

Bestimmung von Bor in Silicium für Photovoltaik Anwendungen mit PGAA

N. Wiehl¹, T. Schmitz¹, G. Hampel¹, F.M. Boldt², J. Hampel², S. Reber², K. Appelman³, R. Moss³

¹Institut für Kernchemie, Johannes Gutenberg-Universität, D-55128 Mainz, Germany; ²Fraunhofer Institut für Solare Energiesysteme (ISE) D-79110 Freiburg, Germany; ³Institute for Energy, Joint Research Center of the European Commission, NL-1755 ZG Petten, The Netherlands

Einleitung: Silicium Solarzellen bestehen in der Regel aus einem p-leitenden Substrat, auf das eine dünne n-leitende Schicht aufgebracht wird, die gleichzeitig das Eintrittsfenster für das Licht bildet. Im p-n Übergang bildet sich eine Verarmungszone an freien Ladungsträgern. Durch einfallendes Licht erzeugte Ladungsträger werden im elektrischen Feld dieser Verarmungszone zu den Kontakten transportiert. (vgl. Abbildung 1)

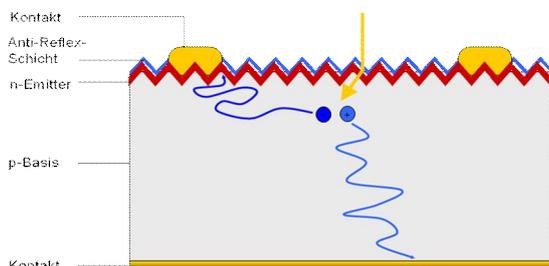


Abb. 1.: Schematischer Aufbau einer Solarzelle

Verantwortlich für die p-Leitung im Silicium ist im Wesentlichen die Konzentration des Bors, die in der Größenordnung von wenigen ppm liegt. Die Kenntnis der Bor Konzentration im Substrat ist daher von großer Bedeutung für die Herstellung von Solarzellen. Im Rahmen dieser Untersuchung wurde erstmalig die Prompt Gamma Aktivierungsanalyse (PGAA) [1] für diesen Zweck getestet. Bor hat einen hohen Einfangquerschnitt für thermische Neutronen von 760 barn. 94% der Neutroneneinfänge führen zur Emission eines prompten Gamma-Quants von 478 keV, so dass Konzentrationen im fraglichen Bereich bestimmbar sein sollten.

Experimentelles: Silicium Proben mit Reinheitsgraden zwischen 99,99% (4N) und 99,99999% (7N) aus verschiedenen Verarbeitungsschritten auf dem Weg zu Solarzellen wurden zunächst oberflächlich in verdünnter Säure (HCl + HNO₃) gereinigt und dann in Gefäße aus Polyethylen abgefüllt. Die Probenmassen lagen zwischen 100 mg und 1 g.

Zur Kalibrierung wurde neben den für Gewebeproben üblichen Standards aus verschiedenen Borsäure Konzentrationen in wässriger Lösung ein Standard aus 50 µl Borsäure (= 50 µg Bor) suspendiert in einem Granulat aus reinem Silicium verwendet. Da Wasser im Gegensatz zu Silicium ein starker Streuer für thermische Neutronen ist, sollten hierdurch bedingte mögliche Abweichungen durch den 2. Standard messbar werden.

Die Messung erfolgte an der PGAA Einrichtung am HFR Petten, Niederlande. Diese PGAA Anlage befindet sich am Strahlrohr HB07 in einem Abstand von etwa 8 m zum Reaktorkern. Die thermalisierten Neutronen

werden durch einen kegelförmigen Kollimator auf einen kreisrunden Strahl mit einem Durchmesser von etwa 3 cm auf die Probe fokussiert. An der Probenposition beträgt der thermische Neutronenfluss $6,5 \times 10^7 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$. Der Gamma-Detektor steht in einem 60° Winkel zum Strahl, um eine Minimierung des Gamma-Untergrunds des Reaktors zu erreichen. Außerdem wird der Gamma-Untergrund durch ein vielschichtiges Abschirmsystem reduziert. Die Spektrenaufnahme und Auswertung erfolgte mit dem Canberra System Genie2K. Die Messzeit betrug 4000 s je Probe.

Die Auswertung der prompten Gamma Emission von Bor ist erschwert, da der Peak Doppler – verbreitert ist. In Petten hat sich dennoch eine recht simple Methode zumindest für die wässrigen Proben als sehr erfolgreich erwiesen. Hierbei wird die Zählrate in einem Bereich von 447 keV – 466,2 keV unmittelbar vor dem Bereich des Bor Peaks als Untergrund von der Zählrate im Peakbereich 466,8 keV – 486 keV abgezogen. Wie die Ergebnisse im Vergleich zu Messungen mit ICP-OES (Inductive Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy) (s.w.u.) zeigen, ist dieses Verfahren auch für Silicium Proben anwendbar.

Ergebnisse: Im Rahmen des statistischen Fehlers konnte kein Unterschied zwischen den üblichen wässrigen Standards und dem Standard aus Bor - Suspension in Silicium Granulat festgestellt werden. In Tabelle 1 sind die Ergebnisse einiger Proben unterschiedlichen Reinheitsgrades aus dieser PGAA Messung und im Vergleich aus ICP-OES Messungen am gleichen Material aufgelistet.

Probenname	Masse [g]	B Konzentration PGAA [ppmw]	B Konzentration ICP-OES [ppmw]
Si1-4N	0,109	16,3	17,9
Si2-4N	0,1512	13,5	16,5
Si3-4N	0,1395	13,5	15,5
Si1-5N	1,2125	3,54	3,27
Si2-5N	1,2192	3,01	3,18
Si1-7N	0,8503	65,2	83,4
Si2-7N	1,0073	41,9	86,2

Tabelle 1: Bor Gehalte von Silicium unterschiedlichen Reinheitsgrades aus PGAA und ICP-OES Messungen

Die mit beiden Methoden gemessenen Borkonzentrationen stimmen für fast alle Proben gut miteinander überein. Die ICP-OES erfordert im Gegensatz zur PGAA einen Aufschluss des Probenmaterials. Auf Grund der einfachen und unproblematischen Probenvorbereitung, Messung und Auswertung ist nach diesen Erfahrungen die PGAA zur Borbestimmung in Silicium zu bevorzugen.

References

[1] C.P.J. Raaijmakers et al., Acta Onco 34, 1995, 517-523.