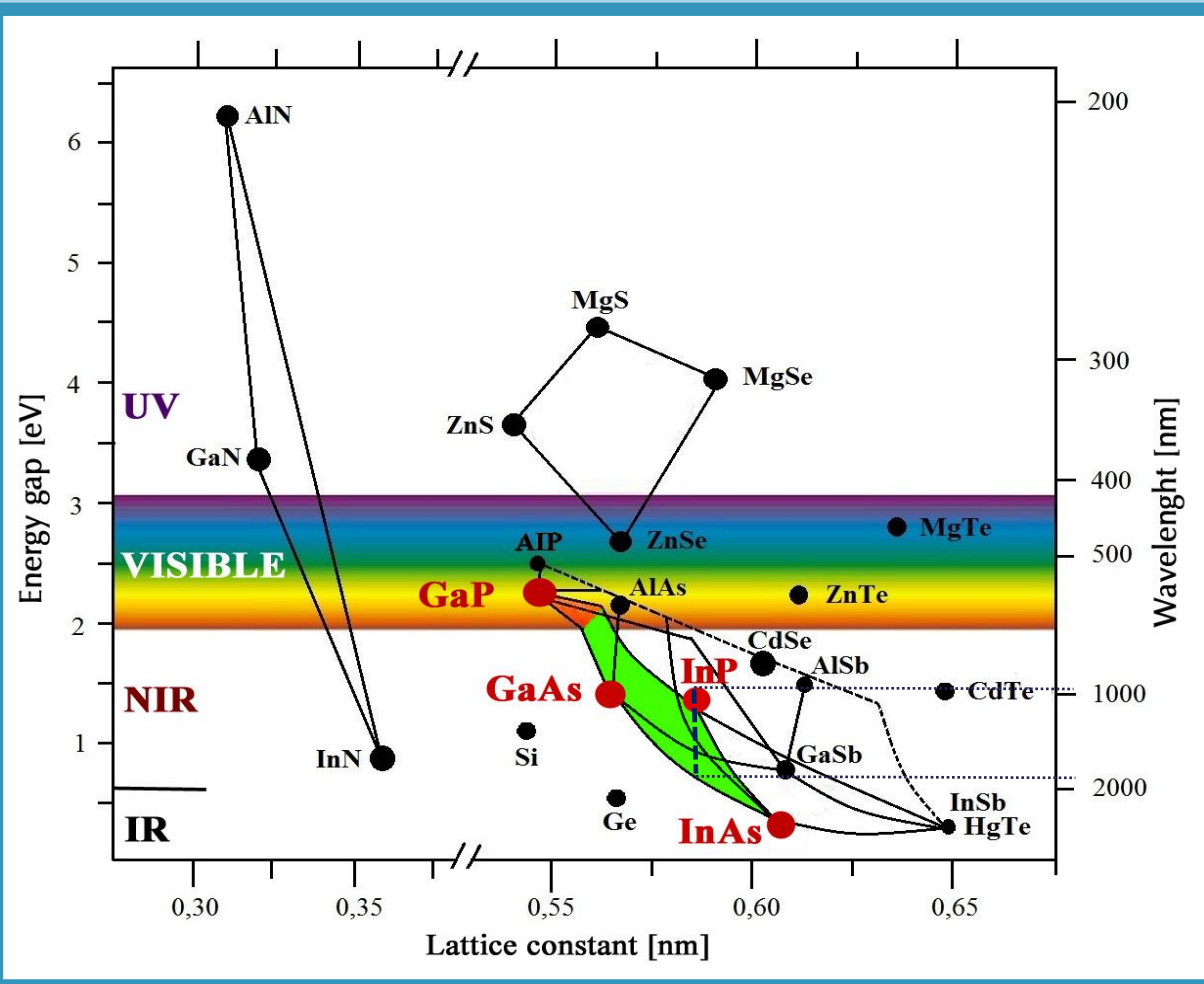
# Anyag- rendszerek

*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).



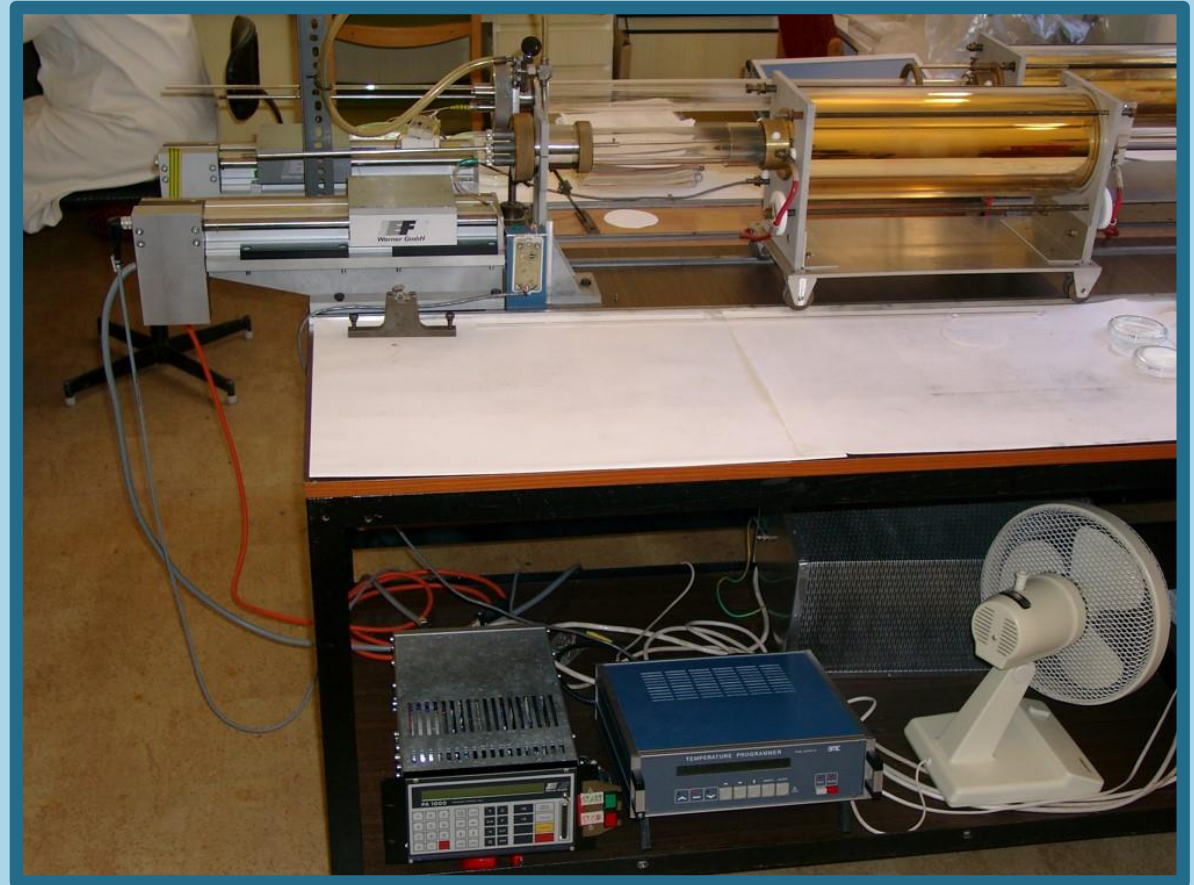
[3]

# 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



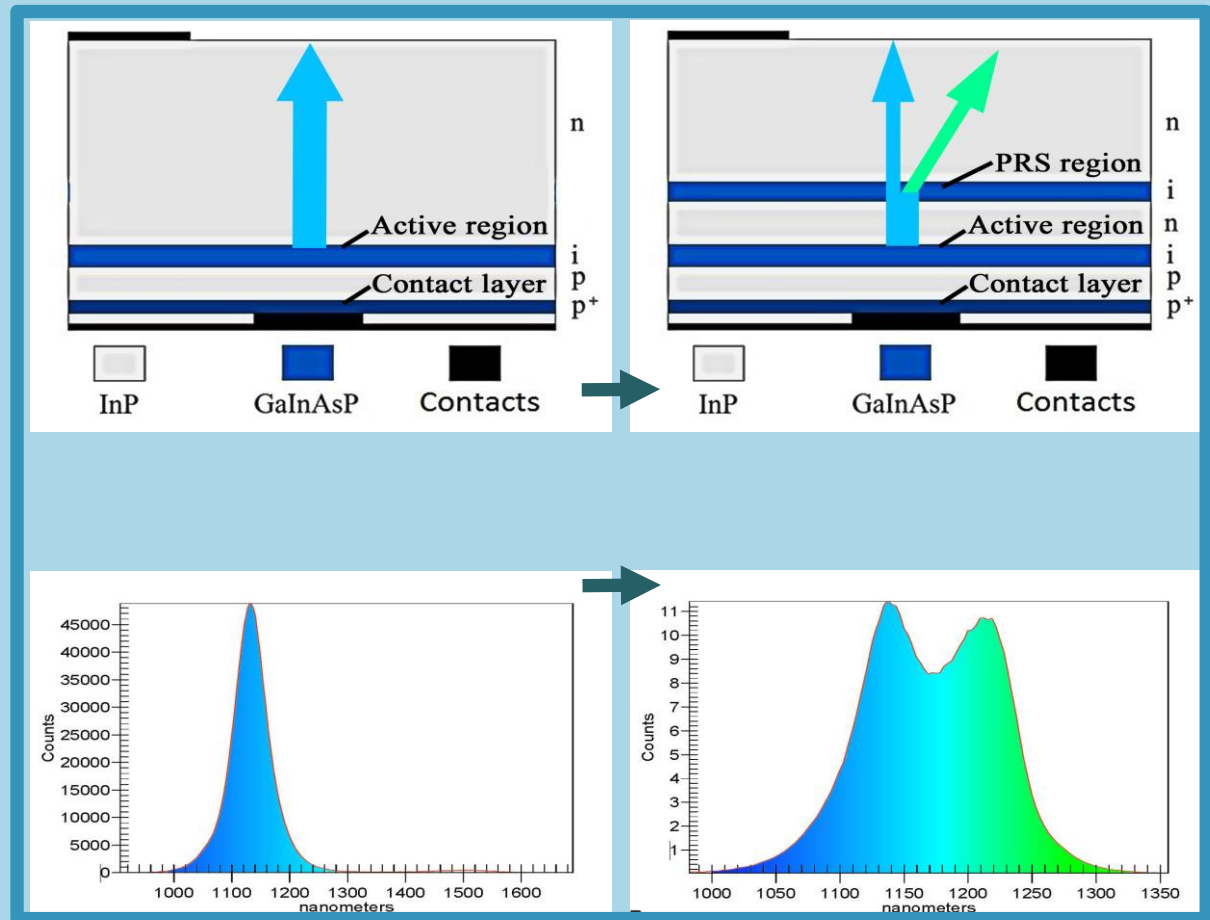


# Sávszélesítés lumineszkáló réteggel

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**



# Kutatási irányok

---

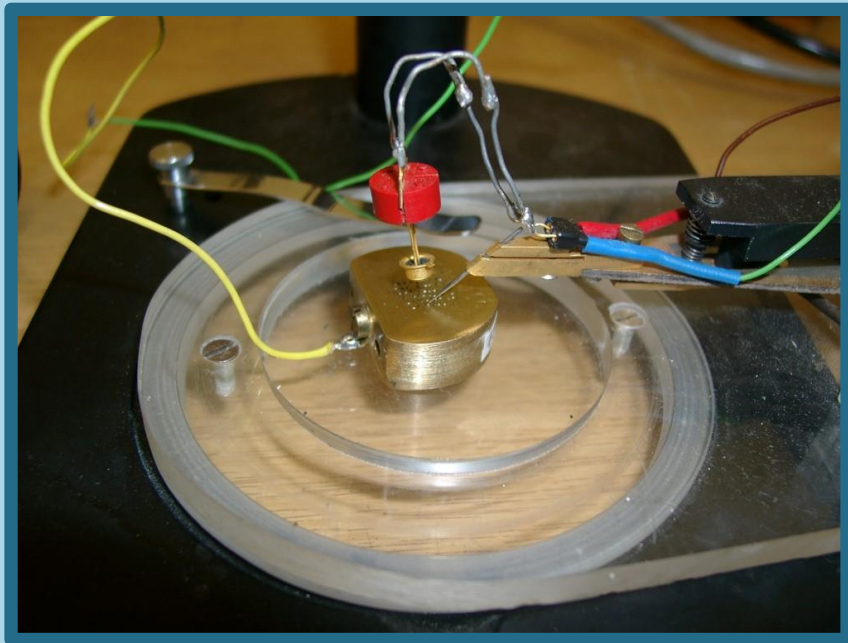
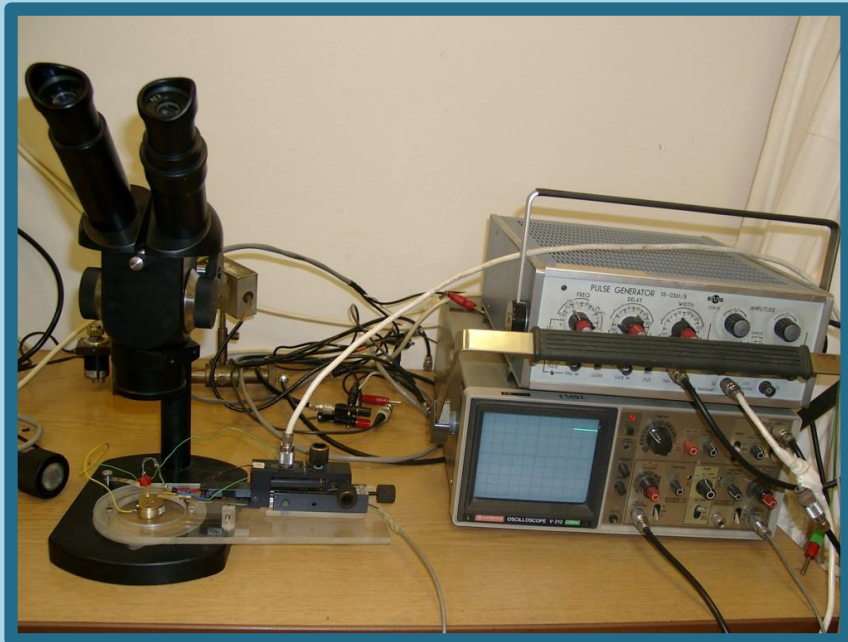
## Elméleti kérdések:

- Lehet-e 3 rétegű (4-5-stb. rétegű?) GaInAsP/InP NIR LED-eket készíteni?
- Ha igen, milyen áron? (hatásfok, technológiai nehézségek, gazdaságosság)
- Pufferrétegek szükségesek, de szerepük nem tisztázott, ennek vizsgálata.
- Rétegvastagságok szerepe.
- Rétegek egymásra hatásának szerepe (p-n átmenet és lumineszkáló réteg kölcsönhatása, szomszédos lumineszkáló rétegek kölcsönhatása)

# Mérések

Tűs méréssel a LED teljes emisszióját és karakterisztikáját lehet mérni.

További mérési mód a külső gerjesztéssel mért lumineszkálás.

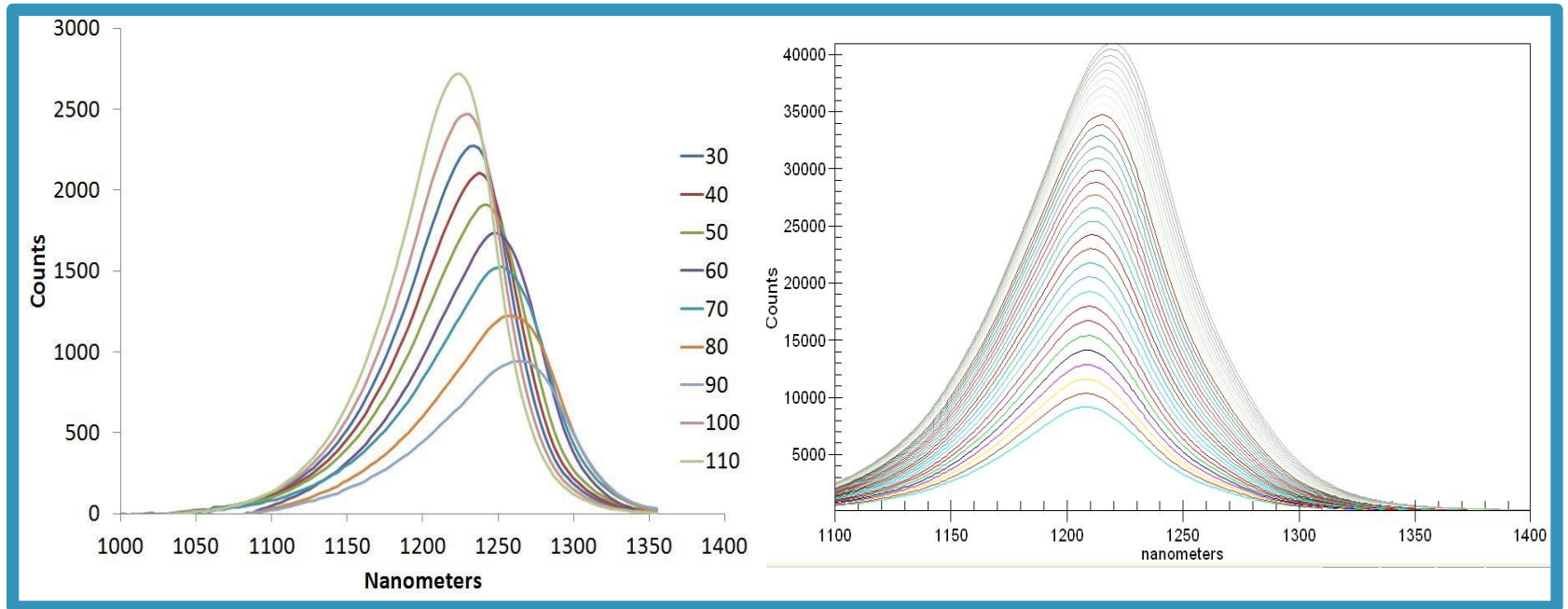


# Mérések

Bemért tokozott LED-ek.



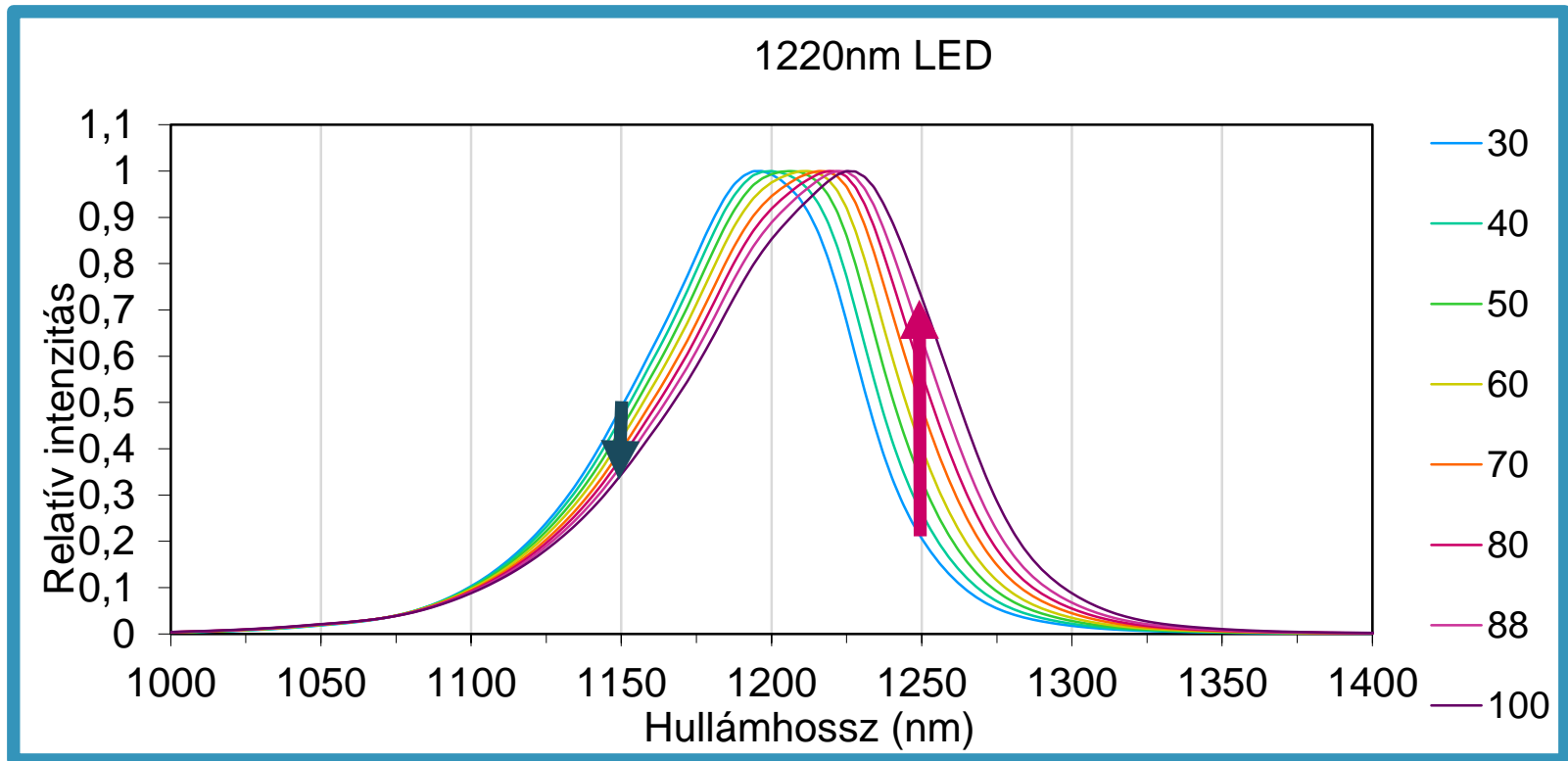
# Hőmérsékletfüggés



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

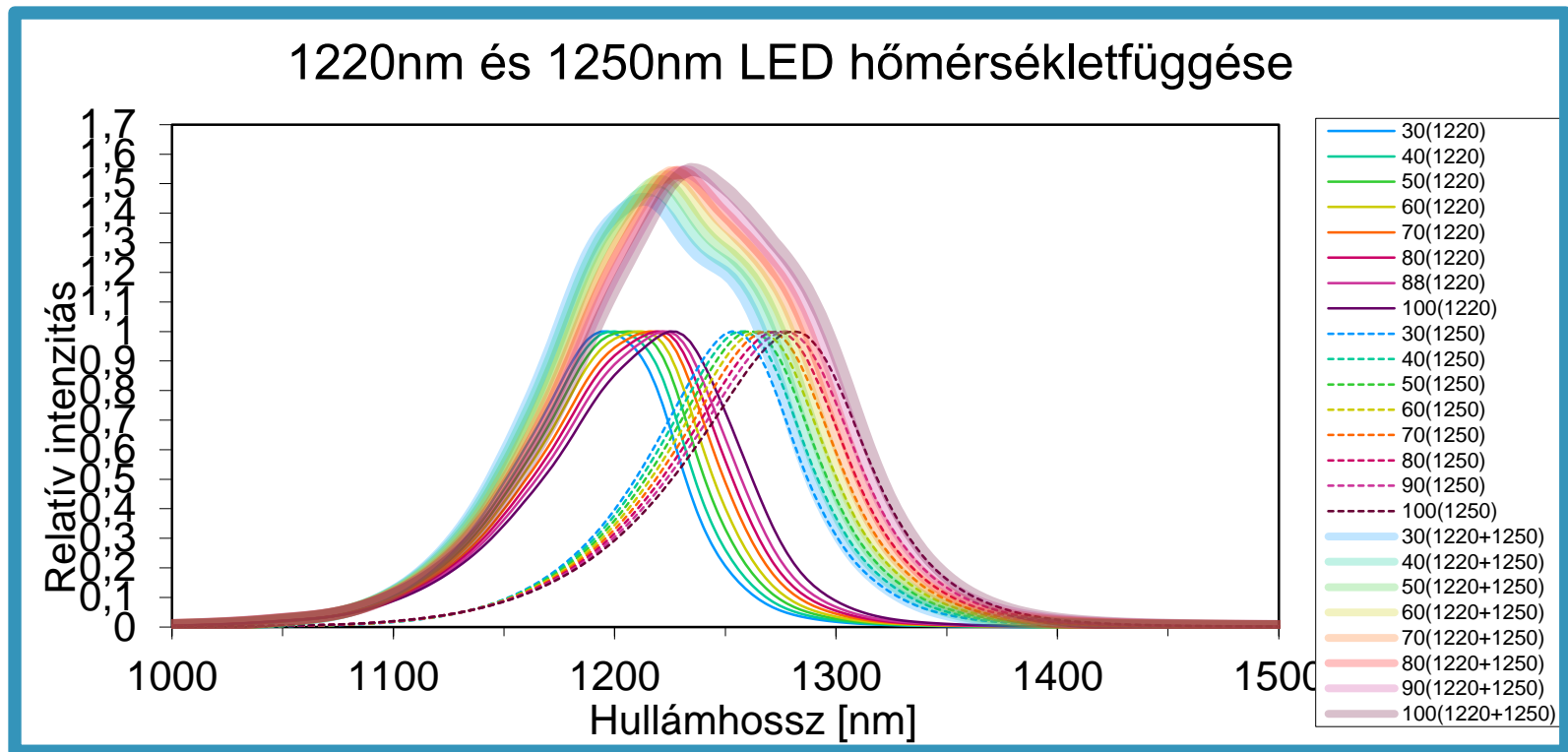
Nagy áramsűrűségek esetén vörös eltolódás a hőmérsékletemelkedés miatt, kis belső hőellenállás esetén a nagy áramok miatti kék eltolódás kis mértékben kompenzálja ezt. [5]

# Hőmérsékletfüggés



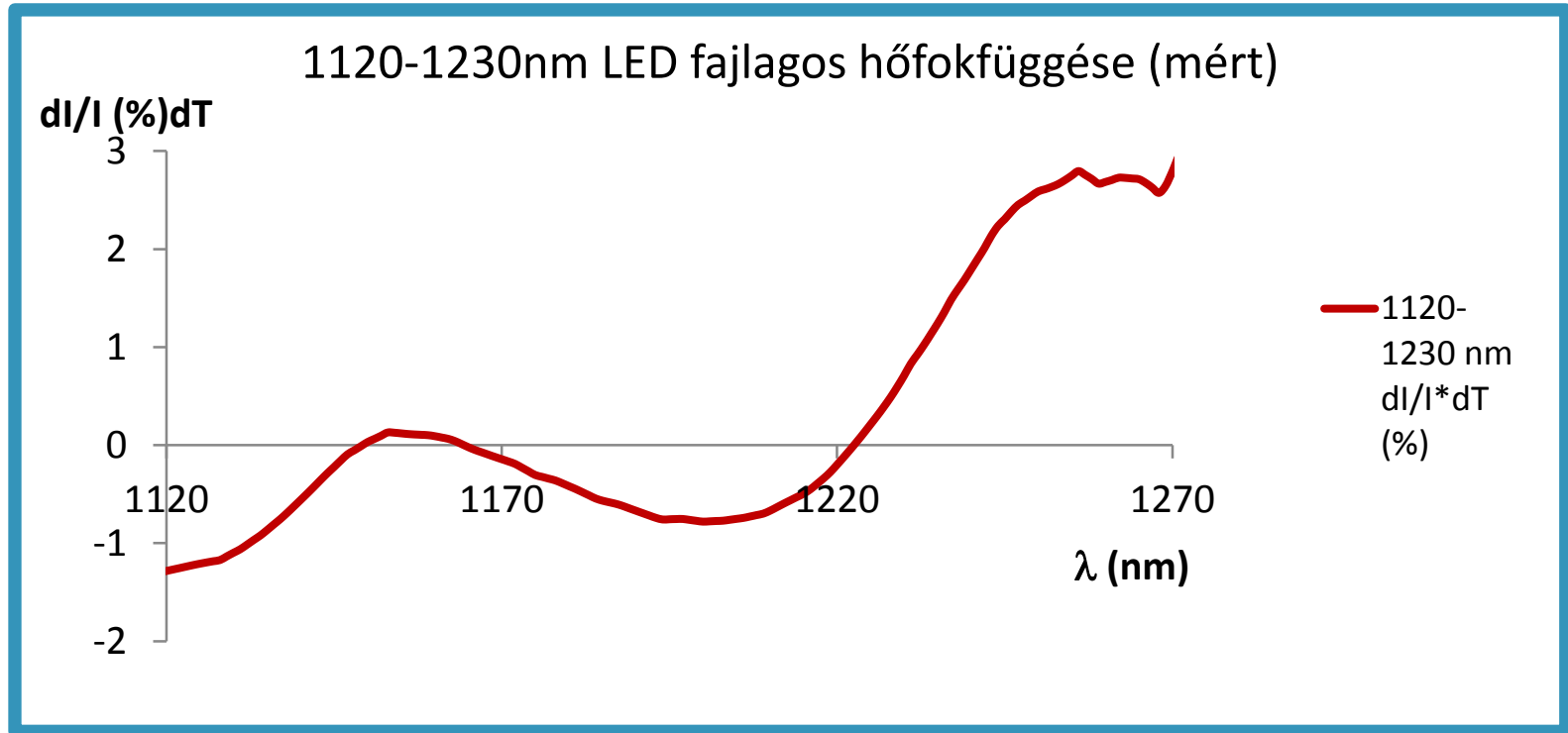
Hőmérsékletváltozás hatására egymáshoz közel álló hullámhosszokon nemlineárisan és ellentétes irányban változhat a sugárzás intenzitása

# Hőmérsékletfüggés



A két réteg sugárzása összeadódik, de hőfokfüggés jellege nem változik

# Hőmérsékletfüggés

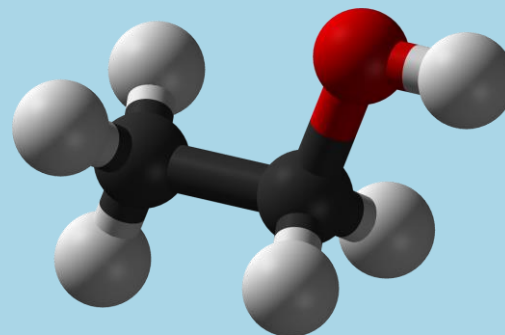


Lumineszkáló 1120-1230nm-es LED mért fajlagos (%) hőfokfüggése. A két sugárzási csúcs közt közel lineáris szakasz. Hőmérséklet kompenzálás nélküli mérés-technikai felhasználási lehetőség.

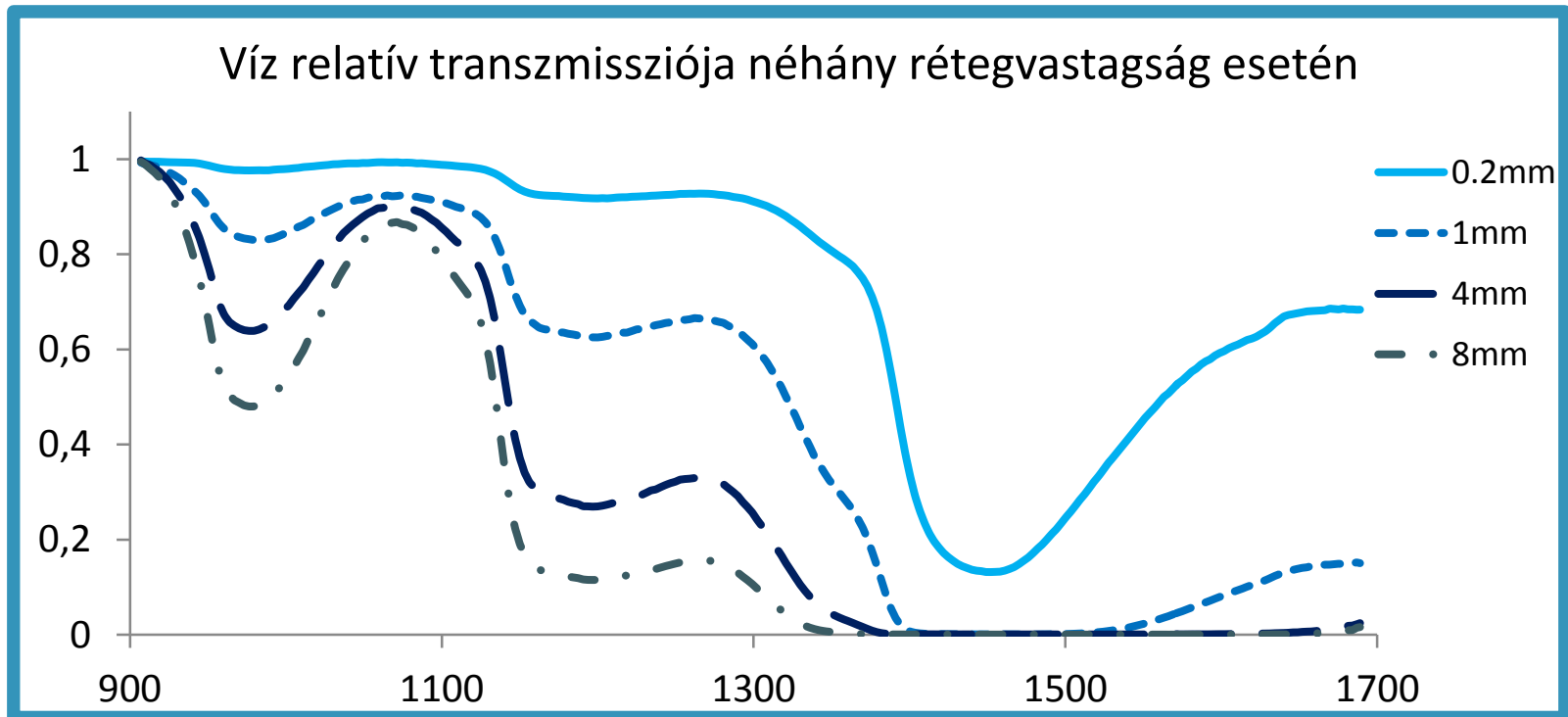


# Etanol kimutatása vízben

- 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

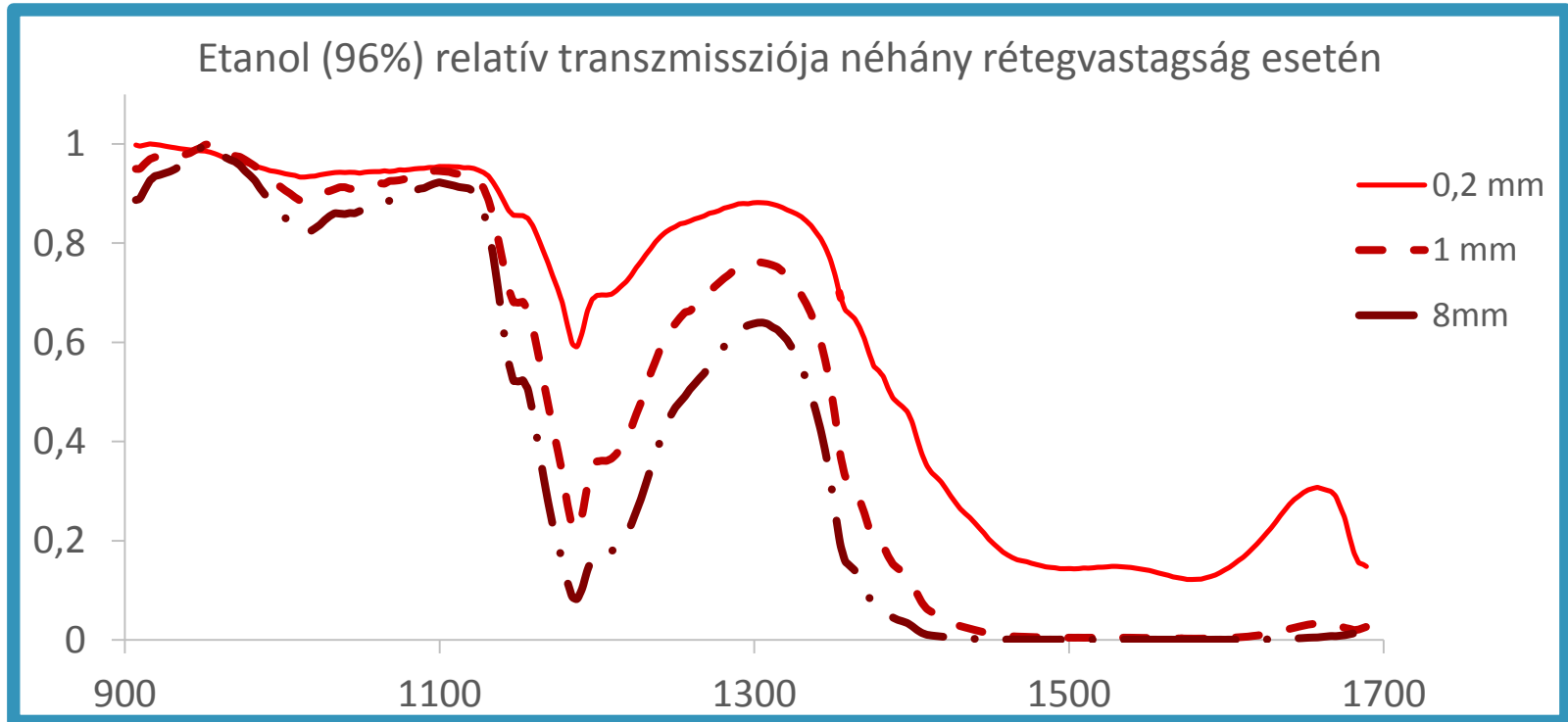


# Etanol kimutatása vízben



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.

# Műszerek etanol-víz mérésére

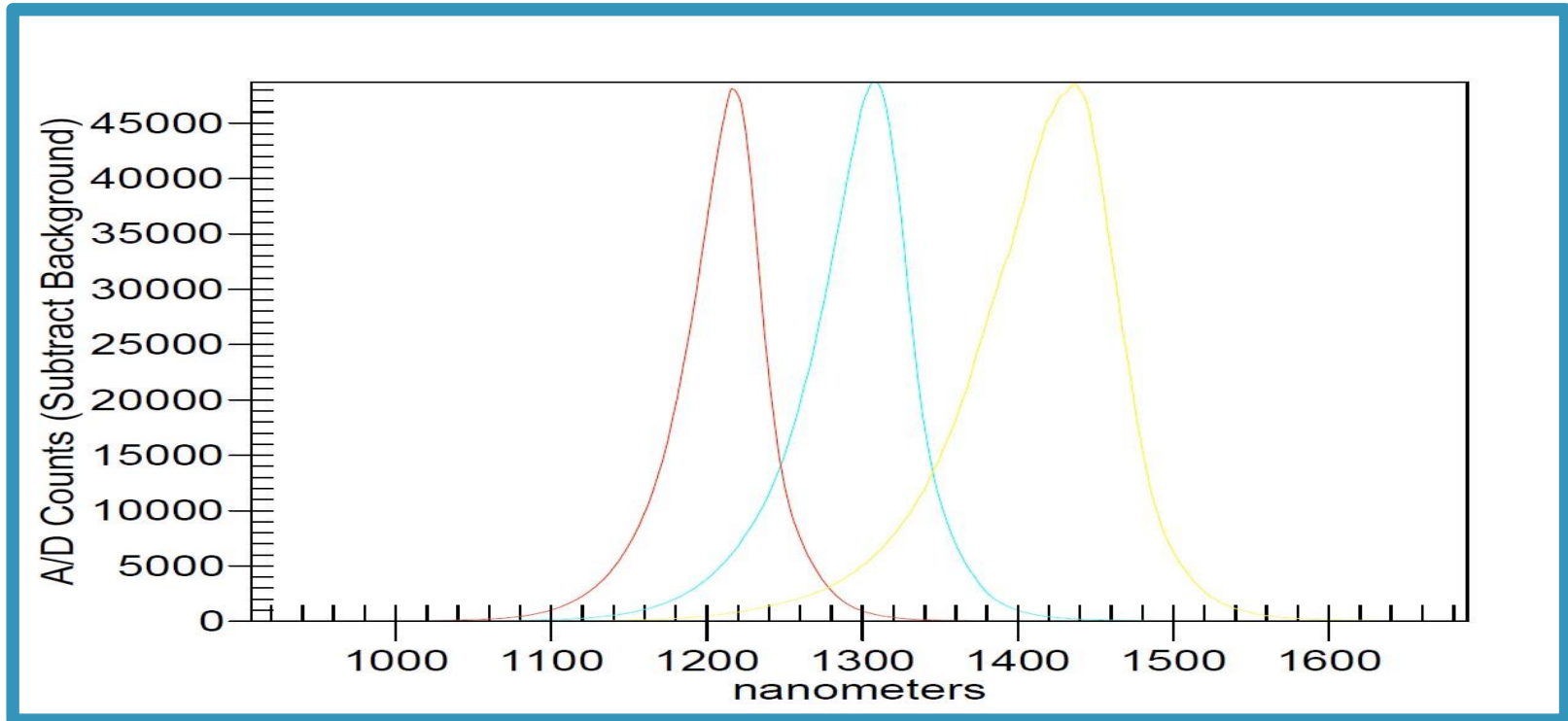
## Módszerek:

- 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]

# Létező 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

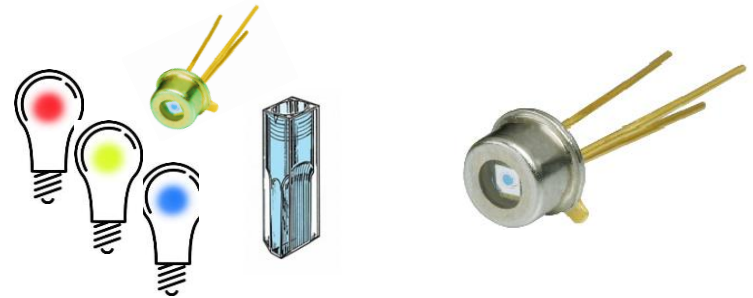
nem pontszerű

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 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



# Etanol-víz méréshez LED

Célfeladatra  
kifejlesztett LED:  
1200-1400 nm

jó hatásfokú

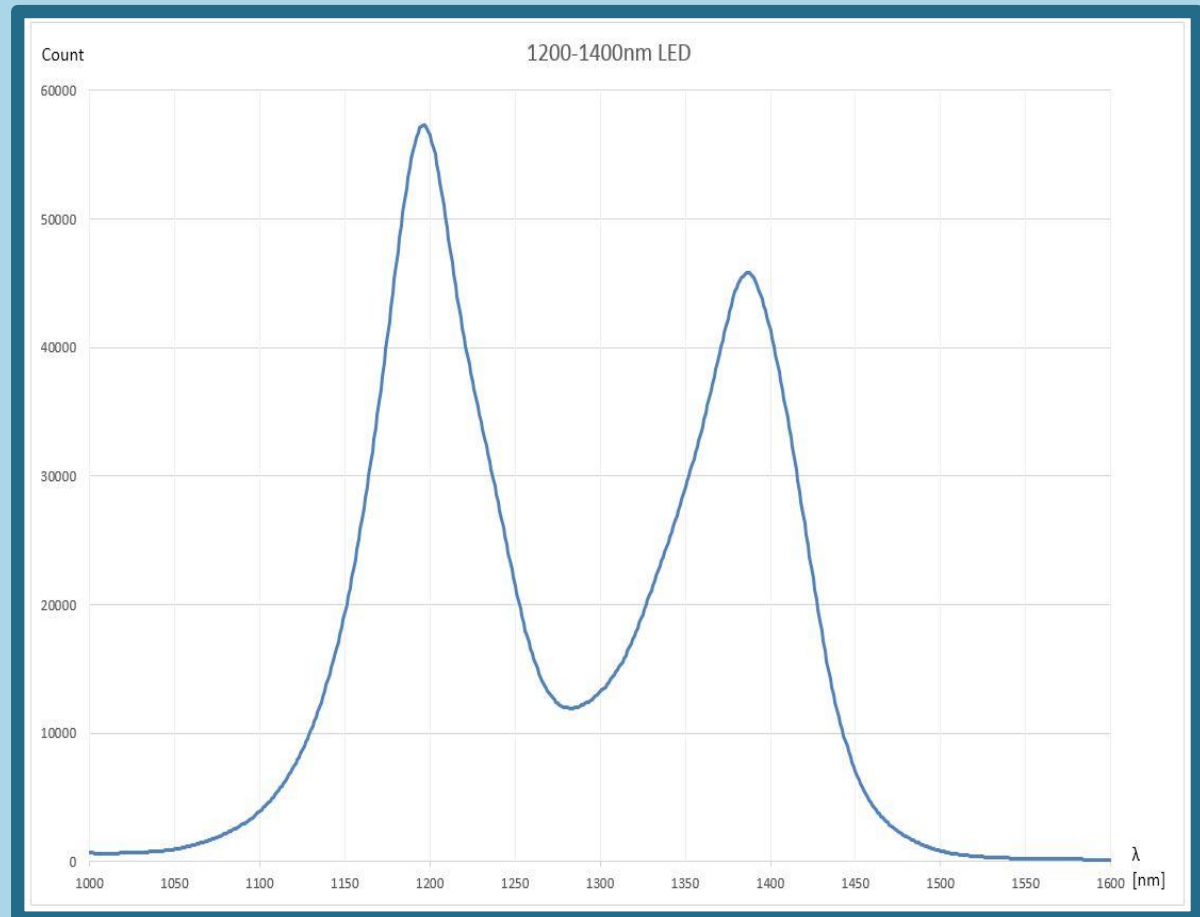
széles sugárzási  
tartomány

sugársűrűsége magas  
(nem a sugárzott  
teljesítménye)

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

LED InGaAsP:

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

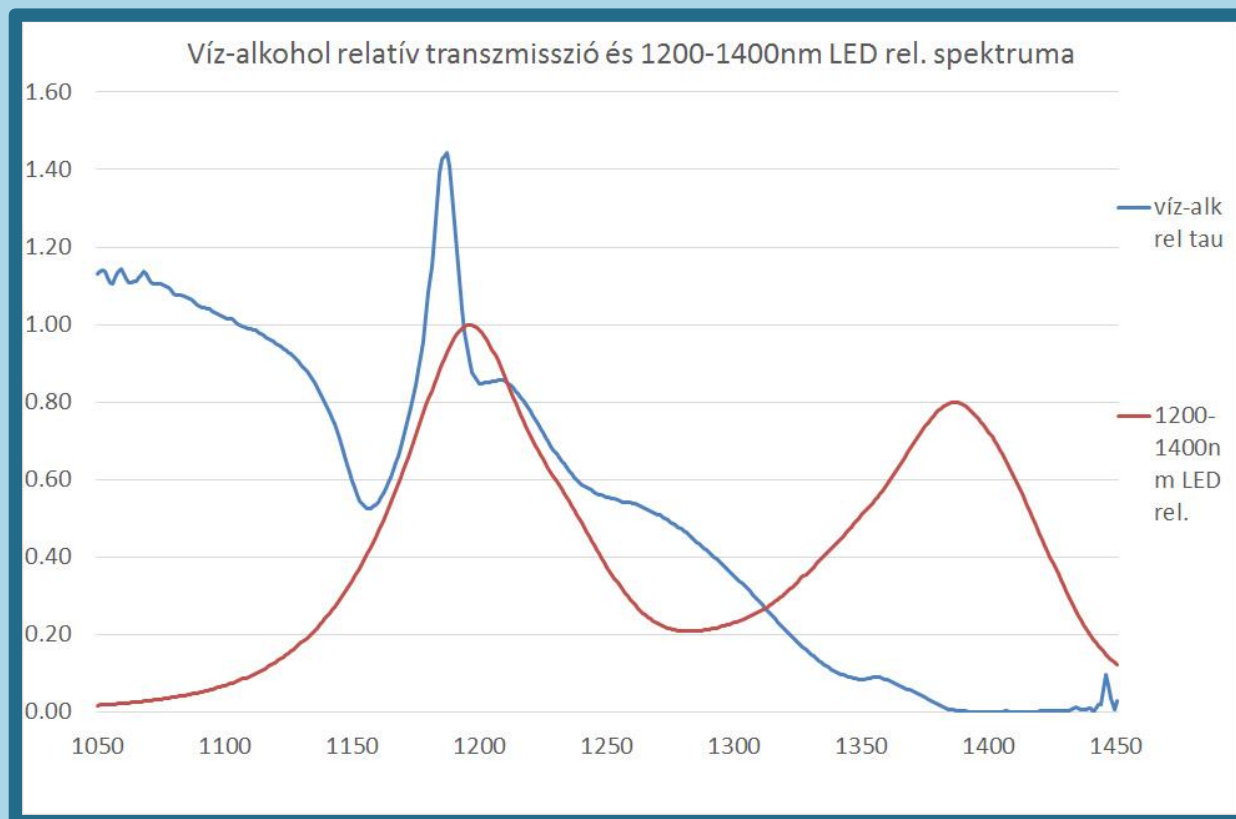


# Etanol-víz méréshez LED

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



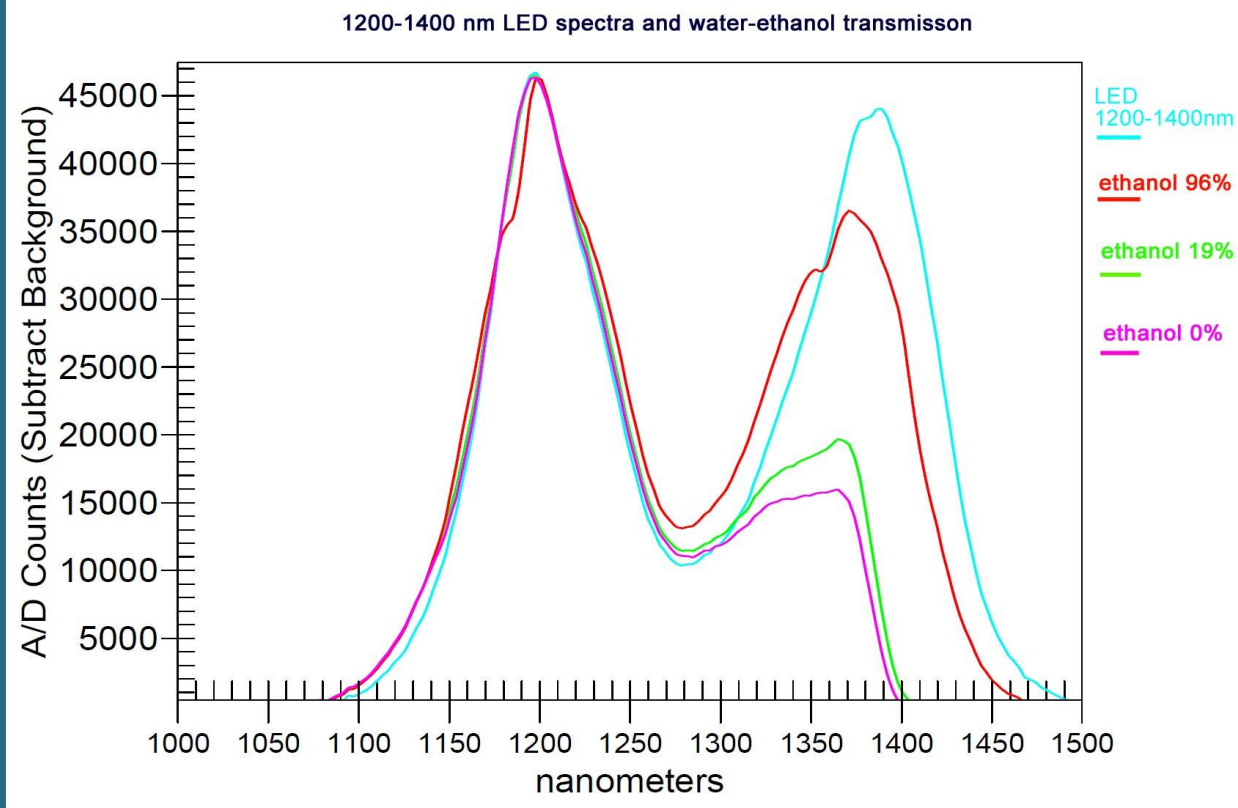
1200-1400 nm LED spektruma víz-etanol elegy  
relatív transzmissziója

# Etanol-víz méréshez LED

Célfeladatra  
kifejlesztett LED:  
Miért nem 1450nm?

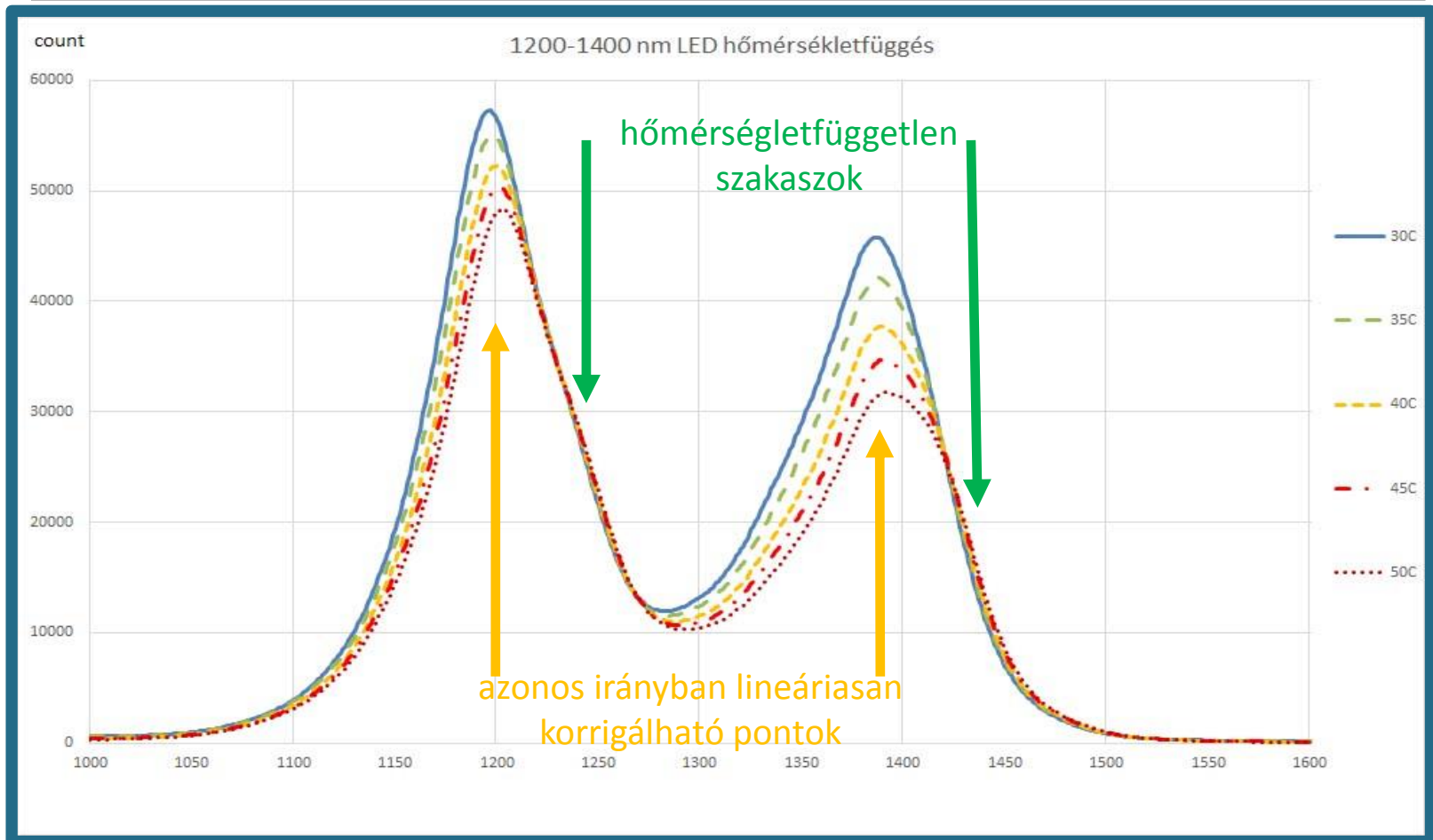
Víz abszorpciós csúcs  
1450-nél  $\rightarrow$  0  
intenzitás

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

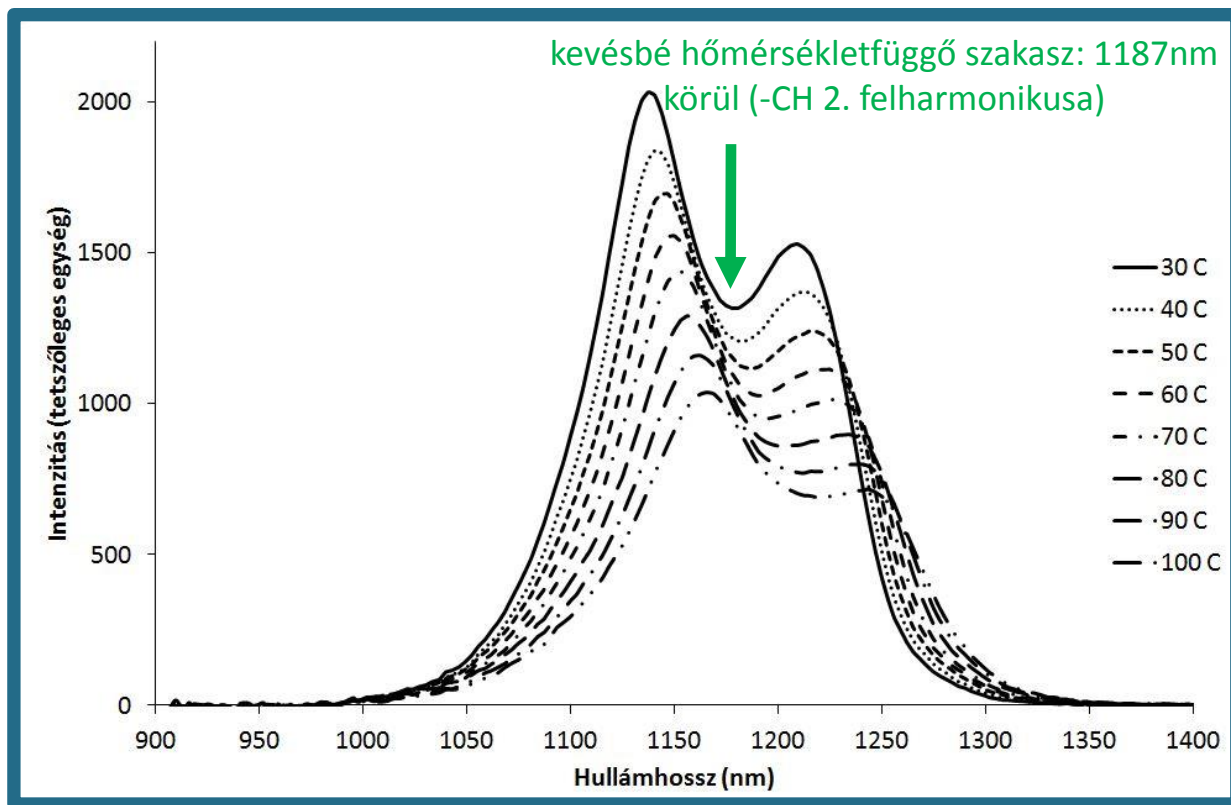


1200-1400 nm LED spektruma és ezzel mért víz-  
etanol elegy transzmissziója néhány etanol  
koncentráció esetén

# 1200-1400 nm LED hőmérsékletfüggése



# 1150-1220 nm LED hőmérsékletfüggése



# Alkalmazási lehetőségek

- Emberi szövetek, szerves növényi anyagok
- C-H kötések 1. és 2. felharmonikusán (1200nm és 1700nm körül)
  - a szerves vegyületek optikai abszorpciója nagyobb, mint a vízé
- O-H csoportok és a víz abszorpciója az 1400-1500nm-es tartományban jelentős
  - biológiai minták minőségi és mennyiségi analízise
- Együttes jelenlét esetén is meghatározható a koncentráció
  - kis koncentráció esetén, víz abszorpciója miatt az 1350-1450nm-en kívüli tartományban mérve
  - szerves anyagokban oldott kis mennyiségű víz kimutatása esetén az 1350-1450nm tartományban mérve

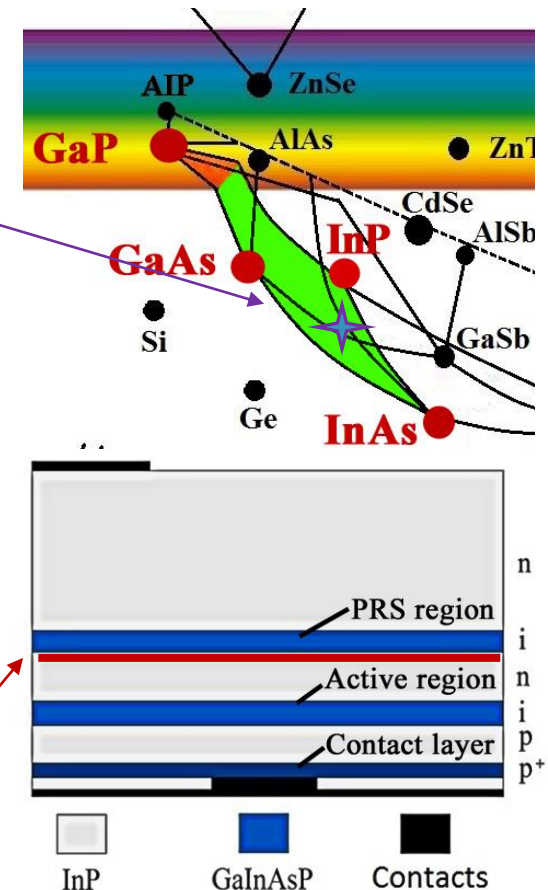
# Növesztési körülmények

## 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).



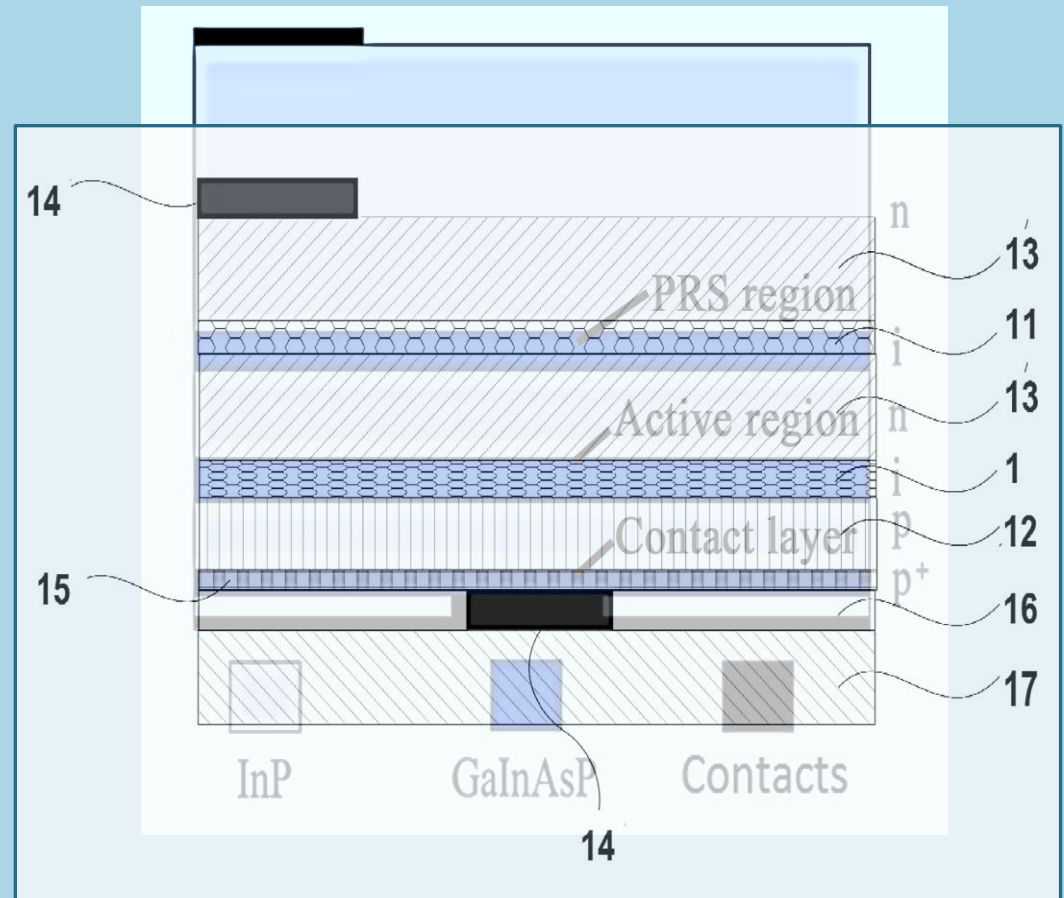
# Sávszélesítés lumineszkáló réteggel

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

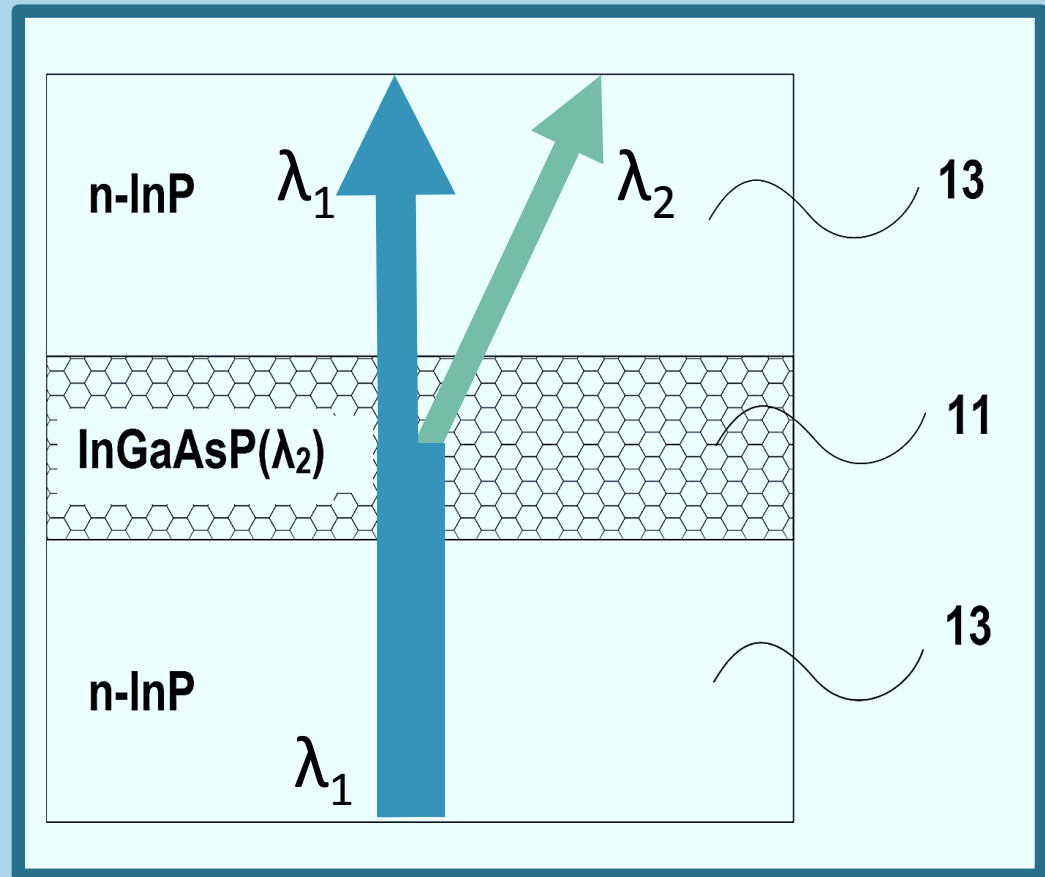
A sugárzási kúpszög 2-3°, a sugárzás nagyon jól irányítható





# Hullámhossz konverter két lumineszkáló réteggel

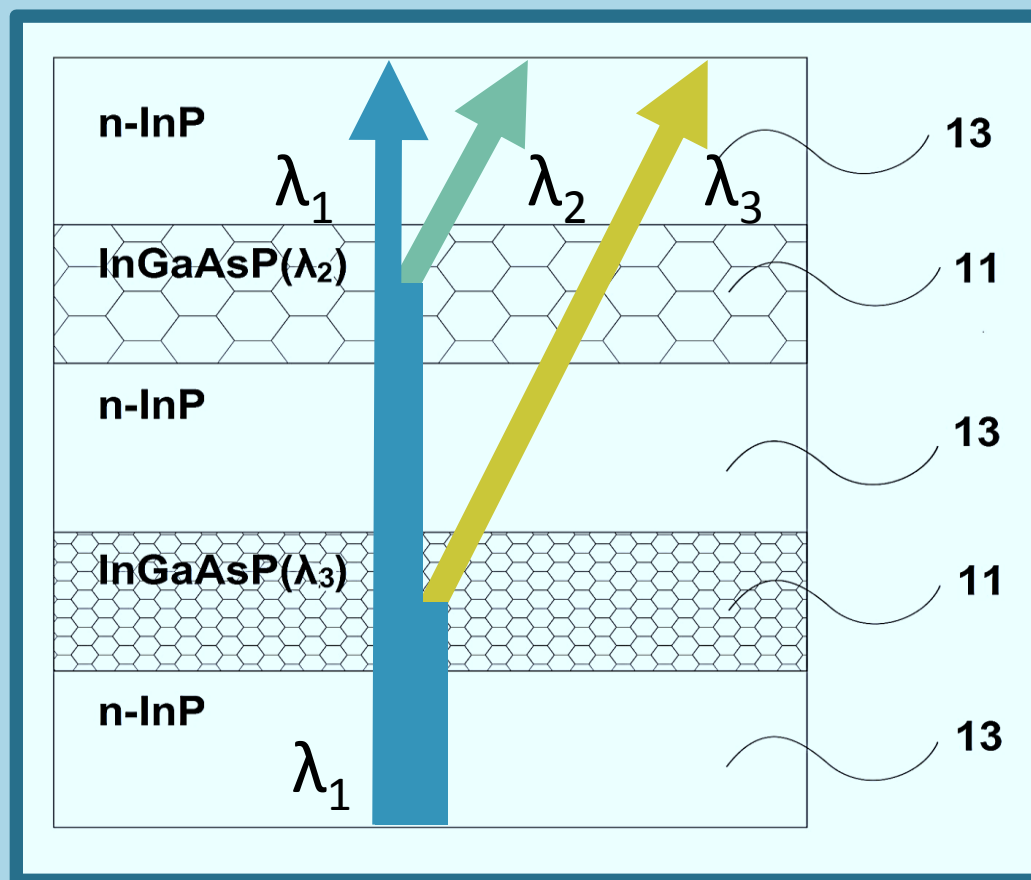
Nincs külön abszorpciós és emissziós réteg



$$\lambda_1 < \lambda_2$$

# Hullámhossz konverter két lumineszkáló réteggel

Nincs külön abszorpciós és emissziós réteg



$$\lambda_1 < \lambda_2 < \lambda_3$$

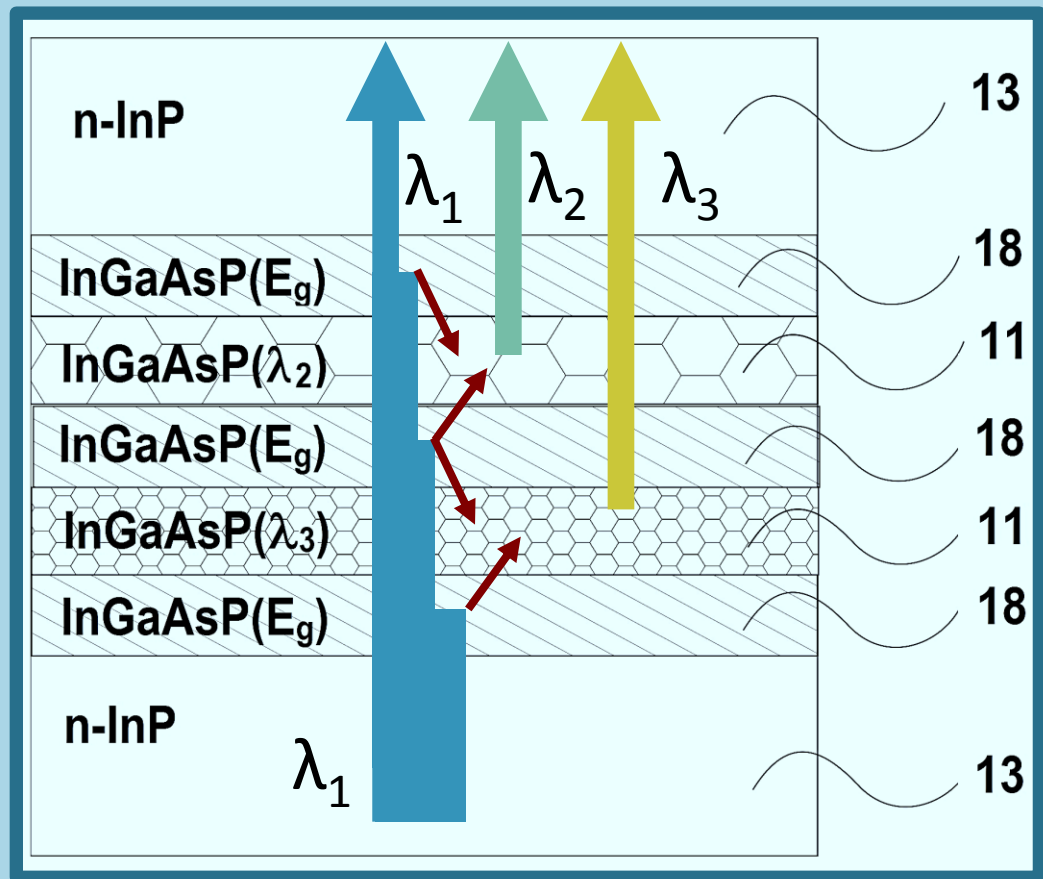
# Hullámhossz konverter két lumineszkáló réteggel

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

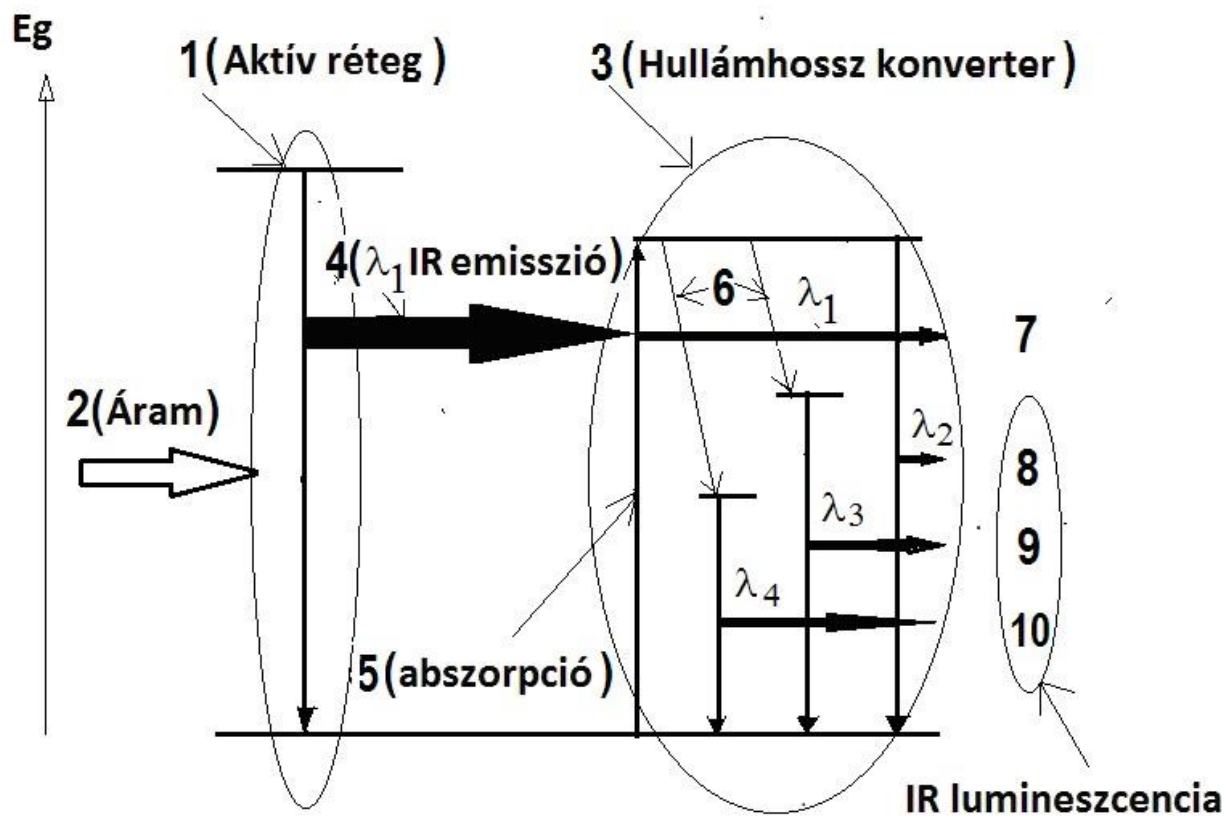
Az abszorpciós réteg egyben visszavisszaverő réteg is



$$\lambda_1 < \lambda_2 < \lambda_3$$

A szabad töltéshordozók a szabad úthosszokon belül a szomszédos (kisebb tiltott sávú) emissziós sávba diffundálnak

# Energiaátmenetek az összetett hullámhosszkonverteres LED-ben



$$\lambda_1 < \lambda_2 < \lambda_3 < \lambda_4$$

# 1230-1650 nm hullámhossz- konverteres LED réteg- szerkezete

## X-EDS SEM koncentráció mérés

(X-ray Energy Dispersive  
Spectroscopy)

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

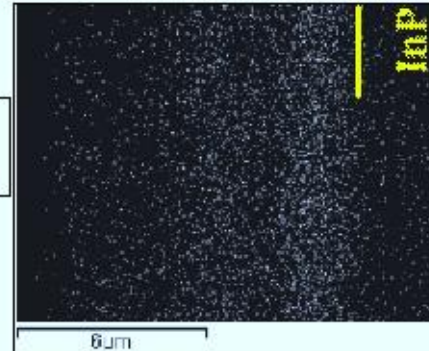
Map  
of **In**



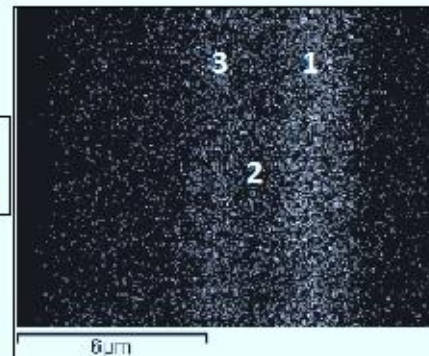
Map  
of **P**



Map  
of **Ga**



Map  
of **As**

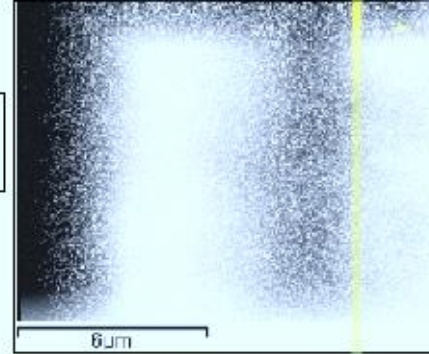


# 1230-1650 nm hullámhossz- konverteres LED réteg- szerkezete

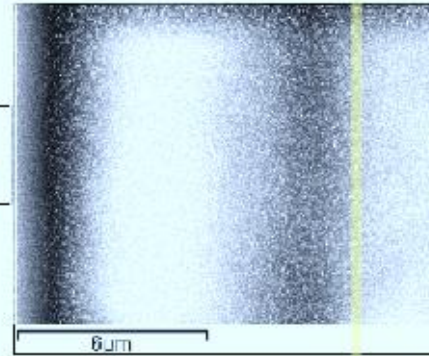
X-EDS SEM mérés

kontraszt-  
kiemeléssel

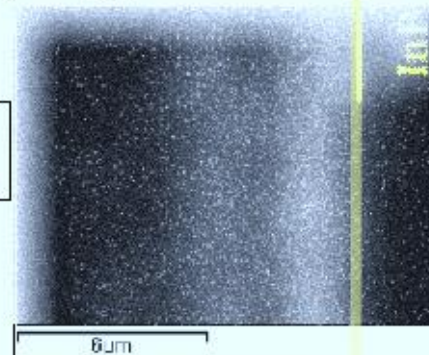
Map  
of **In**



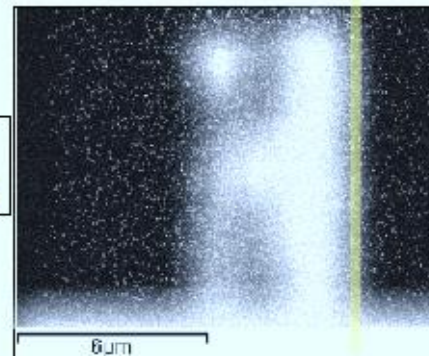
Map  
of **P**



Map  
of **Ga**



Map  
of **As**

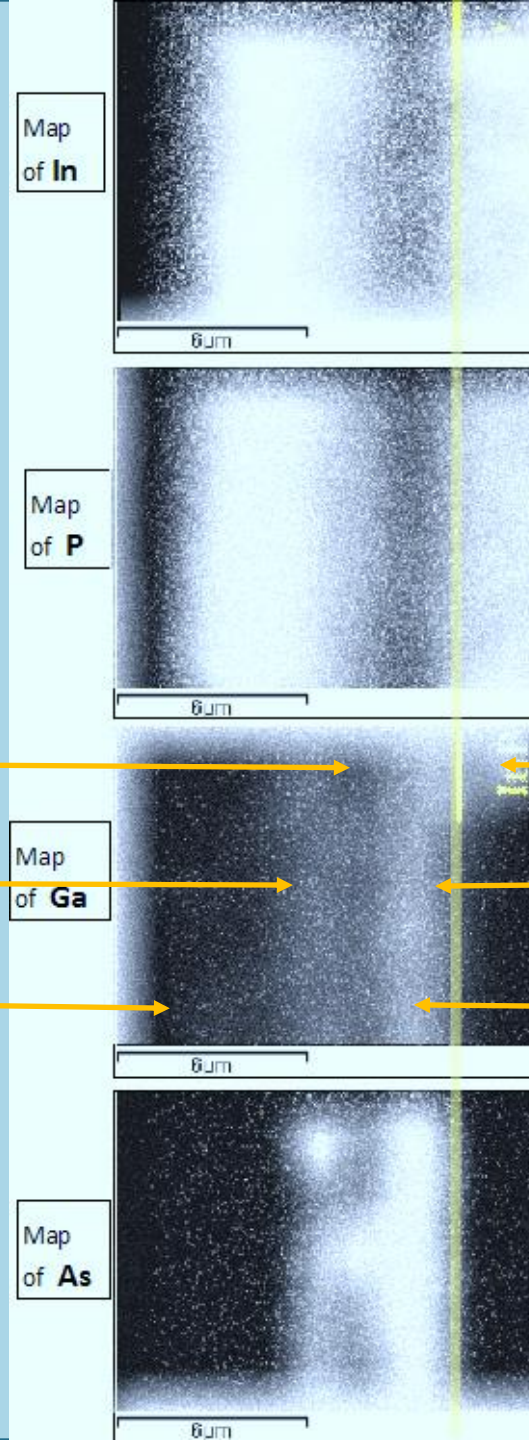


# 1230-1650 nm hullámhossz- konverteres LED réteg- szerkezete

X-EDS SEM mérés

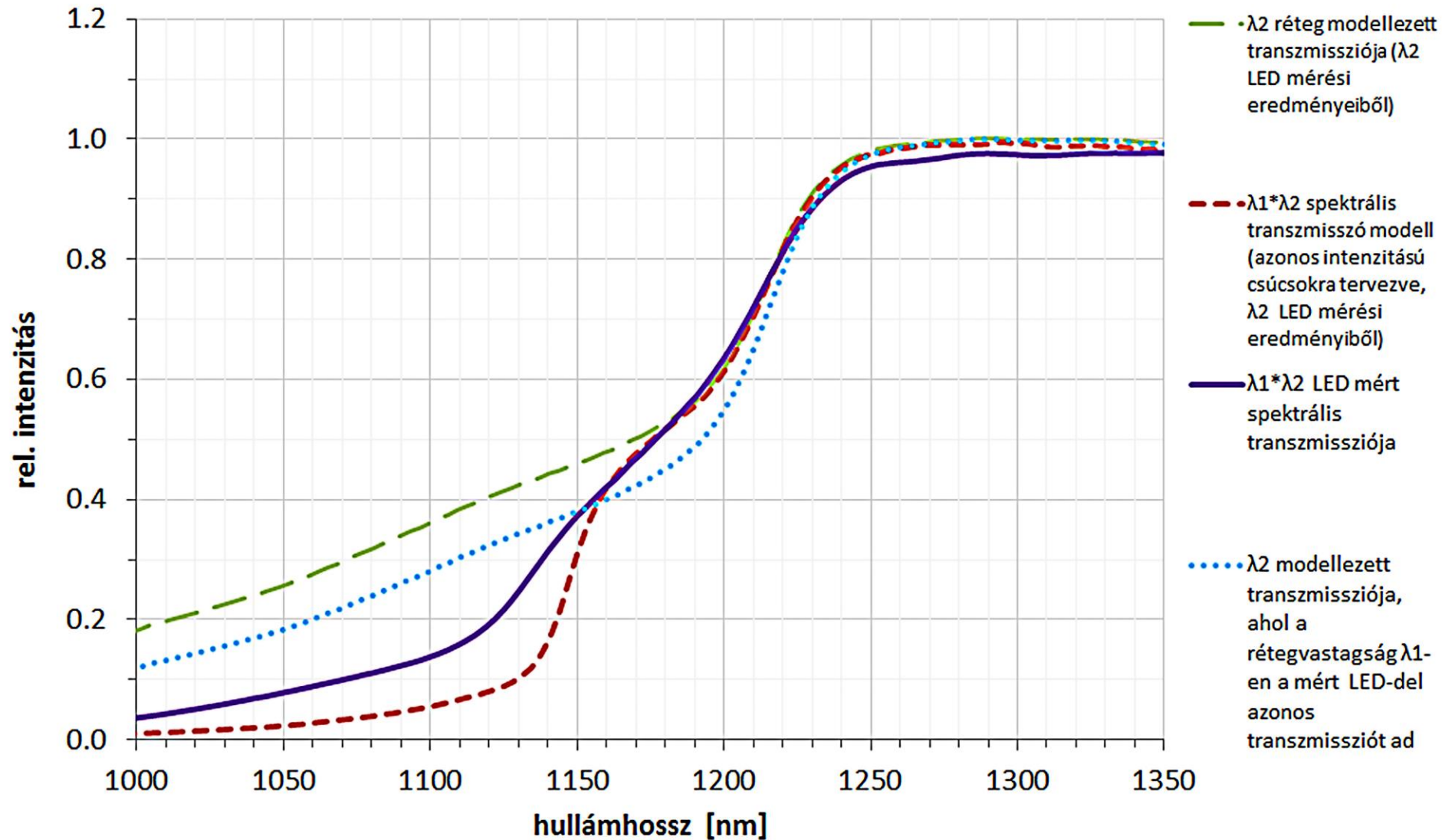
kontraszt-  
kiemeléssel

határoló  
réteg  
aktív  
réteg  
határoló  
réteg



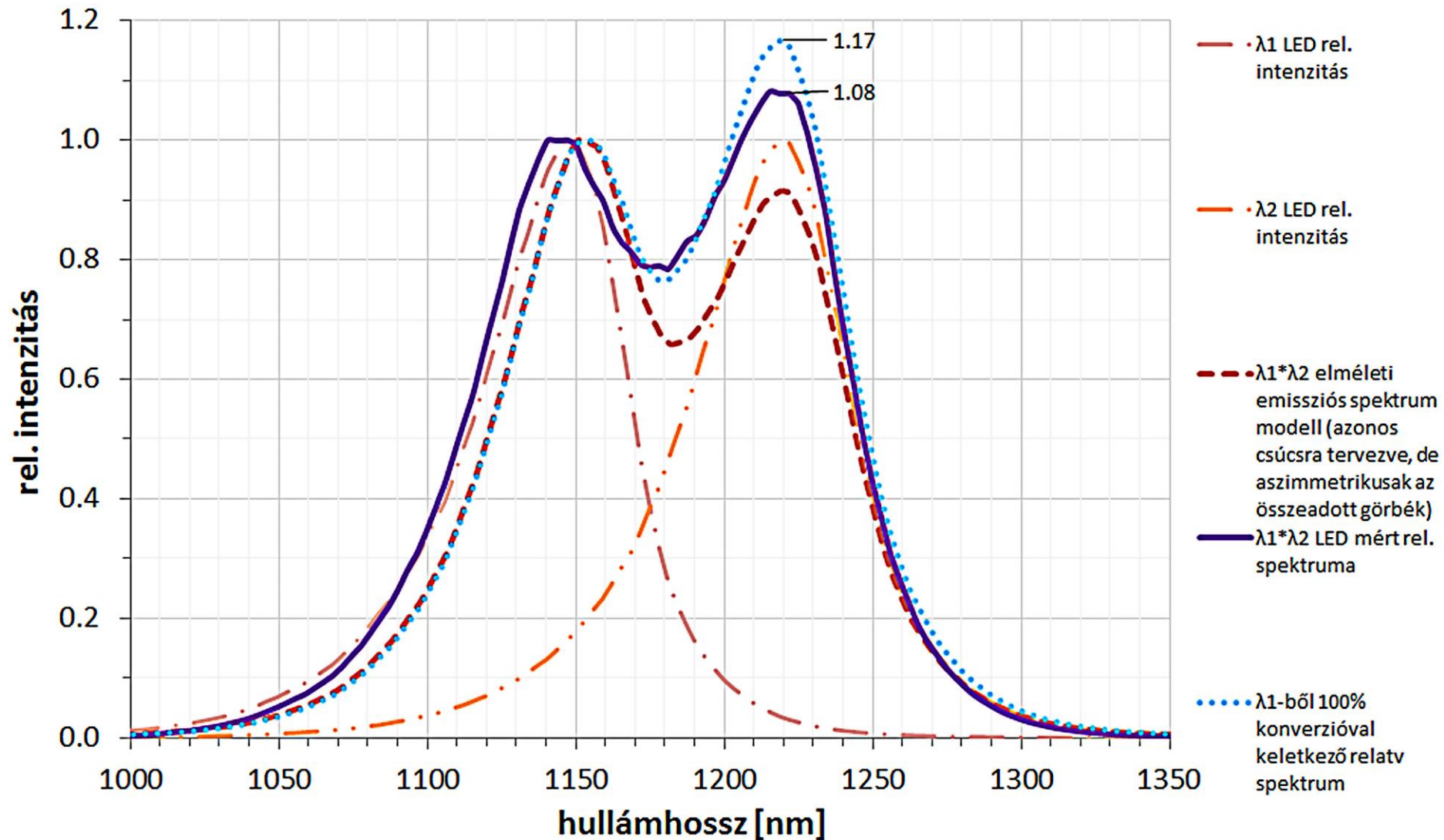
puffer  
réteg  
lumineszkáló  
réteg  
abszorpciós  
réteg

## Transzmisszók - 1150-1220 LED tervezése





## Sugárzási intenzitás - 1150-1220 LED tervezése



# Kitűzött feladatok voltak a 4. félévre

---

- ✓ mérési sorozatok a bemutatott 1200-1400 nm LED-del
- ✓ 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

# Tantárgyak

---

- Szilárdtest fényforrások és alkalmazásaik (Horváth Zsolt József) {6 kr}
- Polimerek alkalmazása a mikrotechnológiában (Csikósné Pap Andrea Edit) {6 kr}
- Kutatás IV. (Félvezető fényforrások kutatása és kissorozatú gyártása) {10 kr}
- Beszámoló IV. {6 kr}

## Helyzet:

- tanulmányi 51 / 48
  - beszámolók 24 / 44
  - kutatási projekt 40 / \_\_
  - oktatás 45 / 45
  - publikáció 16 / 50
- összesen 176 / 180

# Munkaterv az 5. félévre

---

- Több lumineszkáló réteggel készített LED-ek mérése
  - sugárzási intenzitás
  - növesztett szerkezetek abszorpcióinak mérése
  - rétegvastagságok mérése elektronmikroszkóppal
- Eredmények feldolgozása
- Publikáció
- Publikáció
- Publikáció

A dark, tunnel-like interior with a bright light at the end, overlaid with text.

Köszönöm a figyelmet!

---

NÁDAS JÓZSEF