

Die Versetzungsstruktur
von multikristallinem Silicium aus der
industriellen VGF-Blockkristallisation

Von der Fakultät für Mathematik, Naturwissenschaften und Informatik
der Brandenburgischen Technischen Universität Cottbus-Senftenberg

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Naturwissenschaften
(Dr. rer. nat.)

genehmigte Dissertation

vorgelegt von

Daniel Oriwol

Master of Science

Geboren am 13. September 1986 in Altenburg

Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. habil. Martin Kittler

Gutachter: Priv.-Doz. Dr. rer. nat. habil. Hartmut S. Leipner

Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. habil. Jürgen Reif

Tag der mündlichen Prüfung: 01. September 2014

in Ko-Betreuung mit

dem Interdisziplinären Zentrum für Materialwissenschaften
der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

und in Zusammenarbeit mit

der SolarWorld Innovations GmbH

Vorwort

Die gezielte Nutzung der Elektrizität ist für die moderne Gesellschaft unentbehrlich geworden, weshalb die Erzeugung elektrischer Energie ein wichtiges Element der menschlichen Wertschöpfung darstellt. Die Verwendung von fossilen Brennstoffen und Kernenergie stehen im Zuge eines gestärkten Umweltbewusstseins in der Kritik, da die Ressourcen endlich sind, die Umwelt nachhaltig beeinflusst wird und radioaktive Restprodukte jahrelang ein Gesundheitsrisiko für die Gesellschaft darstellen. Auf diesem Weg gelangen die erneuerbaren (bzw. regenerativen) Energiequellen und der immer stärker werdende Wunsch nach Nachhaltigkeit in den Fokus der heutigen Energiepolitik. Dies ist eine Strömung, welche auch mir persönlich am Herzen liegt. So ist es für mich sehr erfreulich, dass ich meine Dissertation zumindest einem kleinen Teilaspekt der, im Allgemeinen als *Energiewende* bezeichnete, Entwicklung widmen konnte. Es bleibt mir zu bemerken, dass letztere nur eine Maßnahme von vielen notwendigen darstellt, um die Umwelt auch für weitere Generationen in einem gesunden und lebenswerten Zustand zu bewahren.

Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit vom Oktober 2010 bis März 2014 im Bereich der Kristallisationsentwicklung der SolarWorld Innovations GmbH (SWIN) unter der Obhut von Dr. Mark Hollatz und nachfolgend von Dr. Lamine Sylla erstellt. Die wissenschaftliche Betreuung übernahmen Prof. Dr. Martin Kittler (Brandenburgische Technische Universität Cottbus-Senftenberg) und Dr. habil. Hartmut S. Leipner (Interdisziplinäres Zentrum für Materialwissenschaften der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg). Für ihr Engagement, die Teilhabe an ihren Erfahrungen und den hilfreichen Impulsen spreche ich hiermit meinen Dank aus.

Während der Arbeit erhielt ich bei vielen Gelegenheiten dankenswerte Hilfestellungen, welche die erfolgreiche Bearbeitung des Themas erst ermöglichten. Namentlich möchte ich nennen:

T. Arguirov, für die Unterstützung und fachlichen Beiträge zur Defektlumineszenz.

J. Bauer, für die Durchführung der Simulation mit *Local I-V 2* und seinen fachlichen Beiträgen.

H. Behnken und T. Bähr für die fruchtbare Zusammenarbeit im Förderprojekt *SilKriT* und ihre fachlichen Beiträge.

A. N. Danilewsky, für die Messzeit an der Tomo-Topo Beamline und die nette fachliche Unterstützung.

J. Glenneberg, für die Unterstützung bei den EBIC-Messungen.

A. Klossek, für die fachlichen Diskussionen zur Elektro- und Photolumineszenz.

H.-M. Krause, für die EBSD-Messungen.

I. Ratschinski, für die Unterstützung bei den TEM-Untersuchungen.

W. Seifert, für die Unterstützung bei den EBIC-Messungen.

P. Werner, für die Bereitstellung des Transmissionselektronenmikroskopes am Max-Planck-Institut für Mikrostrukturphysik (Halle).

Die Kollegen aus der Graduiertenschule Photovoltaik (GSPV) der TU Freiberg, für die Unterstützung bei Tagungsbesuchen sowie die netten Gesprächsrunden und fachübergreifenden Diskussionsbeiträge.

Meine Kollegen aus der SolarWorld Innovations GmbH, dem Wafertechnikum, der Deutschen Cell GmbH sowie der Deutschen Solar GmbH für die Unterstützung bei Probenpräparationen und Analytik sowie für die zahlreichen Fachdiskussionen, insbesondere: K. Dadzis, M. Dietrich, A. Krause, M. Müller, R. Petereit, S. Rehwagen, N. Schmidt, J. Walter und M. Wolf.

Ihnen allen sei an dieser Stelle herzlich gedankt.

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	ii
Zusammenfassung	1
Abstract	4
1. Einleitung	7
1.1. Motivationen	7
1.2. Eigenschaften von multikristallinem Silicium	8
1.3. Die Blockkristallisation	10
1.3.1. Die industrielle Herstellung von multikristallinem Silicium . . .	10
1.3.2. Keimbildung und weitere Kristallisation	13
1.3.3. Thermische und mechanische Spannungen im Prozess	14
1.4. Defekthaushalt in Siliciumblöcken	16
1.4.1. Prozessbedingter Defekthaushalt	16
1.4.2. Korngrenzen	17
1.4.3. Verunreinigungen	19
1.5. Versetzungen in Silicium	19
1.5.1. Die Struktur von Versetzungen	19
1.5.2. Versetzungsdynamik	20
1.5.3. Versetzungsgeneration und -multiplikation	21
1.5.4. Versetzungsreaktionen	22
1.5.5. Versetzungscluster im multikristallinen Gefüge	23
1.5.6. Rekombinationsaktivität von Versetzungen	24
1.6. Dunkelstrom und Zwei-Dioden-Modell	27
2. Makroskopische Analyse der Defektstruktur	30
2.1. Einführung	30
2.2. Probenpräparation	31

2.3. Analysemethoden	31
2.3.1. Kornstrukturaufnahmen	31
2.3.2. Texturbilder	32
2.3.3. Defektstrukturbild	33
2.3.4. Orientierungsmessung	34
2.3.5. Bestimmung der Ätzgrubendichte	36
2.3.6. Photolumineszenz	37
2.3.7. Flash Test	37
2.4. Ergebnisse	38
2.4.1. Verifizierung der Texturbilder	38
2.4.2. Klassifizierung der Defektgebiete	43
2.4.3. Ausbreitung der Versetzungscluster	47
2.4.4. Clusterentstehung	50
2.4.5. Orientierungsabhängigkeit der Versetzungsgeneration	54
2.4.6. Orientierungsmessung am gesamten Wafer	56
2.5. Diskussion	58
2.5.1. Bewertung der Textur- und EPD-Information	58
2.5.2. Beschreibung der Versetzungsstruktur	59
2.5.3. Bildungsbedingungen für Versetzungscluster	60
2.5.4. Wechselwirkung mit Korngefüge	62
2.5.5. Versetzungsvermehrung im Kristallisationsprozess	63
2.5.6. Bedeutung der Kornorientierung	65
2.6. Zusammenfassung	68
3. Strukturelle Untersuchung von Versetzungsclustern	70
3.1. Einführung	70
3.2. Analysemethoden	71
3.2.1. Synchrotron-Röntgentopographie	71
3.2.2. Transmissionselektronenmikroskopie	73
3.3. Ergebnisse	74
3.3.1. Korngefüge und PL-Aufnahmen der WB-XRT-Proben	74
3.3.2. WB-XRT an Gebieten hoher Versetzungsdichte	75
3.3.3. Bestimmung der Verkipfung der Subkörner	80
3.3.4. WB-XRT an Gebieten geringer Versetzungsdichte	81
3.3.5. TEM-Untersuchung von dichten Clustern	86

3.4. Diskussion	92
3.4.1. Struktureller Aufbau der <i>Pile-ups</i>	92
3.4.2. Abschätzung der Versetzungsdichte innerhalb der <i>Pile-ups</i>	93
3.5. Zusammenfassung	97
4. Evaluierung der Rekombinationsaktivität von Versetzungen	98
4.1. Einführung	98
4.2. Analysemethoden	98
4.2.1. Dunkel-Lock-In-Thermographie	98
4.2.2. Electron Beam Induced Current	100
4.2.3. Electron Backscatter Diffraction	102
4.3. Ergebnisse	102
4.3.1. DLIT-Messungen	102
4.3.2. Gegenüberstellung mit dem DFA	108
4.3.3. EBIC-Ergebnisse	108
4.4. Diskussion	116
4.4.1. Auswirkung auf den Solarzellenwirkungsgrad	116
4.4.2. Rekombinationsaktivität von Subkorngrenzen	117
4.4.3. Bildung von Subkorngrenzen	118
4.5. Zusammenfassung	120
5. Abschließende Diskussion	121
5.1. Einführende Bemerkungen	121
5.2. Beschreibung der Versetzungsstruktur	121
5.2.1. Klassifikation	121
5.2.2. Strukturelle Informationen	122
5.2.3. Wechselwirkung mit Korngrenzen	124
5.3. Entstehung der Bereiche hoher Versetzungsdichte	125
5.3.1. Entwicklung eines Versetzungsclusters	125
5.3.2. Vererbungseffekt	127
5.3.3. Generation von dichten Clustern	128
5.3.4. Defektarme Bereiche	129
5.4. Abschätzung der Versetzungsdichte	130
5.5. Offene Fragestellungen	132
5.6. Verringerung der Versetzungsdichte im Kristallisationsprozess	133

Anhang	136
A. Stereografische Abbildung einer Ebene	136
B. Ergänzende Daten	137
B.1. Flächenanteil der Kornorientierungen	137
B.2. Lokale EPD Analyse	138
B.3. Weitere TEM-Aufnahmen	141
B.4. Messungen aus WB-XRT und TEM-Aufnahmen	142
B.5. Fehlerschätzung bei Messungen in WB-XRT-Topogrammen	143
B.6. Fehlerschätzung bei Messungen in TEM-Aufnahmen	144
B.7. Ergebnisse aus der DLIT	145
Bisherige Publikationen, Vorträge und Patente	148
Literaturverzeichnis	150
Abkürzungs- und Symbolverzeichnis	161

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit befasst sich mit der Struktur und der Entwicklung von Versetzungen in multikristallinen Siliciumblöcken aus der gerichteten Blockkristallisation. Versetzungen können für die Rekombination von Ladungsträgern verantwortlich sein und damit den Wirkungsgrad von Solarzellen und -modulen mindern. Die experimentelle Arbeit gliedert sich bezüglich ihrer Fragestellung und der Methodenwahl in drei Teile und wird in den Kapiteln 2 bis 4 behandelt.

In Kapitel 2 wird die Defektstruktur vieler Siliciumblöcke mittels automatisierten Verfahren untersucht. Die Analysemethoden umfassen dabei die Auswertung der Wafertextur und der Infrarot-Durchlichtbilder sowie Ätzgrubendichtezählung (EPD) und Photolumineszenz (PL). Der Betrachtungsabstand ist makroskopisch und die Ergebnisse geben das Verhalten von vielen Versetzungen wieder.

Die Versetzungsstruktur in multikristallinem Silicium ist geprägt durch Gebiete mit sehr hoher Versetzungsdichte, welche sich scharf von Gebieten geringer Versetzungsdichte abgrenzen. Diese sogenannten Versetzungscluster bestehen aus einem Netzwerk aus Versetzungs-*Pile-ups* (Kleinwinkelkorngrenzen) und können in sogenannte leichte und dichte Cluster unterschieden werden. Die Versetzungscluster haben im Siliciumblock einen Ausgangspunkt, von dem aus sie sich ausbreiten. Dieser befindet sich hauptsächlich an Korngrenzen und generiert sich spontan während der Erstarrung in der Nähe der Phasengrenze.

Das Auftreten von leichten und dichten Clustern ist abhängig von der Kornorientierung parallel zur Wachstumsrichtung. Körner mit Orientierungen nahe $\langle 111 \rangle$, $\langle 211 \rangle$ und $\langle 311 \rangle$ neigen dazu leichte Cluster auszubilden, während Körner mit Orientierungen um $\langle 110 \rangle$, $\langle 331 \rangle$ und $\langle 531 \rangle$ eher dichte Cluster ausbilden. Kornorientierungen um $\langle 100 \rangle$ und $\langle 511 \rangle$ sind unauffällig bzgl. der Ausbildung von Versetzungsclustern. Der Zusammenhang liegt in der Orientierung der Gleitebenen begründet. Sobald zwei voneinander unabhängige $\{111\}$ -Gleitebenen parallel, oder nahezu parallel zur Wachstumsrichtung orientiert sind, ist die Tendenz zur

Bildung von dichten Clustern gegeben. Die Versetzungsdichte ist tendenziell geringer umso stärker die $\{111\}$ -Gleitebenen zur Wachstumsrichtung geneigt sind.

Kapitel 3 behandelt die strukturelle Untersuchung der Versetzungen mit der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) sowie der Synchrotron-Röntgentopographie (WB-XRT). Die Versetzungen formen streng geordnete *Pile-ups*, welche letztendlich Subkorn Grenzen (Kleinwinkelkorn Grenzen) entlang der Wachstumsrichtung ausbilden. Der Versetzungsabstand in den Subkorn Grenzen beträgt etwa 30 bis 800 nm, was mit einer Verkipfung in der Kristallorientierung von $0,3$ bis $0,07^\circ$ korrespondiert. Die Rotation der Kristallorientierung verläuft hauptsächlich um eine Achse parallel zur Wachstumsrichtung. Anhand dieser Beobachtungen wurde ein Modell zur Abschätzung der Versetzungsdichte aufgestellt. Für die leichten Cluster beträgt diese ca. $2 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$ und für die dichten Cluster etwa $3 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$.

Die Auswirkungen der Versetzungsstruktur auf die elektrischen Eigenschaften werden in Kapitel 4 behandelt. Mit Electron Beam Induced Current (EBIC) und Dunkel-Lock-In-Thermographie (DLIT) wurde herausgestellt, dass vor allem solche Versetzungen elektrisch aktiv sind, welche sich zu Subkorn Grenzen angeordnet haben. Bleiben die Versetzungen dagegen im Volumen statistisch verteilt, sind sie ohne Relevanz für die Anwendung in der Photovoltaik. Ein niedriger Versetzungsabstand innerhalb der Subkorn Grenzen (einhergehend mit einer hohen Versetzungsdichte) scheint nur eine Bedingung für eine elektrische Aktivierung zu sein. Ein Zusammenhang zwischen dem Betrag der Verkipfung einer Subkorn Grenze und dem EBIC-Kontrast konnte nicht hergestellt werden. Für eine elektrische Aktivierung ist weiterhin eine Dekoration der Versetzungen mit Verunreinigungen (insbesondere Übergangsmetalle) notwendig. Darüber hinaus wurde der Einfluss von Lomer-Cottrell-Versetzungen diskutiert.

In der abschließenden Diskussion (Kap. 5) wird ein Modell zur Entstehung und Evolution von Versetzungsclustern vorgeschlagen. Die Versetzungscluster generieren sich hauptsächlich an Korn Grenzen, wobei die genaue Ursache unbekannt bleibt. Dabei werden die Subkorn Grenzen durch die Restrukturierung von Versetzungen sekundär gebildet. Die Ergebnisse legen nahe, dass dies während der Erstarrung unmittelbar nach der Phasengrenze geschieht. Die treibenden Kräfte sind demnach thermische Spannungen an der Erstarrungsfront. Die Versetzun-

gen und damit die Subkorn-Strukturen erreichen die Phasengrenze und bleiben bei der weiteren Kristallisation erhalten, sodass die kontinuierlich auftretenden thermischen Spannungen mit neuen Versetzungen und damit mit erneuter Bildung von Versetzungen und Subkorn Grenzen abgebaut werden müssen. Durch diesen Vererbungseffekt erhöht sich die Versetzungsdichte stetig mit steigender Blockhöhe.

Im Abschluss werden Maßnahmen zur Reduktion der Versetzungsdichte im Kristallisationsprozess diskutiert. Beim Ankeimen am Tiegelboden oder während der Erstarrung sollten geeignete Kornorientierungen bevorzugt werden. Eine geringe Tendenz zur Bildung von Versetzungsclustern zeigen Körnern mit Orientierungen nahe $\langle 100 \rangle$, während Körner mit Orientierungen nahe $\langle 110 \rangle$ tendenziell Cluster mit hoher Defektdichte bilden. Eine weitere Maßnahme ist die Reduktion der radialen thermischen Spannungen während der Kristallisation.

Diese Arbeit und die eingeführte Klassifikation der Versetzungscluster stellt eine Grundlage für weitere Untersuchungen dar. Zusätzliche, umfangreiche Analysen mit WB-XRT oder TEM können noch tiefgreifendere Informationen über den Aufbau und die Zusammensetzung von Subkorn Grenzen geben. Von besonderem Interesse ist die genaue Ursache der erhöhten Versetzungsgeneration an Korn Grenzen und die damit verbundene spontane Bildung von Versetzungsclustern. Weiterhin bleibt offen, ob und in welchem Umfang Lomer-Cottrell-Versetzungen innerhalb der Subkorn Grenzen gebildet werden und welchen Einfluss diese auf die elektrische Aktivität haben.

Abstract

This work deals with the structure and evolution of dislocations in multicrystalline silicon ingots made by industrial block casting. Dislocations can act as recombination active centres and therefore be detrimental for the solar cell efficiency. Concerning the topics the experimental work can be divided into three parts treated in chapter 2 to 4.

In chapter 2, the defect structure is investigated in dependence of the grain structure by automatized methods. These are the analysis of texture and IR-transmission pictures as well as etch pit density measurements and photoluminescence. The macroscopic viewing distance provides information about the behaviour of many dislocations.

The dislocation structure is characterized by regions of high dislocations density lying site by site to regions with low dislocation densities. These so called dislocation clusters are made of a network of pile-up (low angle subgrain-boundaries) and can be divided into two types, called light clusters and dense clusters. The clusters are formed spontaneously mostly at grain boundaries in the vicinity of the liquid-solid interface during the crystallization.

The occurrence of the two types of clusters depends on the crystal grain orientation parallel to the growth direction. Grains with orientations near $\langle 111 \rangle$, $\langle 211 \rangle$ and $\langle 311 \rangle$ tend to build light clusters, whereas grains with orientations near $\langle 110 \rangle$, $\langle 331 \rangle$ and $\langle 531 \rangle$ tend to build dense clusters. Grains with orientations near $\langle 100 \rangle$ and $\langle 511 \rangle$ appear to have a small tendency to build clusters at all. This correlation may be explained by the orientations of the slip systems. If two independent $\{111\}$ glide planes are oriented parallel or nearly parallel to the growth direction a tendency to build dense cluster is given. With higher deviation from this condition the grains tend to build light clusters.

Chapter 3 deals with the structural investigation by means of transmission electron microscopy and white-beam X-ray topography. It is shown that disloca-

tions arrange into up pile ups and eventually build up subgrain boundaries lying along growth direction. The dislocation distances within the subgrain boundaries ranges from 30 to 800 nm which corresponds to a rotation in the crystal orientation from 0.3 to 0.07°. The rotation axis lies parallel to the growth direction. With these observations, an estimation of the dislocation density within the subgrain boundaries has been developed. The dislocation densities amount to $2 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ for light clusters and $3 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ for dense clusters, respectively.

The impact of the dislocation structure on the electrical properties is treated in chapter 4. It is shown by means of electron beam induced current (EBIC) and dark lock-in thermography (DLIT) that subgrains within the dislocations clusters are the main recombination active defects. Regions of low dislocation density have no electrical effect for photovoltaic application. A small dislocation distance within the subgrains seems to be only one condition for the electrical activity. A correlation between the misorientation due to the subgrain and the EBIC-contrast could not be found. A decoration of the dislocations by impurities (in particular transition metals) is necessary as well. Furthermore, the influence of Lomer-Cottrell dislocations is discussed.

A model for the generation and evolution of a dislocation cluster is given. These clusters are mainly generated at grain boundaries, although the exact source could not be identified. It is evidenced by the experimental results that the dislocations build up subgrain boundaries in the vicinity of the phase boundaries. The driving force for the dislocation generation is the thermal stress at the interface. During the crystallization, the dislocations reach the interface and are forced to growth further due to the proceeding interface. Thus the thermals stresses at the interface have to be released by the generation of new dislocations and subgrain boundaries. Due to this inheritance effect the dislocation density increases continuously during the crystallization.

In the final part, methods for the reduction of the dislocation density are discussed. During seeding and crystallization the grain orientation along growth direction should be influenced. Grains growing in orientations near $\langle 100 \rangle$ are recommended, but grains with orientations about $\langle 110 \rangle$ should be avoided. A further method to reduce the dislocations density is to avoid radial thermal stresses.

This work and its classification of dislocations clusters is a basis for further investigations. Extensive investigations by means of TEM and WB-XRT would be necessary to obtain closer information of the composition of subgrain boundaries. The nature of the source of dislocation clusters within the grain boundaries remains unexplained. Furthermore, it might be an interesting question how much Lomer-Cottrell dislocations play a role regarding the electrical activity of subgrain boundaries.

1. Einleitung

1.1. Motivationen

Die direkte Umwandlung der Sonnenenergie (d.h. der Energie der Photonen) in elektrische Energie wurde durch die Entdeckung des photovoltaischen Effektes durch A. E. Becquerel im Jahre 1839 möglich. Zunächst fand diese Methode der Energieerzeugung nur in der Raumfahrt Anwendung, und gewann erst in den letzten Jahrzehnten Bedeutung für die terrestrische Stromproduktion. Auf dem Markt haben sich vor allem Wafer aus ein- oder multikristallinem Silicium (mc-Si) als Grundmaterial für die Herstellung von Solarzellen durchgesetzt. Die Vorteile liegen in der günstigen Kostenstruktur, der breiten Verfügbarkeit des Rohstoffs und der gesundheitlichen Unbedenklichkeit für Mensch und Umwelt. Rezent besitzt multikristallines Silicium den größten Marktanteil in der PV-Branche.

Mc-Si aus der Blockkristallisation ist gegenüber einkristallinem Silicium aus dem Czochralski- oder Floatzone-Prozess preiswerter und der Durchsatz ist größer. Nachteile ergeben sich aus dem Tiegelkontakt, der Verwendung von Recycling-Rohstoffen und dem multikristallinen Gefüge. Dadurch werden Kristallfehler und Verunreinigungen eingebaut, welche den Wirkungsgrad der Solarzelle gegenüber monokristallinem Material mindern. Gerade die Verringerung der Kristalldefekte in multikristallinen Siliciumblöcken ist ein wichtiger Schwerpunkt der industriellen Forschung und Entwicklung. Das Ziel ist die Verbesserung der Waferqualität und somit auch die Steigerung des Wirkungsgrades der Solarzelle. Dies hat einen direkten Einfluss auf die Wettbewerbsfähigkeit der Photovoltaik gegenüber anderen Methoden zur Gewinnung von elektrischer Energie.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich vor allem mit Kristallversetzungen, deren Generation und Multiplikation im mc-Si-Gefüge sowie deren Auswirkungen auf die Solarzelle. Versetzungen in Silicium sind schon seit den dreißiger Jahren als Ursache für die plastische Verformung bekannt. In den Sechzigern waren bereits Methoden verfügbar, versetzungsfreies Silicium herzustellen. Mit dem

Aufkommen des multikristallinen Siliciums für die Photovoltaik in den neunziger Jahren geriet dieses Thema wieder verstärkt in den Fokus der Forschung. Zu Beginn dieser Arbeit im Oktober 2010 waren einige nationale und internationale Forschungsgruppen sowie Entwicklergruppen der PV-Industrie dabei, sich eingehend mit Versetzungen im mc-Si zu beschäftigen. Der negative Einfluss der Versetzungen auf den Wirkungsgrad war den Produzenten von Solarzellen gut bekannt, jedoch ihre Ursachen und Evolution während des Kristallisationsprozesses noch in großen Teilen unverstanden.

Ziel dieser Arbeit ist es, eine strukturelle Beschreibung der Versetzungsanordnung zu gewinnen und ein Modell zur Evolution der Versetzungen während der Erstarrung zu erarbeiten. Das gewonnene Verständnis soll eine Hilfestellung für die Optimierung der Solarzellenherstellung und speziell des Kristallisationsprozesses sein.

1.2. Eigenschaften von multikristallinem Silicium

Silicium kristallisiert in der Diamantstruktur mit dem Gitterparameter $a = 0,5431 \text{ nm}$ [8, 133, 146]. Die Dichte von festem Silicium bei Raumtemperatur beträgt 2.329 g/cm^3 [61] und nahe der Schmelztemperatur ($1412 \text{ }^\circ\text{C}$) $2,330 \text{ g/cm}^3$ [56]. Die Dichte der Schmelze ist 2.560 g/cm^3 [71]. Durch die Dichteanomalie ergibt sich bei der Erstarrung ein Volumenanstieg um ca. 9,9%. Der Wärmeausdehnungskoeffizient $\beta(T)$ ist (als Tensor zweiter Stufe) im kubischen Silicium isotrop, d.h. unabhängig von der Kristallorientierung [103, S. 77ff.].

Der Tensor der elastischen Konstanten C ist ein Eigenschaftstensor der vierten Stufe. Damit sind die mechanischen Parameter wie Elastizitätsmodul E und Schubmodul G in Silicium anisotrop [147]. Ihr Betrag ist abhängig von der Kristallorientierung und die einzelnen Werte sind in Tab. 1.1 gelistet. Bei allen Orientierungen parallel zur $\{111\}$ -Ebene sind die Parameter konstant. Von der Temperatur sind diese Parameter gering abhängig, bis $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ sinken deren Beträge lediglich um 12 bis 13% [101].

Bei Raumtemperatur verhält sich Silicium spröd - die Reaktion auf eine mechanische Beanspruchung erfolgt zunächst mit elastischer Verformung und bei höherer Belastung mit Bruch. Der Übergang zum duktilen (plastischen) Verhalten

Tabelle 1.1. – Auflistung der richtungsabhängigen elastischen Parameter von Silicium bei Raumtemperatur nach [147]. Gegeben sind die Minimal- und Maximalwerte sowie die Werte für die Richtungen auf der $\{111\}$ -Ebene, für die alle Werte konstant bleiben.

	Wert	Kristallorientierung
E_{max}	190 GPa	$\langle 111 \rangle$
E_{min}	130 GPa	$\langle 100 \rangle$
E_{konst}	169 GPa	zu $\{111\}$ -Ebene
G_{max}	80 GPa	$\langle 100 \rangle$
G_{min}	51 GPa	$\langle 110 \rangle$
G_{konst}	67 GPa	zu $\{111\}$ -Ebene

ist von der Beweglichkeit der Versetzungen in Silicium bestimmt, welche bei Temperaturerhöhung stark zunimmt (s. Abschn. 1.5 S. 19). Der Temperaturbereich, ab dem die plastische Verformung erfolgt, wird in der Literatur zwischen 500 bis 1100 °C angegeben [16, 115, 129]. Der genaue Übergang zwischen sprödem und duktilem Verhalten ist weiterhin abhängig von der Verformungsrate und der Konzentration an Verunreinigungen sowie dem Vorhandensein von Versetzungen und Versetzungsquellen. Im multikristallinen Silicium ergeben sich Abweichungen zu den Eigenschaften von Einkristallen aufgrund der zusätzlichen Wechselwirkung der Versetzungen mit den Korngrenzen. Der Übergang zum plastischen Verhalten, speziell für multikristallines Gefüge, wird in [61, S. 146-147] bei ca. 720 °C angegeben.

Mit dem spröd-duktil Übergang geht einher, dass die obere Streckgrenze γ_{UYP} (und damit die Härte) von Silicium eine hohe Abhängigkeit von Temperatur und der initialen Versetzungsdichte besitzt [35]. Während bei 900 °C die obere Streckgrenze je nach Versetzungsdichte zwischen 10 bis 30 MPa beträgt [127], sinkt sie bei 1300 °C bis 4,0 MPa (versetzungsfrei), bzw. 0,5 MPa (versetzungsbehaftet) ab [151]. Messungen bei 1350 °C an versetzungsfreien Siliciumeinkristallen ergaben Streckgrenzen im Bereich von 0,2 bis 0,4 MPa [93], sodass bei Schmelztemperatur Werte um 0,2 MPa oder sogar darunter angenommen werden können.

1.3. Die Blockkristallisation

1.3.1. Die industrielle Herstellung von multikristallinem Silicium

Die Züchtung von Siliciumeinkristallen mit dem Czochralski- oder Floatzone-Verfahren ist für die Herstellung von Solarzellen zu aufwendig und zu kostenintensiv, weswegen in der Photovoltaikindustrie hauptsächlich multikristallines Silicium mit der Blockkristallisation hergestellt wird. Dafür gibt es mehrere Verfahren, welche alle darauf beruhen, eine Siliciumschmelze in einem Tiegel gerichtet von unten nach oben zu erstarren [118]. Die Schmelze kann dabei im Kristallisationsbehälter selbst, oder in einem externen Behälter erzeugt werden. Nach der Bereitstellung der Schmelze wird ein axialer Temperaturgradient erzeugt und relativ zur Schmelze vertikal bewegt. Dies geschieht entweder durch das Absenken des Tiegels mit der Schmelze (ähnlich der Bridgman-Methode) oder durch das Bewegen des Temperaturfeldes (analog zur VGF-, bzw. *Vertical Gradient Freeze*-Methode, Abb. 1.1). Letztere wird auch als *Heat exchange Method* (HEM) bezeichnet und ist die hier angewandte Methode der Blockkristallisation (Abb. 1.1).

Die Schmelze befindet sich während des Prozesses in einem Tiegel aus Quarzglas. Diese sogenannte Quarzkokille erweicht beim Aufheizen und wird daher in einer Stützkokille aus Graphit untergebracht. Um Anbackungen zwischen dem Siliciumblock (Ingot) und der Quarzkokille zu vermeiden, wird diese mit Siliciumnitrid beschichtet. Mehrere Graphit-Heizer erzeugen das Temperaturfeld und werden im Prozess entweder nach Solltemperatur oder Sollleistung gesteuert. Am Boden befindet sich ein Kühlaggregat, um die Wärme nach unten abzuleiten.

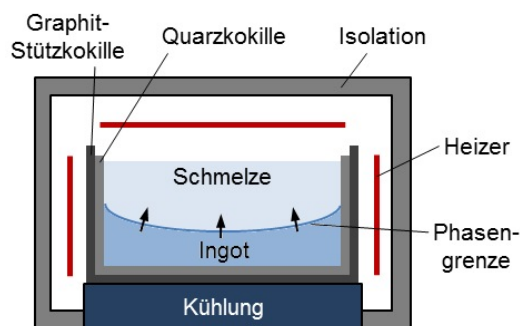


Abbildung 1.1. – Schematische Darstellung der VGF-Blockkristallisation.

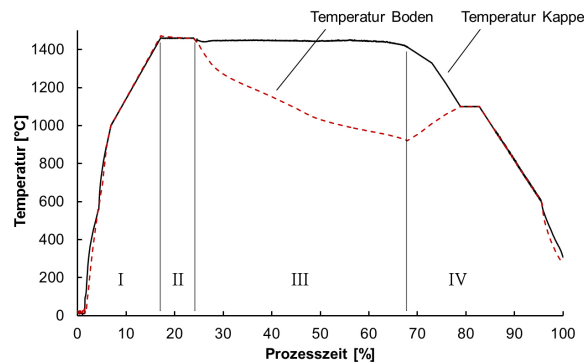


Abbildung 1.2. – Die Temperaturkurven für die Erstarrung eines G1-Forschungsblockes, jeweils von Blockboden und -kappe, aufgetragen über die Prozesszeit. Die römischen Ziffern nummerieren die Prozessphasen: (I) Aufheizen und Schmelzen, (II) Homogenisieren der Schmelze, (III) Kristallisieren und (IV) Abkühlen mit optionaler Haltephase.

Die gesamte Anordnung ist in einer Argon gespülten, wärmeisolierten Kammer untergebracht. Weiterhin befinden sich an der Ofenanlage Zugänge für Stromanschlüsse, Thermoelemente, Pyrometermessungen und Fenster für die optische Beobachtung.

Der Herstellungsprozess kann prinzipiell in vier Phasen eingeteilt werden, wie sie in Abb. 1.2 anhand der Temperaturkurven vom Blockboden und -kappe eines G1-Forschungsblockes dargestellt sind. Im Ofen wird der Siliciumrohstoff aufgeschmolzen (I) und die Schmelze homogenisiert (II). Darauf beginnt die Kristallisation am Boden der Kokille durch zufällige Generation von Kristallkeimen (heterogene Keimbildung). Es bildet sich ein multikristallines Gefüge, welches kolumnar und antiparallel zum Temperaturgradienten weiter kristallisiert. Durch sukzessive Kühlung am Blockboden, wird die Schmelzisotheorie - und damit auch die flüssig-fest-Phasengrenze - vom Boden zur sogenannten Kappe geführt, bis die Schmelze gänzlich erstarrt ist (III). Die Kristallisationsgeschwindigkeit liegt bei etwa 1 cm/h und der Temperaturgradient in der Schmelze beträgt ca. 1 K/cm [31]. Nach der Kristallisation erfolgt die Abkühlphase des Ingots (IV). Hier wird optional eine Ausheizphase eingebaut, bei der die Temperatur einen Zeitraum lang bei etwa 900 bis 1300 °C gehalten wird, um danach den Block allseitig gleichmäßig abzukühlen. Der gesamte Prozess kann 60 bis 100 Stunden andauern.

Der entstandene Siliciumblock hat eine Außenabmessung von ca. $80 \times 80 \times 30 \text{ cm}^3$ (sog. G5-Größe, Abb. 1.3), oder von ca. $21 \times 21 \times 15 \text{ cm}^3$

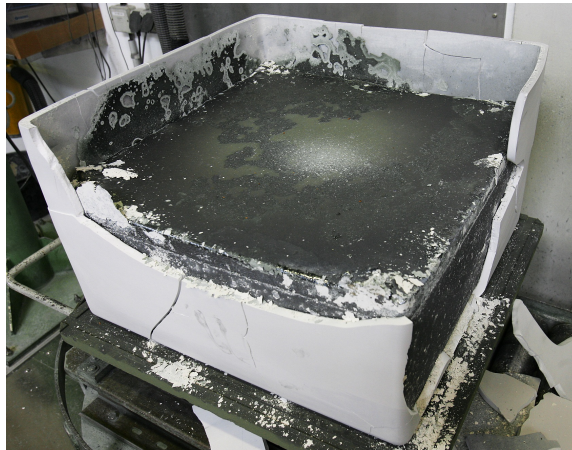


Abbildung 1.3. – Fertiger Siliciumblock mit Quarzkokille bei der Zerlegung.

bei einem G1-Block. Von diesem werden Seitenteile, Boden und Kappe entfernt, da diese Blockbereiche für die Waferfertigung nicht geeignet sind. Das übrige Material wird zu Säulen und die Säulen wiederum zu Wafern weiterverarbeitet (Ab. 1.4). Diese haben eine Abmessung von ca. $156 \times 156 \text{ mm}^2$ und eine Dicke von 180 bis 200 μm . Nach der Waferfertigung erfolgt die Texturierung in einer Ätzlösung aus den Komponenten H_2O , HNO_3 und HF . Dadurch wird die Waferoberfläche aufgeraut (texturiert) um später einen besseren Lichteintrag zu gewährleisten. Ist dies geschehen, erfolgen die Fertigungsschritte bis hin zur Solarzelle und Modul.

Untersuchungsgegenstand dieser Arbeit waren hauptsächlich Forschungsblöcke in G5-Größe. In deren Kristallisationsrezepten werden Abweichungen zu den Produktionsrezepten eingegeben, die den genauen Ablauf der Kristallisation definieren. Diese beinhalten: Anweisungen zur Beschichtung der Kokille, Zusammen-

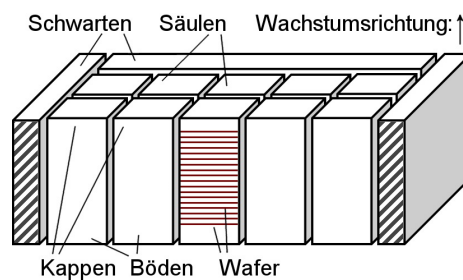


Abbildung 1.4. – Querschnitt durch einen zerlegten Siliciumblock. Die roten Linien markieren die Lage der Wafer.

setzung der Rohstoffmischung, Anweisung für die Befüllung der Kokille mit den unterschiedlichen Rohstoffen, Steuerung der Ofenanlage, Steuerung der Heizer- und Kühlerleistungen und Anweisungen für die Blockbearbeitung nach der Kristallisation.

1.3.2. Keimbildung und weitere Kristallisation

Keimbildung

Beim Unterschreiten der Schmelztemperatur von Silicium setzt die Kristallisation nicht sofort ein. Erst muss eine Keimbildung erfolgen, welche einer Potentialschwelle in der Gibbs-Energie ΔG unterliegt [78, S. 200ff.]. Daher setzt die Keimbildung erst ab einer bestimmten Unterschreitung der Schmelztemperatur ΔT spontan ein. Die weitere Kristallisation erfolgt dann mit einem viel kleineren Betrag der Unterschreitung.

Die Keimbildung erfolgt heterogen auf den Kokillenboden oder an Fremdphasen und ist somit abhängig von der Wechselwirkung zwischen Siliciumschmelze und der Siliciumnitridbeschichtung [68]. Des Weiteren spielen die Prozessparameter eine große Rolle. Für das sich später ergebende Korngefüge sind die Anzahl der Kristallkeime und deren Kristallorientierungen entscheidend. Umso mehr Keime gebildet werden, umso feinkörniger ist das Korngefüge zu Beginn der Erstarrung. Die Kristallorientierungen der Keimkristalle sind dabei statistisch verteilt.

Um auf die Parameter Korngröße und Kristallorientierung Einfluss zu nehmen wurde in der Arbeitsgruppe um Nakajima und Usami das dendritische Keimwachstum (*dendritic Cast*) entwickelt [96, 97, 137]. Dabei wird durch eine hohe Abkühlrate zum Start der Kristallisation die Generation von Kristalldendriten provoziert. Die Dendriten haben eine bevorzugte Wachstumsrichtung in $\langle 110 \rangle$ entlang des Kokillenbodens. Damit hätten die Körner auch eine Vorzugsorientierung parallel zur Wachstumsrichtung von $\langle 211 \rangle$. Da nur wenige große Dendriten gebildet werden, erreicht man mit dieser Methode auch ein grobkörniges Gefüge. Allerdings können auch Dendriten mit anderen Orientierungen gebildet werden, wobei die genauen Bildungsbedingungen nicht geklärt sind [95, 124].

Kornwachstum

Das weitere Kornwachstum erfolgt nahezu kolumnar, die Korngrenzen sind weitestgehend parallel zur Wachstumsrichtung ausgerichtet. Dennoch gibt es Prozesse der Kornexpansion und -kontraktion. Welche Körner im Prozess expandieren, bzw. kontrahieren, hängt von der Wachstumsgeschwindigkeit, dem Temperaturgradient und der kristallographischen Orientierung $\langle uvw \rangle$ ab [28, 40]. Im Allgemeinen wird das Korngefüge mit fortschreitender Erstarrung gröber.

Während der Kristallisation können neben dem Wettbewerb zwischen bestehenden Körnern auch neue Körner gebildet werden. Dies geschieht vor allem durch Zwillingsbildung an vorhandenen Korngrenzen [37, 42] oder seltener durch heterogene Keimbildung an Fremdphasen in der Schmelze [89].

1.3.3. Thermische und mechanische Spannungen im Prozess

Das Vorhandensein von Versetzungen in mc-Si ist ein Resultat von thermischen und mechanischen Spannungen, welche während des Prozesses im Block wirken und durch plastische Verformung teilweise wieder abgebaut werden. Für diese Spannungen sind zwei hauptsächliche Ursachen zu nennen:

- Nichtlineare thermische Gradienten [44], sodass gilt:

$$\Delta(T) = \nabla^2(T) = \frac{d^2T}{dx^2} + \frac{d^2T}{dy^2} + \frac{d^2T}{dz^2} \neq 0 \quad (1.1)$$

Dies geschieht bei gleichzeitigem Auftreten von axialen und radialen Temperaturgradienten oder Asymmetrien im Temperaturfeld.

- Kontakt zwischen der kristallinen Phase und dem beschichteten Tiegel (Quarzkokille). Im Idealzustand verhindert die Beschichtung eine Anhaftung (Anbackung) des festen Siliciums an den Tiegel, sodass sich bei der wärmebedingten Kontraktion des Ingots keine Zugkräfte ergeben. Punktuell kann jedoch die Beschichtung Defekte aufweisen an denen der Ingot am Tiegel haftet (*Sticking*). Dies kann lokal zu erheblichen mechanischen Spannungen führen.

Dies geht vor allem aus numerischen Simulationen hervor, welche die Ofengeometrie und die thermische Historie während der Kristallisation mit einbeziehen [6, 9, 29, 30, 39, 91].

Prinzipiell sind die thermomechanischen Spannungen in einem multikristallinen Siliciumblock eine Superposition folgender Elemente, welche sich nach ihrer räumlichen Ausdehnung ordnen lassen:

- **Spannungen 1. Art:** Dies ist die globale Blockspannung und ergibt sich aus den oben genannten Gründen [29, 30, 39, 53, 91].
- **Spannungen 2. Art:** Im multikristallinen Gefüge nehmen die einzelnen Körner aufgrund der Anisotropie im Elastizitätsmodul unterschiedlich viel Spannung auf. Pro Korn ergibt sich also eine Abweichung von der gemittelten globalen Blockspannung [9].
- **Spannungen 3. Art:** Auch innerhalb der Körner gibt es Unregelmäßigkeiten z.B. an Korngrenzen [41]. Weiterhin bilden sämtliche Verunreinigungen und Kristalldefekte (z.B. Ausscheidungen, Punktdefektcluster oder Versetzungen) lokal begrenzte Spannungshöfe aus [43].

Die numerischen Simulationen der thermischen Spannungen unter Benutzung des Alexander-Haasen-Modells (vgl. Abschn. 1.5.3, S. 21) ergeben einen oft dreiteiligen Prozess der Entwicklung der Versetzungsdichte pro Blockvolumen [39, 53, 98]. Ein starker Defektanstieg wird direkt nach der Phasengrenze erwartet, der zweite Anstieg passiert nach der Erstarrung, bzw. beim Übergang von der Kristallisation zur Abkühlphase. Die dritte Phase ist das Einfrieren der Versetzungsdichte während der Abkühlphase in Folge des spröde-duktilen Übergangs (vgl. Abschn. 1.2 auf Seite 8). Maximal erreichbare Versetzungsdichten betragen demnach 10^4 bis 10^5 cm^{-2} . Durch die Versetzungsgeneration werden die Spannungen bei hohen Temperaturen zum Teil abgebaut.

Beim Überschreiten des duktil-spröde-Übergangs wird die Versetzungsbewegung und damit die Relaxation der thermischen Spannung gestoppt. Es bleiben nach dem Abkühlen Eigenspannungen im Block zurück, welche sich experimentell nur nach dem Kristallisationsprozess bestimmen lassen. Dafür werden optische Verfahren wie Infrarot-Doppelbrechung [43] oder Zerlegeverfahren angewandt [7]. Auch die erfolgte plastische Verformung kann mittels Infrarot-Raster-

Polariskopie ortsaufgelöst bestimmt werden. Deren Betrag nimmt mit kleiner werdenden Abstand zu den Korngrenzen hin zu [41].

1.4. Defekthaushalt in Siliciumblöcken

1.4.1. Prozessbedingter Defekthaushalt

Bei der Gestaltung des Kristallisationsprozesses sind mehrere Kompromisse zwischen Qualität, Kosten und Betriebssicherheit notwendig. Dies betrifft den Einsatz von Tiegelmaterialien, Beschichtungen und Recycling-Rohstoff sowie Einschränkungen in der Prozessführung und im Ofendesign. In Abb. 1.5 ist ein Siliciumblock nach der Kristallisation im Ofen schematisch dargestellt. Verunreinigungen sind bereits durch das Verwenden von Recyclingmaterial eingetragen worden und beeinflussen den gesamten Ingot. Lediglich der zentrale Blockabschnitt (a) eignet sich zur Fertigung von Solarzellen. Dieser ist geprägt durch Korngrenzen, Versetzungen, Ausscheidungen und interstitielle Fremdphasen. Während der Erstarrung diffundieren Verunreinigungen wie Fe, N oder O vom Tiegel in Kristall und Schmelze (b). Auch gelangt vor allem C von den Graphit-Bauteilen in die Schmelze und damit auch in den Block (c). Einige Verunreinigungen wie z.B. Kohlenstoff lösen sich besser in der Schmelzphase als in der Festphase. Durch die fortschreitende Kristallisation reichern sich Elemente mit einem Segregationskoeffizienten $k < 1$ in der Schmelze an (Segregation) und scheiden sich letztlich im oberen Blockbereich als Präzipitate aus (d) [11].

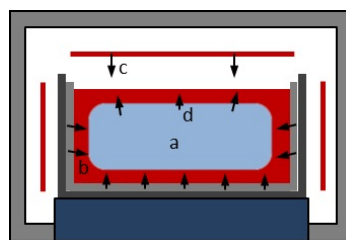


Abbildung 1.5. – Darstellung eines kristallisierten Ingots im Ofen: (a) Nutzbares Blockvolumen, welches durch Verunreinigungen aus dem Recycling, Versetzungen und Korngrenzen beeinträchtigt wird, (b) Rand- und Bodenbereich sind durch starke Eindiffusion von Verunreinigungen aus der Quarzkokille und Beschichtung unbrauchbar, (c) Eintrag von Kohlenstoff von Graphitheizern und -aufbauten, (d) der ebenfalls unbrauchbare Kapfenbereich ist von Präzipitaten durchsetzt.

1.4.2. Korngrenzen

Multikristallines Silicium ist charakterisiert durch das Vorhandensein von Korngrenzen. Die Größe der Siliciumkörner auf einen Wafer bewegt sich in der Regel zwischen wenigen Millimetern bis hin zu 3-4 cm. Damit sind die Körner wesentlich größer als die mittlere Diffusionslänge eines Minoritätsladungsträgers von etwa $250 \mu\text{m}$ [4] und haben gegenüber anderen Effekten wenig Einfluss auf den Wirkungsgrad.

Ein Großteil der im multikristallinen Gefüge auftretenden Korngrenzen hat eine definierte kristallographische Beziehung zueinander, entweder in Form von Zwillingsgrenzen oder als sog. Koinzidenz-Orientierung, gekennzeichnet mit Σn (mit n als Verhältnis zwischen der Anzahl der Gitterpunkte des Kristallgitters und der Anzahl der Gitterpunkte des Koinzidenzgitters). In der Literatur wird deren Anteil an der gesamten Korngrenzlänge eines Wafers mit 30% bis 40% angegeben [42, 138]. Die Zwillingsbildung passiert entweder bei der Keimbildung, wenn Dendriten entstehen [95] oder während der Kristallisation am Tripelpunkt zwischen zwei Körnern und der Schmelze (Abb. 1.6). Hier kann bei geeigneter Kristallorientierung der Körner eine $\{111\}$ -Facette entstehen. Dabei ist eine bestimmte Wahrscheinlichkeit gegeben, dass Zwillingsbildung stattfindet [37, 134]. Die Zwillingskorngrenzen wachsen mit dem Winkel in das Korn hinein, welche die Facette zur Phasengrenze einnimmt.

Neben den Zwillings- bzw. Koinzidenzkorngrenzen gibt es weiterhin die Begriffe der zufälligen (*random*) Korngrenzen sowie Kleinwinkel- und Großwinkelkorn-

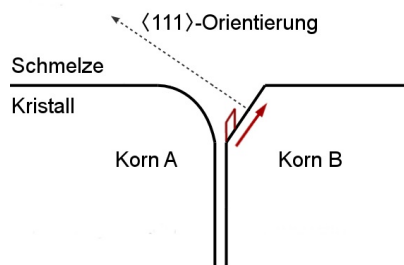


Abbildung 1.6. – Skizze einer Korngrenze an der Phasengrenze mit einer Grabenstruktur. Das rechte Korn ist derart orientiert, dass sich im Grenzbereich eine $\{111\}$ -Facette ausbildet (nach [37]). Auf dieser Facette kann Zwillingsbildung stattfinden (durch Pfeil markiert).

grenzen. Zufällige Korngrenzen bilden sich primär durch den Ankeimprozess am Start der Kristallisation. Die entstehenden Kristallkeime haben eine zufällige Orientierung zueinander. Treffen diese Körner aufeinander, bilden sich dementsprechend zufällige Korngrenzen mit einem beliebigen Verkippungswinkel θ . Sie können damit sowohl Kleinwinkel-, als auch Großwinkelkorngrenzen sein.

Der Übergang zwischen Kleinwinkel- und Großwinkelkorngrenze, dargestellt als Verkippungswinkel θ , ist in der Literatur nicht eindeutig definiert. Er wird in [14] z.B. mit 4° bis 10° angegeben. Die Kleinwinkelkorngrenzen können modellhaft als Aneinanderreihung von Versetzungen konstruiert werden und bilden - je nach Art der Versetzung - Kipp- oder Drehkorngrenzen, bzw. eine Mischung daraus [109]. Diese entstehen entweder zufällig in der Ankeimphase, oder sekundär im Prozess durch die Restrukturierung von Versetzungen [112]. Eine Aufreihung von Versetzungen wird auch als *Pile-up* bezeichnet. Da diese sekundär gebildeten Kleinwinkelkorngrenzen im Korn enden können, werden diese auch als Subkorngrenzen oder *intragrain-Defects* bezeichnet. Sie erscheinen teilweise als besonders rekombinationsaktiv [26, 27, 90] und sind ausgedehnte Quellen für Versetzungen [58, 69, 136].

Der Begriff *Pile-up* wird in der vorliegenden Arbeit als Synonym für Versetzungsreihungen verwendet. Diese bilden eine Vorstufe zur Subkorngrenze. Die Begriffe Kleinwinkelkorngrenze, Subkorngrenze oder Versetzungswand werden als Synonyme füreinander behandelt.

Die atomare Struktur von Großwinkelkorngrenzen kann nicht mehr als Aneinanderreihung von Versetzungen beschrieben werden. Ihre Kernbereiche würden sich überlappen, womit ihre Charakteristik als Versetzung nicht mehr gegeben ist. Es wird davon ausgegangen, dass der Grenzbereich zweier Körner rekonstruiert ist, d.h. keine freien Bindungen vorliegen [14, 45]. Eine solche Korngrenze ist geprägt durch das Vorhandensein von Leerstellen und damit einer geringeren Dichte. Dies stellt grundsätzlich eine Störung in der Kristallstruktur dar. In [45] wird gezeigt, dass Großwinkelkorngrenzen unter Umständen facettiert sein können, und lokal Koinzidenzgitter bilden. Solche Facetten erzeugen Kanten, an denen auch die thermische Spannung konzentriert werden kann [80].

1.4.3. Verunreinigungen

Im multikristallinen Block sind Verunreinigungen durch Leichtelemente wie C, O und N sowie Übergangsmetalle wie Fe, Cr und Ni gegeben [63]. Quellen dieser Verunreinigungen sind Silicium-Rohstoff, Kokillenmaterial, Ofenanlage, Gasatmosphäre und Recyclingmaterial. Der Einsatz von α - Si_3N_4 -als Rohstoff für die Tiegelbeschichtung ist eine Quelle für Übergangsmetalle wie Al, Fe, Cu, Co und Mn [23], welche bei hohen Temperaturen in Silicium große Diffusionskoeffizienten D in der Größenordnung $10^{-4}\text{cm}^2/\text{s}$ besitzen [131]. Darüber hinaus kann sich die Siliciumschmelze über die Beschichtung mit N und O anreichern. C gelangt überwiegend über Reaktionen zwischen Schmelze und Ofenanlage in den Prozess [110].

In der Schmelze und im Kristall bilden sich aus den Verunreinigungen Präzipitate wie z.B. Si_3N_4 , SiC, SiO_2 oder metallische Ausscheidungen. In gelöster Form diffundieren gerade die Übergangsmetalle im Kristall zu Störstellen wie Korngrenzen oder Versetzungen und dekorieren diese oder bilden dort kleinste Ausscheidungen [12, 119], was diese elektrisch aktiviert [27]. Die meisten Elemente haben bzgl. Silicium einen Segregationskoeffizienten $k < 1$, sodass während der Kristallisation die Konzentration einiger Verunreinigungen in der Schmelze steigt, bis schließlich im oberen Blockbereich vermehrt Ausscheidungen provoziert werden [11]. Ausscheidungen im kristallinen Gefüge wirken sich negativ auf den Drahtsägeprozess und den Wirkungsgrad der Solarzelle aus [20, 36].

1.5. Versetzungen in Silicium

1.5.1. Die Struktur von Versetzungen

In der Diamantstruktur kommen vor allem 60° -Versetzungen und Schraubenversetzungen vor. Bei 60° -Versetzungen liegt der Burgersvektor b in einem 60° -Winkel zur Versetzungslinie l . Bei Schraubenversetzungen sind b und l parallel zueinander.

Es wird davon ausgegangen, dass die 60° -Versetzungen in je eine 30° - und eine 90° -Partialversetzung dissoziiert sind [13, 25, 54, 107, 143], welche durch

ein Stapelfehler verbunden sind. Diese Partialversetzungen sind rekonstruiert und weisen somit keine offene Bindungen auf [142]. Prinzipiell gleiten die 60° -Versetzungen auf den dicht gepackten $\{111\}$ -Ebenen der Diamantstruktur mit einem Burgersvektor $\mathbf{b} = a/2\langle 110 \rangle$. Dieser hat einen Betrag von 0,384 nm (vgl. Abschn. 1.2). Der Burgersvektor ergibt sich durch die Aufspaltung in zwei Partialversetzungen z.B. über folgende Reaktion:

$$\frac{a}{2}[\bar{1}10] = \frac{a}{6}[\bar{2}11] + \frac{a}{6}[\bar{1}2\bar{1}] \quad (1.2)$$

Die Schraubversetzungen haben ebenfalls einen Burgersvektor der Form $\mathbf{b} = a/2\langle 110 \rangle$ und sind in zwei 30° -Partialversetzungen dissoziiert. Sie können während der Migration die Gleitebenen wechseln (*Quergleiten*) [60].

1.5.2. Versetzungsdynamik

Versetzungen können auf den $\{111\}$ -Netzebenen gleiten, wenn eine ausreichend große mechanische Scherspannung τ gegeben ist. In der Diamantstruktur gibt es zwölf Gleitsysteme der Form $\{111\}\langle 110 \rangle$, da für jede der vier voneinander unabhängigen $\{111\}$ -Ebenen drei Burgersvektoren $\langle 110 \rangle$ existieren.

Insbesondere der Übergang vom spröden zum plastischen Verhalten von Silicium (s. Abschn. 1.2) ist durch die Mobilität der Versetzungen charakterisiert. So sind diese im spröden Bereich gar nicht beweglich. Die Geschwindigkeiten von Versetzungen nehmen mit dem Betrag der Scherspannung und der Temperatur zu, während sie mit dem Einbau von leichten Elementen (wie N, O oder C) abnimmt [24, 47, 62]. Die B-Dotierung hat hingegen kaum einen Einfluss [62]. Üblicherweise befinden sich während eines Kristallisationsprozesses große Teile des Blockvolumens mehrere Stunden bei Temperaturen deutlich über 700°C (vgl. 1.2 auf Seite 11). Es herrschen thermische Spannungen in der Größenordnung von 3-10 MPa [5]. Die Versetzungsgeschwindigkeit (für 60° - und Schraubversetzungen) beträgt bei diesen Spannungen und bei 750°C etwa 3-4 mm/h [62]. Durch Extrapolation der Daten von [47] und [62] kann man annehmen, dass die Geschwindigkeit nahe der Schmelztemperatur mindestens in der Größenordnung 1 m/h liegen. Die Versetzungen verändern damit ihre Position wesentlich schneller als die fortschreitende flüssig-fest-Phasengrenze.

1.5.3. Versetzungsgeneration und -multiplikation

Die zeitliche Änderung der Versetzungsdichte im Kristall $\dot{\rho}$ wird empirisch nach dem Alexander-Haasen-Modell wie folgt beschrieben [2]:

$$\dot{\rho} = \rho \cdot K \cdot \tau_{eff} \cdot \nu \quad (1.3)$$

mit

$$\tau_{eff} = \tau - \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho} \quad (1.4)$$

(ρ : Ausgangsversetzungsdichte, ν : Versetzungsgeschwindigkeit, G : Schubmodul, τ : auf Gleitebene wirkende Scherkraft K, α : Materialkonstanten). Die effektive Schubspannung τ_{eff} (in [MPa]) ist die Scherspannung, gemindert durch einen Härtungs-Term, der von der Versetzungsdichte abhängig ist. Die Versetzungsgeschwindigkeit ist demnach:

$$\nu = \nu_0 \cdot \left(\frac{\tau_{eff}}{\tau_0} \right)^m \cdot e^{\left(\frac{-Q}{kT} \right)} \quad (1.5)$$

Hierbei ist k die Boltzmann-Konstante, m der Spannungsexponent, T die Temperatur, Q die Aktivierungsenergie und ν_0 eine Materialkonstante. τ_0 ist eine Konstante und beträgt 1 MPa.

Die Multiplikation der Versetzung, d.h. die Vergrößerung der Versetzungslänge pro Kristallvolumen, wird mit dem Alexander-Haasen-Modell nur makroskopisch beschrieben und liefert keine Aussagen zu Prozessen auf mikroskopischer oder atomarer Skala. Ausgehend von einem perfekten Kristall müssen Versetzungen zunächst generiert werden. Dies passiert mit hoher Wahrscheinlichkeit an Spannungskonzentratoren wie z.B. Korngrenzen, Ausscheidungen oder Rissen. Bei *in-situ* Zugversuchen wird mit Röntgentopographie [33, 64, 128] oder Transmissionselektronenmikroskopie [86] beobachtet, dass Versetzungen vor allem an herbeigeführte Störungen (Indenter-Eindrücke) oder von den Kristallrändern aus initiiert werden. Ähnliche Untersuchungen zeigen die Generation von Versetzun-

gen an Korngrenzen in anderen Materialien wie z.B. Stahl [94] oder Aluminium [50].

Ausgehend von bereits vorhandenen Versetzungen können Multiplikationsmechanismen einsetzen, welche die Versetzungslänge pro Kristallvolumen drastisch erhöhen. Eine wichtige Rolle spielt dabei der Frank-Read-Mechanismus [34, 85, 108], das multiple Quergleiten von Schraubenversetzungen [67, 79, 144] und die Bardeen-Herring-Quelle [48, 106]. Wenn sich bereits eine bestimmte Dichte an Versetzungen auf unterschiedlichen Gleitsystemen im Kristall befindet sind je nach Ausrichtung der Scherspannung nur ein Teil dieser Versetzungen mobil und ein Teil nicht (*forest Dislocations*) [117]. Im Laufe einer plastischen Verformung können sich die Versetzungen bei ihrer Bewegung einander schneiden. Dabei werden *Jogs* erzeugt, welche die Versetzung verlängern und wiederum Haftstellen bilden können. Bei der Durchschneidung einer Schraubenversetzung kann diese gezwungen sein, sich unter Emission, bzw. Absorption von Punktdefekten fortzubewegen (*Jog Dragging*) [86].

1.5.4. Versetzungsreaktionen

Neben den beschriebenen Versetzungstypen gibt es in der Diamantstruktur noch sog. Lomer-Cottrell-Versetzungen. Sie entstehen aus einer Versetzungsreaktion zweier dissoziierter 60° -Versetzungen mit parallel verlaufenden Versetzungslinien, welche sich auf zwei unabhängigen $\{111\}$ -Gleitebenen befinden. Die Reaktion zweier Versetzungen A und B lässt sich z.B. wie folgt darstellen [60]:

$$\text{Versetzung A auf } (111): \frac{a}{2}[\bar{1}10] = \frac{a}{6}[\bar{1}2\bar{1}] + \frac{a}{6}[\bar{2}11] \quad (1.6)$$

$$\text{Versetzung B auf } (\bar{1}11): \frac{a}{2}[\bar{1}10] = \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}2] + \frac{a}{6}[211] \quad (1.7)$$

$$\frac{a}{6}[\bar{1}2\bar{1}] + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}2] = \frac{a}{6}[011] \quad (1.8)$$

Es entsteht eine 90° -Versetzung (Lomer-Cottrell-Versetzung) mit einem Burgersvektor $\mathbf{b} = \frac{a}{6}[011]$, welcher nicht parallel zu den ursprünglichen Gleitebenen (111) und $(\bar{1}11)$ liegt. Die Lomer-Cottrell-Versetzung ist über Stapelfehler mit den übrig gebliebenen 30° -Partialversetzungen mit den Burgersvektoren $\mathbf{b} = \frac{a}{6}[\bar{2}11]$

und $\mathbf{b} = \frac{a}{6}[211]$ verbunden. Diese Konstruktion ist immobil und stellt ein Hindernis für die Bewegung anderer Versetzungen dar. Hierbei können Frank-Read-Quellen erzeugt werden.

Es wird davon ausgegangen, dass die Versetzungskerne der Lomer-Cottrell-Versetzungen rekonstruiert (d.h. ohne offene Bindungen) und ohne Verunreinigungen elektrisch neutral sind [15, 104].

1.5.5. Versetzungscluster im multikristallinen Gefüge

Die Versetzungen im multikristallinen Silicium sind sehr inhomogen verteilt, sodass Gebiete mit sehr hoher Versetzungsdichte direkt neben Gebieten mit sehr geringer Versetzungsdichte liegen können [113, 114, 149]. In [149] wird anhand von Ätzgrubenzählungen eine bimodale Verteilung der Versetzungsdichte beobachtet, deren Maxima bei etwa $3 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-1}$ und 10^6 cm^{-1} liegen. Als Ursache dafür wurden eine inhomogene Verteilung der Versetzungsquellen und die Wechselwirkung mit dem Korngefüge (Korngrenzen) diskutiert. Die Bereiche hoher Versetzungsdichte werden im Allgemeinen als Versetzungscluster bezeichnet.

Korngrenzen bilden zum Großteil Barrieren für die Bewegung von Versetzungen und sind dadurch scharfe Begrenzungen der Versetzungscluster [114]. Dies hängt mit der Änderung der Kornorientierungen und - damit einhergehend - mit der Änderung der Orientierung der Gleitsysteme zusammen [116]. Bei Zwillingkorngrenzen ist es möglich, dass ein Gleitsystem in beiden Körnern die gleiche Orientierung hat. Eine Versetzung, welche auf einem solchen Gleitsystem läuft, kann somit die Korngrenze überwinden. Beobachtungen mit TEM zeigen, dass neben den Korngrenzen auch Stapelfehler Barrieren für die Versetzungsbewegung darstellen können [76].

Die Versetzungscluster haben einen Ursprungsort, der zumeist an den Korngrenzen liegt [102, 114, 130, 134]. Dies wurde auch in anderen Materialien beobachtet, wobei zum Teil auch durch die Bewegung von Korngrenzen Versetzungen emittiert werden können [46, 87, 88, 94]. Jedoch sind auch andere Quellen denkbar, wie z.B. Punktdefektcluster, Ausscheidungen oder Facetten. Der Versetzungshaushalt nimmt über die Blockhöhe stetig zu, sodass immer mehr Waferfläche von Versetzungen betroffen ist.

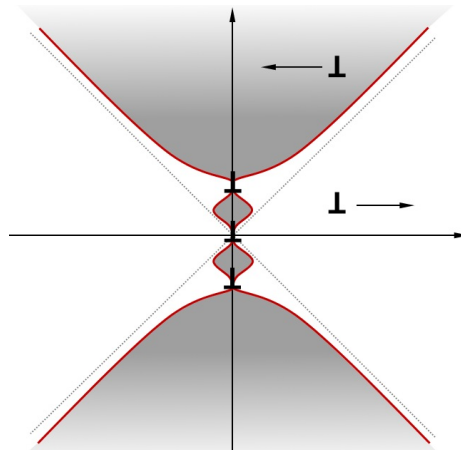


Abbildung 1.7. – Darstellung einer Versetzungswand aus drei Stufenversetzungen und deren Spannungshof, nach [60, 84]. Außenstehende Versetzungen werden von der Wand angezogen, wenn diese sich innerhalb des grau schraffierten Bereiches befinden. Andernfalls werden sie von der Wand abgestoßen.

Die Versetzungen sind innerhalb der Cluster in Versetzungswänden angeordnet [114], die in Wachstumsrichtung elongiert sind [125, 126]. Diese Wände bilden eine zelluläre Struktur, wie sie auch in anderen Materialien beobachtet wird [99, 112]. Die Versetzungswände bilden sich, wenn die Versetzungen im Kristallvolumen miteinander durch ihre elastischen Spannungsfelder wechselwirken [51, 60, 84, 92]. Sie bilden derartige Aufreihungen (*Pile-ups*) aus, dass der Betrag an elastischer Spannung - und damit die innere Energie - verringert wird. Solche Versetzungswände können lokal eine hohe Versetzungsdichte aufweisen und sind stabil. Sie bilden unter Umständen Barrieren für die Bewegung anderer Versetzungen (Abb. 1.7).

1.5.6. Rekombinationsaktivität von Versetzungen

Versetzungscluster in Solarsilicium sind im Allgemeinen als Bereiche starker Rekombinationsaktivität bekannt [38, 132]. Die Ladungsträgerlebensdauer nimmt exponentiell mit der Versetzungsdichte ab und wird ab einem Wert von ca. $1,5 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$ sehr klein [4] (Abb. 1.8 a). Nach dem Modell von [105] (zurückgehend auf [139]) hätte eine standardmäßige, multikristalline Solarzelle bei einer mittleren Ladungsträgerlebensdauer von $10 \mu\text{s}$ nur noch einen Wirkungsgrad von ca. 15,2% (Abb. 1.8 b). Bereiche mit hoher Versetzungsdichte können Durchbrü-

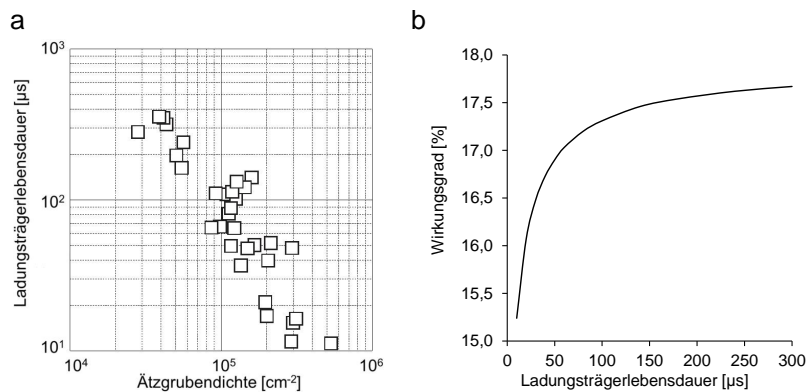


Abbildung 1.8. – a) Abhängigkeit der Ladungsträgerlebensdauer von der Ätzgrubendichte, aus [4]. b) Abhängigkeit des Wirkungsgrades einer üblichen multikristallinen Solarzelle von der mittleren Ladungsträgerlebensdauer, nach [105], zurückgehend auf [139].

che (*Shunts*) verursachen [20, 122]. Es wird davon ausgegangen, dass der Wirkungsgrad von multikristallinen Solarzellen durch das Vorhandensein von Versetzungen um ca. 3-4% gemindert wird [121].

Die Beschreibung der intrinsischen elektrischen Eigenschaften von Versetzungen wird durch eine kombinierte Wirkung mit anderen Defekten erschwert, welche mit der Bildung von Versetzungen zusammenhängen. Diese sind Punktdefekte [140], *Jogs* und *Kinks*, Rekonstruktionsdefekte und Verunreinigungen. Aus theoretischen Betrachtungen der Struktur von rekonstruierten Versetzungen [13, 25] und Messungen mittels *Electric-Dipol Spin Resonance* (EDSR), *Microwave Conductivity* (MWC) und *Deep Level Transient Spectroscopy* (DLTS) [3, 22, 83, 100, 119, 141] geht hervor, dass sich durch das elastische Spannungsfeld der Versetzungen je ein flaches eindimensionales (1D) Band D_e und D_h vom Leitungs- bzw. Valenzband abspaltet, deren energetischer Abstand zu den Bandkanten ($E_C - E_{D_e}$ bzw. $E_{D_h} - E_V$) und zwischen 65 und 80 meV liegt (flache Niveaus). Aufgrund dieser geringen energetischen Abstände folgt, dass Versetzungen bei Raumtemperatur keine intrinsische Rekombinationsaktivität haben.

Mit EBIC wurde eine Abhängigkeit der Rekombinationsaktivität von der Temperatur und der Konzentration der Verunreinigungen hergestellt [26, 72, 73, 75, 81]. Reine (undekorierte) Versetzungen sind bei Raumtemperatur nicht aktiv und erzeugen erst bei niedrigen Temperaturen einen EBIC-Kontrast. Dagegen haben kontaminierte Versetzungen bei niedrigen Temperaturen einen sehr geringen

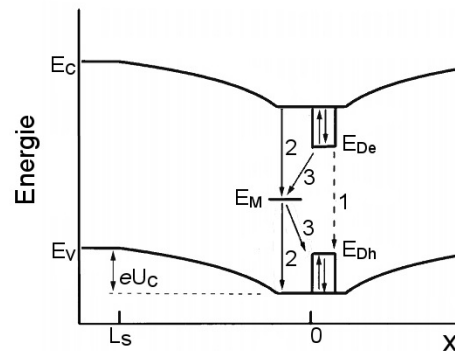


Abbildung 1.9. – Energiebandschema einer Versetzung in p-dotiertem Silicium mit den Rekombinationspfaden zwischen den 1D-Bändern (1), 1D-Bändern und den tiefen Störstellen (2) sowie den Bandkanten und den tiefen Störstellen (3), nach [82].

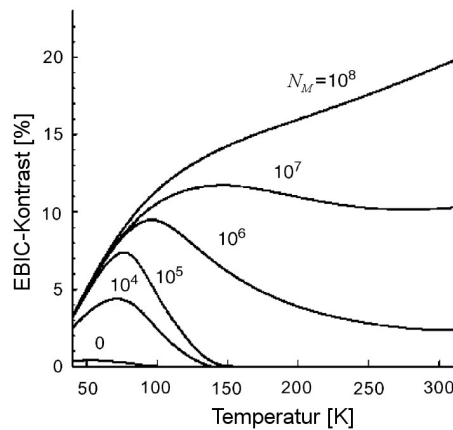


Abbildung 1.10. – EBIC-Kontrast in Abhängigkeit von der Temperatur und der Konzentration an tiefen Störstellen N_M in $[\text{cm}^{-1}]$, aus [82].

Kontrast, der bei Temperaturerhöhung stark zunimmt. Ein Modell für die Rekombination der Ladungsträger an Versetzungen ist in [82] gegeben (Abb. 1.9). Um den Versetzungskern entsteht eine Raumladungszone mit dem Durchmesser L_S , welche in der p-dotierten Basis die Energielevel vom Valenz- (E_V) und Leitungsband (E_C) senkt [49]. Von diesen Niveaus spalten sich die eindimensionale Bänder D_e und D_h ab. Ein direkter Rekombinationspfad zwischen diesen 1D-Bändern (siehe Abb. 1.9 (1)) ist nicht sehr wahrscheinlich. Prozessbedingte Verunreinigungen (vgl. Abschn. 1.4.1), können im Zentrum der Bandlücke null-dimensionale tiefe Störstellen E_M eintragen, die weitere Rekombinationspfade ermöglichen (Abb. 1.9 (2 und 3)). Aus diesen Pfaden ergibt sich die hauptsächliche Rekombinationsaktivität der Versetzungen bei Raumtemperatur im Solarsilicium.

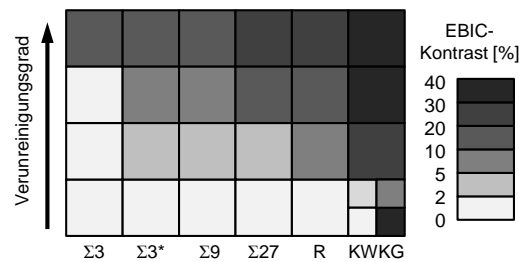


Abbildung 1.11. – Schematische Klassifikation des EBIC-Kontrastes (Raumtemperatur) von Korngrenzen in Abhängigkeit vom Korngrenzentyp, aus [26].

In [27] und [26] ist gezeigt, dass z.B. der EBIC-Kontrast bei Raumtemperatur, als Maß für die Rekombinationsaktivität, sowohl vom Verunreinigungsgrad als auch vom Typ einer Korngrenze abhängig ist (Abb. 1.11). Insbesondere Kleinwinkelkorngrenzen, welche sich als *Pile-ups* von Versetzungen darstellen lassen, fallen als besonders aktive Rekombinationszentren auf. Dies lässt sich auch mit Lumineszenz und Lock-In-Thermographie nachstellen [111]. Die Rekombinationsaktivität von Kleinwinkelkorngrenzen kann bereits bei geringen Kontaminationsleveln gegeben sein. Bei einer einheitlichen Kontamination durch Fe ergibt sich eine Abhängigkeit des EBIC-Kontrastes vom Verkippungswinkel. Der EBIC-Kontrast steigt bis zu einem Kippwinkel von 2° bis auf ca. 40% und bleibt danach etwa konstant [26]. Anhand von EBIC- und TEM-Untersuchungen konnte festgestellt werden, dass auch Lomer-Cottrell-Versetzungen in Kleinwinkelkorngrenzen vorhanden sind und die Rekombinationsaktivität verstärken können [52, 90].

1.6. Dunkelstrom und Zwei-Dioden-Modell

Eine Solarzelle lässt sich als eine großflächige Photodiode mit p-n-Übergang verstehen. Abb. 1.12 stellt das Bandschema eines p-n-Übergangs unter Durchlassspannung dar. Bei Anlegung einer positiven Spannung an den p-n-Übergang fließt in Durchlassrichtung ein Dunkelstrom, der den Photostrom J_{ph} entgegen gerichtet ist [19]. Der Dunkelstrom mindert folglich den Photostrom und damit auch den Wirkungsgrad einer Solarzelle. Er setzt sich aus den Diffusionsstrom J_{diff} , Rekombinationsstrom J_{rec} und Shuntstrom J_{shunt} zusammen (wobei letzteres aus Abb. 1.12 nicht hervorgeht):

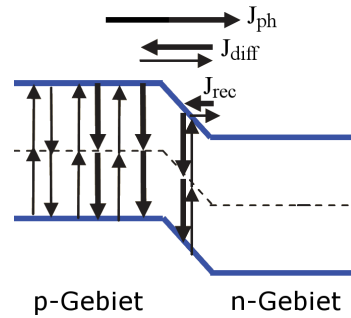


Abbildung 1.12. – Bandschema des p-n-Übergangs einer Si-Solarzelle unter Durchlassspannung, aus [19]. Die vertikalen Pfeile markieren die Anregung bzw. Rekombination von Elektronen. Die horizontalen Pfeile indizieren die Dunkelströme J_{diff} und J_{rec} , sowie den Photostrom J_{ph} .

$$J(U) = J_{diff}(U) + J_{Rec}(U) + J_{shunt}(U) \quad (1.9)$$

$$J(U) = J_{01} \left(\exp \frac{eU}{kT} - 1 \right) + J_{02} \left(\exp \frac{eU}{n_2 kT} - 1 \right) + \frac{U}{R_p} \quad (1.10)$$

Hier ist U die an der Raumladungszone anliegende Spannung, J_{01} und J_{02} die Sättigungsstromdichten des Diffusions- bzw. Rekombinationsstromes, n_2 der Idealitätsfaktor, e die Elementarladung, k die Boltzmann-Konstante, T die Temperatur, R_S der Serienwiderstand und R_p der Parallelwiderstand.

Der Diffusionsstrom entsteht im Wesentlichen durch Elektronen, welche in das p-Gebiet diffundieren und dort rekombinieren. Der Rekombinationsstrom ergibt sich aus Rekombinationsvorgängen direkt in der Raumladungszone. Beide Ströme sind in Gleichung 1.10 mit je einer Diodengleichung dargestellt, jedoch enthält der Rekombinationsstrom einen zusätzlichen Idealitätsfaktor n_2 . Dessen Betrag ist bei Störstellen im Zentrum der verbotenen Zone $n_2=2$ und kann bei anderen Störstellenstrukturen größer werden [21]. Bei niedrigen Spannungen ($< 0,55$ V) ist der Dunkelstrom hauptsächlich durch den Rekombinationsstrom und bei höherer Spannung durch den Diffusionsstrom gekennzeichnet.

Die Ursachen des Rekombinationsstroms sind vor allem Defekte, welche den p-n-Übergang durchqueren und diesen stören, wie z.B. der Solarzellenrand oder Kratzer [123]. Der Diffusionsstrom resultiert hauptsächlich aus Kristalldefekten wie Korngrenzen oder Versetzungen [111].

Um den Dunkelstrom zu beschreiben kann die Solarzelle mit einem Ersatzschaltbild (Abb. 1.13) dargestellt werden. Dieses beinhaltet in paralleler Anordnung eine konstante Stromquelle (Photostrom J_{ph}), zwei Dioden, welche J_{diff} und J_{rec} darstellen und einen Parallelwiderstand R_p , welcher ohmsche *Shunts* nachstellt. Ein Serienwiderstand R_s ist dazu in Reihe geschaltet. Dieser bedeutet den Widerstand durch das Si-Material sowie den Kontakten und den Leitermaterialien.

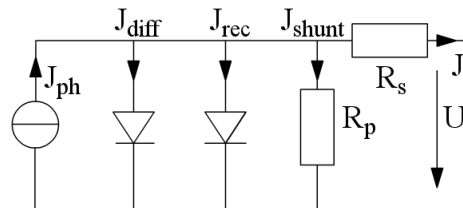


Abbildung 1.13. – Ersatzschaltbild einer Solarzelle nach dem Zwei-Dioden-Modell.

2. Makroskopische Analyse der Defektstruktur

2.1. Einführung

Die in dieser Arbeit behandelten Defektstrukturen unterliegen einem sogenannten Multiskalenproblem. Makroskopisch beobachtbare Effekte haben ihre Ursachen auf atomarer Ebene. So ist die Generation und Multiplikation von Versetzungen sowie deren Wechselwirkungen mit Verunreinigungen und anderen Kristalldefekten nur auf mikroskopisch bis mesoskopischen Skalen zu beobachten. Durch die Multiplikation von Versetzungen kann die Versetzungsdichte (gemessen in $[\text{cm}^{-2}]$) einige Größenordnungen aufspannen, sodass die Defektstruktur starke Auswirkungen auch auf makroskopischer Skala hat. Um dieser Problematik zu begegnen ist es notwendig, die Strukturen mit unterschiedlichem Betrachtungsabstand zu untersuchen.

Dieses Kapitel beschäftigt sich mit der makroskopischen Analyse der Versetzungsstruktur in multikristallinen Forschungsblöcken (vgl. Abschn. 1.3). Hierbei soll die generelle Charakteristik der Versetzungsstruktur, deren räumliche Verteilung im multikristallinen Block und deren Wechselwirkung mit dem Korngefüge phänomenologisch beschrieben werden.

Für die Untersuchungen wurden hauptsächlich bereits vorhandene, automatisierte Messmittel und Datenquellen (u.A. mit Hilfe neuer Auswertemethoden) genutzt, welche die Information über einen ganzen Siliciumblock liefern. Ergänzt wurden diese mit der Bestimmung von Kornorientierungen an ausgewählten Waffern, sowie der optischen Mikroskopie (OM) von Ätzstrukturen, welche auch in Skalen von wenigen Mikrometern vordringt. Das verwendete Material soll dabei typisch sein und in seinen Eigenschaften dem Produktionsmaterial möglichst entsprechen.

2.2. Probenpräparation

Untersuchungsgegenstand waren Proben von Wafer und Solarzellen, welche aus den G5-Forschungsblöcken gefertigt wurden (vgl. Abschnitt 1.3). Aus jedem der Blöcke wurden ein bis drei zentrale Säulen entnommen, Boden und Kappe entfernt und mit einer *Slurry*-Drahtsäge zu Wafern verarbeitet. Jeder Wafer enthielt die Information über die Reihenfolge der Wafer von Blockboden zur Blockkappe. Daraus lässt sich die Höhe des Wafers in der Säule berechnen, wenn die Dicke der Bodenscheiben bekannt war, diese betrug je nach Prozess ca. 1-2 cm.

Für Analysen in Abhängigkeit von der Blockhöhe (bzw. Säulenhöhe) wurde pro Säule jeder zweite Wafer entnommen, texturiert und in die Solarzellenproduktion gegeben. Diese beinhaltete die Prozessschritte Phosphorgettern, Diffusion der Emitterschicht, Aufbringung der Antireflexschicht, Rückseitenpassivierung und Einbrennen der Silberkontakte. Die zweite Hälfte der Wafer wurde als *as-cut* Wafer archiviert. Der Höhensprung zwischen zwei Wafern beträgt etwa 0,3 mm. Es wurde davon ausgegangen, dass sich die Defekteigenschaften zwischen mehreren benachbarten Wafern nicht signifikant verändern, sodass Korrelationen zwischen verschiedenen Messungen an benachbarten Wafern hergestellt werden können.

Es wurden im Wesentlichen Messeinrichtungen genutzt, welche primär der Produktionsüberwachung dienen. Diese arbeiten weitestgehend automatisch und erfassen große Stichmengen. Der einzelnen Messung sind dabei enge zeitliche und technische Grenzen gesetzt, was in der Regel zu Lasten der Messgenauigkeit geht. Kleinere Probenmengen wurden zusätzlich in manuellen Messeinrichtungen charakterisiert.

2.3. Analysemethoden

2.3.1. Kornstrukturaufnahmen

Nach dem Drahtsägeprozess wird von jedem Wafer im nahen Infrarot (NIR) mittels einer Zeilenkamera ein Durchlicht-Bild erzeugt, welches das Korngefüge sichtbar macht. Aus diesen 8-bit Graustufenbildern mit einer Auflösung von

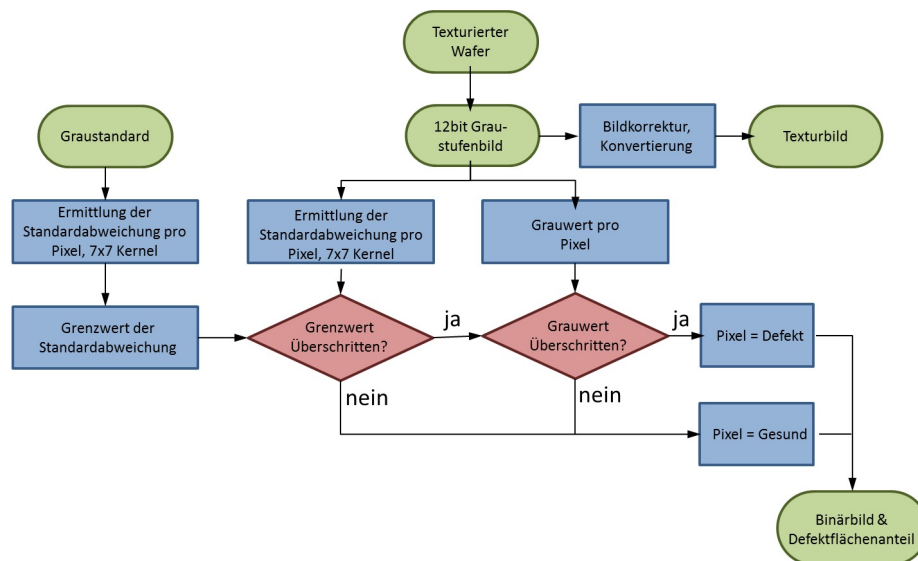


Abbildung 2.1. – Schema der Bildprozessierung zur Gewinnung des Defektflächenanteils.

1024 × 1024 Pixel wird in Abhängigkeit von der Blockhöhe mit einer dafür entwickelten Software die Kornanzahl bestimmt und über die Blockhöhe aufgetragen.

2.3.2. Texturbilder

Die Wafer gehen vor dem Zellprozess in ein Ätzbad aus einer H₂O-HNO₃-HF-Lösung, um eine Textur zu erhalten. Die Texturierung soll eine Aufrauhung der Waferoberfläche bewirken und später den Lichteinfall verbessern. Wenn Versetzungen die Waferoberfläche schneiden, ist an diesen Stellen der Ätzangriff stärker. Um diesen Effekt zu nutzen werden die Wafer nach der Texturierung in optischem Licht fotografiert (Abb. 2.2 a). Dabei treten Bereiche mit genügend hoher Defektdichte als dunkle Bereiche hervor.

Die Bilddateien werden mit Hilfe eines Auswertalgorithmus prozessiert, welcher in Abbildung 2.1 schematisch dargestellt ist. Für jedes Pixel wird mit einem Graustandard die Standardabweichung zu den umgebenen Pixeln ermittelt, welche für die Kamera charakteristisch ist. Auch für jedes Pixel des Texturbildes wird auf diese Weise die Standardabweichung berechnet. Ein Pixel im Texturbild wird als *defekt* definiert, wenn die Standardabweichung des Pixels (xy) des Texturbildes größer ist als diejenige des Pixels (xy) im Graustandard. Ein weite-

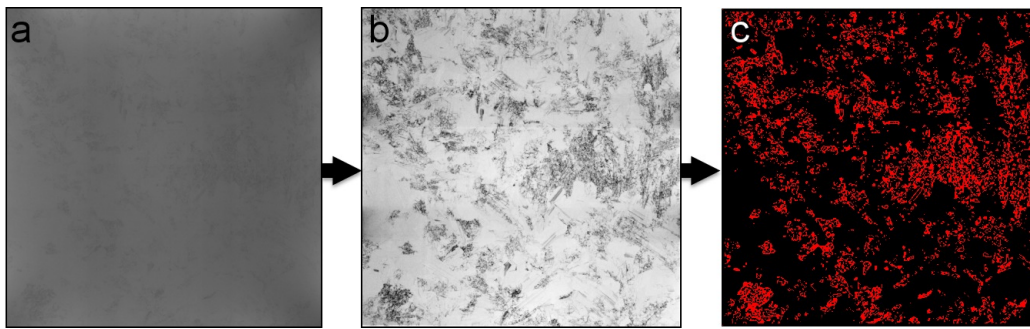


Abbildung 2.2. – Aus dem Originalbild der Textur (a) wird ein Texturbild (b) und ein Binärbild (c) erzeugt. Letzteres enthält die Information über den Defektflächenanteil (DFA), welcher über die Blockhöhe aufgetragen wird.

res Kriterium ist die Unterschreitung eines bestimmten Grauwerts. Wenn eines der Kriterien nicht zutrifft ist das Pixel nominell *defektfrei*. Diese Unterscheidung wird mit jedem Pixel des Texturbildes durchgeführt und es entsteht ein Binärbild (Abb. 2.2 c), woraus sich das Verhältnis zwischen *defektbehafteten* und *defektfreien* Pixeln errechnen lässt. Dieses Verhältnis wird im Folgenden Defektflächenanteil (DFA) genannt.

Nach einer Anhebung des Kontrastes und der Konvertierung in ein 8-bit Graustufenbild, kann ein Texturbild als *.jpeg-Datei abgelegt und mit einem Bildbetrachtungsprogramm geöffnet werden (Abb. 2.2 b). In diesem Bild haben Bereiche hoher Versetzungsdichte einen dunkleren Kontrast, womit deren Verteilung auf den Wafer qualitativ erfassbar ist.

Die so erzeugten Texturbilder haben eine Auflösung von 1800×1800 Pixel. Mit einer Wafergröße von $156 \times 156 \text{ mm}^2$ entspricht ein Pixel $86,7 \times 86,7 \mu\text{m}^2$. Gemessen wird jeder sechster bis zehnter Wafer einer Säule, wobei der Höhengsprung zwischen zwei benachbarten Bildern 1,8 bis 3 mm entspricht. Der aus jedem Bild berechnete DFA wird über die Blockhöhe aufgetragen, wenn die Höheninformation gegeben ist.

2.3.3. Defektstrukturbild

Die Bildinformationen aus den oben genannten Kornstruktur- und Texturbildern lassen sich überlagern, wenn diese vom selben Wafer stammen (Abb. 2.3). Damit erhält man die Information über die Lage der Korngrenzen in Korrelation zur

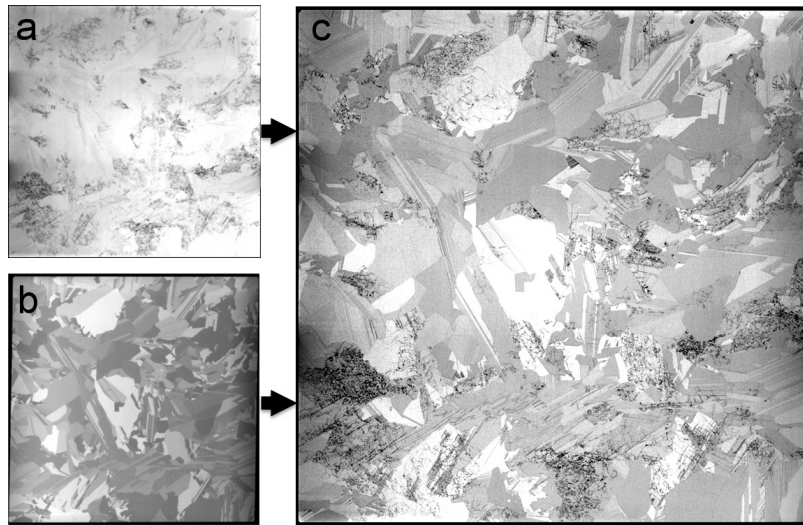


Abbildung 2.3. – Erzeugung eines Defektstrukturbildes (c) aus einem Texturbild (a) und einem Kornstrukturbild (b) desselben Wafers.

Verteilung der Bereiche mit hoher Versetzungsdichte. Die Überlagerung erfolgt in drei Schritten:

1. Skalierung des Kornstrukturbildes auf die Größe des Texturbildes.
2. Überlagerung von Kornstruktur- und Texturbild, sodass der neue Grauwert je Pixel der gemittelte Grauwert aus den ursprünglichen Grauwerten ist.
3. Optimierung des Histogramms, sodass alle Grauwerte von 0 bis 255 im Bild belegt sind.

2.3.4. Orientierungsmessung

Kornorientierung parallel zur Wachstumsrichtung

Die Wafer werden durch einen Sägeschnitt erzeugt, welcher in erster Näherung senkrecht zur Wachstumsrichtung liegt. Die Körner auf den Wafern haben demnach Oberflächennormalen parallel zur Wachstumsrichtung. Die Orientierung dieser Oberflächennormalen eines Kornes wird mit Röntgenbeugung in Bragg-Brentano-Geometrie bestimmt (Abb. 2.4). Als Röntgenquelle dient eine Cu-Röntgenröhre mit Monochromator (Cu- $k\alpha$ -Strahlung). Der Primärstrahl trifft im

Winkel θ auf die Probe und wird gebeugt sobald die Bedingung $n\lambda = 2d \sin \theta$ erfüllt ist (λ : Wellenlänge Primärstrahl, d : Netzebenenabstand, θ : Einfallswinkel Primärstrahl und Ausfallwinkel gebeugter Strahl, n : Ordnung der Beugung). Pro Messung wird der Wafer einmal um den Winkel φ rotiert. Die gebeugten Strahlen werden mit einem Flächendetektor aufgenommen. Als Kornorientierung wird diejenige Orientierung definiert, welche den kleinsten Winkel χ zur Flächennormale des Wafers einnimmt (vgl. Abb. 2.4).

Mit dieser Methode lässt sich pro Korn lediglich die Orientierung der Flächennormalen bestimmen. Die laterale Orientierung bleibt unbekannt. Es wird vereinfachend davon ausgegangen, dass die so bestimmte Orientierung der Flächennormalen eines Kornes gleich der Orientierung der Wachstumsrichtung desselben Kornes ist.

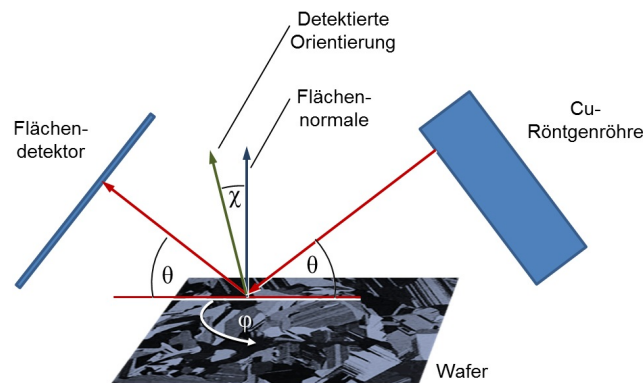


Abbildung 2.4. – Schematischer Aufbau der Orientierungsmessung.

Laue-Scanner

Mit dem Laue-Scanner des Fraunhofer Technologiezentrums für Halbleitermaterialien (THM) in Freiberg lässt sich die Kristallorientierung aller Körner auf einem Wafer bestimmen. Für dieses Verfahren eignen sich nur *as-cut* Wafer mit den Standardmaßen $156 \times 156 \times 0,2 \text{ mm}^3$.

In einem ersten Messschritt wird mit einer CCD-Kamera der Wafer aufgenommen. Dabei wird der Wafer abwechselnd unter verschiedenen Lichtquellen mit unterschiedlichem Einfallswinkel beleuchtet. Daraus ermittelt eine Software die

Lage der Körner und Korngrenzen und bestimmt für jedes Korn eine Koordinate innerhalb der Korngrenzen als Messpunkt für den Laue-Scanner.

Die Laue-Messung erfolgt in der Rückstrahl-Geometrie mit dem kontinuierlichen Spektrum einer W-Röntgenröhre. Der Wafer wird auf einem automatisch verfahrbaren Tisch befestigt. Anschließend wird in jedem Korn an dem vorher bestimmten Messpunkt eine Laue-Messung durchgeführt. Das Laue-Muster wird mit einem Flächendetektor aufgenommen und mit einer Software automatisch analysiert. So kann der gesamte Wafer in ca. 2-4 Stunden automatisch vermessen und für jedes Korn mit einer Fläche $> 4 \text{ mm}^2$ die Orientierung bestimmt werden (Abb. 2.22).

2.3.5. Bestimmung der Ätzgrubendichte

Zur genauen Quantifizierung der Versetzungsdichte in den Siliciumproben kann die Ätzgrubendichte (*Etch Pits Density*, EPD) bestimmt werden. Dazu werden ganze Wafer nach einer Politurätze mit einer defektselektiven Ätzlösung behandelt. Diese besteht aus einer Wright-Jenkins-Ätzlösung aus HF, HNO₃, CrO₃, Cu(NO₃)₂ · 3H₂O, CH₃COOH und H₂O [66]. Die Ätzlösung erzeugt an jedem Versetzungs-Durchstoßpunkt unabhängig von der Kristallorientierung eine Ätzgrube mit einer Größe von ca. 3 bis 7 μm .

Die so behandelten Wafer werden auf einen verfahrbaren Probenstisch befestigt und mit flach einfallendem Licht beleuchtet. Die Waferoberfläche wird mit einer CCD-Kamera aufgenommen, wobei immer eine Fläche von $1 \times 1 \text{ mm}^2$ beobachtet wird. Durch die seitliche Beleuchtung treten die Ätzgruben im Bild als helle Punkte hervor. Ein angeschlossener PC analysiert das Bild mit einer speziell dafür entwickelten Software und errechnet auf der Anzahl der detektierten Ätzgruben die Ätzgrubendichte in $[\text{cm}^{-2}]$. Der Wafer wird automatisch in 1 mm-Schritten abgerastert, bis die ganze Waferfläche analysiert wurde. Das Ergebnis ist eine Karte der Ätzgrubendichte mit einer Auflösung von $1 \times 1 \text{ mm}^2$.

Eine weitere Möglichkeit ist die manuelle Untersuchung der defektgeätzten Wafer an einem optischen Auflichtmikroskop (OM). Die Bilder werden mit einer CCD-Kamera erfasst und gespeichert. Mit der Bildverarbeitungssoftware *ImageJ* [1] kann im Bild die Anzahl der Ätzgruben bestimmt werden. Dafür wird das Aus-

gangsbild optimiert, in ein Binärbild umgewandelt und die in *ImageJ* verfügbare Funktion *analyze Particles* verwendet.

2.3.6. Photolumineszenz

Photolumineszenzaufnahmen (PL) können von *as-cut* Materialien sowie Solarzellen erstellt werden. Das verwendete Messgerät war das LIS-R1 der Firma *BTImaging*. Die Proben werden bei Raumtemperatur mit Infrarotlicht mit einer Wellenlänge von 808 nm bestrahlt. Die Lichtquelle ist ein 75 W Laser, dessen Strahl mit einer Optik auf eine Fläche von $165 \times 165 \text{ mm}^2$ aufgeweitet wird. Das Infrarotlicht erzeugt in der Probe Elektron-Loch-Paare, die daraufhin wieder rekombinieren. Die strahlende Rekombination (Band-Band-Photolumineszenz, BB-PL) wird mit einem Si-Detektor aufgenommen und anschließend abgebildet. Stellen mit erhöhter Ladungsträgerrekombination haben in den PL-Abbildungen einen dunkleren Kontrast.

2.3.7. Flash Test

Zur Bestimmung des Wirkungsgrades einer Solarzelle wird diese einem sogenannten *flash*-Test unterzogen. Dabei wird die kontaktierte Zelle für wenige Millisekunden einem Blitzlicht ausgesetzt, welches von Intensität und Spektrum weitestgehend der Sonnenstrahlung entspricht. Die abgegebene Leistung beträgt dabei 1000 W/m^2 . Während der Beleuchtung wird die Strom-Spannung-Kennlinie aufgenommen, aus der sich der Wirkungsgrad η bestimmen lässt. Dieser ist als das Verhältnis zwischen eingetragener Lichtleistung P_L und abgegebener elektrischer Leistung P_E definiert: $\eta = P_E/P_L$.

2.4. Ergebnisse

2.4.1. Verifizierung der Texturbilder

Vergleich mit der Photolumineszenz

Auf den hier gewonnenen Texturbildern sind die Strukturen aus Ätzgruben erst dann sichtbar, wenn sie eine hinreichend hohe Dichte erreicht haben. Um die qualitative und quantitative Aussagekraft der Texturbilder zu prüfen, wurden diese mit PL-Aufnahmen bei Raumtemperatur verglichen. Abbildung 2.5 zeigt ein Texturbild eines Wafers (a) und eine PL-Aufnahme eines benachbarten Wafers (b), der zur Solarzelle prozessiert wurde. Die betrachtete Position ist auf beiden Wafern dieselbe.

Die räumliche Korrelation zwischen den Ätzstrukturen in (a) und der rekombinationsaktiven Gebiete in (b) ist in erster Näherung sehr gut. Bereiche mit hoher Ätzgrubendichte sind auch im PL-Bild als stark rekombinationsaktive Bereiche zu erkennen (gestrichelte Pfeile). Im PL-Bild sind darüber hinaus noch strichartige Defekte zu sehen, welche im Texturbild nicht erkennbar sind (durchgezogene Pfeile). Ein Vergleich mit einem Defektstrukturbild eines Nachbarwafers ergibt,

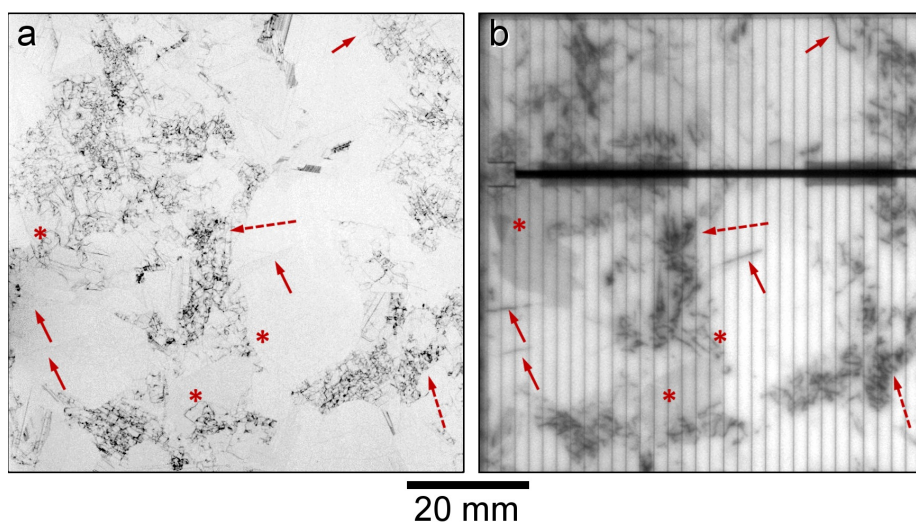


Abbildung 2.5. – a) Ausschnitt aus einem Texturbild. b) Derselbe Ausschnitt aus dem PL-Bild einer benachbarten Solarzelle. Die horizontalen und vertikalen Strukturen sind die Busbars und Finger.

dass dies kurze Strecken von Korngrenzen sind. Weiterhin finden sich im Texturbild Strukturen, die im PL-Bild keinen, bzw. nur geringen Kontrast aufweisen (*-Symbol).

Vergleich mit Ätzgrubendichte

Abbildung 2.6 zeigt eine Gegenüberstellung eines Texturbildes von einem kap-pennahen Wafer (a) mit der EPD-Messung an einem benachbarten Wafer (c). Aus dem Texturbild wurde mittels *ImageJ* ein Binärbild erzeugt, um die Berechnung des DFA nachzubilden (b). Im Texturbild (a) sind Bereiche mit hohen Kontrasten erkennbar (Markierungen L, F und D), welche über den Bildbearbeitungsprozess

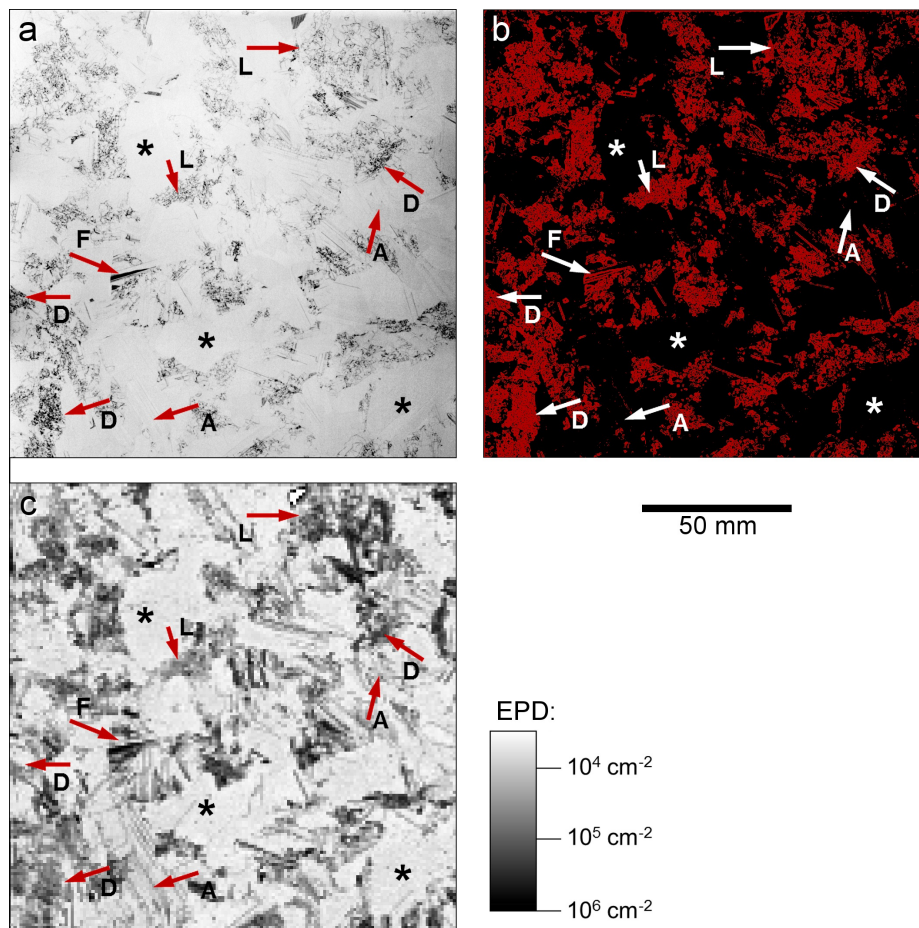


Abbildung 2.6. – Vergleich von Texturbild (a), daraus errechnetem Binärbild (b) und EPD-Karte (c) von drei benachbarten Wafers. Erläuterung der Markierungen im Text.

2. Makroskopische Analyse der Defektstruktur

Tabelle 2.1. – Gemittelte EPD aus den in Abb. 2.6 markierten Bereichen. Für die Definition von dichten und leichten Clustern s. Abschn. 2.4.2.

Markierung	Bemerkung	gemittelte EPD
L	Leichte Cluster	$9,4 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-2}$
D	Dichte Cluster	$1,9 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$
A	Kein Kontrast im Texturbild; Kontrast in EPD-Karte	$1,7 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-2}$
*	Kein Kontrast im Texturbild und EPD-Karte	$7,3 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-2}$

als *defektbehaftet* definiert werden (b, rote Pixel). Die gemittelten EPD-Werte der markierten Gebiete sind in Tabelle 2.1 gelistet.

Die Markierungen in Abb. 2.6 mit der Beschriftung *D* erscheinen sowohl im Textur-, als auch im Binärbild als dichte Gebiete mit einem hohen Kontrast. In der EPD-Karte (c) haben sie eine geringfügig höhere Versetzungsdichte als die mit *L* markierten Gebiete, welche im Textur- und Binärbild eher lichte Regionen mit weniger starken Kontrasten bilden (vgl. Tabelle 2.1). In Abschn. 4.3.1 (S. 102) wird gezeigt, dass die hier gemessene EPD-Differenz zwischen den Regionen *L* und *D* keine statistische Signifikanz besitzt.

Zwillingsgrenzen *F* sind im Texturbild flächige Gebilde mit hohem Kontrast. Im Binärbild werden lediglich deren Ränder abgebildet und dem DFA hinzugerechnet. Auf der EPD-Karte sind es stets Gebiete mit sehr hoher Versetzungsdichte um 10^6 cm^{-2} .

Die mit dem *-Symbol gekennzeichneten Gebiete haben im Texturbild keinen Kontrast und werden somit im Binärbild auch nicht erfasst. In der EPD-Karte haben diese nominell defektfreien Flächen eine Versetzungsdichte von ca. $4 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-2}$. Markierungen mit *A* zeigen auf Gebiete, welche im Textur- und Binärbild keinen Kontrast aufweisen und trotzdem nach der EPD-Karte Versetzungsdichten von ca. $1 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-2}$ bis maximal $2 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-2}$ beinhalten. Demnach erzeugen in den Texturaufnahmen nur Gebiete mit höherer Versetzungsdichte einen

Kontrast im Texturbild und werden durch die Bildanalyse als *defektbehaftet* definiert.

Korrelation des DFA mit dem Solarzellenwirkungsgrad

Aus den zentralen Säulen von 13 verschiedenen Blöcken wurden über die gesamte Blockhöhe Wafer entnommen und zu Solarzellen prozessiert. Dabei wurden die Parameter Blockhöhe h , DFA sowie Solarzellenwirkungsgrad η bestimmt, um diese miteinander zu korrelieren. Die Daten der Wafer können genutzt werden, wenn die Wafer an jeder Messstation wieder identifiziert worden sind. Dies garantiert, dass sowohl der errechnete DFA als auch der gemessene Wirkungsgrad zum richtigen Wafer zugeordnet werden. Weiterhin muss die Dicke der Bodenscheibe der Säule vermessen worden sein, um die Höheninformation berechnen zu können. Dies war bei den betrachteten Säulen der Fall.

In Abb. 2.7 sind am Beispiel einer Säule die Parameter DFA (blau) und Wirkungsgrad (rot) über die Blockhöhe aufgetragen. Der Wirkungsgrad wird von mehreren Faktoren beeinflusst, wie z.B. durch die Eindiffusion und Präzipitation von Verunreinigungen aus dem Tiegelmateriale oder andere Verunreinigungen, welche durch den Rohstoff eingetragen werden und sich zum Teil in der Anfangsphase der Kristallisation wieder abreichern (vgl. Abschn. 1.4.1 S. 16). Die gestrichelte Linie in Abb. 2.7 markiert das Maximum im Verlauf des Wirkungsgrades.

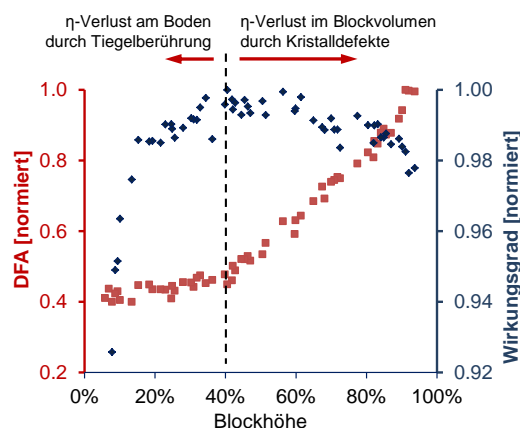


Abbildung 2.7. – DFA (blau) und des Wirkungsgrades (rot), jeweils normiert auf den Maximalwert, aufgetragen über die Blockhöhe.

2. Makroskopische Analyse der Defektstruktur

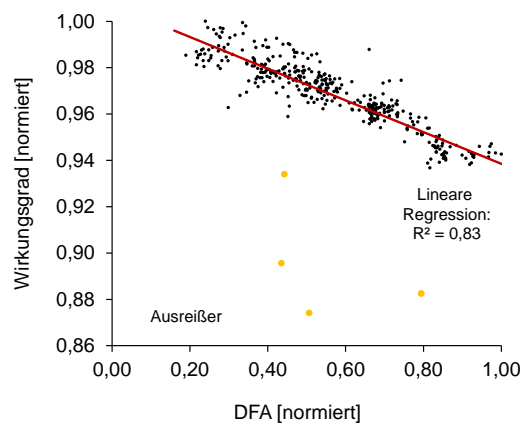


Abbildung 2.8. – Wirkungsgrade von 379 Solarzellen aufgetragen über ihren DFA (schwarz). Beide Parameter sind jeweils auf den Maximalwert normiert. Die gelben Datenpunkte sind Ausreißer, welche bei der linearen Regression (rot) ignoriert wurden.

Es ist anzunehmen, dass links von dieser Linie der Wirkungsgrad im Wesentlichen von Verunreinigungen aus dem Tiegel beeinflusst wird und rechts von der Linie hauptsächlich vom Versetzungsinhalt abhängig ist. Ab ca. 40 % Blockhöhe nimmt der Wirkungsgrad ab, während der DFA stetig ansteigt.

Zur Analyse des Einflusses der Versetzungen auf den Wirkungsgrad müssen deshalb die Daten aus den unteren 40 % der Säule aus der Betrachtung entfallen. Weiterhin wurden vier Datenpunkte nicht mit einbezogen, bei denen der Wirkungsgrad einer Zelle deutlich unterhalb der Wirkungsgrade der Nachbarzellen liegt (Ausreißer). Dies passiert beim Auftreten von Produktionsfehlern (z.B. durch Bruch). Zusammengenommen bleiben für die Analyse von den insgesamt 641 betrachteten Fällen 379 Fälle übrig.

Der Wirkungsgrad ist in Abb. 2.8 als Funktion des DFA gegeben. Die Verteilung der Daten lässt einen linearen Zusammenhang zwischen DFA und Wirkungsgrad vermuten. Zur Prüfung der Korrelation wurde eine lineare Regression mit der Methode der kleinsten Quadrate durchgeführt. Diese zeigt einen signifikanten Zusammenhang mit einem Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,83$, sodass die Varianz der Wirkungsgrade in den oberen 60 % eines Blockes zu ca. 83 % durch den DFA erklärt werden kann. Auf den Zusammenhang zwischen DFA und Wirkungsgrad wird in den Abschnitten 4.3.2 und 4.4.1 nochmals detailliert eingegangen.

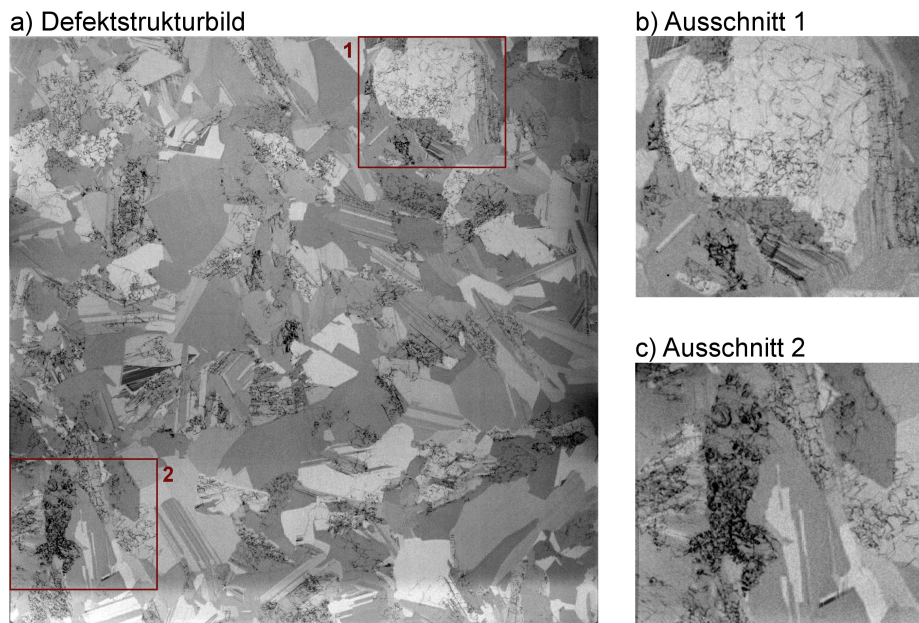


Abbildung 2.9. – a) Typisches Defektstrukturbild. b) Ausschnitt eines leichten Clusters, c) Ausschnitt eines dichten Clusters.

2.4.2. Klassifizierung der Defektgebiete

Ein typisches Defektstrukturbild ist in Abb. 2.9 gegeben. Die Gebiete mit hoher Versetzungsdichte sind auf der Waferoberfläche inhomogen verteilt und zusammenhängend. Im Folgenden wird daher bei solchen Gebieten von Versetzungsclustern gesprochen. Die sichtbaren Korngrenzen stellen in vielen Fällen eine Barriere für die Cluster dar (Abb. 2.9 c). In anderen Fällen erstrecken sich die Versetzungscluster über mehrere Körner, sodass die Korngrenzen auch überwunden werden können (Abb. 2.9 b und 2.12).

Wie in Abschn. 1.5.5 erläutert, wurde in der Literatur eine bimodale Verteilung der Versetzungsdichte beobachtet [149]. Anhand der Textur- und Defektstrukturbilder kann man jedoch drei charakteristische Gebiete unterscheiden: die defektarmen Regionen und zwei Arten von Versetzungsclustern. In Abb. 2.9 b befindet sich in dem zentralen hellen Korn ein Bereich mit einem niedrigen DFA. Dagegen weist das dunklere Korn in Abb. 2.9 c ein Cluster mit einem eher hohen DFA auf. Auf diese Weise können zwei Typen an Versetzungsclustern definiert werden. Im Folgenden wird der Typ mit einem niedrigen DFA *leichtes Cluster* und der Typ mit einem hohen DFA *dichtes Cluster* genannt.

2. Makroskopische Analyse der Defektstruktur

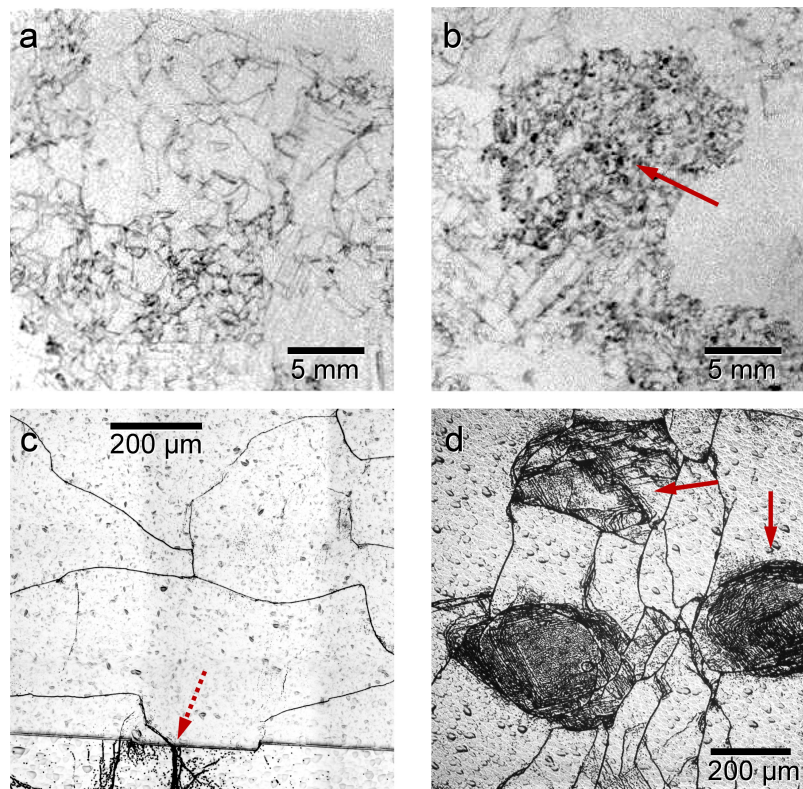


Abbildung 2.10. – Darstellung der unterschiedlichen Clustertypen im Texturbild (a und b) und als benachbarte, defektgeätzte Wafer im Auflichtmikroskop (c und d): leichtes Cluster: a und c; dichtes Cluster: b und d. Die durchgezogenen Pfeile markieren die Knötchen und der gestrichelte Pfeil eine Korngrenze an der sich Ätzgrübchen häufen.

Die beiden Clustertypen weisen unterschiedliche Defektstrukturen auf. In Abb. 2.10 sind Texturbildausschnitte eines Wafers über Mikroskopieaufnahmen dargestellt, welche an einem benachbarten, defektgeätzten Wafer durchgeführt wurden. Beim Vergleich dieser Abbildungen ist erkennbar, dass ein leichtes Cluster (a) hauptsächlich aus *Pile-ups* von Versetzungen besteht, welche im Texturbild als ein Netzwerk aus Linien wahrgenommen wird (c). Beim dichten Cluster (b) ist die Netzwerkstruktur aus *Pile-ups* engmaschiger. Zudem sind knötchenartige Strukturen erkennbar (durchgezogene Pfeile in b und c), welche lokal stark begrenzte Gebiete mit enormer Versetzungsdichte sind (d). Diese haben eine Größe von ca. 200 bis 300 μm. Bemerkenswert ist eine Stelle in Abb. 2.10 c an der zwei *Pile-ups* eine Korngrenze schneiden (gestrichelter Pfeil).

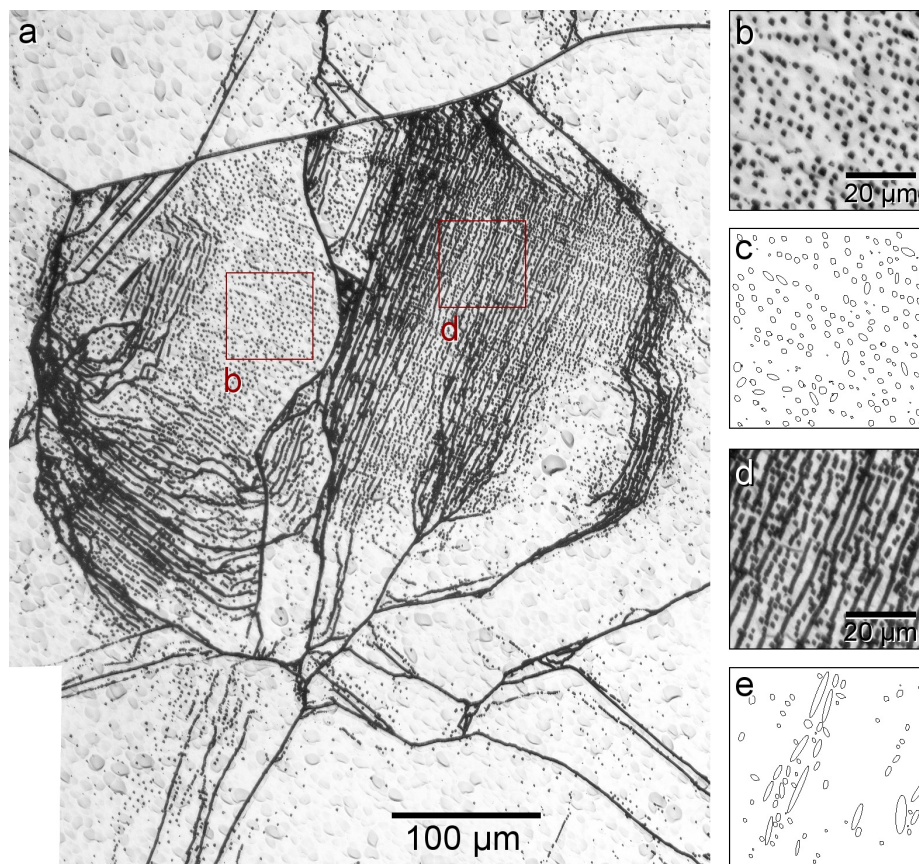


Abbildung 2.11. – Detail einer Mikroskopaufnahme einer Knötchenstruktur (a). Die Ausschnitte (b) und (d) wurden mit ImageJ hinsichtlich der Ätzgrubendichte ausgewertet (c und e).

Eine Knötchenstruktur ist in Abb. 2.11 (a) im Detail gegeben. Die Ausschnitte (b) und (d) sind nochmals vergrößert dargestellt, wobei augenscheinlich die Versetzungsdichte in Ausschnitt (b) kleiner ist, als diejenige in Ausschnitt (d). In (d) beginnen die Ätzgrübchen einander zu überlappen, sodass sie nicht mehr als einzelne Objekte wahrzunehmen sind. Nach einer Bildverarbeitung mit *ImageJ* werden die Ätzgruben als Partikel gezählt. Die von der Software detektierten Ätzgruben lassen sich als Ellipsen darstellen. Dies ist für Ausschnitt (b) in (c), bzw. für (d) in (e) demonstriert. Die berechnete Versetzungsdichte beträgt $6,6 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$ für Ausschnitt (b) und ist größer als diejenige in Ausschnitt (d): $1,5 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$. Dies ist widersprüchlich zur augenscheinlichen Beobachtung.

2. Makroskopische Analyse der Defektstruktur

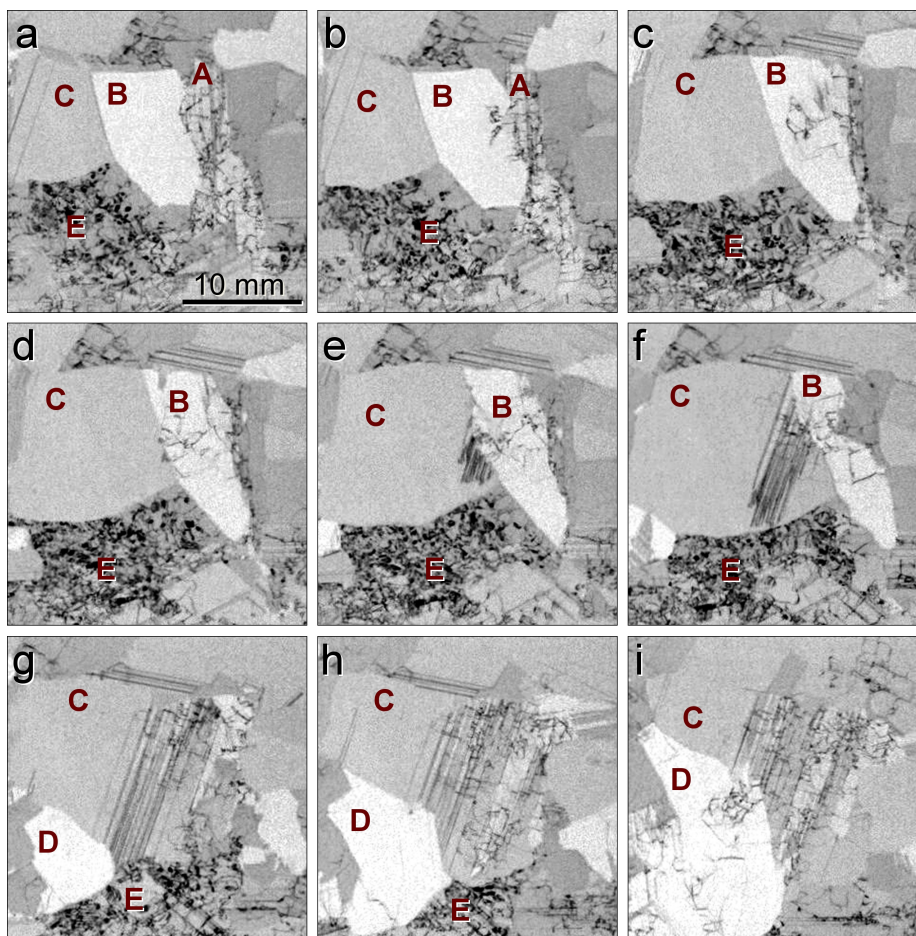


Abbildung 2.12. – Abfolge von Details aus Defektstrukturbildern. Der Maßstab gilt für alle Ausschnitte und der Höhengsprung zwischen den Bildern beträgt ca. 6 mm. Erläuterung siehe Text.

Sobald sich die Ätzgruben überlappen, können diese nicht mehr einzeln gezählt werden. Einige der *Pile-ups*, die in Ausschnitt (d) sichtbar sind, werden lediglich als ein einzelnes Partikel gezählt, oder aufgrund des Formfaktors gar nicht mehr erfasst. Außerhalb der Knötchenstruktur in Abb. 2.11 (a) befinden sich *Pile-ups* bei denen die Ätzgruben so dicht beieinander stehen und sich überlappen, dass sie wie eine geschlossene Linie erscheinen. Auch hier bleibt die Ätzgrubendichte unbekannt. Damit führt die Bestimmung der Ätzgrubendichte stets zu einer Unterschätzung der realen Versetzungsdichte.

Ein Detail aus einer Abfolge von Defektstrukturbildern in Abb. 2.12 a bis i zeigt die Entwicklung von Versetzungsclustern über die Blockhöhe. Im Ausgangszu-

stand (Abb. 2.12 a), bei etwa halber Blockhöhe, sind vier Körner markiert (A, B, C, E). In Korn A befindet sich ein leichtes Cluster, in Korn E ein dichtes Cluster und die Körner C und B sind frei von Versetzungsclustern. Das Versetzungscluster in Korn A bleibt innerhalb der Korngrenzen eingeschlossen, bis an einer Stelle in der Korngrenze auch in Korn B eine Versetzungscluster generiert wird (Abb. 2.12 b). Dieses breitet sich über die Blockhöhe weiter aus, bis die Grenze zu Korn C erreicht ist (d). Ab dieser Höhe dehnt sich auch in Korn C eine lamellenartige Defektstruktur aus, welche letztendlich die Grenze zu einem Korn D erreicht (e bis g). An dieser Stelle wird wiederum in Korn D ein Versetzungscluster generiert, welches sich über die Blockhöhe ausbreitet (h und i).

Parallel zu dem oben beschriebenen Prozess befindet sich bei Abb. 2.12 in Korn E ein dichtes Cluster direkt am Grenzbereich zu den Körnern B und C. Interessanterweise werden durch diese Cluster keine neuen Cluster in den Nachbarkörnern generiert. Hier bildet die Korngrenze eine Barriere für das dichte Cluster.

2.4.3. Ausbreitung der Versetzungscluster

Abb. 2.13 zeigt den DFA (normiert auf den Maximalwert) über die Blockhöhe für mehrere repräsentative Säulen. Der DFA nimmt stets über die Blockhöhe zu, sodass Wafer aus den oberen Blockbereichen stärker von Versetzungen betroffen sind, als solche aus den unteren Blockbereichen. Der Anstieg ist bis ca. 70% der Blockhöhe nahezu linear und kann in den oberen Säulenbereichen abnehmen oder gar negativ werden. Im Bodenbereich starten alle Säulen bereits mit einem DFA von 0,2 bis 0,3 (normiert). Für die Qualität der Forschungsblöcke ist daher der Anstieg des DFA entscheidend. Im kappennahen Bereich können versetzungsarme Säulen einen DFA von 0,5 erreichen (z.B. Abb. 2.13 d). Zwischen den verschiedenen Prozessen ist somit eine Variation von bis zu 50% möglich.

Die beiden in Abschn. 2.4.2 definierten Clustertypen haben eine unterschiedliche Charakteristik bzgl. ihrer Ausbreitung in Abhängigkeit von der Blockhöhe. Abb. 2.16 zeigt je eine Serie von Texturbildern von einem dichten Cluster (Serie 1, a bis f) und von einem leichten Cluster (Serie 2, g bis l). Die gesamte Höhendifferenz beider Serien beträgt etwa 50 mm. In Serie 1 entsteht ein dichtes Cluster, welches in den Ausschnitten von links unten nach rechts oben migriert. Das Cluster ist dabei links unten von einer Korngrenze scharf begrenzt (durchgezogen-

2. Makroskopische Analyse der Defektstruktur

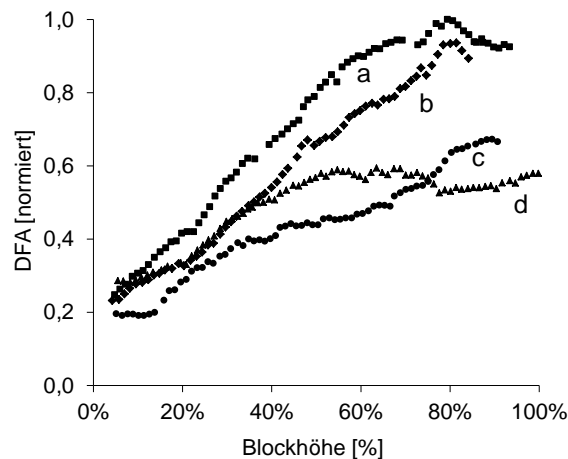


Abbildung 2.13. – Der DFA (normiert auf den Maximalwert) aufgetragen über die Blockhöhe für verschiedene Säulen (a-d).

gener Pfeil). Auffällig sind dabei Strukturen, welche ihre Form und Position über die Blockhöhe kaum verändern. Der gestrichelte Pfeil zeigt auf ein Bereich mit vielen Ätzgrübchen, die sich in ineinander verschlungenen Schlaufen (*Pile-ups*) angeordnet haben. Diese Struktur ist über eine Höhe von mehreren cm an derselben Stelle sichtbar und nimmt an Größe und Kontrast zu. Die Ausbreitung des Clusters erfolgt über die Bildung von in Schlaufen angeordneten *Pile-ups*, die mit steigender Blockhöhe in ihrem Inneren weitere, kleinere Schlaufen ausbilden. Dies geht mit der Entstehung dichter Knötchenstrukturen einher. Die flächige Ausbreitung der dichten Cluster (über die Blockhöhe) bleibt in der Regel auffällig begrenzt.

In Serie 2 (Abb. 2.16, g bis l) ist die Entwicklung eines typischen leichten Clusters aufgeführt. Dieser Clustertyp breitet sich stärker in seinem Querschnitt aus. Allerdings bleibt das Erscheinungsbild stets netzartig, es bilden sich kaum knötchenartige Strukturen. Der Kontrast im Texturbild solcher Cluster ist im Vergleich zu dem von dichten Clustern geringer. Innerhalb von leichten Clustern findet man keine Strukturen, welche über die Blockhöhe konstant bleiben.

Neben der Verbreiterung der Versetzungscluster ist ebenfalls deren Rückgang zu beobachten. Dies ist in Abb. 2.14 (a bis f) anhand des durchgezogenen Pfeils angedeutet. Ein weiteres Beispiel ist die Serie aus Defektstrukturbildern in Abb. 2.15 (a bis d). Der gesamte Höhenunterschied im Block beträgt ca. 90 mm. Ein

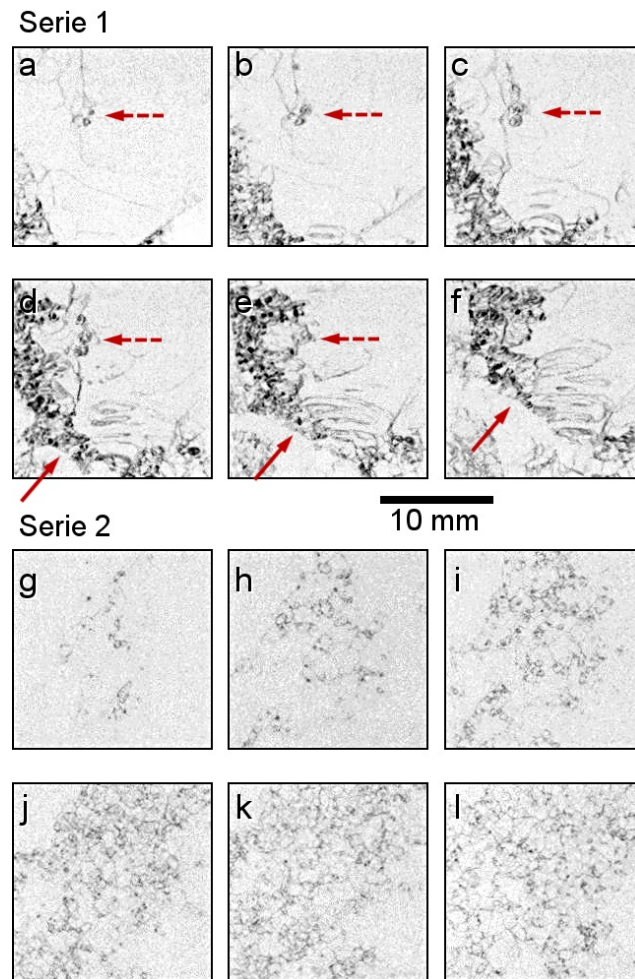


Abbildung 2.14. – Zwei Serien von Texturaufnahmen, welche je eine Entwicklung über eine Höhendifferenz von ca. 50 mm darstellen. Serie 1 (a bis f) zeigt die Entwicklung eines dichten Clusters und Serie 2 (g bis l) die eines leichten Clusters. Die gestrichelten Pfeile markieren eine Versetzungsstruktur, welche über die Blockhöhe nahezu konstant bleibt und die durchgezogenen Pfeile markieren eine migrierende Korngrenze.

Korn im Zentrum von (a) beinhaltet ein dichtes Cluster. Ab einem bestimmten Entwicklungsstand des Clusters beginnen defektärmere Nachbarkörner in das defektbehaftete Korn hineinzuwachsen (b bis d, die Pfeile markieren die Bewegungsrichtung der Korngrenzen). Eine EDP-Karte von der Situation in (d) ist anhand eines Nachbarwafers gemacht worden (e). Die gemessenen Versetzungsdichten betragen mindestens $5 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-2}$ und reichen bis $1 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$. Bemerkenswert ist, dass sich in den überwachsenen Körnern teilweise leichte Cluster befinden,

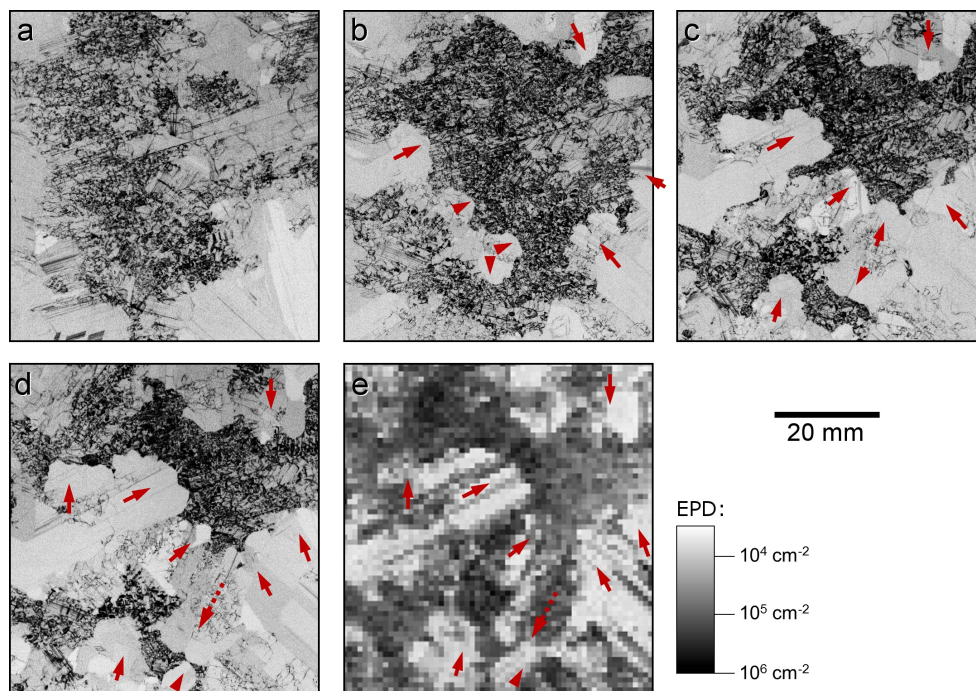


Abbildung 2.15. – Serie von Defektstrukturbildern aus einer Höhendifferenz von ca. 90 mm. Ein dichtes Cluster (a) wird von defektarmen Nachbarkörnern überwachsen (b bis d). e) EPD-Karte der Situation in (d) von einem Nachbarwafer.

welche in der EPD-Karte eine ähnlich hohe Versetzungsdichte aufweisen, wie sie innerhalb des dichten Clusters vorkommt (z.B. im Gebiet um den gestrichelten Pfeil in Abb. 2.15, d und e). Das dichte Cluster ist im Endzustand (d) hauptsächlich von konkaven Korngrenzen umrandet, deren Wölbungen ins Korninnere zeigen.

Durch den beschriebenen Effekt neigen Körner mit hohem DFA dazu, im Laufe des Prozesses von Nachbarkörnern überwachsen zu werden. Damit verringert sich auch der DFA des gesamten Wafers, was sich auch in der Darstellung des DFA über die Blockhöhe widerspiegelt, wenn der Anstieg der Kurve in den oberen Blockregionen abnimmt oder negativ wird (Abb. 2.13).

2.4.4. Clusterentstehung

Die Versetzungscluster starten als einzelne *Pile-ups* und haben in der Regel einen Startpunkt in der Säule (im Folgenden *Clusterkeim* genannt). Ausgehend von

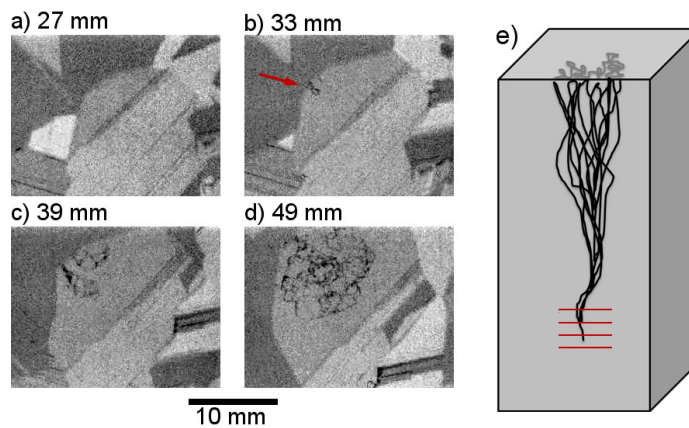


Abbildung 2.16. – Entstehung eines Versetzungsclusters. a) Ausschnitt aus dem multikristallinen Korngefüge ohne Versetzungscluster. b) Beginnende Clusterbildung (roter Pfeil) an einer Korngrenze. c und d) Das Versetzungscluster breitet sich über die Blockhöhe aus. e) Schematische Seitansicht der Clusterbildung.

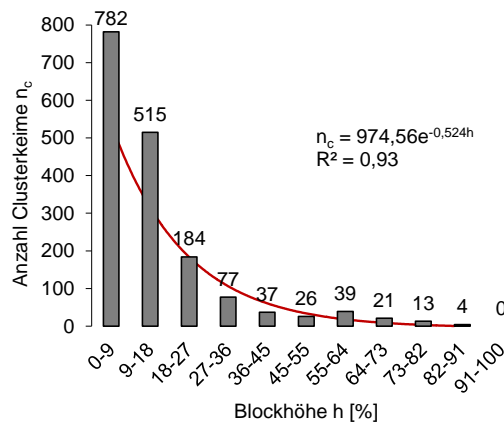


Abbildung 2.17. – Anzahl der Clusterkeime in 38 Säulen, aufgetragen über die Blockhöhe. Die rote Kurve ist eine exponentielle Regression.

diesem Punkt breiten sie sich in der Fläche zur Kappe hin immer weiter aus. Die Ausschnitte in Abb. 2.16 (a bis d) zeigen Details von vier Defektstrukturbildern aus unterschiedlichen Höhen einer Säule an derselben Stelle. Der gesamte Höhengsprung zwischen den Bildern beträgt 20 mm. Im ersten Bild (a) ist neben den Korngrenzen noch keine Defektstruktur erkennbar. In Bild (b) ist der erste Kontrast einer Versetzungsstruktur an einer Korngrenze zu sehen (Pfeil). Dieses Cluster breitet sich schließlich über die Blockhöhe aus (c und d). Die Situation ist in Abb. 2.16 (e) als Vertikalschnitt (parallel zur Wachstumsrichtung) skizziert und die roten Linien markieren in etwa die Lage der einzelnen Ausschnitte.

2. Makroskopische Analyse der Defektstruktur

Tabelle 2.2. – Bewertungsmatrix für die Charakterisierung der Clusterkeime.

Eigenschaft	Optionen	Erläuterung
Struktur	<ul style="list-style-type: none">• Knötchenartig• Netzartig	Beschreibt, ob der Clusterkeim initial als netzartige Struktur generiert wird, oder ob bereits Knötchenstrukturen zu erkennen sind
Clustertyp	<ul style="list-style-type: none">• Leichtes Cluster• Dichtes Cluster• Überwachsung• Keine Ausbreitung	Beschreibt, ob sich das Versetzungscluster über die Höhe zu einem leichten, oder dichten Cluster entwickelt. Wird das Cluster von einem Nachbarkorn überwachsen, gibt es darüber keine Information. Auch breiten sich manche Cluster nicht mehr weiter aus.
Bildungsort	<ul style="list-style-type: none">• Korngrenze• Tripelpunkt• Kornfläche	Beschreibt, ob der Clusterkeim an einer Korngrenze zwischen zwei Körnern, einem Tripelpunkt zwischen drei Körnern oder innerhalb der Kornfläche entsteht.

Um das Auftreten der Clusterkeime besser zu verstehen, wurden anhand der, mit der Information über die Blockhöhe verknüpften, Texturbilder von 38 Säulen die Clusterkeimpunkte markiert. Dabei wurden ca. 2850 Bilder ausgewertet. Die Versetzungscluster im oberen Blockbereich wurden mit den Texturbildern nach unten hin verfolgt, bis der Kontrast des jeweiligen Clusters verschwunden ist. Die Stelle im untersten Bild, welches den Kontrast des Clusters zeigt, wurde als Clusterkeim definiert (wie in Abb. 2.16 b mit Pfeil markiert). Das Auftreten der Clusterkeime ist im Histogramm in Abb. 2.17 über die Blockhöhe aufgetragen. Über 70% der Cluster werden in den untersten 30% der Säule generiert. Über die Höhe nimmt die Wahrscheinlichkeit für eine Clusterneubildung exponentiell ab (Abb. 2.17).

Für 16 Säulen wurden die Markierungen der Clusterkeime in die Defektstrukturbilder übertragen, um deren Korrelation mit dem Korngefüge zu untersuchen. Die Bewertung der Clusterkeime erfolgte nach der Bewertungsmatrix in Tabelle 2.2. Für die Bewertung wurden in den 16 Säulen insgesamt 515 Clusterkeime identifiziert und charakterisiert.

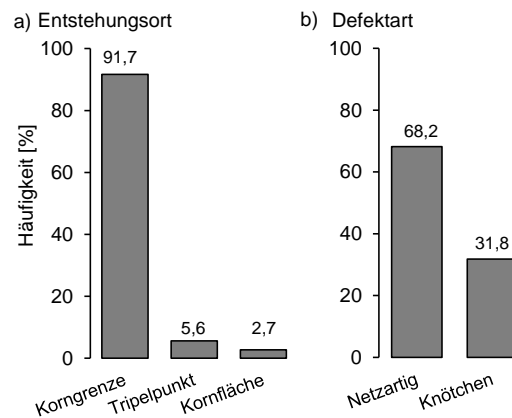


Abbildung 2.18. – a) Häufigkeitsverteilung des Entstehungsortes. b) Häufigkeitsverteilung der Defektart.

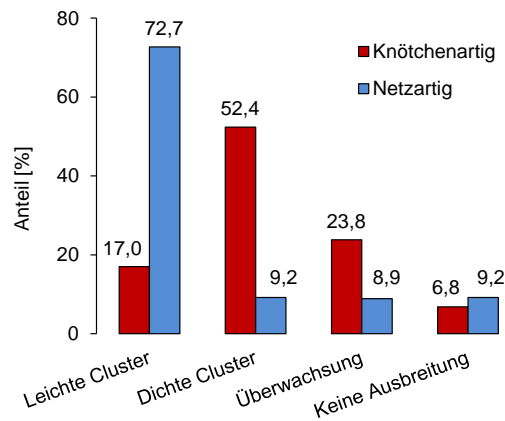


Abbildung 2.19. – Beobachtung der Entwicklung der Versetzungscluster über die Blockhöhe in Abhängigkeit von der initialen Struktur (knötchenartig oder netzartig).

Die Charakterisierung der Clusterkeime in Abhängigkeit von der Blockhöhe nach Tabelle 2.2 ergab einen signifikanten Zusammenhang zwischen der räumlichen Verteilung der Clusterkeime und der Korngrenzen (Abb. 2.18 a). Es ergab sich keine signifikante Häufung an Tripelpunkten. Damit stehen ca. 97% der Clusterkeime mit Korngrenzen in Verbindung. Wenn ein Cluster generiert wird, ist es wahrscheinlicher, dass dieses keine knötchenartigen Strukturen aufweist (Abb. 2.18 b).

Abb. 2.19 zeigt die Abhängigkeit der initialen Struktur (knötchenartig oder netzartig) vom späteren Clustertyp. Folgende Aussagen können getroffen werden:

2. Makroskopische Analyse der Defektstruktur

- Versetzungscluster vergrößern in der Regel ihren Querschnitt nach dem sie generiert worden sind.
- Beim Auftreten einer knötchenartigen Struktur ist die Wahrscheinlichkeit höher, dass dichte Cluster gebildet werden. Im Allgemeinen kann das Vorhandensein von knötchenartigen Strukturen als ein charakteristisches Merkmal dichter Cluster angesehen werden.
- Es gibt einen Hinweis, dass Cluster mit knötchenartigen Strukturen dazu neigen, nach der Entstehung gleich überwachsen zu werden.

2.4.5. Orientierungsabhängigkeit der Versetzungsgeneration

Mit Röntgenbeugung (s. Abschn. 2.3.4 S. 34) wurde von 11 kappennahen Waffern die Orientierung von insgesamt 165 Körnern mit dichten und leichten Versetzungsclustern gemessen. Die Ergebnisse der Messungen sind in Abb. 2.20 zusammengefasst. Die Häufigkeitsverteilung der Kornorientierung der leichten Cluster (blau) zeigt eine Häufung der $\langle 311 \rangle$ -, $\langle 211 \rangle$ -, $\langle 111 \rangle$ - und $\langle 331 \rangle$ -Orientierungen. Die Häufigkeitsverteilung der dichten Cluster (rot) ergibt eine Häufung der $\langle 110 \rangle$ -, $\langle 331 \rangle$ - und $\langle 531 \rangle$ -Orientierungen. Auffällig ist, dass die $\langle 110 \rangle$ -Orientierung bei leichten Clustern kaum vorhanden ist. Dagegen kommt die $\langle 331 \rangle$ -Orientierung bei beiden Clustertypen häufiger vor. Unauffällig bzgl. der Clusterentwicklung verhalten sich Körner mit den Orientierungen $\langle 100 \rangle$ und $\langle 511 \rangle$. Diese kommen bei beiden Clustertypen selten vor.

Weitere Orientierungsmessungen wurden an Gefügekonstellationen vorgenommen, in denen Körner mit Versetzungsclustern von den Nachbarkörnern überwachsen wurden (vgl. Abb. 2.15 d). Dasjenige Korn, welches im Prozess überwachsen wird, ist ein *schwindendes* Korn und dasjenige, welches die Fläche des schwindenden Kornes einnimmt, ist das *einwachsende* Korn (vgl. Abb. 2.15, rote Pfeile). Hierbei wurden 71 Orientierungsmessungen vorgenommen. Dies ergab oftmals eine Orientierung des *schwindenden* Kornes und mehrere Orientierungen von *einwachsenden* Nachbarkörnern, da ein Korn mehrere Nachbarn haben kann, z.B:

Schwindend: $\langle 110 \rangle$; *Einwachsend:* $\langle 531 \rangle$ und $\langle 221 \rangle$.

Daher wurden die Angaben für die folgende Analyse vervollständigt, sodass aus dem gerade genannten Beispiel zwei Orientierungs-Paare entstehen:

1. *Schwindend*: $\langle 110 \rangle$; *Einwachsend*: $\langle 531 \rangle$
2. *Schwindend*: $\langle 110 \rangle$; *Einwachsend*: $\langle 221 \rangle$.

Analog dazu wurden 19 weitere Ergänzungen vorgenommen und damit 45 Orientierungspaare erzeugt, mit je einem *schwindenden* Korn und einem *einwachsenden* Nachbarkorn. Diese wurde in Abb. 2.21 aufgetragen. Die Häufigkeit der einzelnen Verpaarungen ist durch die Größe der Datenpunkte wiedergegeben.

Für eine genaue statistische Auswertung gehen zu wenige Messungen in die Analyse ein und die Vervollständigung verzerrt die Häufigkeiten. Nichtsdestotrotz ist auffällig, dass $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 331 \rangle$ - Orientierungen häufiger auf der Seite der schwindenden Körner zu finden sind, während $\langle 111 \rangle$ -, $\langle 211 \rangle$ - und $\langle 311 \rangle$ - Orientierungen eher dazu neigen, zu den einwachsenden Nachbarkörnern zu zählen. $\langle 111 \rangle$ - $\langle 211 \rangle$ - und $\langle 511 \rangle$ -Orientierungen sind in diesen Messungen auf der Seite der schwindenden Körner gar nicht zu finden.

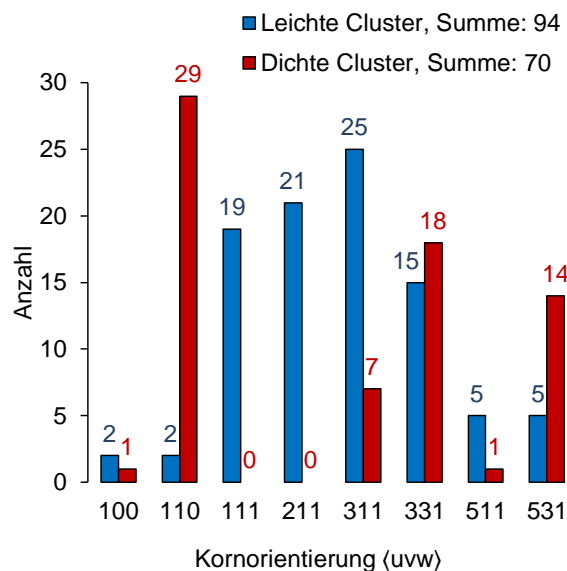


Abbildung 2.20. – Häufigkeitsverteilung für die Messungen der Kornorientierung von leichten (blau) und dichten Clustern (rot).

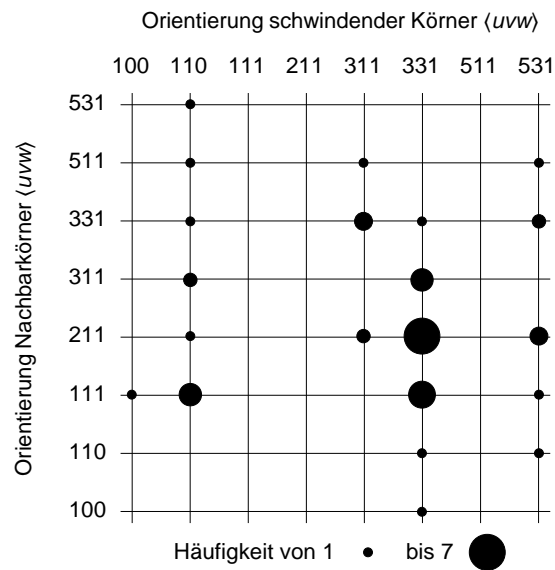


Abbildung 2.21. – Auftragung von 45 Orientierungspaaren mit je einem Versetzungscluster-behafteten schwindenden Korn und einem einwachsenden Nachbarkorn. Die Größe der Datenpunkte entspricht der Häufigkeit. Erläuterung siehe Text.

2.4.6. Orientierungsmessung am gesamten Wafer

Zur Bestimmung der absoluten Häufigkeit der Kornorientierungen wurden vier Wafer aus unterschiedlichen Höhen einer typischen Säule mit dem Laue-Scanner untersucht. Eine Orientierungskarte des obersten Wafers ist in Abb. 2.22 gegeben. Das Defektstrukturbild eines benachbarten Wafers befindet sich in Abb. 2.9. Die Ausschnitte (1) und (2) in Abb. 2.9 sind an gleicher Position in Abb. 2.22 markiert. Das leichte Cluster in Ausschnitt (1) gehört zu einem $\langle 111 \rangle$ -orientierten Korn und das dichte Cluster in Ausschnitt (2) zu einem Korn mit einer Orientierung nahe $\langle 110 \rangle$.

Für jeden Wafer wurde die Häufigkeit (in Prozentanteil Waferfläche) der einzelnen Kornorientierungen bestimmt. Das Ergebnis befindet sich im Anhang Tab. B.1 S. 137 und in Abb. 2.23. Für eine Vereinfachung wurden die Orientierungen, gemäß ihres Abstandes in der stereografischen Projektion, einer der drei Hauptorientierungen ($\langle 100 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ und $\langle 110 \rangle$) zugeordnet, sodass drei Gruppen entstehen (vgl. Abb. 2.23 b):

1. $\langle 100 \rangle$, $\langle 511 \rangle$ und $\langle 311 \rangle$

2. $\langle 111 \rangle$ und $\langle 211 \rangle$

3. $\langle 110 \rangle$, $\langle 331 \rangle$ und $\langle 531 \rangle$

Während der Kristallisation stieg der Anteil der Orientierungen in der 1. Gruppe an, während der Anteil an Orientierungen aus der 3. Gruppe abnahm. Orientierungen aus der 2. Gruppe blieben in ihrer Häufigkeit eher konstant (Abb. 2.23 a).

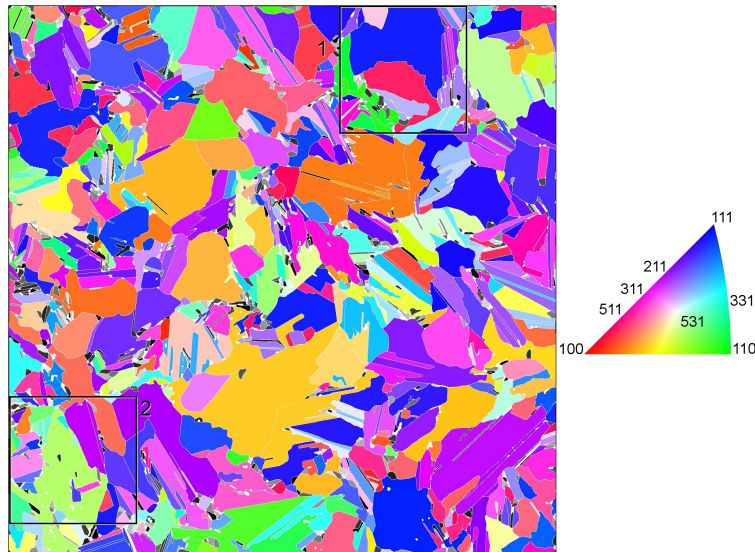


Abbildung 2.22. – Ergebnis der Orientierungsmessung mit dem Laue-Scanner. Die Kornorientierungen sind farblich kodiert. Alle schwarz markierten Körner konnten nicht vermessen werden. Die markierten Ausschnitte liegen an derselben Position wie in Abb. 2.9.

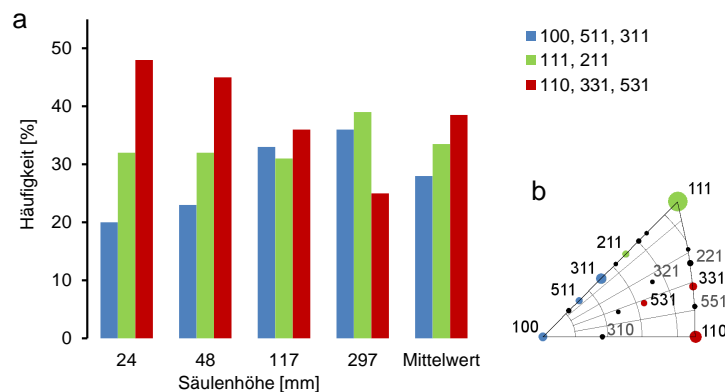


Abbildung 2.23. – a) Histogramm der Häufigkeiten der Kornorientierungen, zusammengefasst in drei Gruppen: (blau) $\langle 100 \rangle$ und $\langle 511 \rangle$, (grün) $\langle 111 \rangle$, $\langle 211 \rangle$ und $\langle 311 \rangle$ sowie (rot) $\langle 110 \rangle$, $\langle 331 \rangle$ und $\langle 531 \rangle$. b) Ausschnitt der stereografischen Projektion.

2.5. Diskussion

2.5.1. Bewertung der Textur- und EPD-Information

Der Vergleich zwischen Texturbild und PL-Aufnahme (Abb. 2.5) verdeutlicht, dass ein großer Anteil, der bei Raumtemperatur rekombinationsaktiven Bereiche einer Solarzelle, schon anhand der Wafertextur detektierbar ist. Die räumlich inhomogen verteilten Strukturen sind in beiden Abbildungsmethoden erkennbar und korrelieren gut miteinander. In beiden Abbildungsmethoden treten lediglich die *Pile-ups* auf, welche sowohl eine elektrische, als auch strukturelle Störung darstellen. Wie anhand Abb. 2.11 S. 45 gezeigt wurde, sind genau diese Strukturen hinsichtlich der Versetzungsdichte nicht mit dem EPD-Verfahren quantifizierbar. Ein detaillierter Vergleich von PL-Aufnahme und Texturbild zeigt, dass nicht alle *Pile-ups* innerhalb eines Clusters rekombinationsaktiv sind. Für eine hinreichende Rekombinationsaktivität muss es demnach noch zusätzliche Bedingungen geben (s. Abschn. 4.4 S. 116).

Die Versetzungsdichte muss gemäß den EPD-Ergebnissen einen Betrag von ca. 10^4 cm^{-2} überschreiten, um auf dem Texturbild als Störung aufzutreten. Dann wird die entsprechende Stelle des Wafers dem DFA zugeordnet. Die Abhängigkeit des Solarzellenwirkungsgrades vom DFA ist statistisch signifikant. Demnach erklärt der DFA ca. 83 % der Varianz des Wirkungsgrades, von Solarzellen aus den oberen 60 % eines Si-Blockes.

Der Zusammenhang zwischen DFA und der Ätzgrubendichte (Abb. 2.6) ist statistisch nicht eindeutig (s. auch Abschn. 4.3.1 S. 102). Gesichert ist, dass Versetzungsdichten unterhalb 10^4 cm^{-2} zu keinem Kontrast im Texturbild führen. Allerdings kann mit der EPD-Methode die Zahl der Versetzungen in den *Pile-ups* nicht bestimmt werden, sodass es stets zu einer Unterschätzung der Versetzungsdichte kommt (s. Abschn. 2.4.2), wenn *Pile-ups* vorhanden sind. Höhere Versetzungsdichten als 10^6 cm^{-2} können mit der EPD-Methode nicht beobachtet werden. Weiterhin muss davon ausgegangen werden, dass bei der Zählung der Ätzgruben auch andere Objekte einen Leuchtpunkt erzeugen (z.B. andere Ätzschäden, Staubpartikel oder Korngrenzen), sodass auch bei Gebieten mit geringen Versetzungsdichten unterhalb von $1,5 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-2}$ eine Überschätzung stattfindet. Damit verliert die EPD-Karte ihre quantitative Aussagekraft.

Daher ist für die Beurteilung der Waferqualität die Kenntnis über die Versetzungsdichte (z.B. gemittelt über die Waferfläche) weniger bedeutsam, als der Betrag des DFA, wie er hier aus den Texturbildern gewonnen wird. Somit ist der DFA ein wichtiger Indikator für die Waferqualität und erlaubt eine Vorhersage der Zelleffizienz und eine Beurteilung des Kristallisationsprozesses hinsichtlich des Versetzungshaushaltes.

2.5.2. Beschreibung der Versetzungsstruktur

Die hier beobachtete Versetzungsstruktur im mc-Si ist vergleichbar mit den Beschreibungen aus der Literatur (vgl. Abschn. 1.5.5 S. 23). Es bilden sich zusammenhängende Gebiete mit hohen Versetzungsdichten deutlich über 10^4 cm^{-2} . Daneben gibt es Gebiete mit geringerer Versetzungsdichte. Die Versetzungscluster sind entlang der Wachstumsrichtung elongiert und unterscheiden sich hinsichtlich der Versetzungsdichte und des Ausbreitungsverhaltens über die Blockhöhe deutlich in zwei Typen: den leichten und den dichten Clustern.

Beide Clustertypen bestehen aus einem Netzwerk aus *Pile-ups*, wobei in den dichten Clustern die *Pile-ups* näher beieinander stehen. Neben den *Pile-ups* sind vereinzelte Versetzungen zu erkennen (Abb. 2.11 a). Zudem sind knötchenartige Strukturen charakteristisch für dichte Cluster. Dies sind räumlich begrenzte Gebiete (ca. $200 \mu\text{m}$) mit sehr hoher Versetzungsdichte. Innerhalb der Knötchenstrukturen können die Versetzungen auch eine homogene Verteilung bilden (Abb. 2.11 b), welche bei wachsender Versetzungsdichte in eine Anordnung von mehreren, dicht gedrängten *Pile-ups* (Abb. 2.11 d) übergeht.

Die Existenz einer bimodalen Verteilung der Versetzungsdichte ist bereits in [149] erläutert. Wahrscheinlich betrifft dies aber nur die Unterscheidung zwischen den defektarmen Gebieten und den Versetzungsclustern im Allgemeinen. Aus den hier gemachten Beobachtungen lassen sich anhand der EPD und der Defektstruktur drei Gebiete unterscheiden: defektarme Gebiete, leichte Cluster und dichte Cluster (zur Schätzung der Versetzungsdichte s. Abschn. 5.4 und Abb. 5.4 S. 131).

2.5.3. Bildungsbedingungen für Versetzungscluster

Die beobachteten *Pile-ups* von Versetzungen sind ein 2D-Anschnitt von Versetzungswänden (auch Kleinwinkelkorngrenzen oder Subkorngrenzen genannt) (s. Abschn. 1.5.5 S. 23). Jede Versetzung erzeugt in der Kristallstruktur ein ausgedehntes, elastisches Spannungsfeld. Damit können mehrere Versetzungen im Kristall miteinander wechselwirken und bezüglich dieser Spannungsfelder einen energetisch günstigen Zustand anstreben. Wenn weitere Versetzungen in die Nähe der Wände migrieren, wirkt auf diese entweder eine attraktive oder eine repulsive Kraft, welche die Versetzung in die Wand hineinzieht, bzw. von der Wand wegstößt. Die sichtbaren *Pile-ups* sind demnach eine sekundär gebildete Struktur. Dieser Vorgang benötigt eine hohe Beweglichkeit der Versetzungen und Zeit. Aus dem Temperaturverlauf im Kristallisationsprozess (Abb. 1.2 S. 11) geht hervor, dass sich alle Volumenteile eines Si-Blockes während der Kristallisation mehrere Stunden in einem Temperaturbereich oberhalb von 1000 °C befinden. Dies ermöglicht es den Versetzungen, sich in eine energetisch günstige Struktur einzufinden. Dieser Vorgang der Netzbildung ist auch für andere Materialien bekannt [112].

Der mittlere Durchmesser der Subkörner (d.h. der mittlere Abstand zwischen den *Pile-ups*) innerhalb der Versetzungscluster liegt in der Größenordnung von etwa 1 mm für leichte Cluster und ca. 200 µm für dichte Cluster (vgl. Abb. 2.10). Nach [112] und Referenzen darin wurde für andere Materialien eine Beziehung zwischen dem Durchmesser d und der Schubspannung τ wie folgt gegeben: $d = C \cdot Gb/\tau$. Hierbei ist C ein dimensionsloser Parameter, sein Betrag liegt zwischen 10 und 80 und b ist der Betrag des Burgers-Vektors. Daraus lässt sich die Schubspannung abschätzen, welche im Prozess zur Bildung der Versetzungscluster geführt haben muss. In Tabelle 2.3 sind die berechneten Schubspannungen für $C = 45$ unter unterschiedlichen Schubmoduln G aufgelistet (vgl. Tab. 1.1 S. 9). Die Schubspannungen für die beobachteten Zelldurchmesser betragen etwa 0,9 bis 3,5 MPa. Lokal erreichte Zelldurchmesser in der Größenordnung von 10 µm würden mit Schubspannungen τ um die 6 MPa assoziiert werden.

Wird von einer effektiven Schubspannung von $\tau_{eff}=1$ MPa ausgegangen, ergibt sich eine Abhängigkeit der Versetzungsgeschwindigkeit ν von der Temperatur wie in Abb. 2.24 dargestellt. Zur Berechnung der Versetzungsgeschwindigkeit

Tabelle 2.3. – Abschätzung der Schubspannung τ nach [112] für $C = 45$ und verschiedene Schubmoduln G und Zelldurchmesser d .

Zelldurchmesser d [μm]	Schubspannung τ [MPa]		
	$G_{max} = 80 \text{ GPa}$	$G_{min} = 51 \text{ GPa}$	$G_{konst} = 67 \text{ GPa}$
1000	1,4	0,9	1,2
600	1,7	1,1	1,4
400	2,3	1,5	1,9
100	3,5	2,2	2,9
10	6,9	4,4	5,8

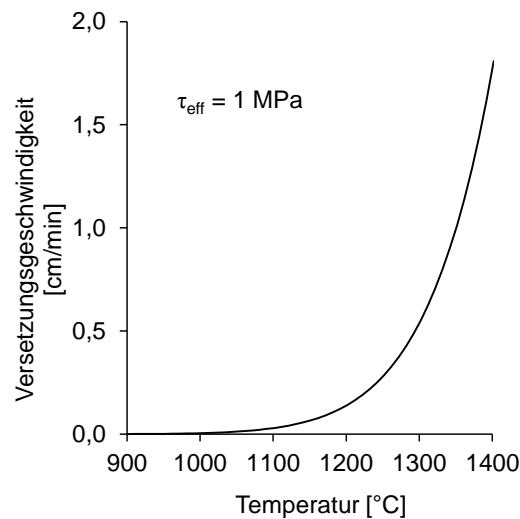


Abbildung 2.24. – Versetzungsgeschwindigkeit als Funktion der Temperatur bei einer effektiven Schubspannung von 1 MPa.

wurde Gleichung 1.5 herangezogen. Die Materialparameter stammen aus [152] ($\nu_0 = 4,3 \cdot 10^6 \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1}$; $m = 1,1$; $Q = 2,71 \text{ eV}$).

Nahe der Schmelztemperatur beträgt die Versetzungsgeschwindigkeit wenige cm pro Minute. Mit abnehmender Temperatur fällt auch ν exponentiell ab. Bei 900 °C werden Werte von weniger als ein μm pro Minute erreicht. Es ist demzufolge davon auszugehen, dass die netzartigen Strukturen sehr wahrscheinlich bei Temperaturen oberhalb von 900 °C entstehen.

2.5.4. Wechselwirkung mit Korngefüge

Der Ursprungsort der Versetzungscluster liegt zum Großteil an Korngrenzen (s. Abb. 2.18). Die genauen Ursachen für die stark ansteigende Versetzungsgeneration konnten allerdings nicht identifiziert werden. Denkbar sind z.B. Ausscheidungen oder rekonstruktionsbedingte Stufen (Facetten) in der Korngrenze. Bei Subkorngrenzen, welche aus Reihungen von Versetzungen bestehen, müssen keine Versetzungen neu generiert werden, sondern lediglich Multiplikationsmechanismen starten (vgl. Abschn. 1.5.3 S. 21).

Durch das Vorhandensein eines Versetzungsclusters können auch in einem Nachbarkorn weitere Versetzungscluster provoziert werden, wie es anhand Abb. 2.12 S. 46 gezeigt wurde. Aus derselben Abbildung geht auch hervor, dass Korngrenzen Barrieren für Versetzungscluster darstellen können. Wahrscheinlich ist für das Verhalten die Art der Korngrenze (Koinzidenzgrenze, Kleinwinkelkorngrenze oder Großwinkelkorngrenze s. Abschn. 1.4.2 S. 17) entscheidend. Es ist auch denkbar, dass nur ein Teil der Versetzungen, welche einem bestimmten Gleitsystem angehören, die Korngrenze überwinden können, wie es im Übergang des Versetzungsclusters von Korn B zu Korn C in Abb. 2.12 zu sehen ist.

Über bestehende Korrelationen zur Art der Korngrenzen können hier keine Aussagen getroffen werden. Mit Orientierungsmessungen zweier benachbarter Körner (z.B. mit dem Laue-Scanner) lässt sich zwar ein formaler Korngrenzentyp bestimmen, jedoch bleibt die Orientierung der Korngrenze zwischen den beiden Körnern unbekannt. Diese kann sich lokal zwischen zwei Körnern mehrmals ändern, z.B. durch eine gebogene oder facettierte Grenzfläche.

In [9] wurde anhand einer Modell-Kornstruktur demonstriert, dass die Körner abhängig von ihrer Kornorientierung und dem äußeren Spannungsfeld unterschiedlich viel Verformung aufnehmen. Der Betrag der Verformung ist auch im Korn ungleichmäßig verteilt und konzentriert sich vor allem an den Korngrenzen. Dies wurde auch experimentell anhand Messungen der Restspannung [7] oder der erfolgten Verformung [41] gezeigt. Welches Korn bei einer gegebenen Spannung τ mit der Bildung von Versetzung reagiert hängt von den anisotropen mechanischen Eigenschaften ab (s. Abschn. 1.2 S. 8). Dasjenige Korn, bei dem die obere Streckgrenze γ_{UYF} zuerst erreicht wird, beginnt mit der plastischen Verformung, d.h. mit der Generation von Versetzungen an Versetzungsquellen. Dies

macht die Entstehung von Versetzungen an Korngrenzen sowie deren inhomogene Verteilung plausibel.

Sobald ein Versetzungscluster entstanden ist, kann dort über Multiplikationsmechanismen die Versetzungsdichte stark erhöht werden. Die Fläche der Versetzungscluster nimmt dabei über die Blockhöhe annähernd linear zu (Abb. 2.13). Durch diesen Prozess relaxieren letztendlich die thermischen Spannungen während der Kristallisation, sodass mit steigender Anzahl an Versetzungsclustern die Wahrscheinlichkeit zur Bildung neuer Cluster mit steigender Blockhöhe exponentiell abnimmt (s. Abb. 2.17).

2.5.5. Versetzungsvermehrung im Kristallisationsprozess

Die Entwicklung des DFA über die Blockhöhe besitzt in der Regel einen linearen Anstieg der *defektbehafteten* Waferfläche (Abb. 2.13). Diese Beobachtung steht im Widerspruch zu den numerischen Simulationen nach dem Alexander-Haasen-Modell, welche keinen stetigen Anstieg der Versetzungsdichte über die Blockhöhe voraussagen [9, 30, 39, 53]. Die Verteilung der Versetzungsdichte ist in der Simulation homogen und symmetrisch bzgl. des angenommenen Temperaturfeldes - und damit auch bzgl. der Blockdimensionen. Sie spiegelt damit nicht die experimentellen Beobachtungen wieder, wonach die Verteilung der Versetzungen sehr inhomogen ist. Die maximal erreichbaren Versetzungsdichten betragen nach den numerischen Simulationen etwa $1 \cdot 10^4$ bis $1 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$. Die hier maximal bestimmte EPD beträgt etwa $1 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$ und liegt damit eine Größenordnung höher. Dabei muss beachtet werden, dass die Werte in der Realität durch die Unterschätzung der Versetzungsdichte noch größer sein können (vgl. Abb. 5.4 S. 131). Dies ist auf weitere Mechanismen zurückzuführen, welche die Versetzungsstruktur beeinflussen und im Alexander-Haasen-Modell nicht enthalten sind.

Während der Erstarrung sind die Beträge der thermischen Spannungen und der Temperaturen im Block ausreichend, um eine hohe Mobilität der Versetzungen zu gewährleisten (s. Abb. 2.24), sodass sich diese schneller als die Phasengrenze (ca. 1 cm/h) ausbreiten (s. Abschn. 2.5.3). Es ist also davon auszugehen, dass die Versetzungen im Prozess die Phasengrenze schneiden und sich mit dem Fortschritt der Phasengrenze entsprechend verlängern. Die an der Phasengrenze anliegende Versetzungsdichte wird damit zwangsläufig in das unmittelbar nächs-

te, kristallisierende Blockvolumen übertragen. Die beim Erstarren stetig auftretenden thermischen Spannungen müssen dann mit der Generation von zusätzlichen Versetzungen relaxiert werden. Somit wird die Versetzungsdichte über die Blockhöhe sukzessive weitervererbt und um einen weiteren Anteil an Versetzungen erhöht.

Einen deutlichen Hinweis auf diesen Vererbungsmechanismus liefern die Strukturen, welche über weite Höhendistanzen im Block beobachtet werden können (Abb. 2.14). Diese Versetzungsanordnungen sind parallel zur Wachstumsrichtung ausgerichtet und verbleiben über den Prozess an derselben Position. Dies ist möglich, wenn die Gleitebenen, auf denen sich die Versetzungen bewegen, ebenfalls parallel zur Wachstumsrichtung verlaufen, was z.B. bei $\langle 110 \rangle$ -orientierten Körnern der Fall ist (Näheres dazu in Abschn. 2.5.6 S. 65). Wenn die Gleitebenen geneigt zur Wachstumsrichtung verlaufen, sind die Versetzungen gezwungen, sich im Kristallisationsprozess lateral zur Phasengrenze zu bewegen (vgl. Abb. 2.25), nämlich mit dem Winkel, den die Gleitebene zur Phasengrenze einnimmt. Ist dieser Winkel null, bleiben die Versetzungsanordnungen über die Höhe nahezu konstant. Durch die stetige Generation von neuen Versetzungen können sich auf diese Weise lokal hohe Versetzungsdichten ergeben. Daher haben dichte Cluster eine höhere Versetzungsdichte und bleiben in ihrer Ausbreitung eher beschränkt, während leichte Cluster dazu neigen, ihren Querschnitt während des Prozesses zu erhöhen und eine eher geringere Versetzungsdichte zu beinhalten. Dichte Cluster sollten daher nur in Körnern vorkommen, bei denen die Gleitebenen parallel zur Wachstumsrichtung liegen.

Körner mit hoher Versetzungsdichte können im Prozess auch ihren Flächenanteil verringern, indem sie von benachbarten Körnern mit geringerer Versetzungsdichte überwachsen werden (Abb. 2.15). Die Ausbildung von Versetzungsclustern scheint demnach negative Auswirkungen auf das Wachstumsverhalten des jeweiligen Kornes zu haben. Dies erklärt auch die Beobachtung, dass Körner mit Orientierungen nahe $\langle 110 \rangle$ (welche dazu neigen, dichte Cluster zu bilden, s. Abschn. 2.5.6) im Prozess ihren Flächenanteil verringern, während sich Körner mit Orientierungen nahe $\langle 100 \rangle$ über die Blockhöhe ausbreiten (Abb. 2.23). Der Eintrag von Versetzungen und Subkorn Grenzen in ein Kristall erhöht den Betrag an Gibbs Energie G , sodass für das weitere Wachstum eine höhere Unterkühlung ΔT notwendig wird. Damit nimmt das betreffende Korn einen größeren Abstand zur

Schmelzisotheime ein, als benachbarte Körner. Letztere können dadurch ihren Querschnitt vergrößern.

2.5.6. Bedeutung der Kornorientierung

Die Messung der Kristallorientierung der Körner zeigt einen deutlichen Zusammenhang mit dem Typ eines Versetzungsclusters (s. Abb. 2.20). Körner mit Orientierungen um $\langle 110 \rangle$, $\langle \bar{1}10 \rangle$ und $\langle 531 \rangle$ bilden in der Regel dichte Cluster aus, während leichte Cluster eher in Körnern mit Orientierungen um $\langle 311 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ und $\langle 211 \rangle$ vorkommen. Körner mit $\langle 511 \rangle$ und $\langle 100 \rangle$ -Orientierung traten bei beiden Clustertypen selten auf. Daraus folgt, dass $\langle 511 \rangle$ und $\langle 100 \rangle$ -orientierte Körner im Allgemeinen eine geringere Neigung zur Bildung von Versetzungsclustern innehaben. Hierbei muss beachtet werden, dass die absolute Häufigkeit dieser Kornorientierungen mit ca. 20% gegenüber den anderen Orientierungsklassen geringer ist (s. Abb. 2.23).

Bzgl. des Schmidfaktors ergeben diese Beobachtungen keinen Zusammenhang zur tendenziellen Ausbildung von leichten oder dichten Clustern. Dabei ist es unerheblich, ob die thermische Spannung σ parallel oder senkrecht zur betrachteten Kornorientierung wirkt. Dies ist Tab. 2.4 dargestellt.

Tabelle 2.4. – Vergleich der Kornorientierung mit dem größtmöglichen Betrag des Schmidfaktors S bei σ parallel oder senkrecht zur Kornorientierung $\langle uvw \rangle$.

	Orientierung $\langle uvw \rangle$	Höchster S bei σ zur $\langle uvw \rangle$	Höchster S bei σ \perp zur $\langle uvw \rangle$
Keine Tendenz zur Clusterbildung	100	0,41	0,49
	511	0,45	0,45
Tendenz zur Bildung von leichten Clustern	111	0,27	0,41
	211	0,41	0,45
	311	0,45	0,49
Tendenz zur Bildung von dichten Clustern	110	0,41	0,45
	331	0,43	0,49
	531	0,49	0,49

Im Folgenden soll die Lage der Gleitebenen bezüglich der Wachstumsrichtung betrachtet werden. In Abb. 2.25 sind die Gleitebenen für jede Hauptorientierung

2. Makroskopische Analyse der Defektstruktur

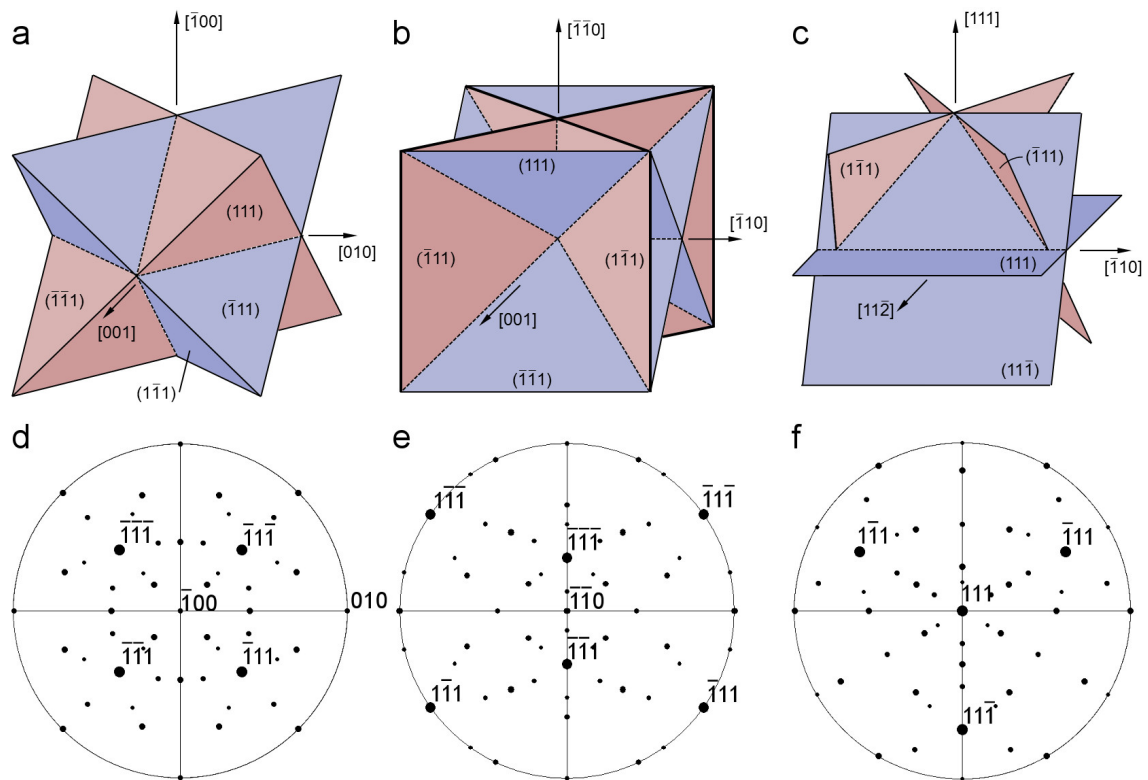


Abbildung 2.25. – Darstellung der Gleitebenen und ihrer Schnittgeraden (gestrichelt) für verschiedene Kornorientierungen (a-c) und die dazugehörigen stereografischen Projektionen (d-f). Die Wachstumsrichtung ist in a bis c stets nach oben gerichtet und in d bis f im Zentrum abgebildet.

(a: $\langle 100 \rangle$, b: $\langle 110 \rangle$, c: $\langle 111 \rangle$), zusammen mit den stereografischen Projektionen (d bis f) dargestellt.

Zur Veranschaulichung werden nun vier nicht-parallele Gleitebenen betrachtet, z.B. (111) , $(1\bar{1}\bar{1})$, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ und $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$. Diese haben je eine Ebenennormale n_{hkl} . Jede Kornorientierung u_{uvw} hat einen bestimmten Winkel ω zu jeder dieser Gleitebenen. Da die hier bestimmte Kornorientierung parallel zur Wachstumsrichtung verläuft (s. Abschn. 2.3.4 S. 34), ist ω auch der Winkel zwischen der jeweiligen Gleitebene und der Wachstumsrichtung. Aufgrund der Symmetrie innerhalb der Si-Struktur ist nur der Betrag dieses Winkels $|\omega|$ von Bedeutung, dieser ergibt sich in Gradmaß wie folgt:

$$|\omega| = \left| \arcsin \left(\frac{\mathbf{u}_{uvw} \cdot \mathbf{n}_{hkl}}{|\mathbf{u}_{uvw}| \cdot |\mathbf{n}_{hkl}|} \right) \right| \cdot \frac{180^\circ}{\pi} \quad (2.1)$$

Die Beträge $|\omega|$ zwischen den (in der XRD messbaren) Kornorientierungen und den Gleitebenen sind in Tab. 2.5 gegeben. Die Kornorientierungen wurden bezgl. ihres Clustertyps klassifiziert, den sie tendenziell ausbilden. Ein besonderes Augenmerk soll jeweils auf die zwei kleinsten Beträge $|\omega|$ gelegt werden. Alle Kornorientierungen, welche tendenziell dichte Cluster bilden, besitzen zwei unabhängige Gleitebenen, die entlang der Wachstumsrichtung ausgerichtet sind, also kleine Beträge von $|\omega|$ aufweisen. Dies ist vor allem bei der $\langle 110 \rangle$ -Orientierung der Fall, bei der zwei Gleitebenen genau parallel zur Wachstumsrichtung liegen ($|\omega| = 0$). Orientierungen, die eher leichte Cluster bilden ($\langle 111 \rangle$, $\langle 211 \rangle$ und $\langle 311 \rangle$) haben je nur eine Gleitebene, welche entlang der Wachstumsrichtung angeordnet ist - oder, wie im Fall der $\langle 111 \rangle$ -Orientierung, drei Gleitebenen, die einen Winkel von $19,5^\circ$ zur Wachstumsrichtung einnehmen. Kornorientierungen, welche hinsichtlich der Clusterbildung gar nicht aufgefallen sind ($\langle 100 \rangle$ und $\langle 511 \rangle$), haben nur Gleitebenen mit einem größeren Neigungswinkel $|\omega|$ zur Wachstumsrichtung.

Anders ausgedrückt ist die Neigung zur Bildung von Versetzungsclustern in einem Korn, mit einer bestimmten Orientierung entlang der Wachstumsrichtung \mathbf{u}_{uvw} , umso größer, je größer der Winkel zwischen \mathbf{u}_{uvw} und der $\langle 100 \rangle$ -Orientierung ist (vgl. Abb. 2.23 b). Die Neigung zur Bildung von dichten Clustern ist umso größer, je geringer der Winkel zwischen \mathbf{u}_{uvw} und der $\langle 110 \rangle$ -Orientierung ist.

Die Entstehung von dichten oder leichten Clustern ist damit von der Lage der Gleitebenen abhängig. Sind die Gleitebenen parallel zur Wachstumsrichtung ausgerichtet, ist offenbar die Generation und Migration von Versetzungen begünstigt, sodass folglich dichte Cluster generiert werden. Eine Ursache für diese Beobachtung ist wahrscheinlich der Vererbungsmechanismus (vgl. Abschn. 2.5.5 S. 63). Liegen die Gleitebenen entlang der Wachstumsrichtung, haben die Versetzungslinien die Möglichkeit, sich senkrecht zur Phasengrenze aufzustellen. Ihre laterale Verschiebung über die Blockhöhe ist somit sehr gering. Das führt bei einer stetigen Versetzungsgeneration zu einer Aufkonzentration der Versetzungen auf ein kleines Volumen. Bei geneigten Gleitebenen hinsichtlich der Wachstumsrichtung

2. Makroskopische Analyse der Defektstruktur

Tabelle 2.5. – Auflistung der Winkel $|\omega|$ zwischen verschiedenen Kornorientierungen und vier nicht-parallele Gleitebenen (111), ($1\bar{1}1$), ($\bar{1}11$) und ($\bar{1}\bar{1}1$). Die Kornorientierungen wurden bzgl. ihres tendenziellen Clustertyps eingeteilt.

Tendenzieller Clustertyp	Korn-orientierung [uvw]	Winkel $ \omega $ [°] zu Gleitebene (hkl)			
		111	$1\bar{1}1$	$\bar{1}11$	$\bar{1}\bar{1}1$
Kein Cluster	100	35,3	35,3	35,3	35,3
	511	51,1	33,7	19,5	33,7
Leichte Cluster	111	90,0	19,5	19,5	19,5
	211	70,5	28,1	0,0	28,1
	311	60,5	31,5	10,0	31,5
Dichte Cluster	110	54,7	0,0	0,0	54,7
	331	68,0	7,6	7,6	41,5
	531	61,4	17,0	5,6	43,1

tung, nehmen die Versetzungslinien zwangsläufig einen bestimmten Winkel zur Phasengrenze ein. Damit ändern sie im Erstarrungsprozess ihre laterale Position und die Versetzungen können sich in einem größeren Volumen verteilen. Diese Argumentation setzt voraus, dass die Versetzungen im Prozess mit der Phasengrenze mitwachsen, worauf bisherigen Beobachtungen auch hindeuten (s. Abschn. 2.5.5).

Wenn zwei unabhängige Gleitebenen parallel zur Wachstumsrichtung ausgerichtet sind, ergibt sich daraus die besondere Möglichkeit, Lomer-Cottrell-Versetzungen zu generieren, welche ebenfalls parallel zur Wachstumsrichtung verlaufen. Diese sind immobil und können Hindernisse für andere Versetzungen darstellen und die Bildung von Multiplikationsmechanismen begünstigen.

2.6. Zusammenfassung

In diesem Kapitel wurde die Versetzungsstruktur von G5-Forschungsblöcken makroskopisch untersucht. Die Texturbilder beinhalten zusammen mit den Kornstrukturbildern die Information, um den Versetzungshaushalt für jeden Wafer zu quantifizieren und um die Versetzungsstruktur im gesamten Blockvolumen makroskopisch qualitativ zu beschreiben.

Ein Vererbungsmechanismus lässt die Versetzungsdichte während der Blockerstarrung ansteigen. Die Versetzungen bilden *Pile-ups* deren Versetzungsdichten sich mit Ätzgrubenzählungen nicht mehr quantifizieren lassen. Diese *Pile-ups* bilden wiederum ein Netzwerk, welches als Versetzungscluster bezeichnet wird. Diese *Pile-ups* haben ihren Ursprung zumeist an Korngrenzen und werden schon früh im Prozess gebildet. In der Regel vergrößern sie ihren Querschnitt über die Blockhöhe. Damit nimmt die betroffene Waferfläche nahezu linear mit der Blockhöhe zu. Wenn ein Korn eine hohe Versetzungsdichte erreicht hat benötigt es eine höhere Unterkühlung ΔT für das weitere Kristallwachstum. Dadurch kann es mit höherer Wahrscheinlichkeit von defektärmeren Nachbarkörnern überwachsen werden.

Anhand der Ausbildung der *Pile-up*-Netzwerke können die Cluster in dichte und leichte Cluster unterteilt werden. Die dichten Cluster haben ein Netzwerk aus eng zusammenstehenden *Pile-ups* und beinhalten ca. 200 μm große knötchenartige Strukturen mit sehr hoher Versetzungsdichte. Bei leichten Clustern ist der mittlere Abstand der *Pile-ups* größer. Entscheidend für die Art des Clusters ist die Lage der Gleitebenen bzgl. der Wachstumsrichtung. Orientierungsmessungen zeigen, dass die dichten Cluster hauptsächlich innerhalb von Körnern mit $\langle 110 \rangle$ -Orientierung gebildet werden. Solche Körner haben $\{111\}$ -Gleitebenen parallel zur Wachstumsrichtung, was die Versetzungsgeneration und -multiplikation begünstigt. Körner mit Orientierungen um $\langle 111 \rangle$ neigen eher dazu leichte Cluster zu bilden und nahe $\langle 100 \rangle$ -orientierte Körner neigen kaum zur Bildung von Versetzungsclustern.

3. Strukturelle Untersuchung von Versetzungsclustern

3.1. Einführung

In Kapitel 2 wurde beschrieben, dass die Gebiete hoher Versetzungsdichte (Versetzungskluster) hauptsächlich aus *Pile-up*-Netzwerken bestehen. In diesem Kapitel soll ein besseres Verständnis über den Ursprung und die strukturelle Natur solcher Anordnungen gewonnen werden. Dazu wurden die Methoden der Synchrotron Röntgentopographie (*White-Beam X-Ray Topography*, WB-XRT) und der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) genutzt. Untersuchungsgegenstand war Probenmaterial aus G5-Forschungsblöcken, die eine typische Defektstruktur aufweisen.

Sowohl bei der WB-XRT als auch bei der TEM wird der Umstand ausgenutzt, dass Versetzungen ein lokales elastisches Spannungsfeld aufbauen und dadurch im Kristall lokal die Braggsche Beugungsbedingung verändern. Die Verfahren unterscheiden sich allerdings erheblich in ihrem Betrachtungsabstand. Während bei der WB-XRT größere Flächen von einigen Quadratzentimetern abgerastert werden können, sind bei der TEM nur wenige Quadratmikrometer der Probe überhaupt durchlässig für den Elektronenstrahl. Dadurch haben beide Verfahren Vorteile und Einschränkungen bzgl. der Größe der aufzulösenden Strukturen und damit auch dem Betrag der beobachtbaren Versetzungsdichte. Bei der WB-XRT können größere Probenbereiche mit Dicken von mehreren hundert Mikrometer untersucht werden. Die beobachtbare Versetzungsdichte ist i.d.R. kleiner als 10^4 cm^{-2} . In der TEM liegt die zulässige Probendicke bei wenigen hundert Nanometern und nur ein kleines Probenvolumen kann untersucht werden. Dafür sind auch Versetzungsdichten deutlich über 10^6 cm^{-2} beobachtbar. Unterhalb 10^5 cm^{-2} ist es jedoch selten, im durchstrahlbaren Probenbereich überhaupt Versetzungen zu finden. Durch die Anwendung beider Verfahren sollen sich die Vorteile ergänzen, um Informationen über Probenbereiche mit sowohl niedriger, als auch hoher Versetzungsdichte zu gewinnen.

3.2. Analysemethoden

3.2.1. Synchrotron-Röntgentopographie

Die WB-XRT wurde am Topo-Tomo Strahlengang des Synchrotrons Ångströmquelle Karlsruhe (ANKA) am Karlsruher Institut für Technologie (KIT) durchgeführt [32, 120]. Das Synchrotron besteht aus einem 2,5 GeV Elektronenspeicherring mit einem Durchmesser von 103 m. Die Synchrotronstrahlung wird an einem 1,5 T Dipolmagnet erzeugt und besitzt ein kontinuierliches Spektrum mit Wellenlängen im Bereich von 0,02 bis 0,2 nm. Der Strahlengang bis zum Be-Fenster ist 26 m lang. Der Abstand zwischen dem Be-Fenster und der Probe beträgt etwa 70 cm. Der Röntgenstrahl hat eine sehr hohe Intensität bei geringer Divergenz und hoher Brillanz.

Abb. 3.1 stellt den Messaufbau schematisch dar. Wenn der Primärstrahl aus dem Be-Fenster austritt (1), geht er zunächst durch ein System aus Schlitzblenden (2), bevor er auf die Probe (5) trifft, welche auf einem zwei-Achsen Goniometertisch (6) befestigt ist. Damit sind Translationen in y- und z-Richtung sowie Rotationen um die y- und z-Achse möglich. Wenn der Primärstrahl die Probe trifft, kommt es zur Röntgenbeugung an den verschiedenen Netzebenen-scharen der Kristallstruktur (7). Die Beugungsreflexe bilden ein Laue-Muster und werden mit einem röntgensensitiven Film (Slavich VRP-M mit einer Korngröße von etwa $0,05\ \mu\text{m}$) in Durchstrahl- (4) oder Rückstrahlgeometrie (3) aufgenommen. Die Filmgröße betrug $102 \times 127\ \text{mm}^2$ und der Abstand zwischen Probe und Film variierte zwischen 80 und 95 mm. Die Primärstrahlgrößen waren

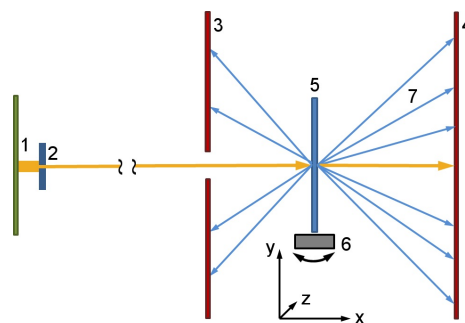


Abbildung 3.1. – Schematische Darstellung des WB-XRT-Messaufbaus.

3. Strukturelle Untersuchung von Versetzungsclustern

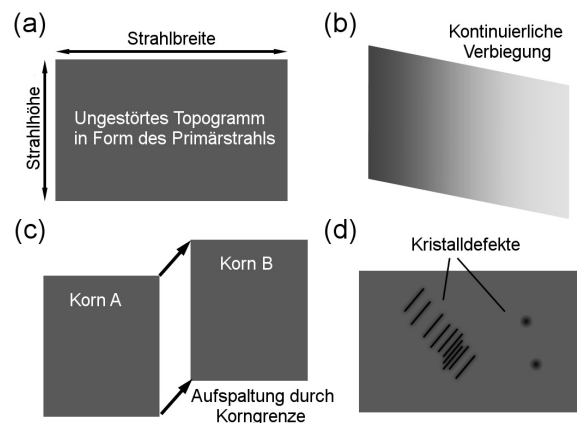


Abbildung 3.2. – Skizzen von verschiedenen Topogrammen. a) Reguläres Topogramm, wenn keine Störungen im Probenvolumen vorliegen. b) Verzerrtes Topogramm, wenn die Netzebenenschar im Kristall elastisch verspannt ist. c) Aufgespaltenes Topogramm, falls sich eine Korngrenze im Strahlengang befindet (Beugungskontrast). d) Kristalldefekte erzeugen durch ihre lokalen Spannungshöfe einen Kontrast im Topogramm.

$4 \times 4 \text{ mm}^2$, $8 \times 5 \text{ mm}^2$, und $7 \times 4 \text{ mm}^2$. Typische Belichtungszeiten reichten von 12 s in Durchstrahl-Geometrie und bis 160 s in Rückstrahl-Geometrie.

Die Röntgenstrahlen werden an den Netzebenen der Kristallstruktur gebeugt, wenn die Bragg-Bedingung $n\lambda = 2d \sin \theta$ erfüllt ist (vgl. Abschn. 2.3.4 S. 34). Jeder gebeugte Strahl erzeugt auf den Film ein Topogramm, welcher die Information aus jeweils einer Netzebenenschar des Probenvolumens enthält. Durch den nahezu parallelen Strahlengang gibt es keine Vergrößerung. Bei einer ungestörten Probe haben die Topogramme demnach die Größe und Form des Primärstrahls, wie er durch die Schlitzblenden eingestellt wird (s. Abb. 3.2 a). Ist die betreffende Netzebenenschar durch mechanische Spannungen verbogen, gibt es eine kontinuierlich wachsende Abweichung von der Bragg-Bedingung, sodass sich das Topogramm verzerrt (b). Befindet sich im Strahlengang eine Korngrenze, erzeugt jedes Korn ein eigenes Laue-Muster, sodass sich mehrere Laue-Muster auf dem Film überlappen. Bei sehr kleiner Abweichung zwischen den Kristallorientierungen beider Körner, kommt es zu einer Aufspaltung des Topogramms entlang der Korngrenze, welche als Beugungskontrast bezeichnet wird (c, Pfeile). Die Richtung der Aufspaltung wird durch die Lage der Rotationsachsen und die Richtung des Beugungsvektors bestimmt. Der Betrag der Aufspaltung ergibt sich aus dem Betrag des Rotationswinkels. Wenn sich im untersuchten Probenvolumen Kris-

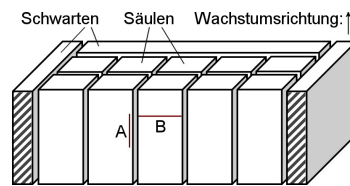


Abbildung 3.3. – Querschnitt durch einen zerlegten Siliciumblock. A: Probe parallel zur Wachstumsrichtung. B: Probe senkrecht zur Wachstumsrichtung.

taldefekte mit lokalen Spannungshöfen befinden, erzeugen diese einen zusätzlichen Kontrast im Topogramm (d).

Die Filme wurden für ein Übersichtsbild mit einem Scanner digitalisiert. Für die Indizierung der Röntgenreflexe (Topogramme) und zur Bestimmung der Kororientierungen wurden die Laue-Muster mit der Software *LauePT* simuliert [59]. Die einzelnen Topogramme wurden mit einem optischen Mikroskop (Leica DM) digitalisiert, welches mit einer CCD-Kamera ausgerüstet ist.

Probenpräparation

Als Probenmaterial dienten Si-Scheiben, welche parallel (Probe A) und senkrecht (Probe B) zur Wachstumsrichtung aus typischen Forschungsblöcken gesägt wurden (s. Abb. 3.3). Diese hatten die Abmaße von ca. $60 \times 70 \times 0,4 \text{ mm}^3$. Die Proben wurden im optischen Licht fotografiert und danach chemisch-mechanisch poliert, um eine glatte und defektfreie Oberfläche zu erhalten. Nach der Politur wurden von den Scheiben PL-Aufnahmen erstellt (vgl. Abschn. 2.3.6 S. 37).

3.2.2. Transmissionselektronenmikroskopie

Die TEM wurde am Jeol JEM 4000 FX des Max-Planck-Instituts für Mikrostrukturphysik (Halle) durchgeführt. Die Elektronenquelle war eine LaB_6 -Elektrode und die Beschleunigungsspannung betrug 200 keV. Die Proben wurden auf einer Halterung mit Kippmöglichkeit in zwei Richtungen befestigt. Die Bilder wurden auf einem fluoreszierenden Schirm projiziert, oder mit einem hochsensitiven, feinkörnigen Film aufgenommen. Die Filme wurden nach ihrer Entwicklung mit einem Durchlicht-Scanner digitalisiert.

Mit einem Ultraschall-Bohrer wurden aus einem kappenahen Wafer Proben-scheiben mit einem Durchmesser von 3 mm herauspräpariert. Die Scheiben wurden auf eine Dicke von ca. 80 μm geschliffen, einseitig poliert und auf der gegenüberliegenden Seite gedimpelt, bis die dünnste Stelle ca. 10 μm betrug. Danach wurden die Scheiben mit einem 3 keV Ar-Ionenstrahl (*Gatan Precision Ion Polishing System*, Model 691) weiter abgedünnt, bis in der Mitte ein Loch entstanden ist. In dessen unmittelbarer Umgebung ist die Probe wenige hundert Nanometer dick und damit für die TEM-Untersuchung geeignet.

3.3. Ergebnisse

3.3.1. Korngefüge und PL-Aufnahmen der WB-XRT-Proben

Die optischen Abbildungen der Proben sind neben den PL-Aufnahmen in Abb. 3.4 gegeben. Probe A, parallel zur Wachstumsrichtung, hat eine nahezu kolumnare Kornstruktur mit Korngrößen zwischen 5 und 12 μm (Abb. 3.4 a). Die Korngrenzen im Kornstrukturbild sind auch in der PL-Abbildung als dunklerer Kontrast sichtbar (Abb. 3.4 b). Zusätzlich zu den Korngrenzen ist im oberen Bereich der PL-Aufnahme ein Gebiet mit hoher Rekombinationsaktivität zu erkennen. Dies ist auf eine hohe Versetzungsdichte zurückzuführen. Die Kornstruktur der Probe B, senkrecht zur Wachstumsrichtung, ist etwas feinkörniger als diejenige in der Probe A (Abb. 3.4 c). Auch hier sind im PL-Bild neben den Korngrenzen auch Kontraste von Versetzungsclustern zu sehen (Abb. 3.4 d).

In Abb. 3.4 sind die Messpositionen für die WB-XRT als rote Rechtecke dargestellt. Diese wurden grundsätzlich so gewählt, dass sich gemäß dem Kornstrukturbild keine Korngrenzen im Strahlengang befinden. In Probe A wurde entlang der Wachstumsrichtung das Versetzungscluster abgescannt (Abb. 3.4, Positionen 82 bis 89). Zusätzliche Messpositionen wurden in Körner gelegt, welche nach dem PL-Bild keine Rekombinationsaktivität zeigen (Positionen 91 und 127). In Probe B, senkrecht zur Wachstumsrichtung, wurden zwei Positionen (115 und 116) so gewählt, dass sie in einem Korn gleicher Orientierung liegen. In Position 115 finden sich im PL keine rekombinationsaktiven Defekte, während in Position 116 ein Versetzungscluster angeschnitten wird.

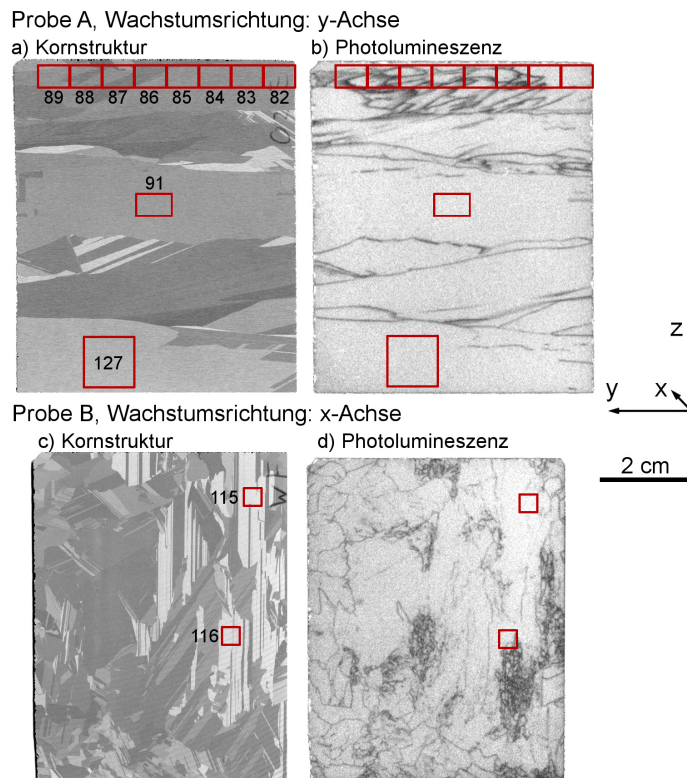


Abbildung 3.4. – Darstellung der Kornstrukturen (a und c) und PL-Aufnahmen (b und d) für die Proben A und B. Die Wachstumsrichtung der Probe A ist die y-Achse und diejenige der Probe B die x-Achse. Rot markiert sind die Messpositionen für die WB-XRT.

3.3.2. WB-XRT an Gebieten hoher Versetzungsdichte

Die WB-XRT Aufnahmen wurden an den Positionen 82 bis 89 (Probe A) sowohl in Durchstrahl- als auch Rückstrahl-Geometrie aufgenommen. In Abbildung 3.5 sind die Laue-Muster der Positionen 82 und 84 in Durchstrahl-Geometrie gegeben. Der Querschnitt des Primärstrahls betrug $8 \times 5 \text{ mm}^2$. Die Topogramme in Position 82 (Abb. 3.5 a) zeigen alle eine Aufspaltung, da sich im Probenvolumen eine Kleinwinkelkorngrenze befindet. Position 84 liegt bezüglich der Wachstumsrichtung über Position 82 und in den Topogrammen (Abb. 3.5 b) sind noch mehr Aufspaltungen und damit mehr Korngrenzen zu erkennen.

Die Aufspaltung der Topogramme erfolgt in einer bestimmten Richtung, wie sie in Abb. 3.5 b durch schwarze Pfeile dargestellt ist. Mit dem Programm *LauePT* wurde das Laue-Muster in Abb. 3.5 a simuliert und in Abb. 3.5 c durch schwarze

3. Strukturelle Untersuchung von Versetzungsclustern

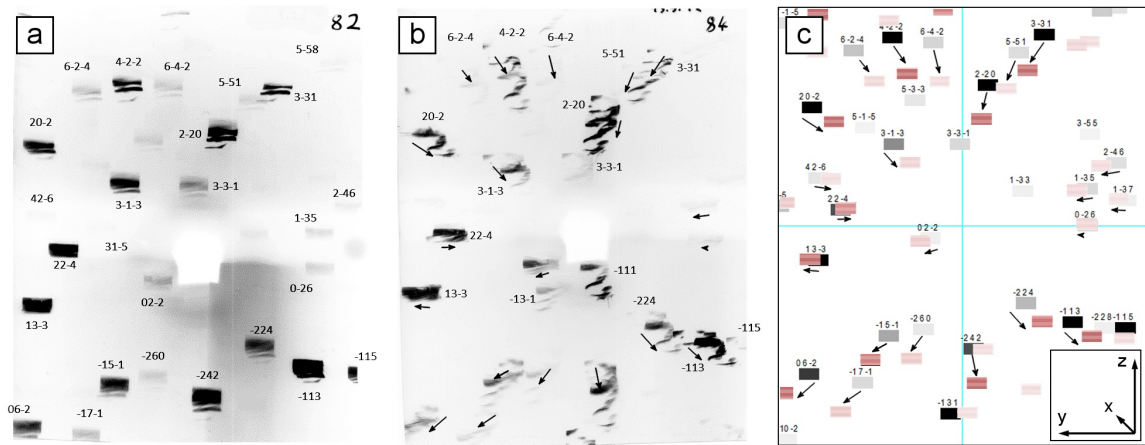


Abbildung 3.5. – Abbildungen der Laue-Muster der Positionen 82 (a) und 84 (b) der Probe A (parallel zur Wachstumsrichtung). c) Mit LauePT durchgeführte Simulation des Laue-Musters von Position 82 (schwarze Rechtecke) und einem weiteren Laue-Muster, welches 3° um die y-Achse rotiert wurde (rot gestreifte Rechtecke).

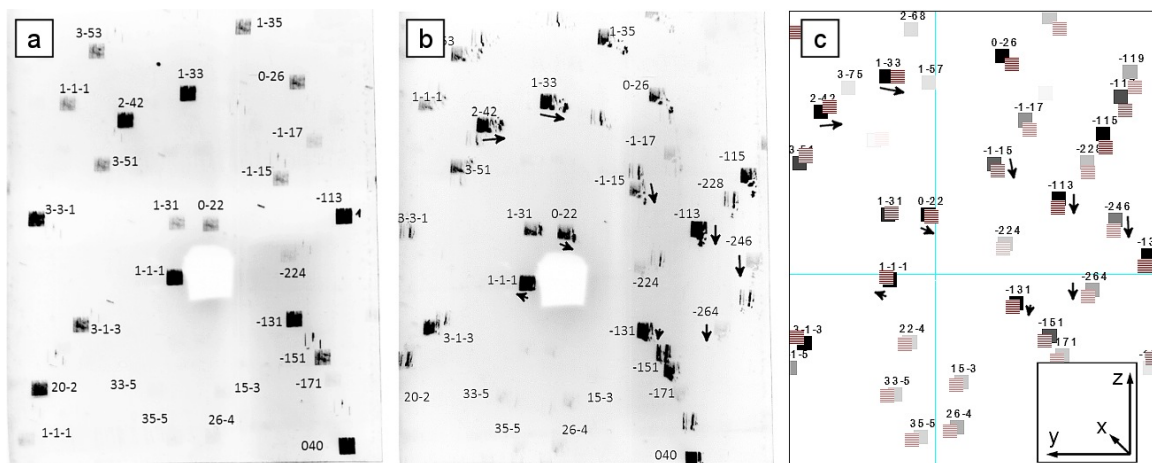


Abbildung 3.6. – Abbildungen der Laue-Muster der Positionen 115 (a) und 116 (b) der Probe B (senkrecht zur Wachstumsrichtung). Die nicht indizierten Topogramme im Laue-Muster (b) zeigen das Vorhandensein einer weiteren Kornorientierung an. c) Zwei mit LauePT simulierte Laue-Muster, welche sich durch eine Rotation von 3° um die x-Achse unterscheiden (schwarze, bzw. rote Rechtecke).

Rechtecke dargestellt. Um die Aufspaltung in Abb. 3.5 b nachzustellen, wurde ein weiteres Laue-Muster simuliert, welches 3° um die y-Achse rotiert wurde (Abb. 3.5 c, rot gestreifte Rechtecke). Diese Achse entspricht der Wachstumsrichtung. Bei der Rotation verschieben sich die Positionen der Topogramme in dieselbe Richtung, in der auch die Aufspaltung in Abb. 3.5 b erfolgte (siehe z.B. die $2\bar{2}\bar{4}$ -, $20\bar{2}$ - und $3\bar{1}\bar{3}$ -Topogramme). Die Aufspaltungen erklären sich demnach hauptsächlich durch verschiedene Subkörner, deren Orientierung zueinander um eine Achse parallel zur Wachstumsrichtung rotiert ist.

Analog dazu wurde das Laue-Muster aus der Position 116 (Probe B, senkrecht zur Wachstumsrichtung) analysiert (Abb. 3.5 b). Auch hier ist eine Aufspaltung der Topogramme erkennbar, welche die Anwesenheit von Korngrenzen indiziert. Die Richtung der Aufspaltung wurde abermals mit *LauePT* nachgestellt (Abb. 3.5 b). Hier war eine Rotation von 3° um die x-Achse notwendig um die Richtung der Aufspaltung nachzustellen. Dies entspricht in diesem Fall wieder der Orientierung der Wachstumsrichtung.

Die Entwicklung des Versetzungsclusters in Probe A (Abb. 3.4 b) ist detailliert anhand der zusammengeführten $2\bar{2}0$ -Topogrammen von Position 82 bis 85 in Abb. 3.7 a gegeben. Die Wachstumsrichtung ist parallel der y-Achse und entspricht der $[\bar{3}11]$ -Orientierung. Grundsätzlich ist die Versetzungsdichte an diesen Probenpositionen zu hoch, um Einzelversetzungen auflösen zu können. Bereits an Position 82 ist eine Aufspaltung des Topogramms (d1) in zwei verzerrte Subkörner zu erkennen. Der Betrag dieser Aufspaltung wird mit zunehmender Höhe im Block größer (d2) und die Anzahl der Aufspaltungen nimmt zu, wie es anhand Positionen 84 und 85 deutlich wird. In den weiteren Positionen 86 bis 89 (nicht im Bild) ist dieser Prozess derart fortgeschritten, dass die Topogramme auf den Film mit den benachbarten Topogrammen überlappen. Die Entwicklung des Versetzungsclusters geht also mit einer zunehmenden Generation von Subkörnern (und damit Kleinwinkelkorngrenzen) einher, die zueinander in ihrer Kristallorientierung leicht rotiert sind. Diese Missorientierungen nehmen ebenfalls mit fortschreitender Entwicklung des Versetzungsclusters zu.

In Abbildung 3.7 b ist ein Ausschnitt des PL-Bildes aus Abb. 3.4 b gegeben. Das rote Rechteck markiert die Probenposition aus der auch die Topogramme in Abb. 3.7 a stammen. Es ist ersichtlich, dass die Aufspaltung d1 in der PL nur einen

3. Strukturelle Untersuchung von Versetzungsclustern

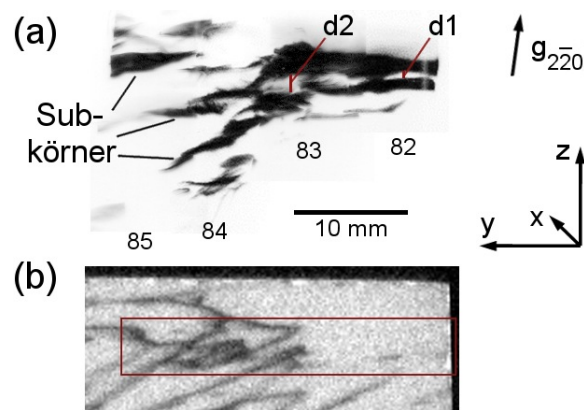


Abbildung 3.7. – a) Zusammengesetztes $2\bar{2}0$ -Topogramm der Positionen 82 bis 85. In Position 82 ist bereits eine Aufspaltung des Topogramms zu erkennen (d1), welche sich in Position 83 verbreitet (d2). b) Detail der PL-Aufnahme von Probe A. Das rote Rechteck markiert die Fläche aus, der die Topogramme in (a) stammen. Die Wachstumsrichtung entspricht der y-Achse.

schwachen Kontrast erzeugt, während die Aufspaltung d2 bereits mit Gebieten starker Rekombinationsaktivität assoziiert werden kann. Die Aufspaltungen d1 und d2 entsprechen Kippwinkeln von $0,29^\circ$ und $0,80^\circ$. Die dabei auftretenden Versetzungsabstände h entsprechen 76 nm, bzw. 28 nm (vgl. Abschn. 3.3.3 und Tab. 3.1).

An den Positionen 82 bis 85 wurden auch Aufnahmen in Rückstreu-Geometrie durchgeführt. Die Informationstiefe beträgt dabei wenige μm , sodass mehr Strukturen erkennbar sind. Die 444-Topogramme der Positionen 82 bis 84 wurden zusammengesetzt und sind in Abb. 3.8 a dargestellt. Abb. 3.8 b enthält die dazugehörige stereographische Projektion. Der Massenschwächungskoeffizient μ für diesen Reflex und der entsprechenden Wellenlänge der Röntgenstrahlung beträgt etwa $2 \mu\text{m}$.

Bereits an Position 83 in Abb. 3.8 a ist anhand der Abweichung von einer rechteckigen Form (vgl. Abb. 3.2) eine leichte Verzerrung des Topogramms zu erkennen. Die Netzebenen der Kristallstruktur sind demnach verbogen. Auch ist bereits eine Kleinwinkelkorngrenze erkennbar (gestrichelter Pfeil), wo sich der Kontrast sprunghaft verändert. Weiterhin erkennt man Gebiete mit höherem oder niedrigerem Kontrast (durchgezogene Pfeile). In Vergleich mit einer EBIC-Messung an derselben Position (s. dazu Abschn. 4.3.3, S. 108) ist an diesen Gebieten eine höhere Versetzungsdichte zu erkennen. Innerhalb der Position 83 geht die stetige

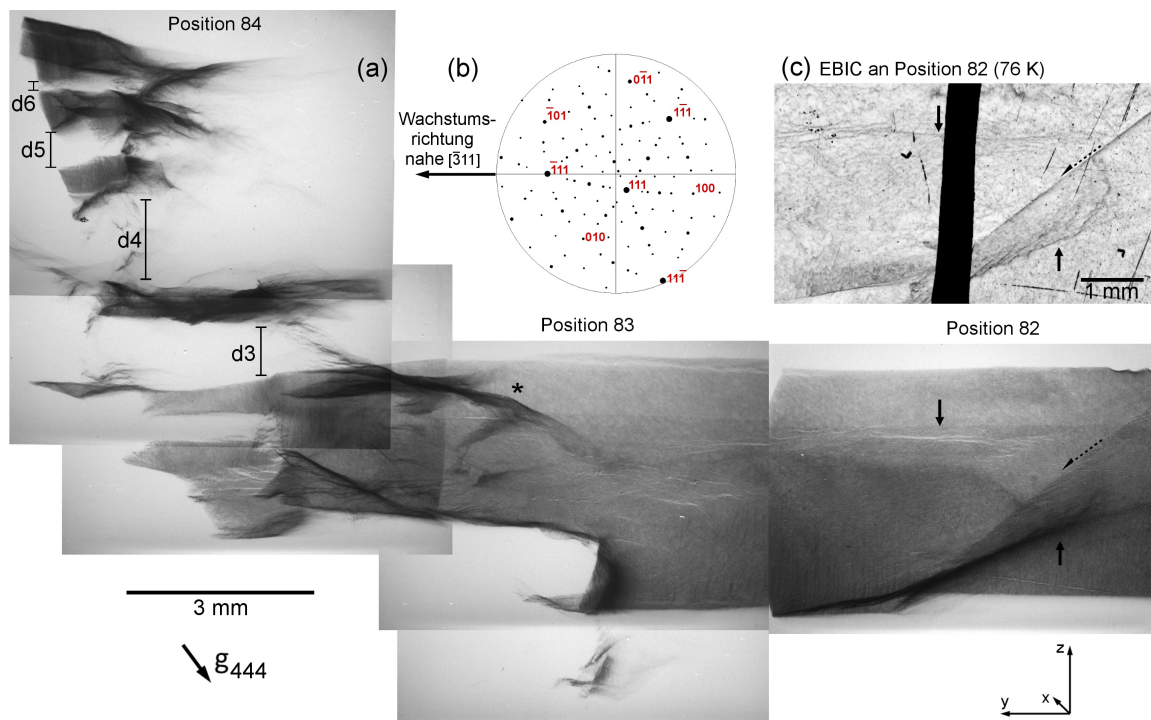


Abbildung 3.8. – a) Zusammengesetzte 444-Topogramme der Positionen 83 bis 84. b) Stereografische Projektion zur Darstellung der Kornorientierung. c) EBIC-Aufnahme von derselben Position 83 (vgl. Abschn. 4.3.3, S. 4.3.3).

Änderung des Kontrastes in eine sprunghafte Änderung über (*-Symbol). Dies ist die Entstehung einer Kleinwinkelkorngrenze. In Position 84 sind anhand der Aufspaltungen im Topogramm (d3 bis d6) bereits mehrere Kleinwinkelkorngrenzen zu erkennen. Die Kippwinkel θ zwischen den Subkörnern und die Versetzungsabstände h sind in Tab. 3.1 gelistet.

Die $1\bar{1}\bar{1}$ -Topogramme, aufgenommen in Durchstrahl-Geometrie, der Positionen 115 und 116 der Probe B (senkrecht zur Wachstumsrichtung) befinden sich in Abbildung 3.9. Die Laue-Muster der beiden Messungen (Abb. 3.6 a und b) zeigen, dass beide in einem Korn mit derselben Orientierung liegen. Man erkennt auf den Filmen ein zweites Laue-Muster mit geringem Kontrast, was auf das Vorhandensein einer zweiten Kornorientierung hindeutet. Das Probenvolumen in Position 115 ist nach dem PL-Bild (Ab. 3.4 d) nominell defektfrei. Im Topogramm sind einige Defektkontraste zu erkennen. Dies sind streng parallel aufgereihete Versetzungen (weiße Pfeile) mit einzelnen, gekrümmten Versetzungen dazwischen. Darüber hinaus erkennt man Spannungshöfe von Ausscheidungen (roter Pfeil). Die De-

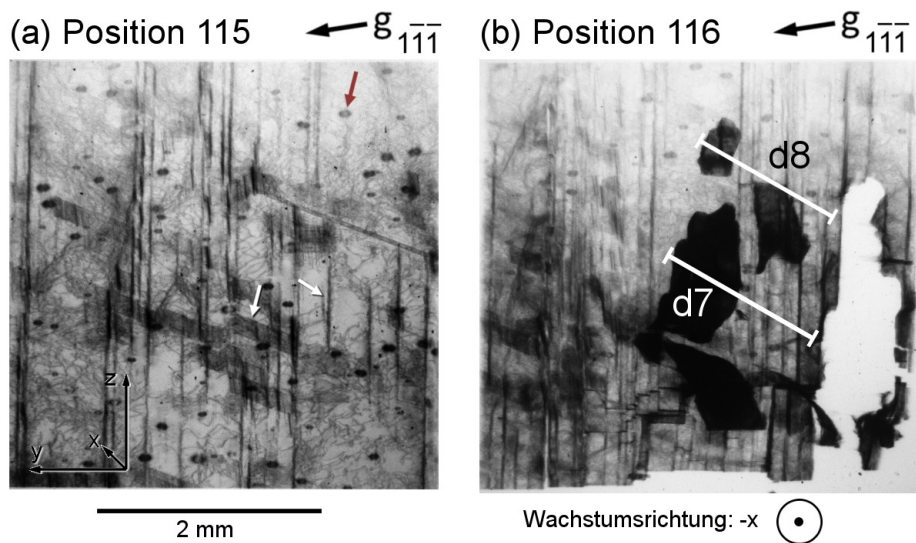


Abbildung 3.9. – a) $1\bar{1}\bar{1}$ -Topogramm aus der Position 115, welches nach dem PL-Bild defektarm ist. Zu sehen sind streng parallel Anordnungen von Versetzungen (weiße Pfeile), vereinzelt, gekrümmte Versetzungen und Ausscheidungen (roter Pfeil). b) $1\bar{1}\bar{1}$ -Topogramm aus Position 116. Die Abstände ($d7$) und ($d8$) befinden sich in Tab. 3.1.

fektdichte ist aber insgesamt niedrig. Die gleichen Defekte kann man in Position 116 erkennen, obwohl dort der allgemeine Kontrast schlechter ist, höchstwahrscheinlich bedingt durch Bewegungen der Probe während der Aufnahme. In Abb. 3.6 b ist an der Stelle unten rechts ein Versetzungscluster angeschnitten. Es sind vier einzelne Subkörner zu erkennen, die von ihren Umrissen her in die Stelle ohne Kontrast passen. Sie werden an einer anderen Stelle projiziert, da die Orientierung dieser Subkörner gegenüber dem umgebenen Korn leicht verkippt ist. Die Kippwinkel der Subkörner ($d7$ und $d8$) sind in Tab. 3.1 gegeben.

3.3.3. Bestimmung der Verkipfung der Subkörner

Die in den Topogrammen sichtbaren Aufspaltungen (charakterisiert durch die Distanzen d) korrespondieren mit einem Kippwinkel θ zwischen den Orientierungen der benachbarten Subkörner. Dieser Winkel kann berechnet werden, wenn der Abstand zwischen Probe und Film bekannt ist. Die Distanz d kann auf den digitalisierten Topogrammen mit einer geschätzten Genauigkeit von ± 5 Pixel (entsprechend $\pm 1 \mu\text{m}$) ermittelt werden. Die Kleinwinkelkorngrenze lässt sich mo-

Tabelle 3.1. – Auflistung der Kippwinkel und Versetzungsabstände für die Topogramm-Aufspaltungen d1 bis d2 (Abb. 3.7), d3 bis d6 (Abb. 3.8) und d7 bis d8 (Abb. 3.9). Die geschätzten Fehler für d , θ und h liegen bei $\pm 1 \mu\text{m}$, $\pm 0,002^\circ$ bzw. $\pm 5 \text{ nm}$.

	Aufspaltung d auf Film [μm]	Kippwinkel der Orientierung θ [$^\circ$]	Mittlerer Versetzungsabstand h [nm]
d1	482	0,29	76
d2	1325	0,80	28
d3	795	0,38	58
d4	1301	0,62	36
d5	578	0,27	80
d6	157	0,07	297
d7	1235	0,74	30
d8	1114	0,67	33

dellhaft als Aufreihung von Versetzungen mit einer mittleren Distanz h darstellen, welche damit eine bestimmte Defektdichte ρ_d innehat. Unter Annahme einer symmetrischen Kippkorngränze ergibt sich der Kippwinkel aus: $\sin(\theta/2) = b/(2h)$ [57, S. 705]. Die Dichte der Versetzungen entlang der Kleinwinkelkorngränze ist demnach $\rho_d = 1/h$.

Die Messungen der Kippwinkel θ zwischen den beobachteten Subkörnern d1 bis d2 in Abb. 3.7, d3 bis d6 in Abb. 3.8 und d7 bis d8 in Abb. 3.9 sind in Tab. 3.1 zusammen mit den daraus resultierenden Versetzungsabständen h gelistet. Dieser bleibt in der Größenordnung gleich, auch wenn statt einer symmetrischen Kippkorngränze eine asymmetrische Kippkorngränze oder eine Drehkorngränze angenommen würde. Die beobachteten Kippwinkel reichen von $0,07^\circ$ bis $0,80^\circ$ mit einem entsprechenden Versetzungsabstand von ca. 297 nm bis 28 nm. In allen Fällen wären die Versetzungen innerhalb solcher Kleinwinkelkorngränzen mit einer Ätzgrubenzählung nicht mehr quantifizierbar.

3.3.4. WB-XRT an Gebieten geringer Versetzungsdichte

Innerhalb der Versetzungscluster ist die Versetzungsdichte zu hoch, um einzelne Versetzungslinien auflösen zu können (vgl. Abb. 3.7 und 3.8). Daher sollen in diesem Abschn. Messpositionen betrachtet werden, welche im PL-Bild (Abb. 3.4 a und b) ohne Kontraste und somit defektarm erscheinen.

3. Strukturelle Untersuchung von Versetzungsclustern

Tabelle 3.2. – Auflistung der sichtbaren Defekte in Abb. 3.10. Anhand der Auslöschungsbedingung $g \cdot b = 0$ ergeben sich die möglichen Burgersvektoren.

Defekt	Ausgelöscht bei $g=[g_1g_2g_3]$	Mögliche Burgersvektoren $b = \frac{a}{2} [uvw]$
A	040, $\bar{1}31$	101, $\bar{1}0\bar{1}$
B	$\bar{1}11$	$\bar{1}\bar{1}0$, $0\bar{1}1$, 110, $01\bar{1}$
C	$11\bar{1}$, $13\bar{1}$	101, $\bar{1}0\bar{1}$

Der Kontrast von Versetzungen in einem Röntgentopogramm ist von der Orientierung des Beugungsvektors g abhängig. Der Kontrast einer Versetzung kann verschwinden, wenn die notwendige (aber nicht hinreichende) Bedingung $g \cdot b = 0$ erfüllt ist. Das Topogramm kommt demnach von einer Netzebenenschar, welche durch die Versetzung nicht deformiert wird. Darüber hinaus ist auch die Richtung der Versetzung l von Bedeutung: eine Versetzung wird dann nicht unsichtbar, wenn gilt: $g \cdot b \times l \neq 0$ [145, S. 445]. Für die Bestimmung der Richtung des Burgersvektors sind Auslöschungen in mindestens zwei Topogrammen notwendig, deren Beugungsvektoren g nicht zueinander parallel sind - dann erhält man $g_1 \times g_2 \parallel b$.

In Abb. 3.10 befinden sich mehrere Topogramme mit unterschiedlichen Beugungsvektoren g aus Position 91 (Durchstrahl-Geometrie) in einem Korn mit einer $\langle 0\bar{3}1 \rangle$ -Wachstumsrichtung. Im $11\bar{1}$ -Topogramm (Abb. 3.10 a) erkennt man einen Defekt mit hohem Kontrast, d.h. ausgeprägtem Spannungsfeld (A). Darüber hinaus sind Versetzungen sichtbar, welche im Bild von links oben nach rechts unten verlaufen (B). Das $\bar{1}11$ -Topogramm (Abb. 3.10 b) zeigt wieder den Defekt (A) und Versetzungen, welche von rechts oben nach links unten verlaufen (C). Das 040-Topogramm (Abb. 3.10 c) zeigt beide Versetzungsscharen (B und C), jedoch ist hier der Defekt (A) ausgelöscht. In dem $13\bar{1}$ -Topogramm (Abb. 3.10 d) sind die Defekte (A) und (B) und im $\bar{1}31$ -Topogramm (Abb. 3.10 e) die Defekte (B) und (C) sichtbar. Dies ist zur besseren Übersicht in Tab. 3.2 aufgelistet. Alle in Abb. 3.10 sichtbaren Defekte haben einen Burgersvektor nach $\langle 110 \rangle$. Die Ausrichtung der Versetzungslinien lässt vermuten, dass die Versetzungen (B) und (C) auf der $(\bar{1}11)$ - bzw. der $(11\bar{1})$ -Gleitebene liegen (vgl. Abb. 3.10 f).

In Abb. 3.11 ist das $02\bar{2}$ -Topogramm der Position 127 dargestellt. Diese befindet sich innerhalb eines Kornes der Probe A (parallel zur Wachstumsrichtung),

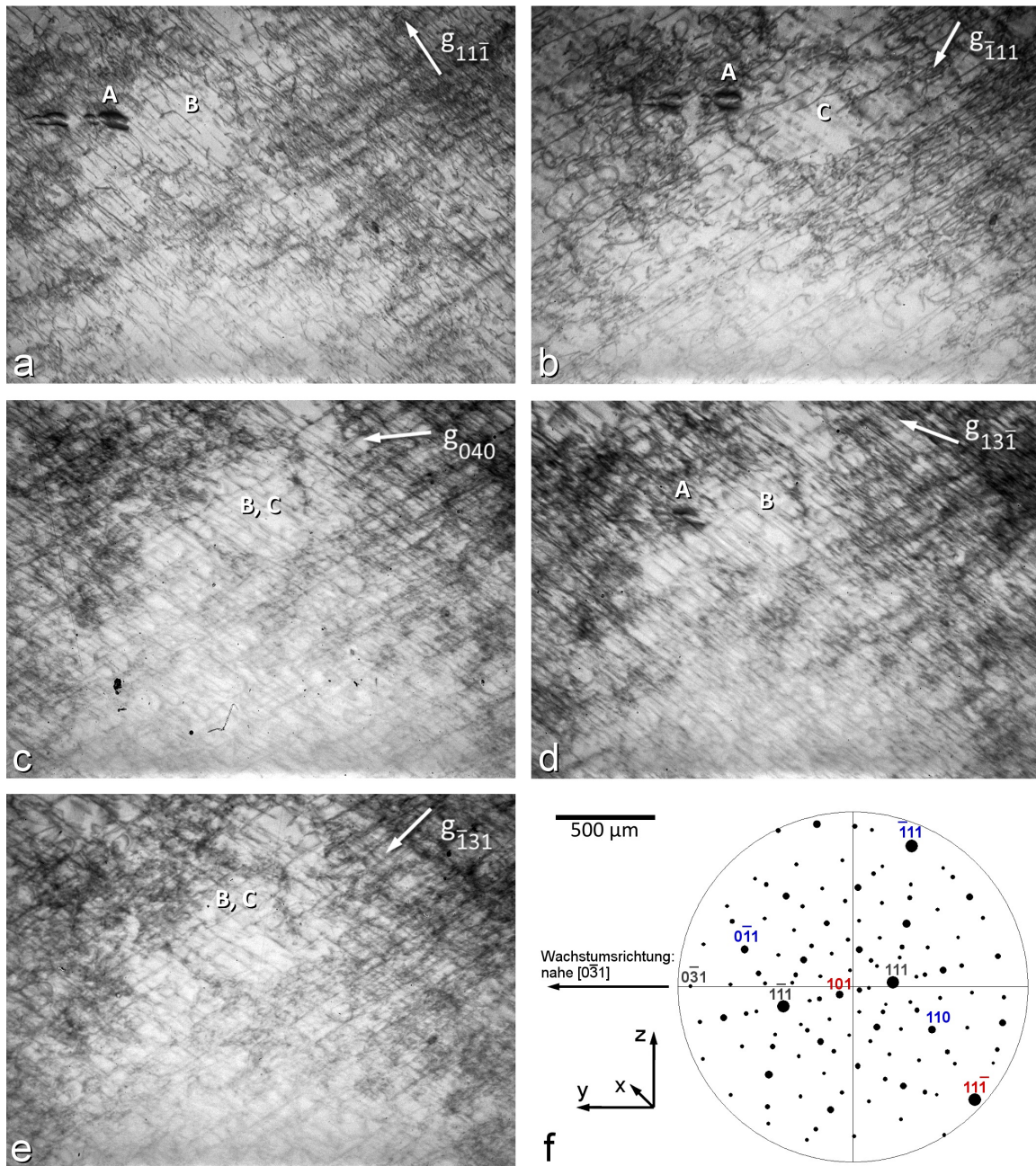


Abbildung 3.10. – a bis e) Details von Topogrammen aus dem Laue-Muster der Messposition 91 (Probe A, parallel zur Wachstumsrichtung). Erkennbar sind drei Defektarten (A bis C), welche unterschiedliches Auslöschungsverhalten zeigen. f) Stereografische Projektion zur Verdeutlichung der Kristallorientierung, wie sie aus dem Laue-Muster hervorgeht. Blau markiert sind die möglichen Gleitsysteme der Versetzungsschar (B) und rot das Gleitsystem der Versetzungsschar (C).

3. Strukturelle Untersuchung von Versetzungsclustern

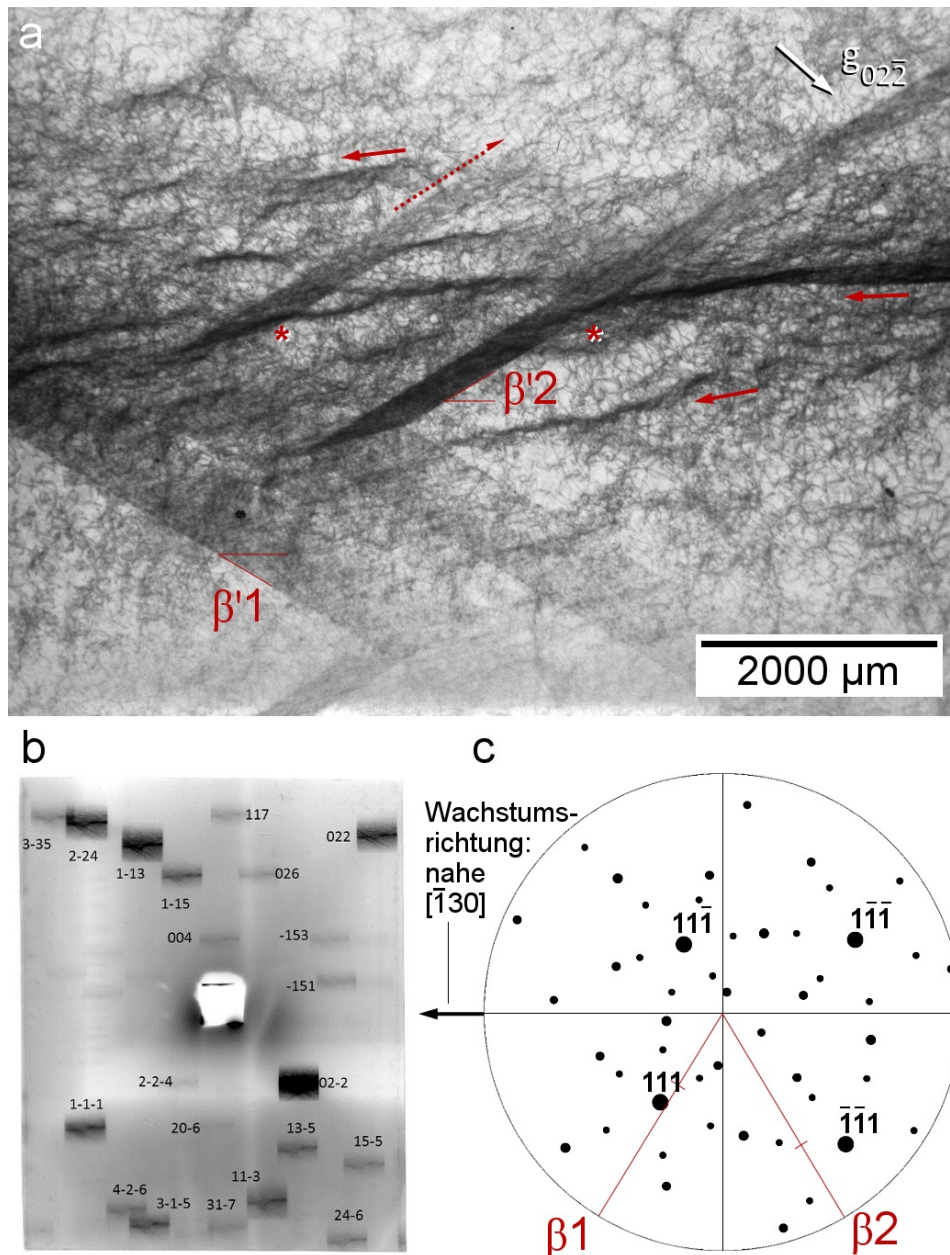


Abbildung 3.11. – a) $02\bar{2}$ -Topogramm (Transmission) eines Kornes mit Wachstumsrichtung nahe $[\bar{1}30]$. Die Versetzungen bilden Pile-ups und befinden sich auf Ebenen, deren Azimutwinkel β in der stereografischen Projektion (b) eingetragen sind. Daneben gibt es Gebiete mit höherer Versetzungsdichte (rote Pfeile), welche von den Pile-Ups begrenzt werden (*-Symbol). Ein gestrichelter Pfeil läuft entlang eines Pile-ups, welches im Korn endet. b) Laue-Muster. c) Stereografische Projektion.

welches im PL-Bild als nicht rekombinationsaktiv erscheint (Abb. 3.4 b). Das Korn hat eine Orientierung nahe $[\bar{1}30]$ (Abb. 3.4 c und d). Die sichtbaren Defekte können in drei Kategorien eingeordnet werden. Zunächst sind einzelne Versetzungen erkennbar, welche inhomogen im Volumen verteilt sind. Sie bilden eine eher zelluläre Struktur. Dazu existieren Gebiete mit höherer Versetzungsdichte, welche in Wachstumsrichtung ausgerichtet sind (rote Pfeile). Eine dritte Anordnung sind Ebenen mit *Pile-ups*, auf denen sich Versetzungen streng parallel zueinander ausgerichtet haben. Diese Ebenen bilden eine Schnittgerade mit der Probenoberfläche mit dem Winkel β' . Die korrespondierenden Azimutwinkel β sind in der stereografischen Projektion, zusammen mit den α' -Werten eingezeichnet (zur Erläuterung s. Anhang A S. 136). Die Lage dieser Ebenen entspricht in Rahmen der Messungenauigkeit der Lage von $\{111\}$ -Gleitebenen.

Bemerkenswert ist die Beobachtung, dass die beschriebenen Ebenen im Korn enden können (gestrichelter Pfeil). Die Versetzungsdichte nimmt dabei ab und die strenge parallele Anordnung geht verloren. Da im Laue Muster nur die Topogramme einer einzigen Kornorientierung sichtbar sind (Abb. 3.11 b) ist anzunehmen, dass es sich bei den Ebenen nicht um Zwillingsgrenzen handelt. Sie scheinen außerdem eine Barriere für die dichten Versetzungsanordnungen darzustellen (*-Symbol).

Die Position 115 zeigt ein defektarmes Gebiet in der Probe B (senkrecht zur Wachstumsrichtung). Ein zentrales Detail aus Abb. 3.9 a ist in Abb. 3.12 a vergrößert dargestellt. Die Orientierung der Wachstumsrichtung ist $[211]$. Erkennbar sind abermals *Pile-ups* aus streng parallel angeordneten Versetzungen, welche sich, der Messung der β' -Winkel zufolge, auf $\{111\}$ -Ebenen befinden. Zusätzliche Topogramme im Laue-Muster (Abb. 3.6, b) sowie EBSD-Messungen an Position 116 (Abb. 4.9 c und d, S. 113) ergeben, dass diese Ebenen in diesem Fall zum Teil durch Zwillingsbildung erklärt werden können. Diese lässt sich hier durch Drehung von 60° um eine Achse parallel zu $[11\bar{1}]$ darstellen. Zwillingsgrenzen können demnach von Versetzungen dekoriert werden. Daneben gibt es vereinzelt, gekrümmte Versetzungen, von denen einige sichtlich an die *Pile-ups* gebunden sind (z.B. markiert durch rote Pfeile). Sphärische Kontraste mit einer kontrastlosen Linie senkrecht zum Beugungsvektor $g_{1\bar{1}\bar{1}}$ deuten auf das Vorhandensein von Ausscheidungen hin (*-Symbol). Die Ausscheidungen zeigen keinen konkreten Einfluss auf die Versetzungen, z.B. durch eine lokal erhöhte Versetzungsdichte.

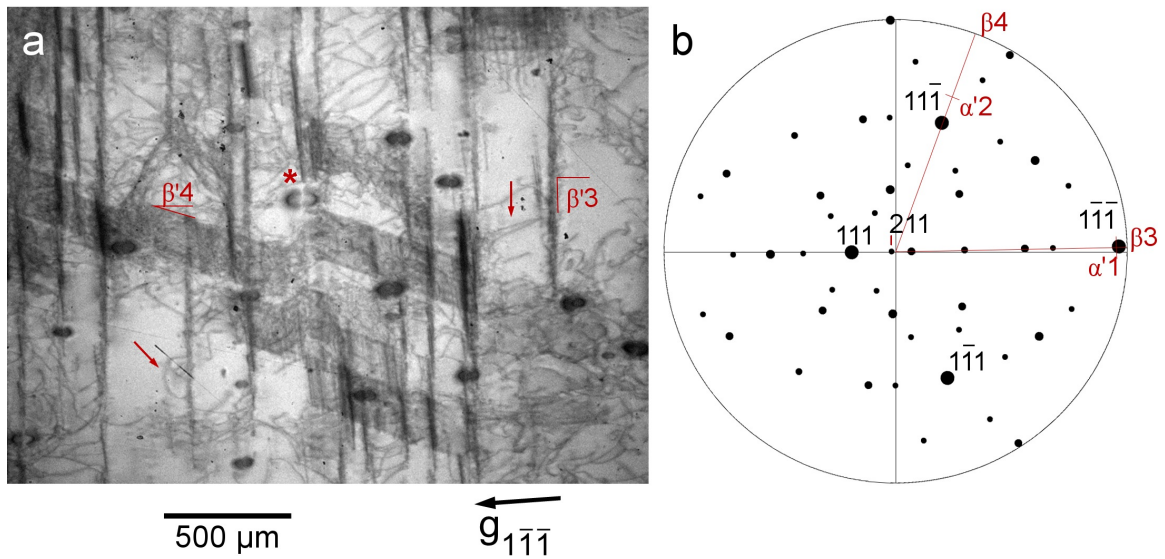


Abbildung 3.12. – a) Ausschnitt aus dem Topogramm in Abb. 3.9 a. Zu erkennen sind geradlinige Pile-ups (rote Linien) mit parallel angeordneten Versetzungen, vereinzelte, gekrümmte Versetzungen (rote Pfeile) und sphärische Kontraste (*-Symbol). Die Winkel der Schnittgeraden β' wurde als ihre korrespondierenden Azimutwinkel β in der stereografischen Projektion eingetragen (b).

3.3.5. TEM-Untersuchung von dichten Clustern

In Abb. 3.13 befindet sich ein Ausschnitt aus dem Defektstrukturbild eines kap-pennahen Wafers. Die Waferoberfläche und damit die Oberfläche der TEM-Proben ist senkrecht zur Wachstumsrichtung orientiert. Die Positionen (A) und (B) aus denen die Proben Stammen sind in Abb. 3.13 markiert. Beide Bereiche befinden sich innerhalb von dichten Clustern und beinhalten sehr hohe Versetzungsdichten mit knötchenartigen Strukturen.

In Abb. 3.14 a ist eine TEM-Aufnahme aus dem Probenbereich A gegeben. Die Probe wurde so rotiert, dass der Elektronenstrahl parallel zu einer $\langle 100 \rangle$ -Richtung verläuft (Abb. 3.14 b). Es sind mehrere Pile-ups aus Versetzungen zu sehen, die sich scheinbar verzweigen. An der mit dem *-Symbol markierten Stelle verläuft ein Pile-up mit dem Abstand m_1 um einen anderen herum, was auf eine Wechselwirkung zwischen den Pile-ups hindeutet. Der rot markierte Bereich ist in Abb. 3.14 c vergrößert dargestellt. Die sichtbaren Pile-ups bestehen aus Versetzungen mit unterschiedlichen Abständen h , welche in der Aufnahme direkt gemessen werden können. Diese reichen hierbei von ca. 80 bis 800 nm (vgl.

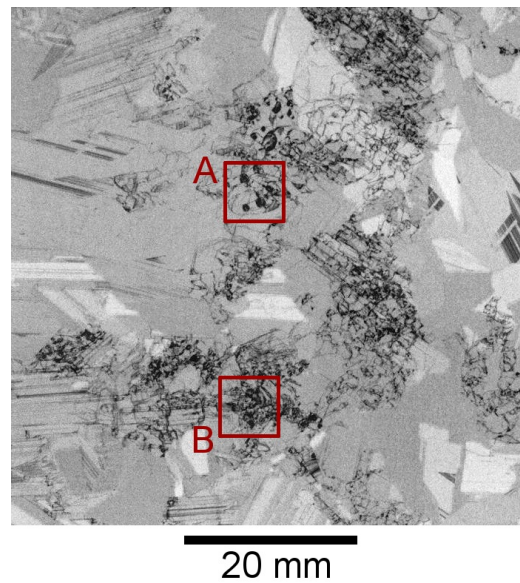


Abbildung 3.13. – Detail des Defektstrukturbildes eines kappennahen Wafers. Die roten Rechtecke A und B zeigen die Positionen aus denen die TEM-Proben herauspräpariert wurden.

Tab. 3.3). Die Anordnung der Versetzungslinien in den *Pile-ups* ist weitestgehend regelmäßig, geradlinig und streng parallel zueinander. Dies ist auch in weiteren Aufnahmen der gleichen Probe zu beobachten, welche sich im Anhang Abb. B.2 und B.3 befinden. Die Versetzungen innerhalb der *Pile-ups* befinden sich auf Ebenen, welche mit der Probenoberfläche eine Schnittgerade bilden. Diese nimmt einen Winkel β' ein, der in den TEM-Aufnahmen eingetragen ist (s. Erläuterung im Anhang A S. 136). Daraus ergibt sich der Azimutwinkel β , wie er in die stereografische Projektion eingetragen werden kann (3.14 e).

Eine andere Probe aus dem Bereich A zeigt ein *Pile-up* mit sehr niedrigen Versetzungsabständen von ca. 35 nm (Abb. 3.15). Der Primärstrahl verläuft parallel zu einer $\langle 100 \rangle$ -Orientierung. Neben den *Pile-up* erkennt man vereinzelte, gekrümmt Versetzungen, welche z.T. in einem flacheren Winkel durch die Probe laufen. Die Beugungsbilder in Abb. 3.15 c und d wurden in einem Bereich oberhalb bzw. unterhalb des *Pile-ups* aufgenommen. Insbesondere anhand der Kikuchi-Linien ist eine leichte Änderung der Orientierung erkennbar. Die β -Winkel der *Pile-ups* sind in der stereografischen Projektion (Abb. 3.15 e) eingetragen.

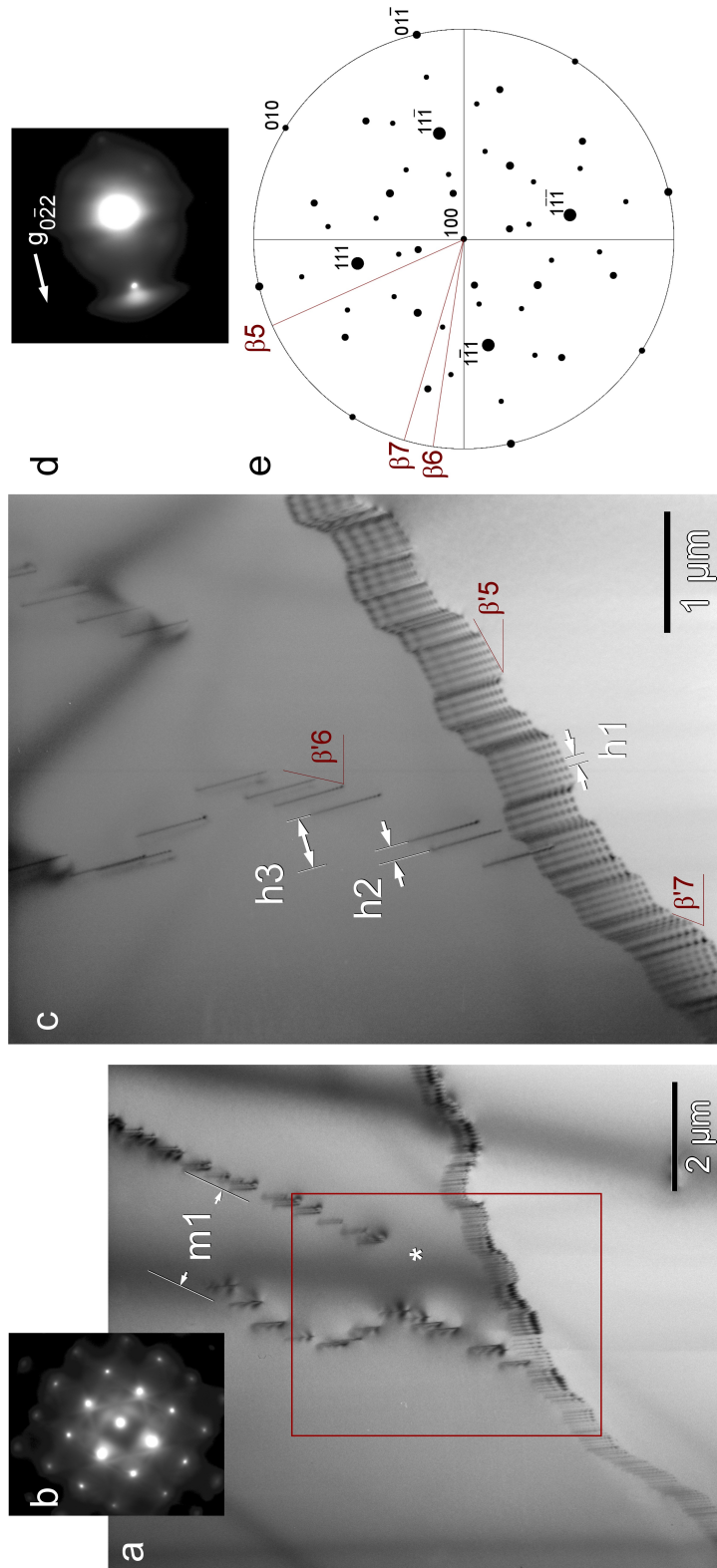


Abbildung 3.14. – Hellfeld TEM-Aufnahmen des Probenbereiches B im Vielstrahlfall (a) und im Zweistrahlfall (c) mit den dazugehörigen Beugungsbildern (b bzw. d). Der rot markierte Bereich ist in (c) vergrößert worden.
 e) Stereografische Projektion zu den Aufnahmen mit den eingetragenen Azimutwinkeln β . Die Abstände $m1$ und $h1$ bis $h3$ befinden sich in Tab. 3.3.

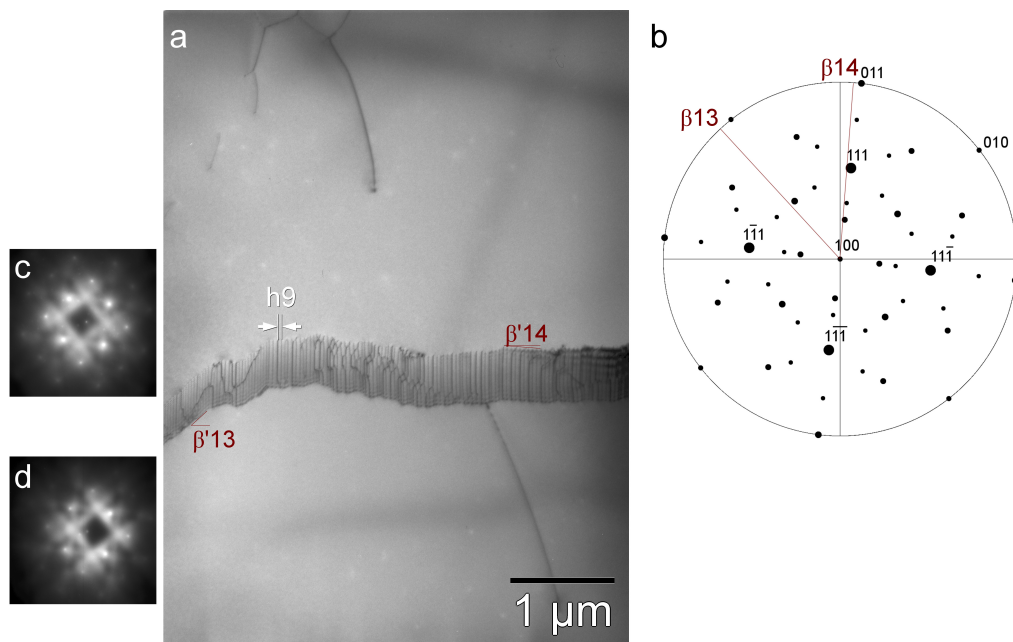


Abbildung 3.15. – a) Vielstrahlfall-Hellfeld-TEM-Aufnahme aus dem Probenbereich B. b) Stereografische Projektion. c) und d) Beugungsmuster aus den Bereichen oberhalb und unterhalb des mit $h9$ gekennzeichneten *Pile-ups*.

In Abb. 3.16 sind zwei TEM-Aufnahmen aus dem Probenbereich B. Die Probe wurde so rotiert, dass der Primärstrahl parallel zu einer $\langle 111 \rangle$ -Orientierung verläuft. Die Aufnahmen zeigen Gebiete mit geringerer Versetzungsdichte. Die Versetzungsabstände innerhalb der *Pile-ups* sind größer und die Versetzungen haben keine strenge Ausrichtung, nur manche verlaufen parallel zu einer benachbarten Versetzung (siehe Markierungen $h7$ und $h8$ in Abb. 3.16 a bzw. 3.16 d). Die Azimutwinkel β sind in der stereografischen Projektion eingezeichnet (3.16 e).

Die Versetzungsabstände h und Abstände der *Pile-ups* m , welche aus den TEM-Aufnahmen hervorgehen, sind in Tab. 3.3 gegeben. Die Versetzungsabstände reichen von ca. 35 bis 897 nm. Unter Annahme einer symmetrischen Kippkorn-grenze können aus diesen Abständen Verkippungen von $0,02$ bis $0,62^\circ$ berechnet werden. Diese stimmen mit den Messungen aus den XRT-Topogrammen gut überein (vgl. Tab. 3.1). Die Abstände der *Pile-ups* zueinander reichen von ca. 861 bis 1874 nm.

Die Versetzungen innerhalb der *Pile-ups* sind geradlinig und richten sich bei niedrigen Versetzungsabständen parallel zueinander aus. Diese Anordnungen

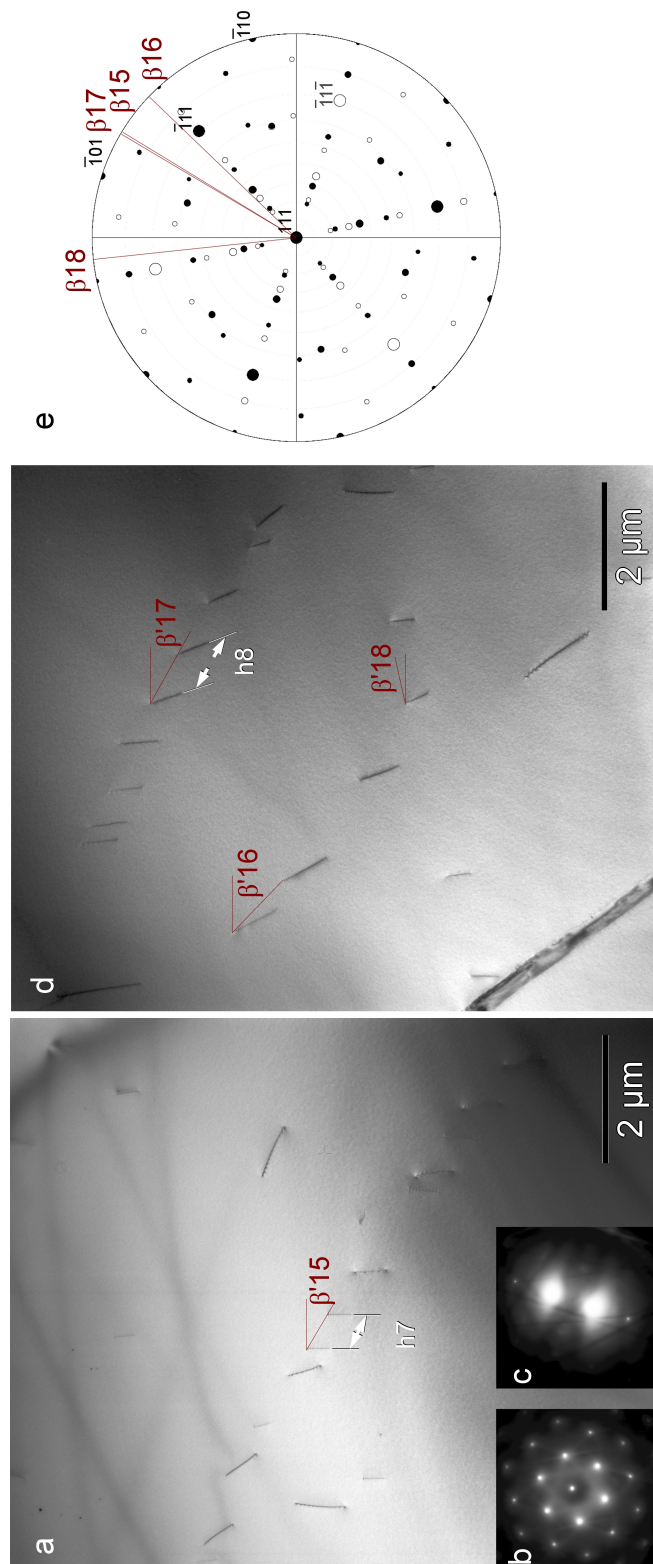


Abbildung 3.16. – a) Vielstrahlfall-Hellfeld TEM-Aufnahme des Probenbereiches B. b) Zweistrahlfall-Hellfeld TEM-Aufnahme derselben Probe. c) Beugungsmuster zu a. d) Beugungsmuster zu a. e) Stereografische Projektion mit oberer (volle Kreise) und unterer Hemisphäre (leere Kreise).

Tabelle 3.3. – Die gemessenen Versetzungsabstände h_1 bis h_9 , bzw. *Pile-up*-Abstände m_1 und m_2 aus den TEM-Aufnahmen. Die Verkippungswinkel θ ergeben sich aus dem Versetzungsabstand durch die Annahme einer symmetrischen Kippkorngrenze: $\theta = 2 \cdot \arcsin(b/2h)$.

Messung	aus Abb.	Versetzungsabstand h [nm]	Verkippung θ [°]
h1	3.14	81	0,27
h2	3.14	206	0,11
h3	3.14	838	0,03
h4	B.2	127	0,17
h5	B.3	414	0,05
h6	B.3	189	0,12
h7	3.16	623	0,04
h8	3.16	897	0,02
h9	3.15	35	0,62
<i>Pile-up</i> -Abstand m [nm]			
m1	3.14	1874	
m2	B.2	861	

verlaufen auf Ebenen, deren Ebenennormalen n bestimmte Vorzugsorientierungen zu haben scheinen. Bei Betrachtung der Azimutwinkel β_5 bis β_{18} und deren Lage in den stereografischen Projektionen (Werte s. Anhang Tab. B.5 S. 143) sind im Rahmen der Fehlerschätzung $\Delta\beta$ (s. Anhang B.6 S. 144) drei Vorzugsausrichtungen zu erkennen:

1. Ausrichtung derart, dass der Azimutwinkel β mit denjenigen eines 111-Poles zusammenfällt: $\beta_5, \beta_8, \beta_{12}$ und β_{14} .
2. Ausrichtung derart, dass der Azimutwinkel β zwischen denjenigen der 211, 311 und 331-Pole liegt: $\beta_6, \beta_7, \beta_9$ und β_{11} .
3. Ausrichtung derart, dass der Azimutwinkel β mit denjenigen eines 110-Poles zusammenfällt: β_{10} und β_{13} .

Der Verlauf der *Pile-ups*, z.B. in den Abbildungen 3.14 (Markierung h_1) und 3.15 (Markierung h_9), ändert sich in geringen Abständen, teilweise von wenigen Versetzungen. Die Änderung der Laufrichtung erfolgt hierbei zwischen zwei Ebenen alternierend und sprunghaft. Somit kann der makroskopische Verlauf der *Pile-ups* (z.B. in Ätzbildern, s. Abb. 2.11 S. 45) dennoch willkürlich erscheinen.

3.4. Diskussion

3.4.1. Struktureller Aufbau der *Pile-ups*

Die Versetzungen scheinen zu einem Großteil aus 60° -Versetzungen mit einem Burgersvektor der Art $\mathbf{b} = \frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ zu bestehen, wie es anhand WB-XRT-Messung beobachtet wurde (vgl. Abb. 3.10). Bemerkenswert ist, dass die Versetzungslinien gekrümmt sind, wenn die Versetzungsdichte gering ist. Sobald sich diese einander nähern und zu *Pile-ups* formieren, werden die Versetzungslinien geradlinig (vgl. Abb. 3.11 a, rote Pfeile und Abb. 3.16). Die Abstände der Versetzungen konnten mit WB-XRT aus der Rotation der Kristallorientierung sowie mit der TEM durch direkte Messung bestimmt werden. Die beobachteten Versetzungsabstände stimmen in beiden Verfahren sehr gut überein und betragen demnach etwa 35 bis 800 nm. Dies entspricht einer Rotation der Kristallorientierung zwischen zwei benachbarten Subkörnern von etwa $0,03$ bis $0,7^\circ$. Solche Kleinwinkelkorngrenzen lassen sich durch andere Verfahren wie z.B. EBSD nicht mehr nachweisen.

Bei den WB-XRT-Untersuchungen in Probenvolumen mit geringer Defektdichte, haben die Versetzungen vor allem eine Ausrichtung entlang der $\{111\}$ -Gleitebenen. Diese scheinen in eine willkürliche Anordnung überzugehen, wenn die Versetzungsdichte hoch ist (vgl. Abb. 3.9 a und b). Bei Anwendung der TEM ist zu beobachten, dass die Anordnungen auf mikroskopischer Skala dennoch Vorzugsorientierungen innehaben (vgl. z.B. Abb. 3.14 oder 3.15). Es wurden drei verschiedene Vorzugsausrichtungen beobachtet, von denen nur eine entlang einer $\{111\}$ -Gleitebene verläuft. Die in [77] beschriebene Vorzugsausrichtung auf $\{211\}$ -Ebenen, könnte nur ein scheinbarer Effekt sein. In den hier gezeigten TEM-Aufnahmen ist die Anordnung nach $\{211\}$ nicht eindeutig festzustellen. Es kämen auch Anordnungen nach z.B. $\{221\}$, $\{311\}$, $\{321\}$ oder $\{331\}$ in Frage. Aber zuletzt muss eine solche Anordnung nicht zwangsläufig kristallografisch begründbar sein, wie im Folgenden erläutert ist.

Die Versetzungen wirken aufeinander durch ihr elastisches Spannungsfeld (vgl. Abschn. 1.5.5). Dadurch können sich mehrere Arten von *Pile-ups* bilden, je nachdem, welche Arten von Burgersvektoren vorherrschen. Diese können sich auch in Anordnungen einfinden, welche nicht parallel zur einer $\{111\}$ -Gleitebene liegen. Wenn die *Pile-ups* aus Versetzungen mit unterschiedlichen Burgersvektoren

bestehen, ließe dies eine Vielzahl an Möglichkeiten für die Anordnung der Versetzungen zu. Die *Pile-ups* werden sekundär gebildet und benötigen eine hohe Mobilität der Versetzungen. Wenn eine Versetzung in eine bereits vorhandene Versetzungswand gelangen soll, geht dies mit Kletterbewegungen der bereits in der Wand vorhandenen Versetzungen einher. Der Vorgang benötigt also die thermische Aktivierung von Kletterbewegungen. Bereits in Abschn. 2.5.3 S. 60 wurde erläutert, dass die beobachtbaren Strukturen bei hohen Temperaturen nahe der Phasengrenze generiert werden müssen.

In [90] wurde mit TEM und EBIC beobachtet, dass auch 90° -Versetzungen (Lomer-Cottrell-Versetzungen) in solchen *Pile-ups* vorkommen können. Diese entstehen als Reaktionsprodukt aus zwei dissoziierten 60° -Versetzungen und sind immobil (s. Abschn. 1.5.5 S. 23). Die Wahrscheinlichkeit zur Bildung solcher Defekte wächst mit steigender Versetzungsdichte. Die Entstehung der Lomer-Cottrell-Versetzungen können durch ihren sessilen Charakter zum einen die bestehenden Versetzungsstrukturen pinnen und zum anderen weitere Versetzungsmultiplikation erzwingen.

Aus den WB-XRT-Untersuchungen geht hervor, dass die Entwicklung von Gebieten hoher Versetzungsdichte (Versetzungscluster) durch die Entwicklung einer Mosaizität charakterisiert ist (vgl. Abb. 3.8). Die Versetzungen innerhalb der Körner bilden *Pile-ups* und schließlich Kleinwinkelkorngrenzen, welche näherungsweise entlang der Wachstumsrichtung verlaufen (vgl. z.B. Abb. 3.14). Die Versetzungscluster bestehen demnach aus einem Netzwerk aus Kleinwinkelkorngrenzen und Subkörner, deren Anzahl im Laufe des Kristallisationsprozesses zunimmt. Die Subkörner haben gegenüber dem ursprünglichen Korn eine Misorientierung θ , welche sich hauptsächlich durch eine Rotation um eine Achse parallel zur Wachstumsrichtung erklären lässt (s. Abschn. 3.3.2). Der Betrag der Rotation ist in erster Näherung eine Funktion der Blockhöhe. Demnach nimmt die Versetzungsanzahl innerhalb solcher Strukturen während des Erstarrungsprozesses stetig zu.

3.4.2. Abschätzung der Versetzungsdichte innerhalb der *Pile-ups*

Die reale Versetzungsdichte lässt sich mit der EPD nicht bestimmen, da die *Pile-ups* aus nah beieinander liegenden Versetzungen bestehen. Bei Abständen von

3. Strukturelle Untersuchung von Versetzungsclustern

800 bis 30 nm kann der Messfehler der EPD mehrere Größenordnungen betragen. Um abzuschätzen, wie viele Versetzungen sich in den *Pile-ups* bzw. Subkorn-*grenzen* aufhalten, soll im Folgenden das Subkorngefüge abstrahiert werden.

Aus den gegebenen Beobachtungen heraus lässt sich ein Subkorn durch einen Zylinder darstellen, welcher bildlich aus einem idealen Kristall mit einer Orientierung U_1 herausgestanzt, und danach verdreht um einen Winkel θ wieder eingesetzt wurde (Abb. 3.17 a). Das Subkorn besitzt nun die Orientierung U_2 und die Drehung erfolgte um eine Achse parallel zur Wachstumsrichtung. Der Zylinder hat eine Mantelfläche, welche sich an jedem Punkt dieser Fläche als eine symmetrische Kippkorn-*grenze* darstellen lässt. Die Versetzungen laufen entlang der Zylinderachse und haben Burgersvektoren mit einer Komponente senkrecht zur Wachstumsrichtung. Dies ist auch in Abschn. 3.3.4 beobachtet worden.

Wenn mehrere Subkörner benachbart sind und aneinander stoßen (Abb. 3.7 und 3.8), bilden diese eine röhrenartige Struktur, welche in Abb. 3.17 b vereinfacht als Wabenstruktur dargestellt ist. Diese besteht aus hexagonalen Prismen mit dem Durchmesser d , deren Längsachsen parallel zur Wachstumsrichtung orientiert sind. Die Mantelflächen dieser Prismen bestehen aus symmetrischen Kippkorn-*grenzen*, also aus Anordnungen von Versetzungen mit dem Abstand h .

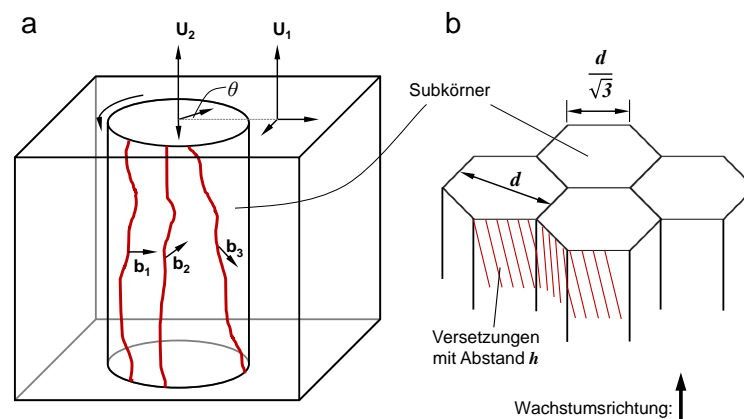


Abbildung 3.17. – a) Modell eines zylinderförmigen Subkornes in einem idealen Kristall mit der Orientierung U_1 . Das Subkorn wurde um eine Achse parallel zur Wachstumsrichtung um einen Winkel θ rotiert und erhält eine verkippte Orientierung U_2 . b) Wenn mehrere solcher Subkörner in einem Versetzungscluster benachbart sind, lässt sich dies modellhaft mit einer Wabenstruktur darstellen. Die Grenzflächen der sechseckigen Waben bestehen aus *Pile-ups* mit Versetzungen im Abstand h .

Eine Waferfläche A schneidet diese Wabenstruktur senkrecht zu deren Längsachsen. Auf dieser Waferfläche A gibt es nun eine bestimmte Anzahl solcher sechseckigen Subkorn Grenzen N_{sub} , welche zusammen ein Parkett aus gleichmäßigen Sechsecken, mit jeweils der Kantenlänge $6 \cdot l$, bilden. Die gesamte Länge l_{sub} dieser Grenzlinien pro Waferfläche A entspricht der gesamten Länge an Subkorn Grenzen pro Waferfläche A und ergibt sich durch:

$$l_{sub} = N_{sub} \cdot \frac{3d}{\sqrt{3}} \quad (3.1)$$

$$N_{sub} = \frac{A}{d^2} \quad (3.2)$$

Zusammen mit dem Versetzungsabstand h ergibt sich nun die Anzahl der Versetzungen ρ_{pu} pro Waferfläche A :

$$\rho_{pu}(d, h) = l_{sub} \cdot \frac{1}{h} \quad (3.3)$$

$$\rho_{pu}(d, h) = \frac{A}{d^2} \cdot \frac{3d}{\sqrt{3}} \cdot \frac{1}{h} \quad (3.4)$$

Betrachtet man eine Fläche A von 1 cm^2 , ist $\rho_{PU}(d, h)$ die Dichte der in den *Pile-ups* vorhandenen Versetzungen in $[\text{cm}^{-2}]$.

Die Funktion $\rho_{pu}(d, h)$ ist für mehrere Versetzungsabstände h in Abhängigkeit von der mittleren Subkorngröße d in Abb. 3.18 aufgetragen. Bei typischen Subkorngrößen, wie sie anhand der Texturbilder (vgl. Abb. 2.10 S. 44) beobachtet werden können und den hier bestimmten Versetzungsabständen, ergäbe sich rechnerisch eine Versetzungsdichte von ca. 10^5 bis $2 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$. Lokale Versetzungsdichten, z.B. innerhalb der Knötchenstrukturen (Abb. 2.11 S. 45), erreichen demnach eine Versetzungsdichte in der Größenordnung von 10^8 cm^{-2} .

Die hier berechneten Versetzungsdichten beinhalten nur die Versetzungen, welche sich in *Pile-ups* anordnen. Diese Beträge werden mit dem EPD-Messverfahren gar nicht erfasst, da *Pile-ups* mit Versetzungsabständen von 800 bis 35 nm im optischen Mikroskop als Linien auftreten. Der Abstand der Versetzungen ist kleiner

3. Strukturelle Untersuchung von Versetzungsclustern

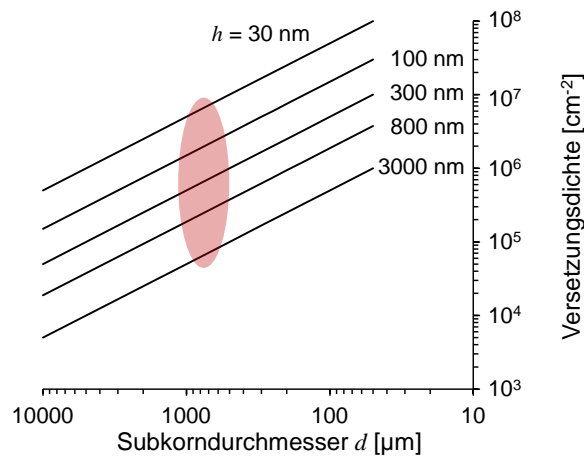


Abbildung 3.18. – Die Versetzungsdichte einer aus *Pile-ups* bestehenden Struktur, aufgetragen über den Subkorndurchmesser d (nach Gleichung 3.4) für verschiedene Versetzungsabstände h . Der Bereich mit typischen, beobachteten Werten ist mit einer Ellipse markiert.

als die Größe der Ätzgruben (3-7 μm). Selbst zwei *Pile-ups* mit den hier gemessenen Abständen von 800 bis 1400 nm wirken nach dem Ätzen makroskopisch wie ein einziges Objekt. Um die reale Versetzungsdichte ρ_{Dis} abschätzen zu können, müssen zu den in der EPD gezählten Versetzungen ρ_{EPD} diejenigen in den *Pile-ups* ρ_{pu} hinzuaddiert werden, sodass $\rho_{Dis} = \rho_{EPD} + \rho_{pu}$. Die Anzahl an Versetzungen in den *Pile-ups* kann die Menge derer, welche mit dem EPD-Verfahren gemessen werden, jedoch um mehrere Größenordnungen übersteigen. So ist zu schließen, dass der gemessene EPD-Wert die tatsächliche Versetzungsdichte um mehrere Größenordnungen unterschätzt. Ein Vergleich zwischen den verschiedenen Defekt-Gebieten ist in Abschn. 5.4 S. 130 gegeben.

Auch die numerischen Simulationen der Versetzungsdichte geben die realen Beträge nicht adäquat wieder (vgl. Abschn. 1.3.3 S. 14). Die numerisch bestimmte, maximale Versetzungsdichte würde 10^5 cm^{-2} betragen und ist damit geringer als die experimentell beobachtete Versetzungsdichte, die nach der EPD-Methode Beträge bis zu 10^6 cm^{-2} erreicht. Die Differenz zu der hier geschätzten Versetzungsdichte ist weitaus höher.

3.5. Zusammenfassung

Die strukturellen Untersuchungen mit WB-XRT und TEM verfeinern das Modell zur Bildung von Versetzungsclustern. Diese bestehen aus einem Netzwerk aus Subkorn Grenzen, welche im Wachstumsprozess durch die Reorganisation von Versetzungen gebildet werden. Die generierten Subkörner sind in ihrer Orientierung zum ursprünglichen Korn um eine Achse parallel zur Wachstumsrichtung rotiert. Der Betrag der Rotation sowie die Anzahl der Subkörner innerhalb eines Versetzungsclusters nehmen über die Säulenhöhe zu, was auf eine stetige Generation von Versetzungen schließen lässt.

Die Anordnung der Versetzungen in einem *Pile-up* geschieht in Vorzugsorientierungen, von denen nur ein Teil parallel zu einer $\{111\}$ -Gleitebene verläuft. Die Ursachen dafür sind die kristallografischen Orientierungen der Gleitebenen sowie die gegenseitige Wechselwirkungen der lokalen elastischen Spannungshöfe der Versetzungen. Für ein genaueres Verständnis wären weitere TEM-Untersuchungen notwendig, bei der die Burgersvektoren der Versetzungen bestimmt werden, welche die *Pile-ups* aufbauen.

Aus den hier gewonnenen Beobachtungen wurde ein Modell erstellt, mit dem sich die Versetzungsdichte innerhalb der *Pile-ups* abschätzen lässt. Die Versetzungsdichte innerhalb der Versetzungscluster ist demnach um ein bis zwei Größenordnungen höher, als es mit der EPD-Methode gemessen werden kann.

4. Evaluierung der Rekombinationsaktivität von Versetzungen

4.1. Einführung

Dieses Kapitel beschäftigt sich mit den Auswirkungen der Versetzungsstrukturen auf die elektrischen Eigenschaften von Wafern und Solarzellen. Durch die Auswertung von DLIT-Messungen mit der Software *Local I-V 2* kann die lokale J - U -Charakteristik einer Solarzelle bestimmt werden. Dies gibt Informationen über den Einfluss der Defektstrukturen auf die Solarzellenparameter wie J_{diff} , J_{rec} , J_{shunt} , FF oder η .

Mit EBIC-Untersuchungen wird die Ladungsträgerrekombination von Versetzungsstrukturen auf mesoskopischer Skala evaluiert. Es wird dargelegt, dass vor allem bestimmte Subkorn Grenzen bei Raumtemperatur rekombinationsaktiv sind. Das EBIC-Signal kann darüber hinaus auch Informationen zur Lage und Ausrichtung von Versetzungen und Subkorn Grenzen liefern.

4.2. Analysemethoden

4.2.1. Dunkel-Lock-In-Thermographie

Eine lokale Analyse der J - U -Charakteristik einer typischen Solarzelle aus mc-Si erfolgte durch die Auswertung von DLIT-Daten mit der Software *Local I-V 2*, welche am MPI Halle entwickelt wurde [17, 18]. Dafür wurde eine Solarzelle benutzt, welche zu den Wafern benachbart ist, für die bereits ein Defektstrukturbild (Abb. 2.9 S. 43), eine EPD-Messung (Abb. 2.6 c S. 39) und ein Laue-Scan (Abb. 2.22 S. 57) vorliegt.

Die insgesamt vier DLIT-Messungen erfolgten mit dem Gerät *Argos PV* der Firma *IRcam*. Die Zelle wurde auf einer Metallplatte befestigt und kontaktiert. In einer Frequenz von 10 Hz wurde an die Solarzelle eine gepulste Spannung U_i an-

Tabelle 4.1. – Betriebspunkte für die DLIT-Messungen.

Messung i	U_i [V]	J_i [A]
1	0,50	0,184
2	0,55	0,689
3	0,60	3,026
4	-0,50	-

gelegt, wie in Tab. 4.1 gelistet. Die jeweiligen Stromstärken $J_i(U_i)$ ergeben sich aus der Dunkelkennlinie der Solarzelle, welche zuvor mit dem *HALM* Kennlinienmesser bestimmt wurde (Tab. 4.1). Eine IR-Kamera nahm mit derselben Frequenz das Wärmebild der Solarzelle auf, und zwar mit einer Phasenverschiebung von 90° zur Anregung (T^{-90° -Signal). Jede DLIT-Messung dauerte eine Stunde.

Der lokale Serienwiderstand R_s wurde mit dem PL-Messgerät LIS-R1 der Firma *BT Imaging* bestimmt. Das Verfahren ist in [135] und [70] näher erläutert.

Die DLIT-Messungen sowie die Messung des lokalen Serienwiderstandes R_s bilden die Eingangsinformationen für die Analyse mit dem Tool *Local I-V 2*. In einem ersten Schritt wird aus den Messdaten der lokale Dunkelstrom ermittelt [17]. Das lokale DLIT-Signal $T_{loc}^{-90^\circ}$ liefert zusammen mit der global verbrauchten Leistung ($P = U \cdot J$) die Information über die lokal verbrauchte Leistung P_{loc} [17]:

$$P_{loc} = \frac{T_{loc}^{-90^\circ} P}{T_{gl}^{-90^\circ} A} \quad (4.1)$$

$T_{gl}^{-90^\circ}$ ist das DLIT-Signal, gemittelt über die gesamte Zellfläche A . Zusammen mit R_s und der angelegten Spannung U_i ergibt sich aus P_{loc} der lokale Dunkelstrom $J(U_{loc})$:

$$P_{loc} = U_{loc} J(U_{loc}) = (U_i - R_s J(U_{loc})) J(U_{loc}) \quad (4.2)$$

$$J(U_{loc}) = \frac{U_i}{2R_s} - \sqrt{\frac{U_i^2}{4R_s^2} - \frac{P_{loc}}{R_s}} \quad (4.3)$$

Die vier DLIT-Messungen ergeben daher vier Werte für den Dunkelstrom bei unterschiedlichen Spannungen U_i . Daran wird an jedem Punkt der Solarzelle die Dunkelstromkennlinie iterativ angepasst, wie sie sich aus dem Zwei-Dioden Modell ergibt (s. Abschn. 1.6 S. 27) [18]. Die Gleichungen 1.9 und 1.10 werden hierbei hinsichtlich der lokalen Bestimmung der Kennlinie leicht variiert:

$$J(U_{loc}) = J_{diff}(U_{loc}) + J_{Rec}(U_{loc}) + J_{shunt}(U_{loc}) \quad (4.4)$$

$$J(U_{loc}) = J_{01} \left(\exp \frac{eU_{loc}}{kT} - 1 \right) + J_{02} \left(\exp \frac{eU_{loc}}{n_2 kT} - 1 \right) + \frac{U_{loc}}{R_p} \quad (4.5)$$

$$U_{loc} = U_i - R_s J(U_{loc}) \quad (4.6)$$

Hier ist U_{loc} die lokale Spannung an der Raumladungszone, J_{01} und J_{02} die Sättigungsstromdichten des Diffusions- bzw. Rekombinationsstromes, n_2 der Idealfaktor, e die Elementarladung, k die Boltzmann-Konstante, T die Temperatur, R_s der Serienwiderstand und R_p der Parallelwiderstand.

Die DLIT-Messung mit negativer Spannung U_4 (vgl. Tab. 4.1) ergibt die lokale Verteilung des Parallelwiderstandes R_p und damit die Information über ohmsche Shunts. Die lokalen Parameter J_{01} , J_{02} und n_2 werden aus den Messungen U_1 bis U_3 durch die oben beschriebene Anpassung gewonnen. Damit ist *Local I-V 2* in der Lage, $J_{diff}(U_{loc})$ und $J_{Rec}(U_{loc})$ separiert abzubilden. Darüber hinaus lassen sich lokale Verteilungen der Solarzellenparameter wie die Leerlaufspannung (U_{oc}), den Fill-Faktor (FF) oder den Wirkungsgrad (η) darstellen [17, 18]. Die Analyse mit *Local I-V 2* wurde durch Dr. Jan Bauer am MPI Halle durchgeführt.

4.2.2. Electron Beam Induced Current

Die EBIC-Untersuchungen wurden am Joint Lab IHP/BTU an der Brandenburgisch Technischen Universität Cottbus-Senftenberg (BTU) durchgeführt. Als Probenmaterial dienten ein chemisch polierter Wafer und die CMP-behandelte Si-Scheiben, welche bereits für die WB-XRT genutzt wurden. Daraus wurden Proben mit einer Größe von $1 \times 1 \text{ cm}^2$ herauspräpariert. Die genaue Positionen der Proben sowie die Probenbezeichnungen sind in Abb. 4.1 und 4.2 gegeben. Die Proben W1 und W4 stammen aus dem Wafer. Deren Oberflächen sind somit senkrecht

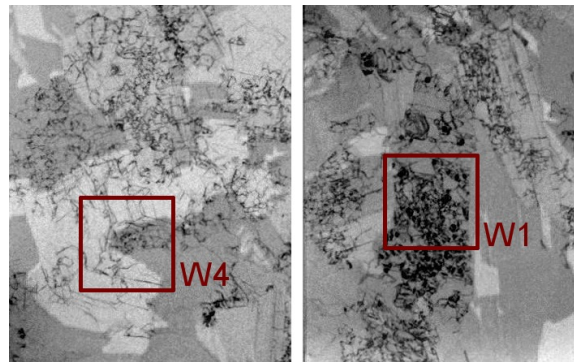


Abbildung 4.1. – Ausschnitte aus dem Defektstrukturbild eines Wafers (senkrecht zur Wachstumsrichtung). Die roten Rechtecke ($1 \times 1 \text{ cm}^2$) markieren die Probenpositionen für die EBIC-Analyse.

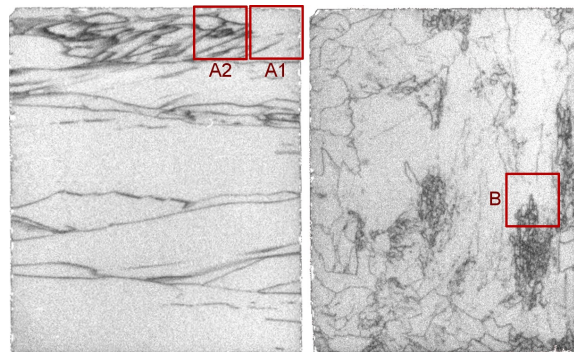


Abbildung 4.2. – PL-Aufnahmen der Probenscheiben A (parallel zur Wachstumsrichtung) und B (senkrecht zur Wachstumsrichtung). Die roten Rechtecke markieren die Probenpositionen für die EBIC-Analyse (je $1 \times 1 \text{ cm}^2$).

zur Wachstumsrichtung orientiert. Die Proben A1 und A2 stammen aus Probenscheibe A, deren Oberflächen liegen somit parallel zur Wachstumsrichtung. Aus der Probenscheibe B wurde Probe B gewonnen, deren Oberfläche senkrecht zur Wachstumsrichtung orientiert ist.

Die Proben wurden zunächst mit einer Ätzlösung aus HNO_3 , HF und Essigsäure und anschließend mit einer verdünnten HF-Lösung behandelt. Die Oberfläche wurde darauf durch eine Piranhalösung (H_2O_2 und H_2SO_4) oxidiert. Die Vorderseite wurde dann mit einer ca. 20 nm dicken Al-Schicht bedampft, um einen Schottky-Kontakt zu bilden. Bei der Bedampfung wurden die Proben mit einem dünnen Metallstreifen arretiert, sodass ein Streifen im Zentrum der Probe frei von Al blieb. Durch diese Zweiteilung wird die Probenfläche verkleinert, was

4. Evaluierung der Rekombinationsaktivität von Versetzungen

das EBIC-Signal verbessert. Der ohmsche Rückseitenkontakt entstand durch das Aufreiben einer eutektischen In-Ga-Legierung.

Die EBIC-Untersuchung wurde an dem Rasterelektronenmikroskop (REM) Zeiss EVO40 durchgeführt. Mit einer Stickstoffkühlung und einem Heizer konnte die Proben­temperatur in einem Bereich bis zu 77 K eingestellt werden. Die Beschleunigungsspannung des Elektronenstrahls betrug 10 bis 20 kV.

4.2.3. Electron Backscatter Diffraction

An der Probe B2 wurde ergänzend die Kristallorientierung mit *Electron Backscatter Diffraction* (EBSD) bestimmt. Die Messung wurde durch Herrn Hans-Michael Krause am Joint Lab IHP/BTU durchgeführt.

4.3. Ergebnisse

4.3.1. DLIT-Messungen

Die Ergebnisse der vier DLIT-Messungen befinden sich im Anhang Abb. B.4 S. 145. Mit zunehmender Spannung werden auf der Solarzelle Gebiete mit lokal erhöhter Wärmebildung sichtbar. Deren räumliche Verteilung korreliert sehr gut mit der räumlichen Verteilung der sichtbaren Defektstrukturen im Texturbild eines benachbarten Wafers (Abb. 4.3 a). Die Abbildung des Serienwiderstandes R_s ist ebenfalls im Anhang zu finden (Abb. B.6 S. 146). Der R_s erhöht sich mit größer werdendem Abstand zu den Bus-Bars und ist überdies im Bereich rechts unten erhöht.

Tabelle 4.2. – Vergleich der gemessenen und simulierten Zelldaten.

Zelldaten	Messung	Simulation
η [normiert]	0,95	0,93
FF [%]	78,5	77,4
J_{mpp} [mA/cm ²]	32,7	32,8
V_{mpp} [V]	0,522	0,508
U_{oc} [V]	0,622	0,617

Die Ergebnisse der Simulation mit *Local I-V 2* sind in Abb. 4.3 c bis f und im Anhang Abb. B.7 S. 147 gegeben. Tab. 4.2 vergleicht die gemessenen Zelldaten mit den durch *Local I-V 2* simulierten. Die Werte befinden sich in guter Übereinstimmung. Die gemessene und mit *Local I-V 2* simulierte J - U -Kennlinien der Solarzelle sind im Anhang Abb. B.5 S. 146 dargestellt. Sie befinden sich bei Spannungen über 0,5 V in guter Übereinstimmung. Die Abweichungen in den Bereichen niedrigerer Spannung sind größtenteils durch die ungenaue Bestimmung der Kennlinie zu erklären. Das vorhandene Messgerät ist auf große Stichprobenmengen und damit auf eine möglichst geringe Messdauer ausgelegt. Bei der betrachteten Solarzelle ergeben sich keine Probleme mit ohmschen Shuntströmen (Abb. B.7 a).

Abb. 4.3 zeigt ein Texturbild (a) und die EPD-Karte (b) von Nachbarwafern zur betrachteten Solarzelle. Von den simulierten Solarzellenparametern bilden insbesondere die Leerlaufspannung U_{oc} (Abb. 4.3 e) und der Diffusionsstrom J_{diff} (Abb. 4.3 c) die örtliche Verteilung der Versetzungscluster gut ab. Im J_{diff} -Bild treten am deutlichsten die Gebiete mit den Markierungen Nr. 5, 9, 16, 20 und 21 auf, welche anhand des Texturbildes als dichte Cluster klassifiziert werden können. Leichte Cluster, wie z.B. Nr. 4, 26 oder 28 führen zu deutlich geringerem J_{diff} . In der Abbildung von U_{oc} sind alle Gebiete, welche im Texturbild einen Kontrast haben, auch durch eine Verringerung der Leerlaufspannung gekennzeichnet.

Nach der lokalen Verteilung des Wirkungsgrades η (Abb. 4.3 d) zufolge, sind hauptsächlich die dichten Cluster für eine Verringerung der Effizienz verantwortlich. Leichte Cluster erscheinen weniger relevant. Allerdings zeichnen sich auch andere Defekte ab, wie z.B. die schlechte Passivierung am Zellenrand, Unterbrechungen der Finger, prozessbedingte Artefakte (z.B. Markierung Nr. 11), oder der generelle Abfall des Wirkungsgrades auf der rechten Seite der Solarzelle, welcher sich hauptsächlich durch die Verteilung des Serienwiderstandes R_s erklären lässt.

In der Abb. des Rekombinationsstromes J_{rec} (Abb. 4.3 f) erzeugt ein Cluster oben links (Markierungen Nr. 1 und 5) keinen Effekt, während oben rechts ein höherer Stromfluss zu bemerken ist. In der Verteilung des Shuntstromes J_{shunt} sind die Defektstrukturen gar nicht wiedergegeben (Abb. B.7 S. 147).

An insgesamt 28 Stellen der Solarzelle wurde anhand des Texturbildes der Clustertyp in drei Klassen eingeteilt, namentlich: *kein Cluster* (defektarmes Ge-

4. Evaluierung der Rekombinationsaktivität von Versetzungen

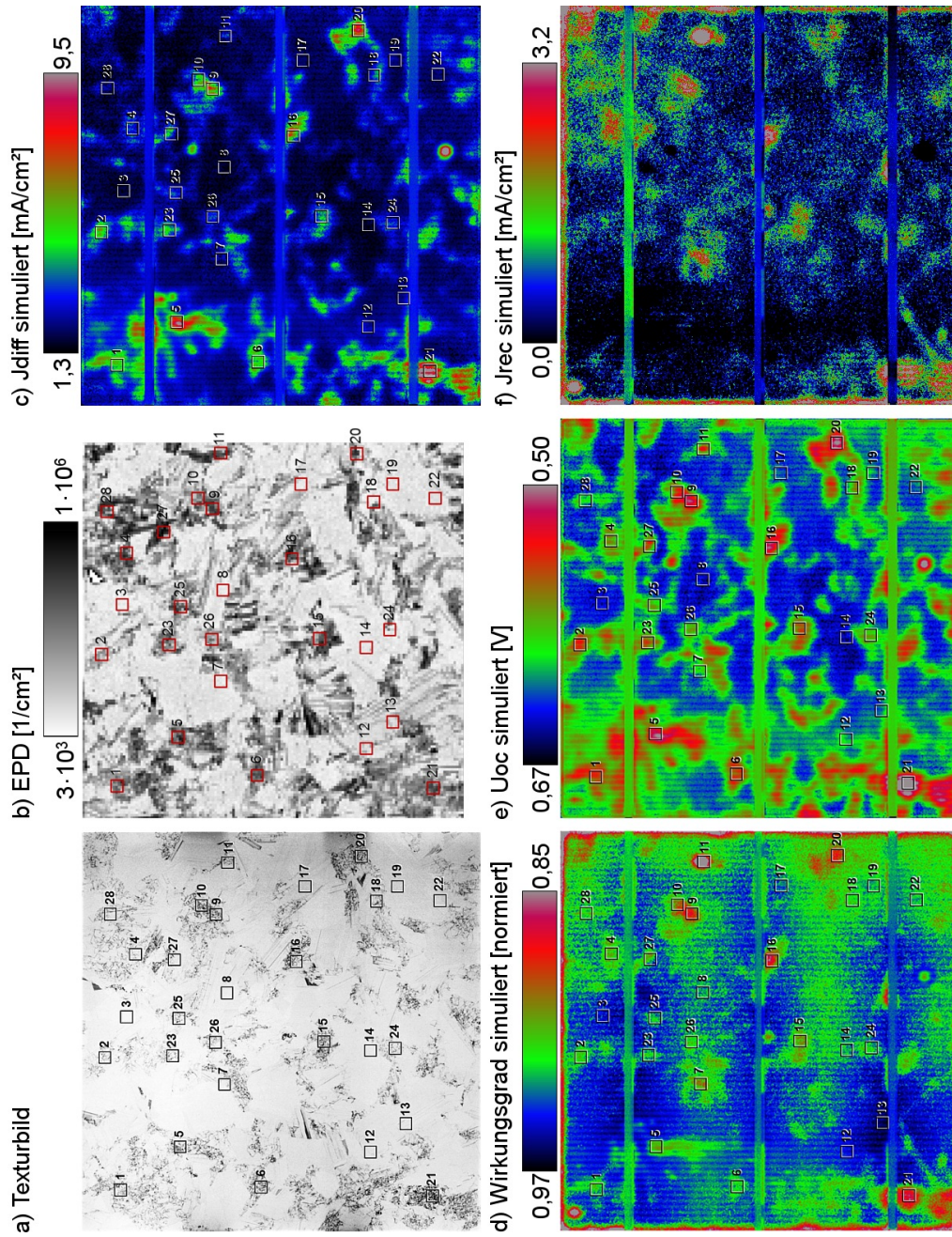


Abbildung 4.3. – a) Texturbild eines zur betrachteten Solarzelle benachbarten Wafers. b) EPD-Messung an einem benachbarten Wafer. c) Diffusionsstrom J_{diff} . d) Wirkungsgrad. e) Leerlaufspannung. f) Rekombinationsstrom J_{rec} .

biet), *leichte Cluster* und *dichte Cluster*. An denselben Positionen wurden die Parameter Versetzungsdichte (EPD), Wirkungsgrad η , Diffusionsstrom J_{diff} und Leerlaufspannung U_{oc} bestimmt. Die Werte von U_{oc} , J_{diff} und η wurden über ein Messfeld von 15×15 Pixeln gemittelt. Die Messpositionen sind in Abb. 4.3 eingetragen. Auf der EPD-Karte wurde aufgrund der geringeren Auflösung ein 5×5 Pixel-Feld benutzt. Die EPD-Karte und die Lage der Messpositionen sind im Detail im Anhang Abb. B.1 S. B.1 gegeben. Durch die Verwendung von Daten aus Nachbarwafern und die unterschiedlichen Auflösungen beinhaltet folgende Analyse mehrere Unsicherheiten bei der Korrelation mit den EPD-Daten.

Die Klassifikation und die Messwerte sind im Anhang Tab. B.2 S. 139 gelistet. Mit den Daten wurde eine Korrelationsanalyse durchgeführt (Abb. 4.4). Bei allen Daten in Abhängigkeit vom Clustertyp wurde ein Zweistichproben-t-Test durchgeführt, um zu prüfen, ob die Änderung im Mittelwert zwischen den Clustertypen signifikant ist. Deren Ergebnis befindet sich im Anhang Tab. B.3 S. 140. Mit zwei Ausnahmen sind die Unterschiede der Mittelwerte signifikant zum Signifikanzniveau $\alpha = 0,01$. Nicht signifikant sind die Änderungen der mittleren EPD zwischen den Klassen *leichte Cluster* und *dichte Cluster*, sowie die Änderung des mittleren Wirkungsgrades zwischen den Klassen *kein Cluster* und *leichte Cluster*.

Bei den Korrelationen zwischen η und EPD, sowie U_{oc} und EPD wurde mit der Methode der kleinsten Quadrate eine logarithmische Funktion angepasst. Die jeweiligen Bestimmtheitsmaße R^2 betragen 0,28 bzw. 0,53. Bei der Korrelation zwischen η und U_{oc} , sowie J_{diff} und η wurde eine lineare Anpassung vorgenommen. Die Bestimmtheitsmaße betragen 0,62 bzw. 0,55 (vgl. Abb. 4.4).

Als Ergebnisse der t-Tests und der Korrelationsanalysen können folgende Aussagen getroffen werden:

- Die Parameter U_{oc} und J_{diff} zeigen eine Abhängigkeit vom Clustertyp (Abb. 4.4 c und d). Bzgl. der EPD äußert sich die Problematik, dass bei der Bestimmung der EPD hohe Versetzungsdichten unterschätzt werden, sodass dichte und leichte Cluster kaum voneinander unterschieden werden können (Abb. 4.4 a). Hinzu kommen oben genannte Unsicherheiten bei der Verwendung der EPD-Daten.
- Bei der Korrelation zwischen η und Clustertyp ist der Unterschied zwischen defektarmen Gebieten (*kein Cluster*) und *leichten Clustern* nicht signifikant.

4. Evaluierung der Rekombinationsaktivität von Versetzungen

Der Wirkungsgrad verringert sich erst wesentlich durch das Vorhandensein von dichten Clustern (Abb. 4.4 b).

- Ein verringerter Wirkungsgrad durch steigende EPD kann nicht nachgewiesen werden. Ein Bestimmtheitsmaß R^2 von etwa 0,3 gibt lediglich den Hinweis auf einen Trend (Abb. 4.4 d). Eine Abhängigkeit der U_{oc} von der EPD ist mit einem Bestimmtheitsmaß R^2 von 0,5 als signifikant einzustufen. Hier äußern sich auch die oben genannten Unsicherheiten bei der Verwendung von EPD-Daten.
- Die Variation in η wird jeweils zu ca. 60 % durch die U_{oc} und den J_{diff} erklärt (Abb. 4.4 f und h).

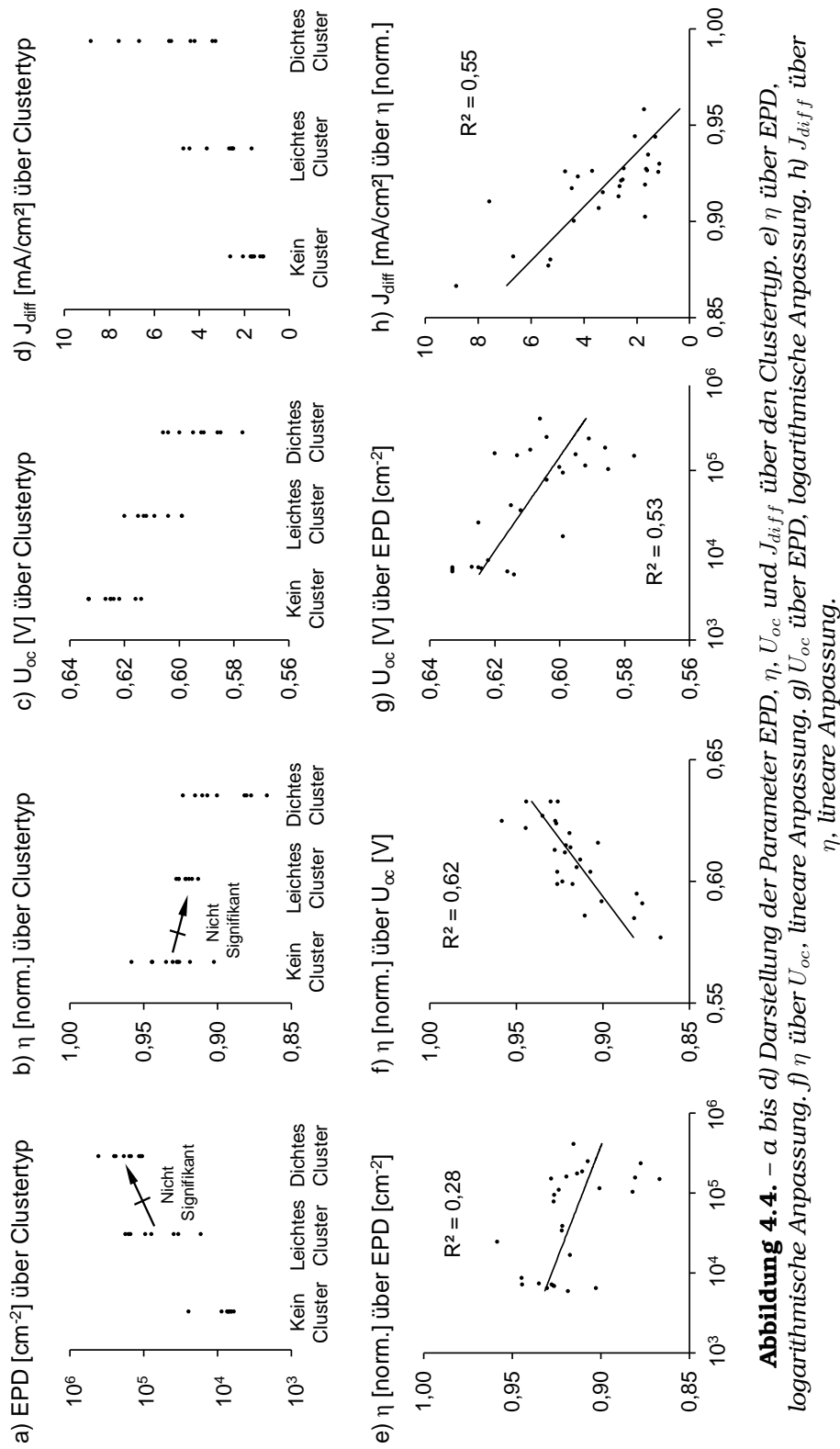


Abbildung 4.4. – a bis d) Darstellung der Parameter EPD, η , U_{oc} und J_{diff} über den Clustertyp. e) η über EPD, logarithmische Anpassung. f) η über U_{oc} , lineare Anpassung. g) U_{oc} über EPD, logarithmische Anpassung. h) J_{diff} über η , lineare Anpassung.

4.3.2. Gegenüberstellung mit dem DFA

Der DFA gibt Auskunft über den Waferflächenanteil, der mit Versetzungsclustern bedeckt ist. Ein maximaler DFA entspricht einer vollständigen Bedeckung des Wafers mit dichten Clustern. Mit dem linearen Modell aus Abschn. 2.4.1 (S. 41) ergibt sich für dieses Szenario eine Minderung der Solarzelleneffizienz um den Faktor $1 - \frac{\Delta\eta}{\eta_{max}} = 0,83$. Aus der lokalen Verteilung des Wirkungsgrades einer Solarzelle (Abb. 4.3 d) kann man den Wirkungsgrad an einer Stelle messen, die von einem dichten Cluster betroffen ist. Der so bestimmte Betrag entspricht ebenfalls dem Wirkungsgrad einer Solarzelle welche vollständig mit dichten Clustern bedeckt ist. Dieser Wert wird mit dem Maximum des Solarzellenwirkungsgrades in Relation gesetzt. Als Ergebnis der *Local I-V 2-Simulation* würde sich demzufolge der Wirkungsgrad einer Solarzelle durch vollständige Bedeckung mit dichten Clustern um den Faktor 0,88 mindern. Beide Faktoren, zum einem bestimmt anhand mehrerer Solarzellen und zum anderen bestimmt durch die Verteilung des Wirkungsgrades einer Solarzelle, befinden sich in guter Übereinstimmung. Der Mittelwert beträgt 0,855.

4.3.3. EBIC-Ergebnisse

Der Versetzungskontrast im EBIC-Signal enthält Informationen über die Ausrichtung der Versetzungslinien, da die Eindringtiefe des Elektronenstrahls bei 15 kV etwa 2 μm beträgt. Wenn die Versetzungen strichartig erscheinen, liegen sie flach geneigt zur Probenoberfläche. Erscheinen sie punktiert, befinden sie sich eher senkrecht zur Probenoberfläche. Das Gleiche gilt für Subkorngrenzen. Sind sie als scharfe Linien sichtbar, verlaufen sie senkrecht zur Probenoberfläche. Geht der Kontrast an einer Seite der Subkorngrenze allmählich auf das Grundniveau zurück, haben diese einen eher flachen Winkel zur Probenoberfläche.

Proben senkrecht zur Wachstumsrichtung

In den EBIC-Aufnahmen (15 kV) von Proben senkrecht zur Wachstumsrichtung ist, analog zu den Mikroskopaufnahmen der geätzten Waferoberfläche (s. Abb. 2.10 S. 44), ein Netzwerk aus Subkorngrenzen zu erkennen (s. Abb. 4.5 und Abb.

4.7 c). Zwischen den Subkorn Grenzen befinden sich Versetzungen mit einer statistischen Verteilung, deren Dichte lokal variieren kann. In Abb. 4.5 befinden sich zwei Detailansichten. Die Pfeile markieren die Subkorn Grenzen und in der Umgebung der *-Symbole befinden sich Versetzungen, welche oftmals strichartig erscheinen. Sie liegen somit flach zur Probenoberfläche (und damit senkrecht zur Wachstumsrichtung), während die Subkorn Grenzen eher senkrecht zur Probenoberfläche angeordnet sind (d.h. parallel zur Wachstumsrichtung).

Das zentrale Gebiet in Abb. 4.5 entspricht einer knötchenartigen Struktur, die sich in mehrere Subkörner unterteilt. Teilweise sind an den Subkorn Grenzen Stellen zu erkennen, an denen scheinbar Versetzungen generiert werden (z.B. weißer Pfeil). Die Versetzungsdichte ist dabei an einem Punkt der Subkorn Grenze am höchsten und nimmt mit größer werdendem Abstand ab.

Proben parallel zur Wachstumsrichtung

Im EBIC-Signal der Proben parallel zur Wachstumsrichtung sind, vergleichbar mit den Proben senkrecht zur Wachstumsrichtung, Subkorn Grenzen und Versetzungen sichtbar. Abb. 4.6 a zeigt Subkorn Grenzen, welche aus Versetzungen gebildet werden, die eine Ausrichtung entlang der Wachstumsrichtung innehaben (Pfeil). Dies ist in einem Detail in Abb. 4.6 b deutlicher zu sehen. In dem mit dem *-Symbol gekennzeichneten Gebiet (Abb. 4.6 a) befinden sich punktförmige Versetzungen, welche eher senkrecht zur Probenoberfläche und somit auch senkrecht zur Wachstumsrichtung angeordnet sind.

Die mit dem #-Symbol markierte Subkorn Grenze ist eher flach zur Probenoberfläche geneigt, wie es am Verlauf des EBIC-Kontrastes zu sehen ist. An der Stelle mit dem #-Symbol endet die Subkorn Grenze und geht in ein Feld aus räumlich verteilten Versetzungen über (*-Symbol). Auch die *Pile-ups* links in Abb. 4.6 a verlieren mit steigender Blockhöhe die Ausrichtung entlang der Wachstumsrichtung und gehen in ein Gebiet mit räumlich verteilten Versetzungen über.

4. Evaluierung der Rekombinationsaktivität von Versetzungen

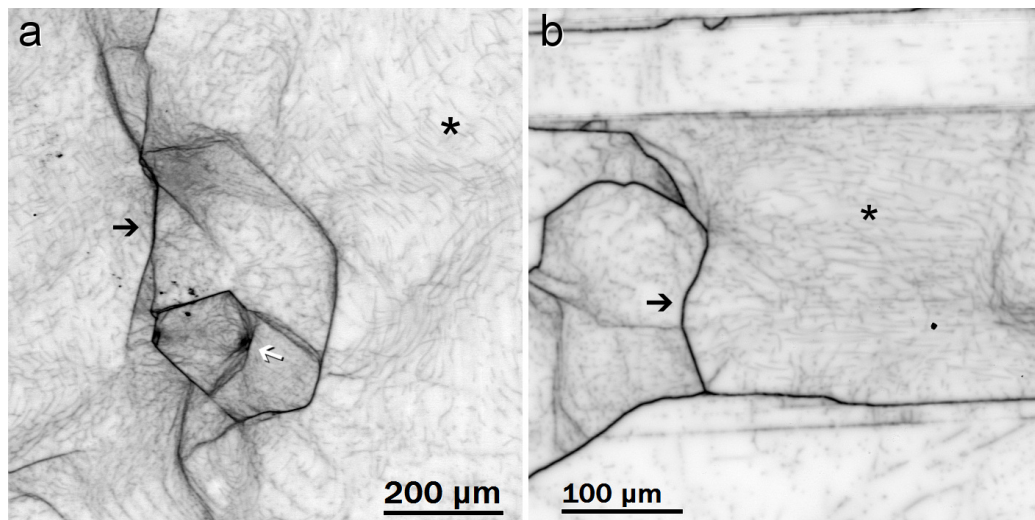


Abbildung 4.5. – EBIC-Aufnahmen von Subkorngrenzen (Pfeile) und Versetzungen (*-Symbol) bei 77 K. Die Probenoberfläche ist senkrecht zur Wachstumsrichtung.

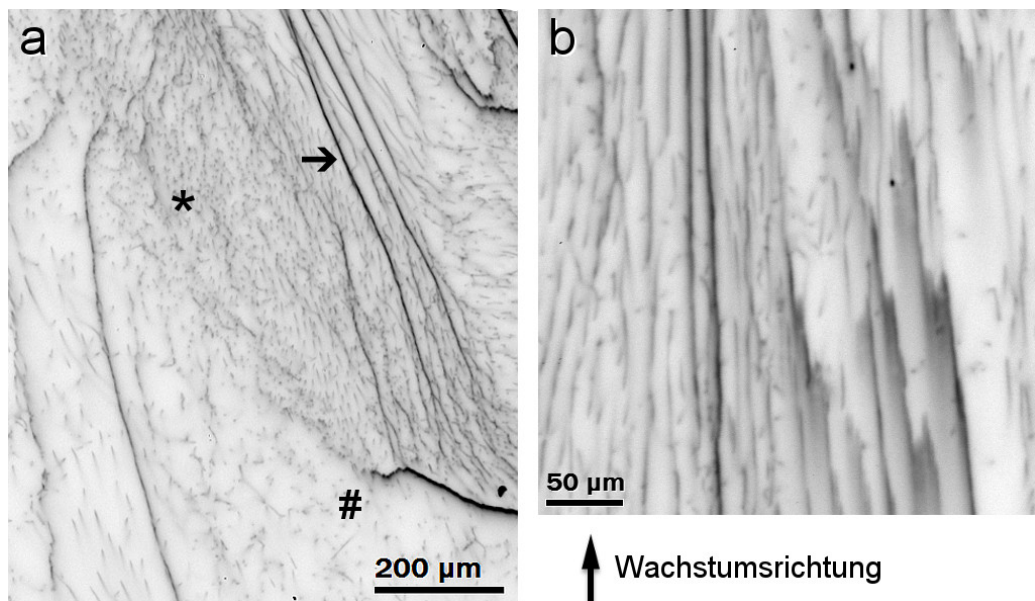


Abbildung 4.6. – EBIC-Aufnahmen (77 K, 15 kV) von Probe A1 (a) und Probe A2 (b), welche parallel zur Wachstumsrichtung orientiert sind. Zu sehen sind entlang der Wachstumsrichtung ausgerichtete Versetzungen, welche mit steigender Höhe Subkorngrenzen bilden (schwarzer Pfeil). Versetzungen, welche eher senkrecht zur Wachstumsrichtung liegen, sind statistisch im Volumen verteilt (*-Symbol).

Temperaturabhängigkeit des EBIC-Signals

In Abb. 4.7 sind drei EBIC-Aufnahmen bei unterschiedlichen Temperaturen von der Probe W1 (senkrecht zur Wachstumsrichtung) gegeben. Die EBIC-Karte bei 77 K in Abb. 4.7 c zeigt eine *Random*-Korngrenze (Großwinkelkorngrenze, schwarzer Pfeil), Bereiche mit statistisch verteilten Versetzungen (*-Symbol) und Subkorngrenzen, welche aus Versetzungen aufgebaut sind und auch im Korn enden können (roter Pfeil). Bei höheren Temperaturen um die 200 K (Abb. 4.7 a) sind lediglich die Korngrenzen und Subkorngrenzen sichtbar. Der Kontrast der statistisch verteilten Versetzungen geht mit steigender Temperatur gegen null.

An drei Stellen der Probe mit den verschiedenen Defektstrukturen (*Random*-Korngrenze, Subkorngrenze und Einzelversetzungen) wurde der EBIC-Kontrast C in Abhängigkeit von der Proben temperatur gemessen (vgl. Abb. 4.8 a). Dieser ergibt sich aus dem Defektstrom I_D und dem Probenstrom im defektfreien Gebiet I_0 wie folgt:

$$C = \frac{I_0 - I_D}{I_0} \quad (4.7)$$

Die Kontrastkurven sind in Abb. 4.8 b dargestellt. Sowohl die Subkorngrenzen als auch die Versetzungen haben einen typischen Verlauf für kontaminierte

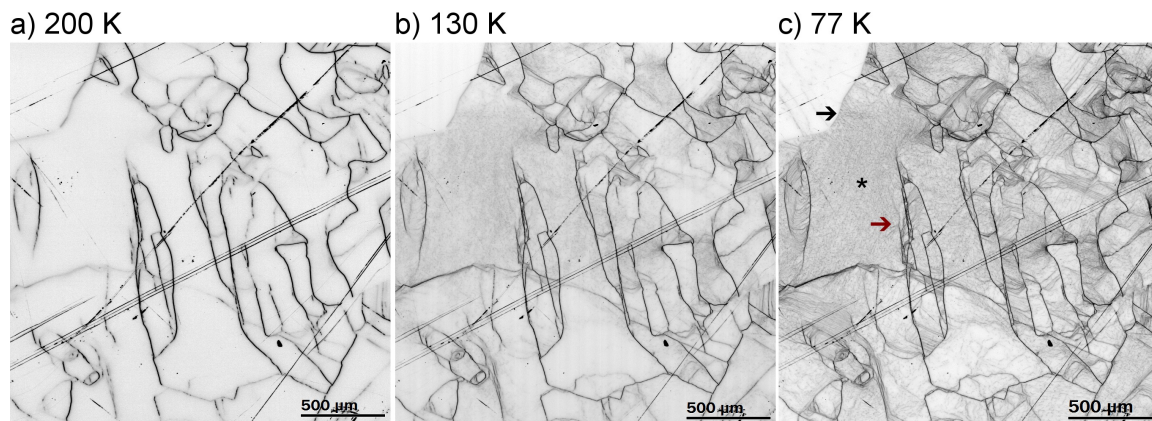


Abbildung 4.7. – EBIC-Messung (15 kV) der Probe W1 (senkrecht zur Wachstumsrichtung) bei 200 K (a), 130 K (b) und 77 K (c). Markiert ist eine Korngrenze (schwarzer Pfeil), Subkorngrenzen (roter Pfeil) und homogen verteilte Versetzungen (*-Symbol).

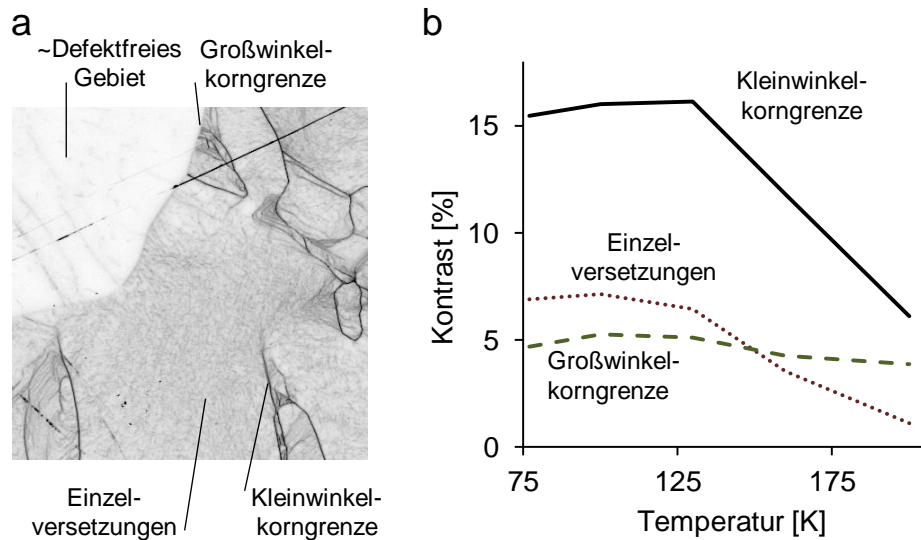


Abbildung 4.8. – a) EBIC-Detail (77 K, 15 kV) mit markierten Defekten. b) EBIC-Kontrast der einzelnen Defekte in Abhängigkeit von der Probentemperatur.

Versetzungen [74, 82] (vgl. Abschn. 1.5.6 und Abb. 1.10 S. 1.5.6). Die Großwinkelkorngrenze besitzt dagegen einen temperaturunabhängigen, konstanten Kontrast. Hier lässt sich das Bändermodell der Versetzungen (vgl. Abb. 1.9 S. 26) nicht anwenden. Der Kontrast der Subkorngrenze ist deutlich höher als bei den Versetzungen, wobei der Verlauf der beiden Kurven nahezu parallel ist. Durch ein Vergleich mit dem Modell nach Kveder et al. (2001) [82] (Abb. 1.10) kann die Störstellenkonzentration der Versetzungen und der Subkorngrenze abgeschätzt werden. Diese liegt etwa bei 10^6 cm^{-1} .

Korrelation von EBIC mit WB-XRT

In Abb. 4.9 befinden sich eine EBIC-Aufnahme bei Raumtemperatur und 77 K (a und b), WB-XRT- (c) und EBSD-Messung (d) eines Bereiches auf Probe B (senkrecht zur Wachstumsrichtung). Bei Raumtemperatur sind im EBIC-Signal nur wenige Subkorngrenzen rekombinationsaktiv (a). Durch Abkühlung auf 77 K wird das gesamte Netzwerk aus Subkorngrenzen sichtbar (b). Auffällig sind hier vertikal im Bild verlaufende Versetzungsanordnungen, welche durch Zwillingsgrenzen gebildet werden, wie die Orientierungsmessungen mit EBSD zeigen. Die im EBIC-Signal sichtbaren Subkörner A bis C sind ebenfalls in der WB-XRT-Aufnahme (c)

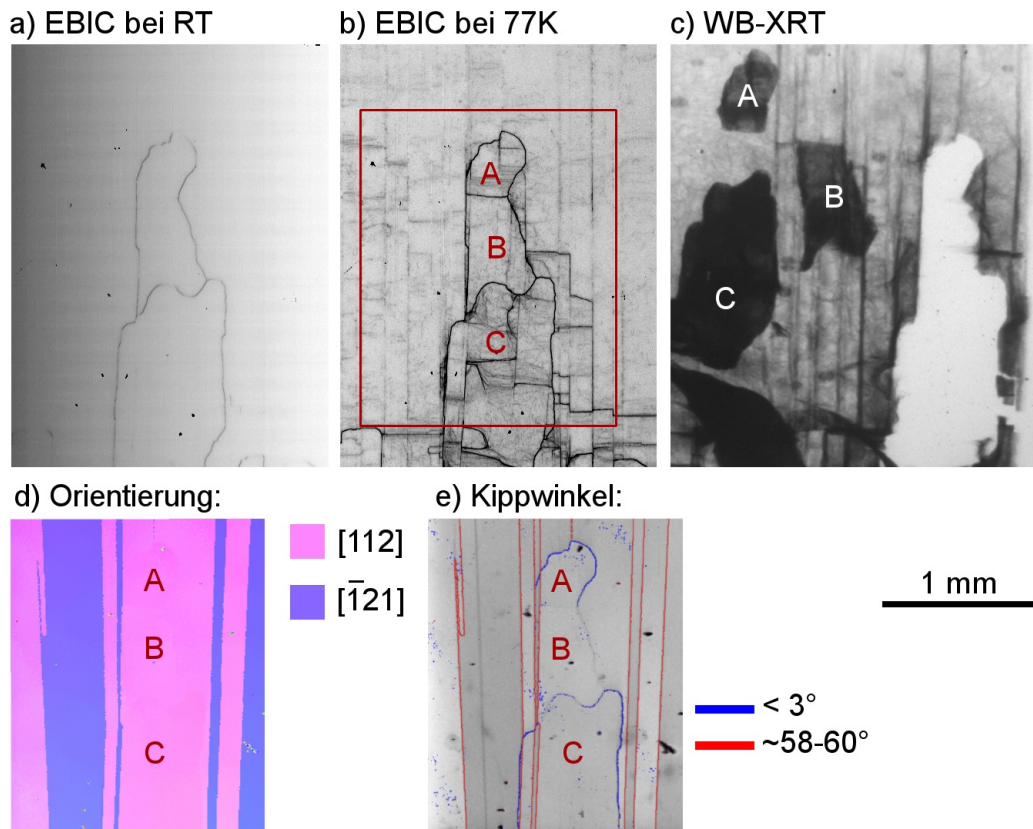


Abbildung 4.9. – a) EBIC-Aufnahme bei Raumtemperatur (15 kV) einer Position aus Probe B. b) EBIC-Aufnahme bei 77 K. c) WB-XRT aus derselben Probenposition. d) EBSD-Orientierungskarte aus dem in (b) markierten Bereich. e) Darstellung der Kippwinkel zwischen den Subkörnern aus der EBSD-Messung.

durch einen Beugungscontrast auffällig. Auch die vertikalen Anordnungen sind im Röntgentopogramm zu erkennen.

Werden Abb. 4.9 a und c miteinander verglichen, stellt sich heraus, dass sowohl die Umgrenzung (Subkorngränze) des Bereiches C, als auch die Umgrenzung um die Bereiche A und B, bei Raumtemperatur rekombinationsaktiv sind. Der Grenzbereich zwischen den Subkörnern A und B besitzt jedoch erst bei niedrigeren Temperaturen einen EBIC-Kontrast. Bei allen anderen im EBIC-Signal sichtbaren Subkorngränzen (b) ist die Versetzungsdichte nicht hoch genug, um im Röntgentopogramm einen Beugungscontrast zu erzeugen.

Die EBSD-Messung ist in Abb. 4.9 d durch die Darstellung der Orientierung und in (e) durch die Darstellung des Verkippungswinkels gegeben. Das Korn ist

4. Evaluierung der Rekombinationsaktivität von Versetzungen

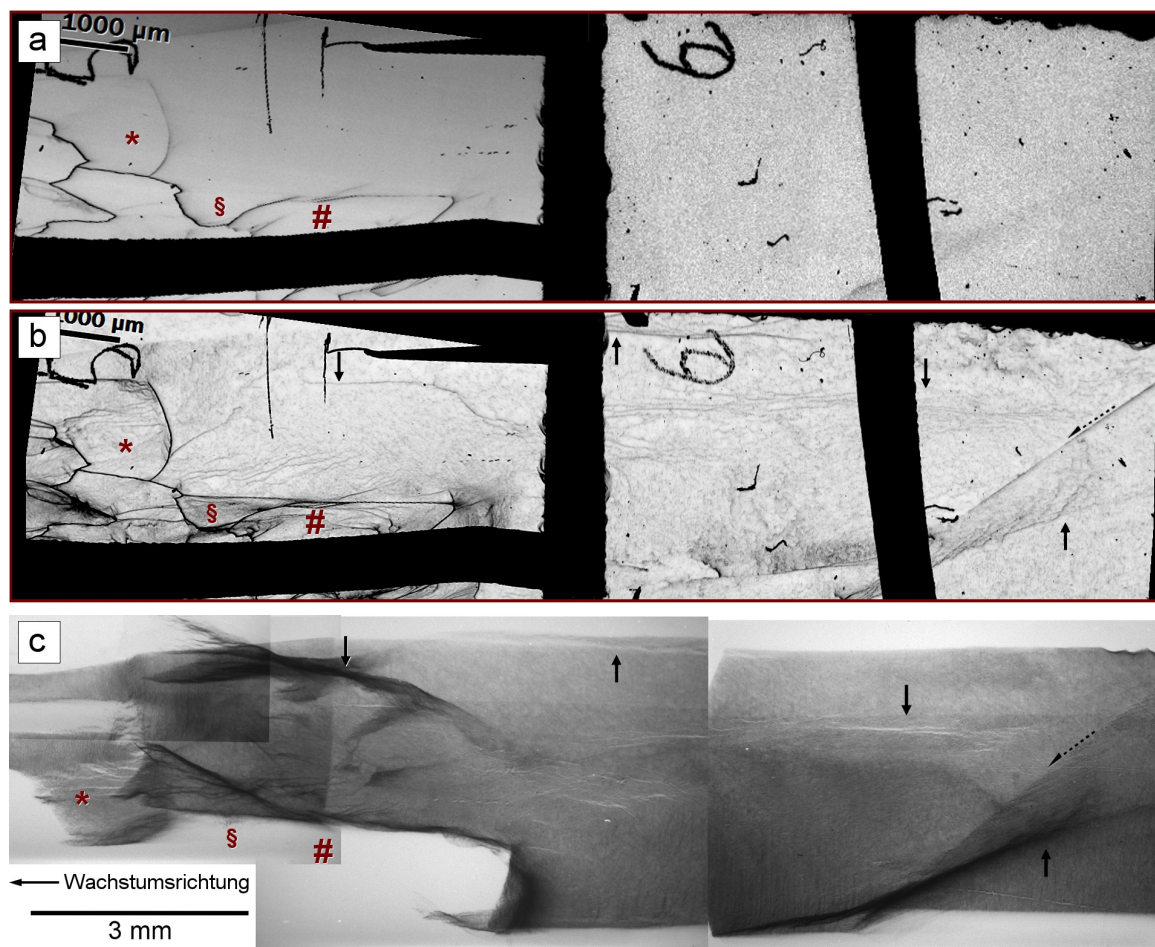


Abbildung 4.10. – a) Zur WB-XRT-äquivalente Ausschnitte der EBIC-Karten der Proben A1 und A2 bei Raumtemperatur, und (b) bei 77 K. c) WB-XRT-Messung desselben Probenbereiches. Erläuterung siehe Text.

demnach von parallel verlaufenden Zwillingsgrenzen durchsetzt, an denen sich die Versetzungen anhaften können. Die in WB-XRT sichtbare Missorientierung ist mit EBSD kaum messbar. In der Darstellung der Verkippungswinkel sind zumindest die Grenzbereiche von Subkorn C sowie den Subkörnern A und B zu erkennen, wie es auch für das EBIC-Signal bei Raumtemperatur der Fall ist.

Ein weiterer Vergleich zwischen WB-XRT und EBIC ist in Abb. 4.10 anhand Probe A1 und A2 (parallel zur Wachstumsrichtung) gegeben. Abb. 4.10 a und b beinhalten die EBIC-Aufnahmen bei Raumtemperatur bzw. 77 K. Das untersuchte Gebiet entspricht den Positionen 82 bis 84 bei der WB-XRT-Messung (Abb. 4.10 c). Die Bereiche, welche in der WB-XRT durch einen Dunkel- oder

Tabelle 4.3. – Vergleich zwischen der Sichtbarkeit einer Subkorn­grenze im EBIC-Signal bei Raumtemperatur und dem Verkippungswinkel, wie er sich aus den WB-XRT Topogrammen ergibt. Die Subkorn­grenzen zwischen den Subkörnern und dem umgebenden Korn (UK) sind in Abb. 4.9 und 4.10 markiert.

	Subkorn- grenze	EBIC-Kontrast sichtbar?	Verkippungs- winkel θ [°]	Versetzungs- abstand h [nm]
Aus Abb. 4.9	C zu UK	Ja	0,74	20,9
	B zu UK	Ja	0,68	22,9
	A zu UK	Ja	0,68	23,0
	A zu B	Nein	0,25	61,2
	B zu C	Ja	0,42	36,9
Aus Abb. 4.10	* zu UK	Ja	0,56	28,0
	§ zu UK	Nein	> 1,00	< 15,0
	# zu UK	Ja	> 1,00	< 15,0

Hellkontrast auffallen, erweisen sich im EBIC-Signal als Bereiche mit höherer Versetzungsdichte (durchgezogene Pfeile). Im linken Bereich der Abb. ist im EBIC-Signal ein Subkorn sichtbar (*-Symbol), welches auch im Topogramm einen Beugungskontrast aufweist. Das mit dem #-Symbol markierte Subkorn besitzt eine stärkere Missorientierung zum umgebenden Subkorn, weshalb der Bereich im Bildausschnitt gänzlich fehlt. Die Umgrenzungen der Bereiche, welche im WB-XRT-Topogramm durch einen Beugungskontrast auffallen, haben auch im EBIC-Signal bei Raumtemperatur einen Kontrast. Eine Ausnahme bildet dabei das mit dem §-Symbol gekennzeichnete Subkorn (s. Tab. 4.3).

Eine direkte Korrelation zwischen EBIC-Kontrast (bei Raumtemperatur) und Verkippungswinkel der Subkörner konnte nicht festgestellt werden. Der Betrag des EBIC-Kontrastes entlang einer Subkorn­grenze schwankt stark, während der Verkippungswinkel näherungsweise konstant bleibt (vgl. Abb. 4.9 a und c). Tab. 4.3 vergleicht die Sichtbarkeit von Subkorn­grenzen im EBIC-Signal bei Raumtemperatur und den Verkippungswinkel θ , der sich aus den WB-XRT-Topogrammen ergibt (s. Abb. 4.9 und 4.10). Es kann sicher gesagt werden, dass alle rekombinationsaktiven Subkorn­grenzen im Topogramm einen Beugungskontrast aufweisen. Die kleinste, hier gefundene Verkippung θ , welche zu einem EBIC-Kontrast führt, beträgt $0,4^\circ$, was einem Versetzungsabstand von etwa 40 nm entspricht. Es existieren auch Subkorn­grenzen mit Verkippungen größer als 1° , die nicht rekombinationsaktiv sind (z.B. durch § markiert, Abb. 4.10).

Demnach ist ein großer Verkipfungswinkel keine hinreichende Bedingung zur Generation einer Rekombinationsaktivität bei Raumtemperatur.

4.4. Diskussion

4.4.1. Auswirkung auf den Solarzellenwirkungsgrad

Von den in mc-Si vorhandenen Versetzungen wirken sich vor allem die Versetzungscluster auf die elektrischen Eigenschaften einer Solarzelle aus. Gebiete mit geringer Versetzungsdichte haben kaum einen Einfluss. Wie die EBIC-Ergebnisse darlegen, sind bei Raumtemperatur hauptsächlich die in den Versetzungscluster vorhandenen Subkorn Grenzen die rekombinationsaktiven Defekte.

Aus der Simulation mit *Local I-V 2* geht hervor, dass beide Klassen an Versetzungscluster lokal die Leerlaufspannung verringern und den Diffusionsstrom erhöhen. Demzufolge rekombinieren die Ladungsträger bei der Diffusion zur Raumladungszone durch das Vorhandensein von Versetzungscluster und den in den Versetzungen vorhandenen tiefen Störstellen. Letztere entstehen durch Aufnahme von Verunreinigungen, welche sich im Kristallisationsprozess nicht vermeiden lassen (s. Abschn. 1.4.1 S. 16).

In der lokalen Verteilung des Wirkungsgrades sind leichte Cluster wenig auffällig, während dichte Cluster einen deutlich negativen Einfluss nehmen. Letztere haben eine wesentlich höhere Versetzungsdichte, wie in Abschn. 5.4 diskutiert ist. Des Weiteren hat ein Großteil der Subkorn Grenzen innerhalb dichter Cluster eine Ausrichtung eher parallel zur Wachstumsrichtung (s. Abschn. 2). Hierbei können diese Strukturen Kanäle für die Diffusion von (metallischen) Verunreinigungen bilden und diese damit von Blockboden und -kappe in zentralere Blockregionen leiten. Für den Kristallisationsprozess hat dies die Konsequenz, dass durch Vermeidung von Körnern mit Orientierungen nahe $\langle 110 \rangle$ der Wirkungsgrad von Solarzellen erhöht werden könnte. Solche Körner neigen insbesondere dazu, dichte Cluster auszubilden (s. Abschn. 2.5.6 S. 65).

Bei den hier betrachteten Solarzellen ergäbe sich bei vollständiger Bedeckung mit Versetzungen eine Minderung im Wirkungsgrad um den Faktor 0,855 (s. Abschn. 2.4.1 und 4.3.2). Es wird nun eine qualitativ hochwertige Solarzelle mit

einem absoluten Wirkungsgrad von 17,0% angenommen (Stand 2010). Für diese würde sich bei einer vollständigen Bedeckung mit dichten Clustern eine Verinergerung auf 14,5% ergeben. Wenn man das Modell von [105] (zurückgehend auf [139], vgl. Abb. 1.8b S.25) extrapoliert, hätte eine Solarzelle mit solch einem Wirkungsgrad eine durchschnittliche Ladungsträgerlebensdauer von weniger als 10 μs . Überträgt man dies auf den in [4] dargestellten Zusammenhang von Ladungsträgerlebensdauer zur EPD (s. Abb. 1.8a S.25), bedeutet dies eine EPD von ca. 10^6 cm^{-2} . Dies entspricht auch den in Abschn. 2.4.1 beobachteten maximalen EPD-Wert (s. Abb. 2.6 S.39). Damit sind die Korrelation des DFA mit dem Wirkungsgrad, die Auswertung der DLIT mit *Lokal I-V 2* und die Informationen in der Literatur untereinander konsistent.

4.4.2. Rekombinationsaktivität von Subkorn Grenzen

Rekombinationsaktive Versetzungsstrukturen sind hauptsächlich solche Subkorn Grenzen, welche auch in der WB-XRT einen Beugungs Kontrast aufweisen. Eine direkte Korrelation mit dem Verkippungswinkel und damit auch der Versetzungsdichte konnte allerdings nicht nachgewiesen werden. Die nähere Betrachtung von Abb. 4.9 a bis c (S. 113) zeigt, dass die Subkorn Grenzen im EBIC-Bild (bei Raumtemperatur) jeweils in ihrem Kontrast schwanken, während aus dem XRT-Topogramm für die gesamte Subkorn Grenze ein konstanter Verkippungswinkel entnommen werden kann. Eine hinreichend hohe Versetzungsdichte in den Subkorn Grenzen scheint nur eine Bedingung für die Rekombinationsaktivität zu sein. Nach den gegebenen Beobachtungen wäre eine Verkippung von mindestens $0,4^\circ$ notwendig, was mit einem Versetzungsabstand von höchstens 40 nm einhergeht. Für genauere Angaben fehlen hier systematische und statistisch belastbare Untersuchungen des EBIC-Kontrastes von Subkorn Grenzen in Abhängigkeit von deren Verkippungswinkeln.

Die hier erläuterten Beobachtungen sind auch in [26] wiedergegeben. Es wird beschrieben, dass Kleinwinkelkorn Grenzen bei geringer Kontaminierung unterschiedlich starken EBIC-Kontrast aufweisen (vgl. Abb. 1.11 S.27). Eine weitere Voraussetzung für die Rekombinationsaktivität wäre demzufolge die Kontamination der Versetzungen mit Verunreinigungen, vor allem Übergangsmetalle wie z.B. Fe oder Cu. Diese können die Versetzungen dekorieren und tiefe Störstellen in der

Si-Bandlücke bilden (vgl. Abschn. 1.5.6). Bei hinreichender Annäherung der Versetzungen innerhalb von *Pile-ups* und der damit einhergehenden hohen Versetzungsdichte wäre es denkbar, dass sich diese punktuellen Störstellen mehrerer Versetzungen zu ein- oder gar zweidimensionale Störungen überlagern. Eine Rekombination über Präzipitate an Versetzungen kann ausgeschlossen werden. Hier hätten sich Probleme im Rekombinationsstrom oder im Shuntstrom bemerkbar gemacht, da solche Defekte den p-n-Übergang stören bzw. überbrücken.

Der Betrag der Rekombinationsaktivität kann entlang einer Subkorngrenze, trotz einem konstanten Verkipfungswinkel, variieren. Weiterhin wäre eine lokal schwankenden Konzentration an Verunreinigungen durch Diffusionsprozesse eher unwahrscheinlich. Daher muss angenommen werden, dass örtliche strukturelle Begebenheiten weitere Bedingungen sind, um eine Rekombinationsaktivität hervorzurufen. So kann sich der Charakter einer Korngrenze lokal verändern, da diese eine zufällig geformte Grenzfläche darstellt. Denkbar ist weiterhin die Notwendigkeit einer bestimmten Dichte an Lomer-Cottrell-Versetzungen, wie es auch in [90] beobachtet wurde. Die hohe Versetzungsdichte wäre dann notwendig, um eine bestimmte Wahrscheinlichkeit für die Lomer-Cottrell-Versetzungsreaktion zu schaffen. Der Betrag dieser Wahrscheinlichkeit kann ebenfalls von den örtlichen, strukturellen Begebenheiten abhängig sein.

Körner mit $\langle 110 \rangle$ -Orientierung besitzen zwei $\{111\}$ -Gleitebenen parallel zur Wachstumsrichtung. Dies könnte die Reaktion zweier 60° -Versetzungen zu einer 90° -Versetzung begünstigen. Lomer-Cottrell-Versetzungen stellen eine größere strukturelle Störungen dar, als dissoziierte 60° - oder Schraubenversetzungen. Dies kann zu einer stärkeren Dekoration mit Verunreinigungen und damit zu einer erhöhten Ladungsträgerrekombination führen.

4.4.3. Bildung von Subkorngrenzen

Der Vergleich zwischen den Proben parallel und senkrecht zur Wachstumsrichtung ergibt, dass vor allem Versetzungen mit Ausrichtung entlang der Wachstumsrichtung dazu neigen, Subkorngrenzen auszubilden, während Versetzungen mit anderer Ausrichtung eher statistisch verteilt vorkommen. Dies ist gerade in Abb. 4.6 anhand der Probe parallel zur Wachstumsrichtung gut zu erkennen.

Dieselbe Beobachtung ist auch durch die WB-XRT in Gebieten mit geringer Versetzungsdichte gemacht worden (vgl. Abb. 3.11 S. 84 und Abb. 4.10 S. 114).

Bei der Bildung von Subkorn Grenzen passiert zunächst eine räumliche Annäherung der Versetzungen, bis diese eine Anordnung bilden, welche im Röntentopogramm auch mit einer sprunghaften Änderung der Kristallorientierung einhergeht. Dies wird bei Betrachtung der zwei schwarzen, nach unten deutenden Pfeile in Abb. 4.10 deutlich. Wenn die Versetzungen noch eine räumliche Verteilung innehaben, äußert sich dies im WB-XRT-Topogramm durch eine kontinuierliche Änderung des Kontrastes (rechts in Abb. 4.10). Dieser geht in eine sprunghafte Änderung des Kontrastes über (links im Bild), wenn sich die Versetzungen einander annähern und sich schließlich zu einer Subkorn Grenze formieren.

Durch die fortschreitende Phasengrenze im Kristallisationsprozess haben die Versetzungen und die sich daraus bildenden Subkorn Grenzen eine Vorzugsorientierung entlang der Wachstumsrichtung. Dies ist geometrisch bedingt, denn diejenige Versetzungen mit einer Ausrichtung entlang der Wachstumsrichtung verbleiben im Prozess an derselben lateralen Position, während geneigte Versetzungen gezwungen sind, mit der Verschiebung der Phasengrenze auch eine laterale Verschiebung ihrer Position durchzuführen (wie in Abschn. 2.5.6 und anhand Abb. 2.14 diskutiert und dargestellt worden ist). Sie unterliegen daher einer höheren Wahrscheinlichkeit, auf Korn Grenzen zu stoßen und dort zu annihilieren. Im Verlauf des Wachstumsprozesses kommt es demzufolge zu einer Erhöhung der Konzentration an Versetzungen mit Ausrichtung entlang der Wachstumsrichtung.

In EBIC-Aufnahmen wie z.B. Abb. 4.6 a ist zu beobachten, dass Subkorn Grenzen im Korn enden können, vor allem wenn diese nicht entlang der Wachstumsrichtung ausgerichtet sind. Subkorn Grenzen entlang der Wachstumsrichtung scheinen dagegen im Prozess stabiler zu sein. Makroskopisch äußert sich dies in der Abhängigkeit der Clustergeneration von der Kornorientierung. Subkorn Grenzen entlang der Wachstumsrichtung sind - bedingt durch die Lage der Gleitebenen - in Körnern mit Orientierungen nahe $\langle 110 \rangle$ am einfachsten zu realisieren (vgl. Abschn. 2.5.6 S. 65).

4.5. Zusammenfassung

Die Auswertung von DLIT-Messungen an Solarzellen mit *Local I-V 2* ergibt nützliche Informationen über die lokalen, elektrischen Eigenschaften einer Solarzelle und damit auch ihrem Defekthaushalt. Hierbei bewirken insbesondere die dichten Cluster eine Minderung der Solarzelleneffizienz.

Die negative Wirkung der Versetzungscluster ist im Wesentlichen auf die Subkorngrenzen zurückzuführen. Ab einem Verkippungswinkel von ca. $0,4^\circ$ können die Subkorngrenzen bei Raumtemperatur elektrisch aktiv sein. Dies ist jedoch keine hinreichende Bedingung für eine Rekombinationsaktivität. Vor allem eine Dekoration der Versetzungskerne mit Verunreinigungen wie z.B. Fe oder Cu ist für eine Rekombinationsaktivität notwendig, welche wiederum von lokalen, strukturellen Begebenheiten abhängig sein kann. Darüber hinaus wurde die Bildung von Lomer-Cottrell-Versetzungen diskutiert, die aufgrund ihrer strukturellen Eigenschaften eine stärkere Dekoration und damit auch eine höhere Rekombinationsaktivität aufweisen könnten.

Aus dem Versetzungscontrast im EBIC-Signal geht hervor, dass Versetzungen eher *Pile-ups* und schließlich Subkorngrenzen bilden, wenn sie entlang der Wachstumsrichtung ausgerichtet sind. Diese Beobachtung ist analog zu den Erkenntnissen aus der WB-XRT. Andersartig ausgerichtete Versetzungen bleiben eher räumlich verteilt. Die Ursache dafür liegt in der Charakteristik der gerichteten Erstarrung. Die fortschreitende Phasengrenze begünstigt die Generation von Versetzungen und demzufolge auch von Subkorngrenzen, welche entlang der Wachstumsrichtung ausgerichtet sind.

5. Abschließende Diskussion

5.1. Einführende Bemerkungen

In den Kapiteln 2 bis 4 wird die Versetzungsstruktur in multikristallinen Siliciumblöcken in ihren Teilaspekten beleuchtet. Die Diskussionsbeiträge (vgl. Abschn. 2.5, 3.4 und 4.4) sollen in diesem Kapitel nochmal im Gesamtbild dargestellt und zu einer abschließenden Interpretation der Ergebnisse und Beobachtungen zusammengefasst werden. Im Anschluss werden noch offene Fragestellungen und Maßnahmen zur Verminderung der Versetzungsdichte im Kristallisationsprozess benannt.

Die genaue Gestalt der Versetzungsstruktur innerhalb eines Siliciumblockes ist sowohl von der Prozesszeit, als auch von der betrachteten Position im Block abhängig. Alle hier durchgeführten Untersuchungen geben ein Bild von einem eingefrorenen Endzustand, welcher sich nach einer komplexen Historie mit mehrmaliger Veränderung der Spannungs- und Temperaturzustände einstellt. Gerade auf die zeitliche Entwicklung der Defektstrukturen kann hier nur indirekt geschlossen werden.

5.2. Beschreibung der Versetzungsstruktur

5.2.1. Klassifikation

In Kapitel 2 wurde die Versetzungsstruktur repräsentativ für das gesamte Blockvolumen makroskopisch beschrieben. Bei einem solchen Betrachtungsabstand sind vor allem die Versetzungscluster auffällig, welche sich von Gebieten abtrennen, die zunächst defektarm erscheinen. Dabei können die Versetzungscluster hinsichtlich ihrer Struktur in leichte und dichte Cluster unterschieden werden (s. Abschn. 2.4.2 S. 43). Dies ergibt drei charakteristische Blockbereiche: die *de-*

defektarmen Bereiche, leichte Cluster und *dichte Cluster*. In Kapitel 3 wurden in kleineren Probenvolumen typische Bereiche genauer untersucht, um die strukturelle Charakteristik zu bestimmen.

Es wird davon ausgegangen, dass Versetzungen nach dem Kristallisationsprozess in einer geringen, variierenden Dichte zwischen ca. 10^2 bis 10^4 cm^{-2} im Großteil des Blockvolumens vorhanden sind. Dies ergibt sich sowohl aus den WBXRT-Aufnahmen von defektarmen Bereichen, welche im PL-Bild bei Raumtemperatur keinen Kontrast aufweisen (s. Abschn. 3.3.4), als auch aus den Verläufen des DFA über die Blockhöhe (Abb. 2.13 S. 48).

Ab einem bestimmten räumlichen und zeitlichen Punkt im Prozess wird ein Versetzungscluster initiiert (Clusterkeim), wobei die Generationsrate von Versetzungen erheblich gesteigert wird (s. Abb. 2.16 S. 51). Die Entstehung der Clusterkeime wurde vor allem an Korngrenzen beobachtet (s. Abschn. 2.4.4). Unter ungünstigen Umständen kann die Versetzungsdichte innerhalb der Cluster weiter erhöht werden, wie im nachfolgenden Abschnitt noch erläutert wird. Die geschätzten mittleren Versetzungsdichten in den drei Gebieten (defektarm, leichte Cluster, dichte Cluster) sind in Abb. 5.4 dargestellt.

Die Evolution eines Versetzungsclusters geht einher mit der Ausbildung eines mosaizitären Gefüges, bestehend aus einem Netzwerk aus Subkorngrenzen (s. Abschn. 3.4.1). Diese teilen das ursprüngliche Korn in mehrere Domänen (Subkörner), mit leicht veränderter Kristallorientierung. Die Subkorngrenzen können sowohl Versetzungen in ihrer Bewegung blockieren, als auch Quellen für Versetzungen darstellen. Dies hat zur Folge, dass sich die Versetzungscluster teilweise scharf von benachbarten, defektarmen Regionen abgrenzen. Auf die Bildung und Entwicklung eines Versetzungsclusters wird in Abschn. 5.3 näher eingegangen.

5.2.2. Strukturelle Informationen

Durch die Untersuchungen in Kapitel 2 wurde gezeigt, dass die Charakteristik der Versetzungscluster stark von der Kornorientierung und damit auch von der Orientierung der Gleitsysteme abhängig ist. Dieses Verhalten führt zur Annahme, dass die Versetzungsstrukturen zum Großteil aus 60° -Versetzungen gebildet werden, da Schraubenversetzungen durch Quergleiten die Gleitebenen

wechseln können. In XRT-Topogrammen aus Gebieten mit geringer Versetzungsdichte konnten nur 60° -Versetzungen nachgewiesen werden (s. Abschn. 3.3.4 S. 81). Für eine statistisch belastbare Aussage zum Verhältnis zwischen 60° - und Schraubenversetzungen fehlen hier jedoch weitere TEM- und WB-XRT-Untersuchungen mit Burgersvektor-Analyse.

Aus den TEM-Untersuchungen geht hervor, dass die in den Versetzungsclustern vorhandenen Subkorn Grenzen aus streng parallel angeordneten Versetzungen aufgebaut sind (s. Abschn. 3.4.1), wobei der Versetzungsabstand innerhalb einer Aufreihung immer gleichmäßig ist. Dies ist nur mit Kletterbewegungen und damit nur bei hohen Temperaturen realisierbar. Der Versetzungsabstand beträgt dabei 800 bis 30 nm, was zu einer Verkipfung der Orientierung von $0,07$ bis $0,3^\circ$ führt (s. Abschn. 3.4.1 S. 92). Die Rotation der Kristallorientierung um eine Achse parallel zur Wachstumsrichtung lässt sich am besten mit 60° -Versetzungen realisieren, welche möglichst entlang der Wachstumsrichtung ausgerichtet sind (s. Abb. 3.17 S. 94). Sie haben dann Burgersvektoren mit einer horizontalen Komponente, womit auch die thermischen Spannungen an der Erstarrungsfront eine horizontale Komponente besitzen müssen.

Bei geringer Versetzungsdichte sind die *Pile-ups* stets entlang der 111-Gleitebenen (s. Abschn. ausgerichtet 3.3.4 S. 81). Bei höheren Versetzungsdichten können weitere Vorzugsorientierungen beobachtet werden, welche nicht zwangsläufig kristallografisch begründbar sein müssen (s. Abschn. 3.3.5 S. 86).

Je nach Orientierung der Gleitsysteme haben die Versetzungen und Subkorn Grenzen eine Ausrichtung entlang der Wachstumsrichtung (s. Abschn. 3.3.2 S. 75 und 4.4.3 S. 118). Andersartig ausgerichtete Versetzungen sind eher räumlich statistisch verteilt. Dies resultiert aus der fortschreitenden Phasengrenze im Kristallisationsprozess, welche über die Blockhöhe den Anteil an Versetzungen erhöht, die in Wachstumsrichtung ausgerichtet sind. Zur Phasengrenze geneigte Versetzungslinien unterliegen überdies einer höheren Wahrscheinlichkeit, an Korn Grenzen zu stoßen und dort zu enden. Die höchste Konzentration an Versetzungen mit Ausrichtung entlang der Wachstumsrichtung entsteht in Körnern mit Orientierungen nahe $\langle 110 \rangle$, da hier zwei unabhängige Gleitsysteme parallel zur Wachstumsrichtung orientiert sind.

5.2.3. Wechselwirkung mit Korngrenzen

Die zum Start der Kristallisation entstehenden Körner stoßen zwangsläufig unter der Bildung von Korngrenzen aneinander. Dies sind primäre Korngrenzen und die Orientierungsbeziehung zwischen den Körnern ist zufällig (*Random-Korngrenzen*), sodass sich sowohl Großwinkel- als auch Kleinwinkelkorngrenzen bilden können. Im Verlauf des Kristallisationsprozesses werden Subkorngrenzen (Kleinwinkelkorngrenzen) und Zwillingskorngrenzen (Koinzidenzkorngrenzen) sekundär, d.h. im Laufe des Kristallisationsprozesses, gebildet.

Die Versetzungscluster generieren sich hauptsächlich an Korngrenzen, wobei die genaue Ursache unbekannt ist (s. Abschn. 2.5.4 S. 62). Die Evolution eines Versetzungsclusters geht mit der Bildung eines Subkorngefüges einher (Abb. 5.2). Die gebildeten Subkorngrenzen stellen eine Barriere für die Versetzungsbewegung dar und können gleichzeitig als Versetzungsquellen agieren. Auf diese Weise kann die Versetzungsdichte innerhalb eines Versetzungsclusters stark variieren. Makroskopisch äußert sich dies z.B. in der Bildung knötchenartiger Strukturen (s. Abb. 2.10 S. 44). Die primären Großwinkelkorngrenzen (*Random-Korngrenzen*) stellen ebenfalls Barrieren für die Versetzungsbewegung dar, können aber u.U. auch überwunden werden, wenn durch die *Pile-ups* lokal hohe Spannungen erzeugt werden (s. Abb. 2.12 S. 46). Zwillingskorngrenzen können von Versetzungen überwunden werden, wenn mindestens ein Gleitsystem in beiden Körnern dieselbe Orientierung hat [116].

Wenn die Korngrenzen als Barrieren wirken, können dort auch Versetzungen annihilieren. In Abschn. 2.5.5 (S. 63) wurde gezeigt, dass Bereiche mit sehr hoher Versetzungsdichte (vor allem dichte Cluster) tendenziell von benachbarten Körnern überwachsen werden. Dabei wird die Versetzungsdichte schlagartig verringert.

5.3. Entstehung der Bereiche hoher Versetzungsdichte

5.3.1. Entwicklung eines Versetzungsclusters

Aus den Beobachtungen in Kapitel 2 und 3 lässt sich die Entwicklung eines Versetzungsclusters darstellen, wie es in Abb. 5.1 skizziert ist:

- A)** Die Versetzungen werden während der Erstarrung generiert und sind zunächst eher statistisch verteilt. Die Generation geschieht an einer Korngrenze entweder kontinuierlich (wie hier dargestellt) oder stoßweise an bestimmten Spannungs-Konzentratoren (s. Abb. 2.16 S. 51).
- B)** Getrieben von der Verringerung der elastischen Energie ordnen sich die Versetzungen zu *Pile-ups* und schließlich zu Kleinwinkelkorngrenzen. Es entstehen Subkörner, die sich durch einen kleinen Betrag an Rotation in der Kristallorientierung vom ursprünglichen Korn unterscheiden. Diese Rotation passiert um eine Achse parallel zur Wachstumsrichtung (s. Abschn. 3.3.2 S. 75).
- C)** Die Subkörner teilen sich im Prozess immer weiter auf und auch der Betrag der Rotation der Kristallorientierung nimmt zu (Abb. 3.7 S. 78). Die gebildeten Kleinwinkelkorngrenzen stellen eine neue Grenzfläche im Kristall dar und nehmen lokal wiederum mehr thermische Spannungen auf. Sie können fortan auch als Versetzungsquelle wirken.
- D)** Das Ergebnis der Restrukturierung ist ein Gebiet mit einem Netzwerk aus Subkorngrenzen. Dieses ist nach dem Prozess auf dem Wafer als Versetzungscluster zu beobachten (vgl. Abschn. 2.4.2 S. 43).

Der in (C) beschriebene Effekt soll in Abb. 5.2 vertiefend dargestellt werden. Sobald ein Versetzungscluster an einer (z.B. Großwinkel-) Korngrenze generiert wird (a), ordnen sich die Versetzungen zu Subkorngrenzen an, wie es in Form von Sechsecken gekennzeichnet ist (b). Dies geht einher mit der Rotation der Kristallorientierung um eine Achse parallel zur Wachstumsrichtung. Die sekundären Subkorngrenzen bilden neue Grenzflächen, welche die thermische Spannung aufnehmen. Sie agieren damit als neue Versetzungsquellen und provozieren die Bildung weiterer Subkörner (c). Innerhalb der Subkörner können ebenfalls Sub-

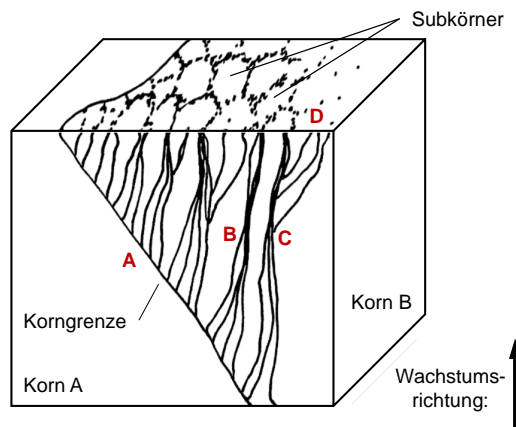


Abbildung 5.1. – Modell zur Entstehung eines Versetzungsclusters. Dies beinhaltet die Generation an Korngrenzen (A), die Restrukturierung zu *Pile-ups* und Subkorngrenzen (B), die erhöhte Versetzungsgeneration an den Subkorngrenzen (C) und schließlich das Gefüge aus Subkörnern (D).

körner entstehen (kleine Sechsecke), wobei das Gefüge immer feinkörniger wird. Auch innerhalb der Subkörner wird die Versetzungsdichte erhöht. Die Versetzungen könnten dann in die Subkorngrenze migrieren, oder sie verbleiben außerhalb, wenn abstoßende Kräfte vorliegen (s. Abschn. 1.5.5 23). Letzteres führt zur Entstehung der in Abschn. 2.4.2 (S. 43) beschriebenen knötchenartigen Strukturen (d).

Für die Restrukturierung der Versetzungen zu *Pile-ups* und Kleinwinkelkorngrenzen ist eine hohe Versetzungsmobilität notwendig. Diese ist direkt an der Phasengrenze am größten und nimmt, aufgrund des axialen Temperaturgradienten, zum Boden hin exponentiell ab (vgl. Abschn. 1.5.2 S. 20 und Abb. 2.24 S. 61). Demzufolge entsteht der Hauptteil der Versetzungen schon während der Blockkristallisation in der unmittelbaren Nähe der Phasengrenze. Dies wurde *in-situ* auch an anderen Materialien beobachtet [50, 65].

Durch die Bildung der Subkorngrenzen ist die Versetzungsdichte lokal derart erhöht, dass Versetzungsreaktionen und damit die Bildung von sessilen Lomer-Cottrell-Versetzungen wahrscheinlich wird. Die Versetzungen innerhalb der Versetzungscluster dürften damit stark in ihrer Bewegung gehemmt sein, sobald die Subkornbildung abgeschlossen ist.

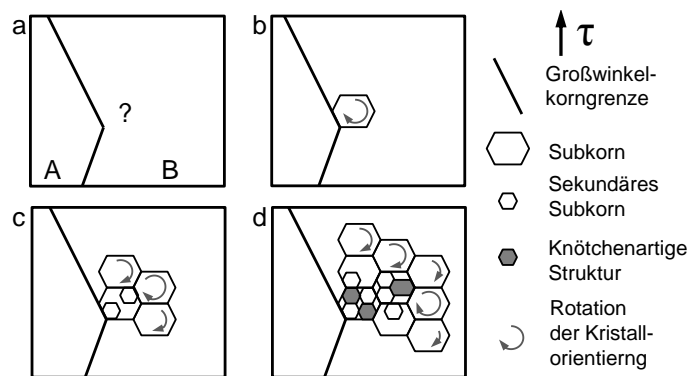


Abbildung 5.2. – Schematische Aufsicht der Entwicklung eines Versetzungsclusters. Die Wachstumsrichtung liegt senkrecht zur Bildebene. a) Zwei Körner A und B an der Phasengrenze. b) Bildung eines ersten Subkornes mit rotierter Kristallorientierung. c) Die Subkorngrenze provoziert weitere Subkörner mit rotierter Orientierung und spaltet sich selbst in weitere Subkörner auf. d) Innerhalb der Subkörner kann sich die Versetzungsdichte weiter erhöhen, sodass auch knötchenartige Strukturen entstehen.

5.3.2. Vererbungseffekt

Der Durchmesser der Versetzungscluster hat eine eindeutige Abhängigkeit von der Blockhöhe, sodass deren Waferflächenanteil zur Blockkappe hin zunimmt (s. Abb. 2.13 S. 48). Die Versetzungen werden während der Erstarrung gebildet und erreichen schnell die Phasengrenze, da sie, bei den herrschenden Temperatur- und Spannungsbedingungen, eine wesentlich höhere Geschwindigkeit besitzen (s. Abb. 2.24 S. 61). Wenn die Versetzungen die Phasengrenze durchstoßen, wachsen sie während der weiteren Kristallisation mit. Folglich sind auch die aus den Versetzungen generierten Subkorngrenzen gezwungen, mit der Phasengrenze mitzuwachsen. Für die Relaxation der thermischen Spannungen an der Erstarrungsfront müssen demnach mit fortschreitender Phasengrenze kontinuierlich neue Versetzungen generiert werden. Als Resultat wird ein Großteil der Versetzungsdichte des kristallisierten Volumens in das unmittelbar nächste zu kristallisierende Volumen übertragen bzw. vererbt, was die Versetzungsdichte über die Blockhöhe stetig erhöht.

Die kontinuierlich neu gebildeten Versetzungen können sich entweder in die bestehenden Subkorngrenzen einlagern und damit den Betrag der Rotation in der Kristallorientierung weiter erhöhen, oder sie bilden neue *Pile-ups* und Sub-

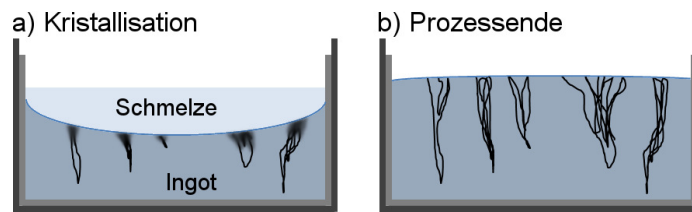


Abbildung 5.3. – a) Die Versetzungscluster entstehen während der Kristallisationsphase. Die Strukturierung zu Subkorngrößen passiert kurz nach der Phasengrenze. b) Skizze der Situation nach dem Kristallisationsprozess. Der Block ist mit Versetzungsclustern durchsetzt.

korngrößen, welche das Gefüge in weitere Subkörner aufspalten. Beide Prozesse konnten mit der WB-XRT nachgewiesen werden (s. Abschn. 3.3.2).

Da sich diese Strukturen bereits während der Erstarrung an der Phasengrenze befinden (Abb. 5.3), haben sie auch einen Einfluss auf das Wachstumsverhalten der Körner, in denen sie sich befinden. Auf diese Weise ist auch der Effekt erklärbar, dass Körner mit hoher Versetzungsdichte eher von benachbarten Körnern überwachsen werden (s. Abschn. 2.5.5 63). Dies wirkt der stetigen Zunahme der Versetzungsdichte entgegen.

5.3.3. Generation von dichten Clustern

Der in Abb. 5.2 dargestellte Prozess funktioniert am besten innerhalb solcher Körner, die derart orientiert sind, dass zwei nicht zueinander parallele $\{111\}$ -Gleitebenen parallel zur Wachstumsrichtung liegen. Dies ist vor allem bei $\langle 110 \rangle$ -orientierten Körnern der Fall (s. Abb. 2.25 S. 66). Unter solchen Bedingungen kann die Generationsrate von Versetzungen deutlich höher sein. Dies führt auch zu einer höheren Versetzungsdichte gegenüber leichten Clustern. Bei geneigten Gleitebenen wären die Versetzungen und damit auch die Kleinwinkelkorngrößen gezwungen, einen ebenso geneigten Winkel zur Phasengrenze einzunehmen. Dies scheint den Abbau der thermischen Spannungen über die Bildung von Subkorngrößen zu erschweren.

Wenn zwei $\{111\}$ -Gleitebenen parallel zur Wachstumsrichtung liegen, könnte dies auch die Bildung von Lomer-Cottrell-Versetzungen begünstigen, welche bereits in Subkorngrößen nachgewiesen wurden [90]. Wenn sich zwei dissoziierte

60°-Versetzung auf zwei verschiedene {111}-Gleitebenen bewegen, können diese in einer Schnittgeraden der beiden Gleitebenen zu einer immobilen Lomer-Cottrell-Versetzung (Stufenversetzung) reagieren. Wenn diese Schnittgerade parallel zur Wachstumsrichtung verläuft, sind auch die Lomer-Cottrell-Versetzungen parallel zur Wachstumsrichtung angeordnet.

5.3.4. Defektarme Bereiche

In Bereichen mit geringer Versetzungsdichte gibt es die generelle Beobachtung, dass die Versetzungen üblicherweise nicht in Wachstumsrichtung ausgerichtet sind (s. Abschn. 3.3.4 S. 81). Solche Versetzungen neigen nicht dazu, Subkorn Grenzen auszubilden (s. Abb. 4.6 S. 110 und 4.5 S. 110). Besonders in Körnern mit (zur Wachstumsrichtung) geneigten {111}-Gleitebenen könnten Versetzungen nach ihrer Bildung mit dem Winkel der entsprechenden Gleitebene im Korn weiterwachsen, wenn sie die Phasengrenze durchstoßen. Dies beträfe hauptsächlich Körner mit einer Orientierung nahe $\langle 100 \rangle$. Die Versetzungen würden sich demzufolge bei der Kristallisation zwangsläufig räumlich verteilen, ohne dass Subkorn Grenzen gebildet werden. Damit wäre auch der in Abschn. 5.3.1 beschriebene Prozess zur Bildung von Versetzungsclustern unterbunden.

Es ist ebenfalls denkbar, dass die Bereiche mit geringer Versetzungsdichte durch Relaxationen von auftretenden Spannungen bei der Abkühlung des Siliciumblockes entstehen. Dagegen spricht allerdings die WB-XRT Aufnahme von einem Gebiet mit geringer Defektdichte, wie z.B. Abb. 3.11 S. 84, in der eine Agglomeration von Versetzungen entlang der Wachstumsrichtung zu beobachten ist. Sicherlich ist während der Abkühlphase noch ein geringer Teil der Versetzungen bis zum duktil-spröd-Übergang in geringem Maß mobil, sodass noch leichte Relaxationen der thermischen Spannungen stattfinden können. Eine nachträgliche Generation von Versetzungen und deren Verteilung im Kristallvolumen ist aber aufgrund der geringen Mobilität in diesem Temperaturbereich auszuschließen (vgl. Abb. 2.24 S. 61).

5.4. Abschätzung der Versetzungsdichte

Bei der Bestimmung der Versetzungsdichte gibt es ein grundsätzliches Quantifizierungsproblem. Mit Hilfe der EPD kann die Anzahl der Versetzungen innerhalb der Subkorn Grenzen nicht ermittelt werden, wodurch die tatsächliche Versetzungsdichte um mehrere Größenordnungen unterschätzt werden kann. Gerade die Beschaffenheit der Subkorn Grenzen ist allerdings von großer Bedeutung für die Anwendung in der Photovoltaik, da diese bei Raumtemperatur rekombinationsaktiv sind und letztendlich den Wirkungsgrad eines PV-Systems mindern. Mit Hilfe der TEM und WB-XRT konnten Informationen zum Versetzungsabstand gewonnen werden und die Texturbilder geben die statistische Verteilung der Subkorndurchmesser. Damit soll in diesem Abschnitt eine Abschätzung der Versetzungsdichte unter folgenden Annahmen aufgestellt werden:

- **Defektarme Gebiete:** Innerhalb defektarmer Gebiete gibt es kaum Subkorn Grenzen, hier kann die ermittelte EPD als Versetzungsdichte herangezogen werden.
- **Leichte Cluster:** Leichte Cluster haben einen mittleren Subkorndurchmesser von etwa 1000 μm . Es wird angenommen, dass auch die Versetzungsdichte innerhalb der Subkorn Grenzen nicht sehr hoch ist und der mittlere Versetzungsabstand dem höchsten, in der TEM gefundenen Betrag von etwa 800 nm entspricht.
- **Dichte Cluster:** Bei dichten Clustern beträgt der mittlere Subkorndurchmesser ca. 200 μm . Es wurden hier minimale Versetzungsabstände von ca. 30 nm beobachtet. Anhand der WB-XRT-Topogramme ist ersichtlich, dass die Missorientierung auch wesentlich größer und damit der Versetzungsabstand noch kleiner sein kann. Daher wird hier ein mittlerer Versetzungsabstand von 30 nm angenommen.

Die Berechnung der Versetzungsdichte der dichten und leichten Cluster erfolgte mit dem in Abschn. 3.4.2 entwickelten Modell (s. Gl. 3.4 S. 95). Das Ergebnis ist in Abb. 5.4 dargestellt und wird mit den EPD-Messungen verglichen. Mit der EPD-Methode lassen sich nur die defektarmen Gebiete von den Versetzungsclustern an sich unterscheiden. Der Betrag der EPD unterscheidet sich nicht wesentlich zwischen den dichten und leichten Clustern. Dies spiegelt sich auch in der bimoda-

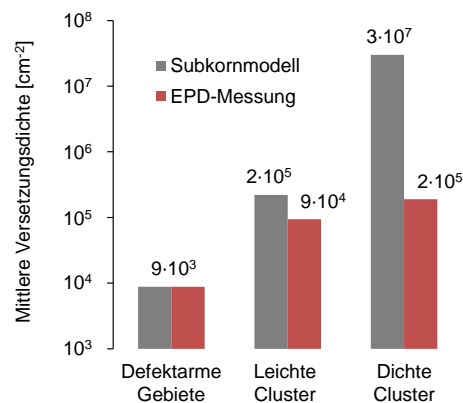


Abbildung 5.4. – Schätzung der mittleren Versetzungsdichte in den defektarmen Gebieten sowie in den leichten und dichten Clustern nach dem Subkornmodell aus Abschn. 3.4.2. Der mittlere Subkorndurchmesser d ergibt sich aus den Texturbildern und die Beträge für den mittleren Versetzungsabstand h sind Annahmen.

len Verteilung der Versetzungsdichte wieder, welche in der Literatur beschrieben ist [148]. Dort konnten nur die defektarmen Gebieten von den Clustern an sich unterschieden werden. Die hier aufgestellte Schätzung legt allerdings nahe, dass zwischen den leichten und dichten Clustern noch ein erheblicher Unterschied in der Versetzungsdichte von mindestens einer Größenordnung zu verzeichnen ist. Innerhalb der knötchenartigen Strukturen der dichten Cluster können lokal die Subkorndurchmesser kleiner als $50 \mu\text{m}$ sein. Damit ergäben sich nominell auch Versetzungsdichten über 10^8cm^{-2} .

Es muss herausgestellt werden, dass die in der Literatur dargestellte, simulierte Verteilung der Versetzungsdichte in einem Siliciumblock, weder qualitativ noch quantitativ die experimentellen Beobachtungen wiedergeben (s. Abschn. 1.3.3 S. 14). Die räumliche Verteilung in den numerischen Simulationen sind in der Regel symmetrisch bzgl. der Geometrie des Temperaturfeldes. In [9] und [55] wurde ein kolumnares Korngefüge mit einbezogen, was zwischen den Körnern zu einer inhomogenen Verteilung der Versetzungsdichte und damit zu einem realistischeren Ergebnis führt. Mit dem Alexander-Haasen-Modell (s. Abschn. 1.5.3 S. 21) sind einige Vereinfachungen verbunden, die bei der Blockkristallisation von mc-Si zu erheblichen Abweichungen zwischen Beobachtung und Simulation führen. Dies sind vor allem:

- Wechselwirkungen mit dem Korngefüge (Generation und Annihilation von Versetzungen sowie Einflüsse auf die Versetzungsbewegung).
- Wechselwirkungen mit anderen Kristalldefekten (Punktdefekte, Präzipitate und Stapelfehler).
- Wechselwirkungen mit der fortschreitenden Phasengrenze und der damit einhergehenden selektiven Wirkung sowie die Vererbung der Versetzungsdichte.
- Sekundäre Bildung des Subkorngefüges mit der damit verbundenen erhöhten Versetzungsgeneration.
- Sekundäre Bildung von Lomer-Cottrell-Versetzungen und deren Einfluss auf die Versetzungsdynamik.

Die genannten Mechanismen haben teilweise ihre Ursachen auf atomarer Skala und sind im Detail komplex zu beschreiben. Dies ist ein wesentliches Problem bei der numerischen Simulation der Versetzungsstruktur. Es wird auch weiterhin notwendig sein, die Versetzungsgeneration empirisch zu beschreiben. Die Einbeziehung eines Korngefüges ist dabei zwingend notwendig. Weiterhin muss es möglich sein, die Bildung der Subkörner und die damit verbundene, erhöhte Versetzungsgeneration darzustellen. Auf einfacherem Wege lässt sich die Vererbung der Versetzungsdichte beschreiben. Ein Teil der Versetzungsdichte eines Kristallvolumens wird dabei als Ausgangsversetzungsdichte in das unmittelbar nachfolgend kristallisierende Volumen übergeben. Eine größere Herausforderung ist die Beschreibung des Auftretens von Clusterkeimen, da die exakte Ursache für die Entstehung dieser Strukturen unbekannt ist.

5.5. Offene Fragestellungen

Im Rahmen dieser Arbeit konnte die Versetzungsstruktur in mc-Si gut beschrieben werden. Allerdings sind einige Aussagen statistisch besser zu belegen und weiterhin offene Fragestellungen zu verzeichnen.

In den meisten Fällen haben die Versetzungscluster ihren Startpunkt an Korngrenzen. Leider konnte die genaue Ursache nicht ermittelt werden. Dazu müs-

sen aus dem Siliciumblock gezielt Clusterkeime herauspräpariert werden, um sie strukturell z.B. mit der TEM zu untersuchen. Denkbar sind Facetten an der Korngrenze, Ausscheidungen oder das Vorhandensein eines bestimmten Korngrenzen-Typs. Die genaue Lokation der Clusterkeime und die Präparation für die Analyse dürften jedoch eine sehr hohe Herausforderung darstellen.

Umfangreiche TEM-Untersuchungen wären ebenfalls zur statistischen Absicherung des mittleren Versetzungsabstandes innerhalb der Subkorngrenzen notwendig. Wenn dieser bekannt wäre, ließe sich die Versetzungsdichte makroskopisch anhand der beobachteten Länge der Subkorngrenzen quantifizieren. Eine umfangreiche Burgersvektor-Analyse könnte klären, wie genau die Subkorngrenzen aufgebaut sind und in welcher Quantität Lomer-Cottrell-Versetzungen in den Subkorngrenzen vorhanden sind.

Die genauen Bedingungen für die Stärke der Rekombinationsaktivität von Subkorngrenzen lassen sich aus den hier erzielten Beobachtungen nicht schließen. Dies bedarf die systematische Untersuchung von Subkorngrenzen in Abhängigkeit von ihrem Versetzungsabstand (d.h. Verkipfungswinkel), der Konzentration an Lomer-Cottrell-Versetzungen und der Konzentration an verschiedenen Verunreinigungen.

Zuletzt behandelt die vorliegende Arbeit nicht die Versetzungsentwicklung in Abhängigkeit von den Prozessparametern der Kristallisation. Diese sind sehr zahlreich und abhängig von der Beschaffenheit der Ofenanlage. Die Ergebnisse von umfangreichen industriellen Untersuchungen bilden das *Know-how* des jeweiligen Herstellers.

5.6. Verringerung der Versetzungsdichte im Kristallisationsprozess

Bei der Einkristallzüchtung mit der Cz-Methode ist es möglich, versetzungsfreie Kristalle herzustellen. Dies wird mit dem Ankeimen und dem sog. Dash-Necking bewirkt. Ein solches Verfahren ist bei der Blockkristallisation nicht möglich. Allein das Vorhandensein von Korngrenzen schafft bei den gegebenen thermischen Spannungen genügend Quellen zur Generation von Versetzungen. Ein weiterer Nachteil ist der Kontakt und die damit verbundene mechanische Wechselwirkung mit dem Tiegelmaterial. Zuletzt wird ein multikristallines Gefüge gezüchtet,

welches Körner mit zufälliger Kristallorientierung besitzt. Diese Körner haben untereinander durch den anisotropen E-Modul eine mechanische Wechselwirkung. Die Bildung und Multiplikation von Versetzungen kann demzufolge nicht ausgeschlossen werden.

Die Versetzungen im mc-Si haben die bemerkenswerte Eigenschaft, sich in Subkorn Grenzen zu organisieren, welche schließlich zur Rekombinationsaktivität der Versetzungsstrukturen führen. Diese Restrukturierung lässt sich im Prozess grundsätzlich nicht unterbinden. Die Triebkraft zur Generation und Migration von Versetzungen sind thermische Spannungen während des Kristallisationsprozesses, insbesondere an der Erstarrungsfront. Dies bedeutet, dass radiale Temperaturgradienten, insbesondere während der Kristallisationsphase, möglichst vermieden werden müssen.

Letztendlich geschieht die elektrische Aktivierung der Versetzungen durch Verunreinigungen, insbesondere durch Übergangsmetalle. Deren Vermeidung würde nicht die Versetzungsdichte beeinflussen, kann aber die Rekombinationsaktivität der Subkorn Grenzen senken (s. Abschn. 1.5.6). Nach dem Kveder-Modell [82] (s. Abb. 1.10 S. 26) würde die Rekombinationsaktivität bei einer Störstellenkonzentration von 10^5 cm^{-1} verschwinden (Raumtemperatur). Bei einer Versetzungsdichte von angenommen 10^5 cm^{-2} ergäbe sich eine Grenzkonzentration (z.B. für Fe) von ca. $2 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-3}$, welche im Block unterschritten werden müsste. Die Hauptprobleme sind hierbei die Eintragung vom Tiegelmaterial und über die Ofenatmosphäre.

Eine Gitterhärtung (und damit die Verminderung der Mobilität von Versetzungen) kann mit bestimmten Elementen wie C, O oder N erreicht werden, welche allerdings im Prozess bereits unfreiwillig in den Siliciumblock eingetragen werden. Die hier erzielten Beobachtungen sind demzufolge zwangsläufig unter Einfluss solcher Gitterhärtner gemacht worden. Diese führen bei hohen Konzentrationen vermehrt zu Ausscheidungen, welche wiederum nachteilig für die Waferqualität sind. Es könnte aber der Eintrag von z.B. Ge eine Verringerung der Versetzungsdichte bewirken, ohne die benannten Nachteile zu haben [10].

Eine weitere Möglichkeit zur Verringerung der Versetzungsdichte ist die Selektion von Körnern mit einer bestimmten Wachstumsorientierung. Eine geringe Tendenz zur Generation von Versetzungsclustern haben vor allem Körner mit

$\langle 100 \rangle$ - und $\langle 511 \rangle$ -Orientierungen in Wachstumsrichtung. Insbesondere Körner mit $\langle 110 \rangle$ -, $\langle 331 \rangle$ - und $\langle 531 \rangle$ -Orientierungen sollten vermieden werden. Eine solche Selektion könnte durch Dendritenbildung beim Ankeimprozess erreicht werden [96, 97, 137]. Hierbei muss allerdings zum Start der Kristallisation eine hohe Unterkühlung in Verbindung mit einem radialen Temperaturgradienten aufgebaut werden. Letzteres ist notwendig, damit sich die Dendriten entlang des Tiegelbodens ausbreiten. Ein Wachstum in das Schmelzvolumen würde später eine andere Wachstumsorientierung zur Folge haben. Es ist zu erwarten, dass durch das ungünstige Temperaturfeld bereits am Blockboden eine hohe Versetzungsdichte vorzufinden ist.

Eine Kornselektion kann ebenfalls durch die Erzeugung eines feinkörnigen Gefüges hervorgerufen werden. Wenn sich innerhalb eines Kornes ein Versetzungscluster bildet, ist durch die geringe Korngröße die Wahrscheinlichkeit höher, dass es von einem benachbarten Korn überwachsen wird (s. Abb. 2.15 S. 50). So können früh im Prozess diejenigen Kornorientierungen herausortiert werden, welche dazu neigen dichte Cluster zu bilden, ohne dass deren Flächenanteil zu groß wird. Dies wird zum Teil bereits erfolgreich praktiziert und ist z.B. unter den Namen *High Performance Multi* bekannt [150].

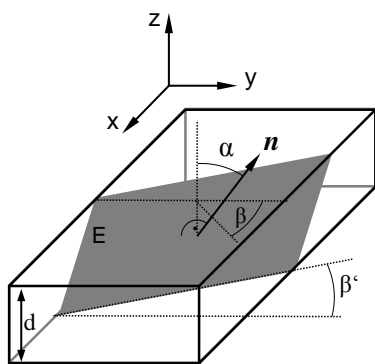
Neben dem zufälligen, multikristallinen Wachstum existieren Verfahren zur Blockkristallisation mit einer einkristallinen Vorlage (sog. Quasi-Mono-Verfahren). Dies soll zu einem einkristallinen Block ohne Korngrenzen führen, der dementsprechend eine wesentlich geringere Versetzungsdichte aufweist. Allerdings kann die einkristalline Vorlage für einen Block mit einer Grundfläche von ca. $80 \times 80 \text{ cm}^2$ nicht als monolithisches Siliciumstück vorgegeben werden. So werden in der Praxis mehrere (meist Cz-Kristallstücke) am Boden ausgelegt, welche stets eine kleine, zufällige Missorientierung zueinander aufweisen. Dies reicht aus, um eine starke Versetzungsquelle darzustellen [58, 69, 136]. Der Betrag der Verringerung der Versetzungsdichte liegt demzufolge deutlich unter dem erwarteten Wert. Hier bleibt es abzuwägen, ob die Qualitätssteigerung den höheren Aufwand in der Herstellung rechtfertigt, welche das Quasi-Mono-Verfahren gegenüber der multikristallinen Blockkristallisation innehat.

A. Stereografische Abbildung einer Ebene

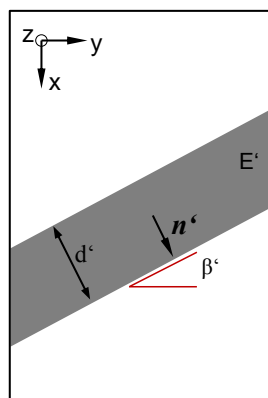
In einer planparallelen Probe mit der Dicke d befindet sich eine Ebene E (Abb. A.1 a). Diese ist in der Probe beliebig geneigt und besitzt eine Ebenennormale n , deren Richtung mit den Winkeln α und β beschrieben wird. Bei einer Projektion dieser Probe entlang einer Richtung z , welche senkrecht auf der Probenoberfläche steht, ergibt sich eine zweidimensionale Abbildung E' der Ebene mit der scheinbaren Dicke d' (Abb. A.1 b). Die Ebenennormale n wird nun auf dem Vektor n' abgebildet.

Zur Konstruktion der stereografischen Projektion des Ebenenpols P'_n (Abb. A.1 c) wird nun in der Abbildung der Winkel der Schnittgerade aus der Ebene E und der Probenoberfläche ermittelt, dies ist β' . In einem 90° -Winkel davon entfernt befindet sich in der stereografischen Projektion der Azimutwinkel β der Ebenennormalen n ($\beta' = \beta + 90^\circ$). Die Strecke α' kann nur dann aus der abgebildeten Ebenenbreite d' ermittelt werden, wenn die Probendicke d bekannt ist: $\alpha = \arctan(d/d')$.

a) Ebene in einer Probe



b) Abbildung



c) Stereografische Projektion

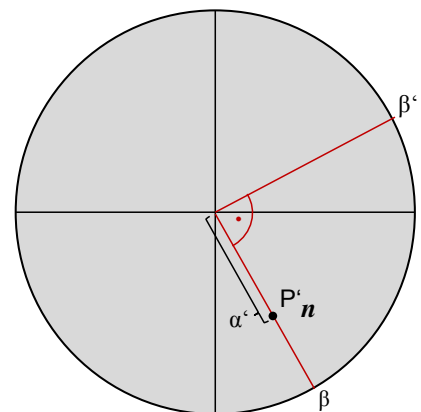


Abbildung A.1. – a) Skizze einer planparallelen Probe mit einer Ebene E . b) Projektion der Probe mit Ebene entlang der z -Achse. c) Lage des Pols der Ebenennormalen P'_n in einer stereografischen Projektion.

B. Ergänzende Daten

B.1. Flächenanteil der Kornorientierungen

Tabelle B.1. – Häufigkeiten der Kornorientierungen in [%]-Waferfläche.

Orientierung (<i>uvw</i>)	Höhe in der Säule [mm]				Mittelwert [%]
	24	48	117	297	
100	1	2	6	1	3
110	7	5	4	3	5
111	14	14	14	16	15
211	18	18	17	23	19
311	9	9	10	9	9
511	10	12	17	26	16
331	14	13	9	5	10
531	27	27	23	17	24
Orientierungen (<i>uvw</i>) gruppiert	Häufigkeit [%]				Mittelwert [%]
100, 511, 311	20	23	33	36	28
111, 211	32	32	31	39	34
110, 331, 531	48	45	36	25	38

B.2. Lokale EPD Analyse

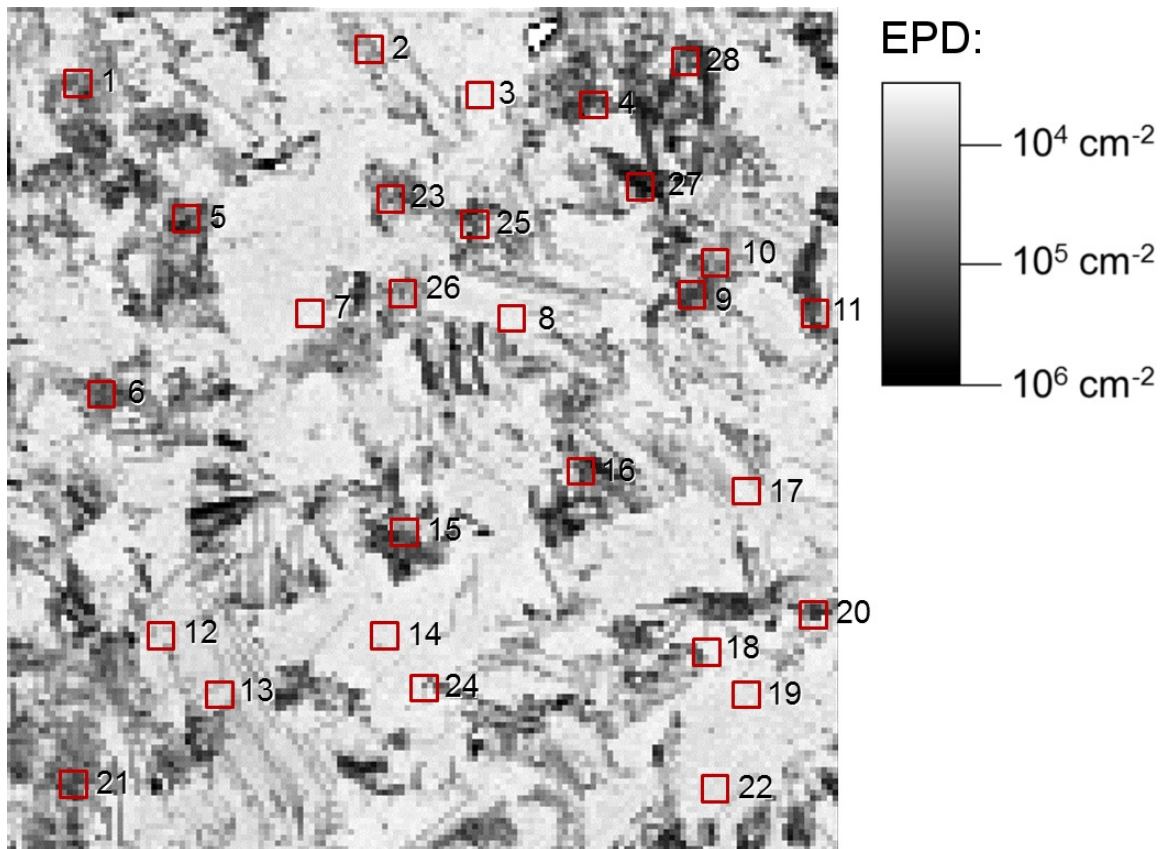


Abbildung B.1. – Darstellung der EPD-Karte mit eingetragenen Messpositionen 1 bis 28.

Tabelle B.2. – Darstellung der Messergebnisse für alle Positionen (vgl. Abb. 4.3 S. 104 und Abb. B.1)

Messung #	Clustertyp	EPD [cm^{-2}]	Wirkungsgrad [norm.]	U_{oc} [V]
1	Leichtes Cluster	9,5E4	0,926	0,599
2	Leichtes Cluster	1,7E4	0,917	0,599
3	Kein Cluster	7,2E3	0,944	0,633
4	Leichtes Cluster	1,8E5	0,913	0,609
5	Dichtes Cluster	1,9E5	0,910	0,586
6	Dichtes Cluster	1,1E5	0,923	0,600
7	Kein Cluster	6,5E3	0,903	0,616
8	Kein Cluster	6,5E3	0,930	0,633
9	Dichtes Cluster	1,6E5	0,880	0,595
10	Dichtes Cluster	1,2E5	0,901	0,592
11	Artefakt	4,6E4	0,820	0,606
12	Kein Cluster	8,8E3	0,945	0,622
13	Kein Cluster	2,5E4	0,958	0,625
14	Kein Cluster	6,9E3	0,926	0,633
15	Dichtes Cluster	2,5E5	0,907	0,604
16	Dichtes Cluster	2,4E5	0,877	0,591
17	Kein Cluster	7,4E3	0,935	0,627
18	Kein Cluster	6,0E3	0,918	0,614
19	Kein Cluster	7,0E3	0,927	0,624
20	Dichtes Cluster	1,0E5	0,882	0,585
21	Dichtes Cluster	1,5E5	0,867	0,577
22	Kein Cluster	7,2E3	0,927	0,625
23	Leichtes Cluster	7,9E4	0,926	0,604
24	Leichtes Cluster	3,4E4	0,922	0,612
25	Leichtes Cluster	1,5E5	0,928	0,613
26	Leichtes Cluster	3,9E4	0,921	0,615
27	Dichtes Cluster	4,1E5	0,915	0,606
28	Leichtes Cluster	1,6E5	0,919	0,620

Tabelle B.3. – Ergebnis des *t*-Test (Zwei-Stichproben-Test) für die Korrelation zwischen den Werten der EPD, η (normiert) und U_{oc} . Die Gruppierungsvariable ist die Zuordnung als kein Cluster, leichtes Cluster und dichtes Cluster (vgl. Abb. 2.6 S. 39). Messung 11 ist durch ein Messartefakt gestört und wurde aus der Betrachtung entzogen.

A vs. B	Variable	Mittelwert		t-Wert	p-Wert	Fälle		Standardabweichung		Ablehnung H_0 für $\alpha = 0,01$
		A	B			A	B	A	B	
Kein Cluster vs. leichtes Cluster	EPD	8,8E3	9,4E4	-4,32	<0,01	10	8	5,6E3	6,3E4	ja
	eta	16,76	16,59	1,70	>0,05	10	8	0,28	0,09	nein
	Voc	0,63	0,61	4,82	<0,01	10	8	0,01	0,01	ja
Kein Cluster vs. dichtes Cluster	EPD	8,8E3	1,9E5	-5,89	<0,01	10	9	5,6E3	9,8E4	ja
	eta	16,76	16,13	4,39	<0,01	10	9	0,28	0,36	ja
	Voc	0,63	0,59	8,65	<0,01	10	9	0,01	0,01	ja
Leichtes Cluster vs. dichtes Cluster	EPD	9,4E4	1,9E5	-2,40	>0,01	8	9	6,3E4	9,8E4	nein
	eta	16,59	16,13	3,57	<0,01	8	9	0,09	0,36	ja
	Voc	0,61	0,59	3,80	<0,01	8	9	0,01	0,01	ja

B.3. Weitere TEM-Aufnahmen

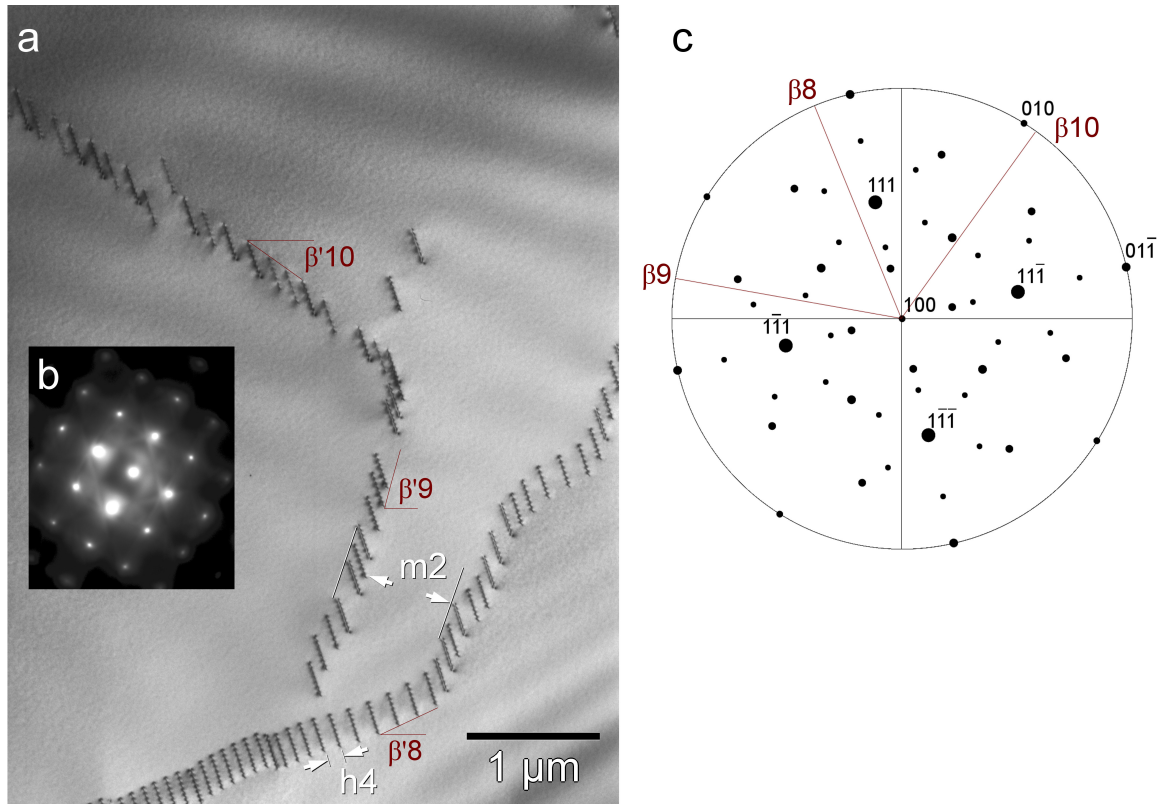


Abbildung B.2. – a) Hellfeld, Vielstrahlfall TEM-Aufnahme des Probenbereiches B. Die Werte der Versetzungs- und Pile-ups-abstände h bzw. m sind in Tab. 3.3 S. 91. b) Beugungsmuster. c) Stereografische Projektion.

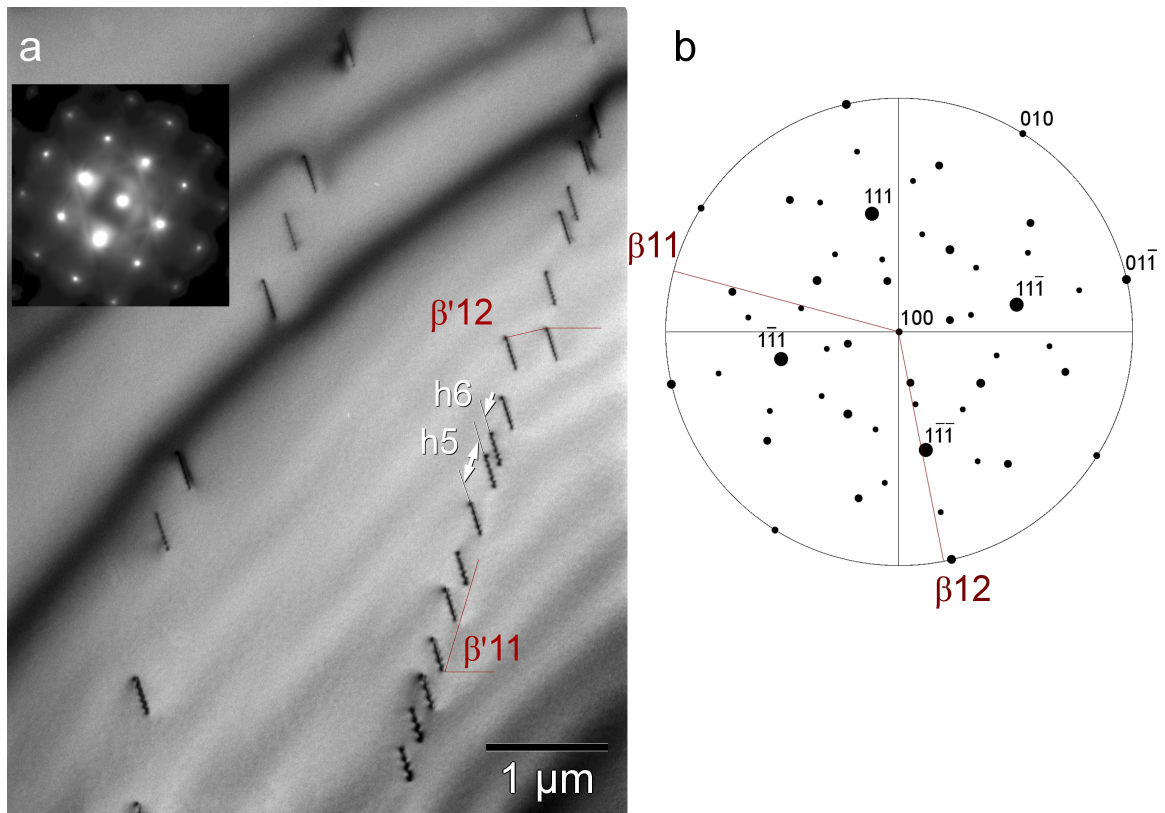


Abbildung B.3. – a) Hellfeld, Vielstrahlfall TEM-Aufnahme des Probenbereiches B. Die Werte der Versetzungs- und Pile-ups-abstände h bzw. m sind in Tab. 3.3 S. 91. b) Beugungsmuster. c) Stereografische Projektion.

B.4. Messungen aus WB-XRT und TEM-Aufnahmen

Die Bestimmung der Winkel β' und der Strecke d' in den WB-XRT bzw. TEM-Aufnahmen ergaben die Beträge, wie sie in den Tabellen B.4 und B.5 angegeben sind. Die Poldistanz α lässt sich bei den TEM-Aufnahmen aufgrund der unbekannt Probendicke d nicht bestimmen.

B.5. Fehlerschätzung bei Messungen in WB-XRT-Topogrammen

Tabelle B.4. – Aus den WB-XRT-Topogrammen bestimmte Poldistanzen α und deren Abbildungen in der stereografischen Projektion α' .

Messung #	Aus Abb.	d' [pixel]	d' [μm]	d [μm]	α [$^\circ$]	$\alpha' = x \cdot 1/d'$
1	3.11 b S. 84	85	170	400	67,0	0,7
2	3.11 b S. 84	34	102	401	75,7	0,8
3	3.12 b S. 86	90	360	400	48,0	0,5
4	3.12 b S. 86	11	55	400	82,2	0,9

Tabelle B.5. – Aus den WB-XRT- und TEM-Aufnahmen bestimmte Azimutwinkel β .

	Messung #	Aus Abb.	β' [$^\circ$]	β [$^\circ$]
WB-XRT- Aufnahmen	1	3.11 S. 84	328,9	58,9
	2	3.11 S. 84	31,1	121,1
	3	3.12 S. 86	339,7	69,7
	4	3.12 S. 86	271,0	1,0
TEM- Aufnahmen	5	3.14 S. 88	24,1	114,1
	6	3.14 S. 88	81,4	171,4
	7	3.14 S. 88	73,7	163,7
	8	B.2 S. 141	22,2	112,2
	9	B.2 S. 141	79,7	169,7
	10	B.2 S. 141	324,2	54,2
	11	B.3 S. 142	75,2	165,2
	12	B.3 S. 142	191,6	281,6
	13	3.15 S. 89	42,4	132,4
	14	3.15 S. 89	355,6	85,6
	15	3.16 a S. 90	328,2	58,2
	16	3.16 b S. 90	316,0	46,0
	17	3.16 b S. 90	329,2	59,2
	18	3.16 b S. 90	6,1	96,1

B.5. Fehlerschätzung bei Messungen in WB-XRT-Topogrammen

Die Bestimmung der β' -Winkel unterlagen folgenden geschätzten Fehlerquellen, welche zu einer Abweichung $\Delta\beta$ führen:

- Bestimmung der Probenorientierung anhand Laue-Muster: $\Delta\beta_1 = 2,0^\circ$
- Messung der Beträge von β' im Topogramm: $\Delta\beta_2 = 2,0^\circ$

Summiert ergibt sich der geschätzte Fehler auf $\Delta\beta = 4,0^\circ$.

Die Bestimmung von α unterlag folgenden Fehlerquellen:

- Abweichung von der Probengeometrie: $\Delta d = 10 \mu\text{m}$,
- Messung der Beträge von d' im Topogramm: $\Delta d' = 10 \mu\text{m}$.

Dadurch ergibt sich ein geschätzter Fehler von $\Delta\alpha = 2^\circ$. Wenn die Poldistanz in die stereografische Projektion eingetragen wird, summiert sich noch die Ungenauigkeit der Bestimmung der Kornorientierung hinzu. Für α' ergibt sich also ein Fehler von $\Delta\alpha' = 0,05$.

B.6. Fehlerschätzung bei Messungen in TEM-Aufnahmen

Die Bestimmung der β' -Winkel unterlagen folgenden geschätzten Fehlerquellen, welche zu einer Abweichung $\Delta\beta$ führen:

- Bestimmung der Probenorientierung anhand Beugungsmuster: $\Delta\beta_1 = 0,5^\circ$,
- Messung der Beträge von β' anhand der TEM-Abbildung: $\Delta\beta_2 = 1,0^\circ$,
- Verschiebung der Beträge von β' durch die Probenrotation ω (bis zu 21°). $\Delta\beta_3 = \beta' - (\beta' \cdot \cos(\omega))$. Dies ist zu einem abhängig vom Winkel ω' zwischen β' und der Rotationsachse und zum anderen vom Betrag von ω . Bei Rotationen bis $\omega = 21^\circ$ ergibt sich eine maximale Abweichung von bis zu: $\Delta\beta_3 = 6,0^\circ$. Bei Beträgen von $\omega' < 45^\circ$ und $\omega < 15^\circ$ wird die Abweichung jedoch sehr klein: $\Delta\beta_3 < 1,4^\circ$.
- Durch das Dimpeln der Probe sind die Oberflächen nicht exakt planparallel. Die Abweichung ist jedoch kleiner als $0,01^\circ$, sodass dies vernachlässigt werden kann.

Somit summiert sich der geschätzte Fehler insgesamt auf $\Delta\beta = 7,5^\circ$.

B.7. Ergebnisse aus der DLIT

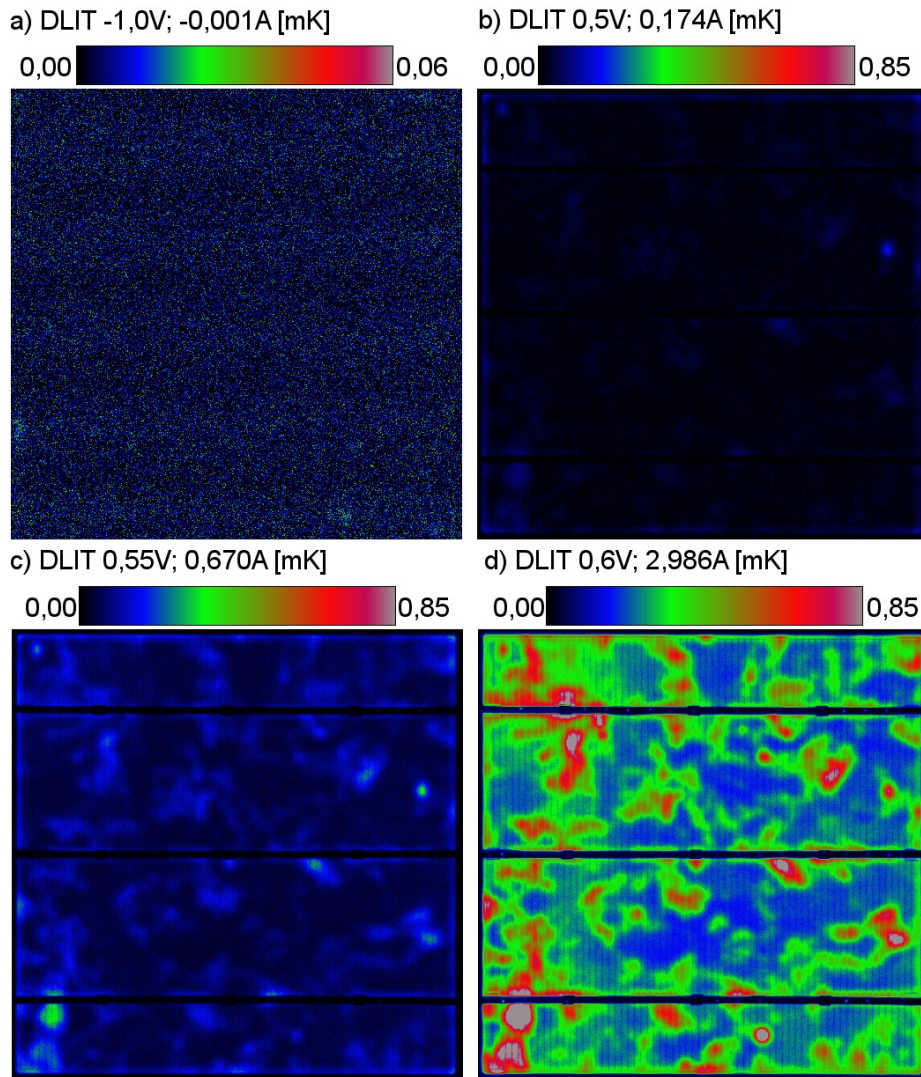


Abbildung B.4. – a bis d) T^{-90° -Signal der DLIT-Messung bei $U = -1,0, 0,50, 0,55$ und $0,6$ V. Die Messungen bei positiver Spannung haben jeweils dieselbe Skalierung.

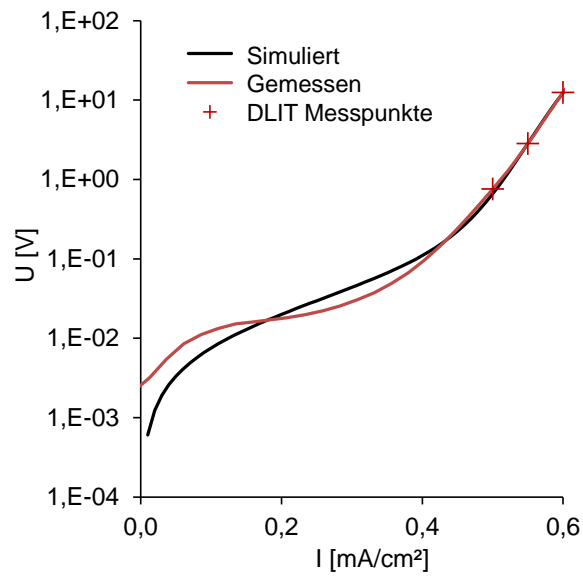


Abbildung B.5. – Gemessene (rot) und simulierte Dunkelstrom-Kennlinie der Solarzelle aus der DLIT-Analyse. Die Kreuze markieren die DLIT-Messpunkte.

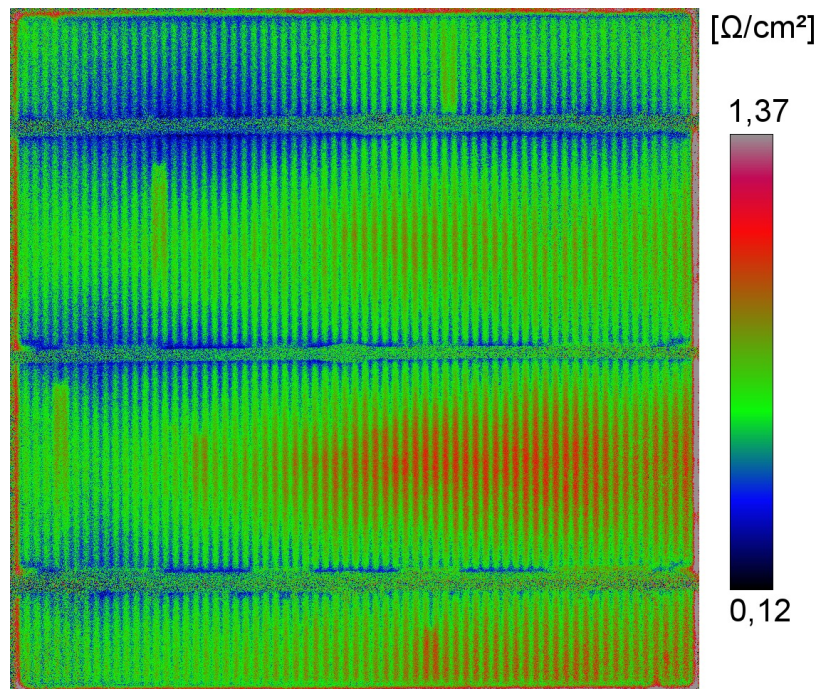


Abbildung B.6. – Lokale Verteilung des Serienwiderstandes.

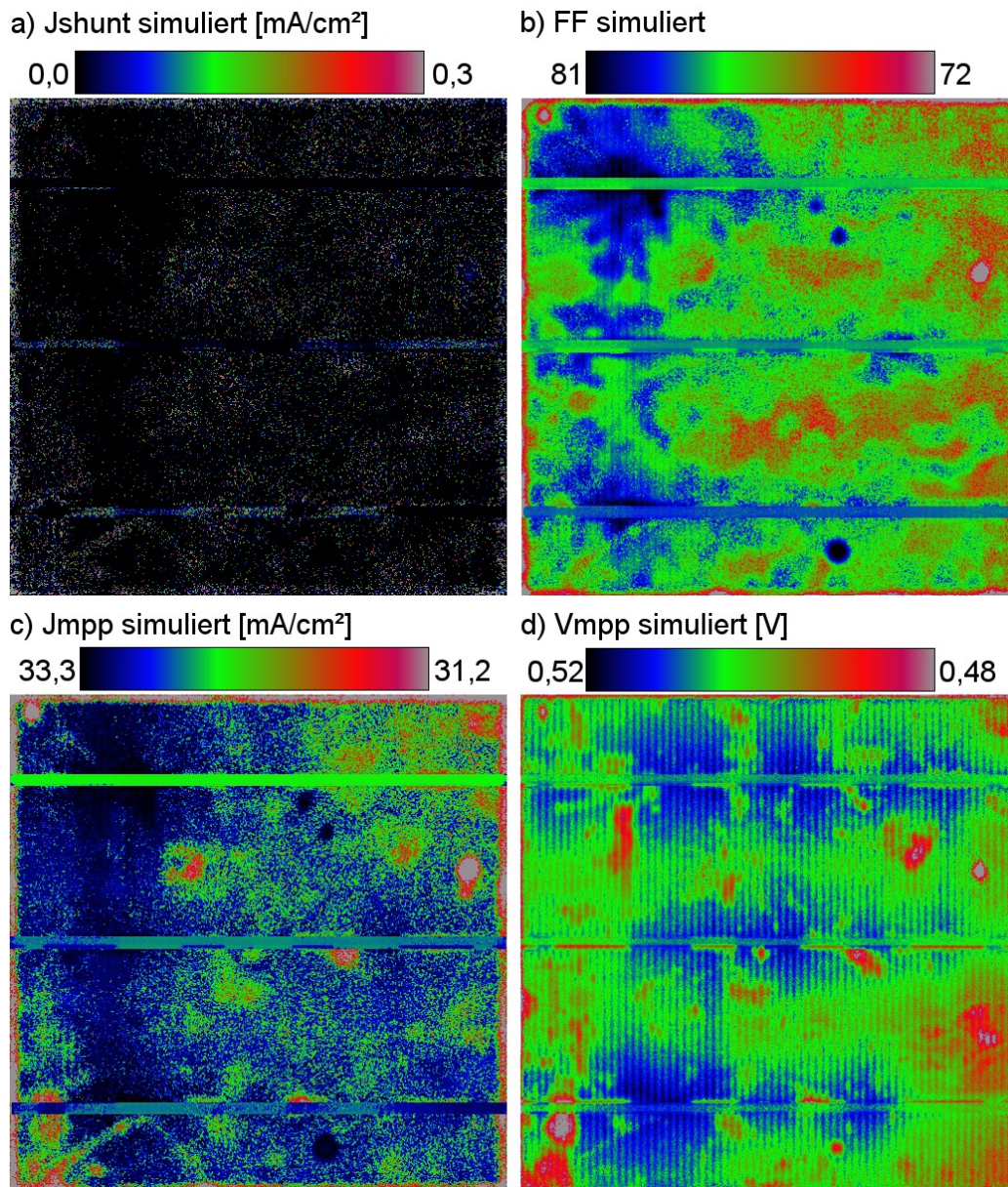


Abbildung B.7. – Ergebnisse der DLIT-Analyse mit Local IV 2. a) Shuntstromdichte, (b) Diffusionsstromdichte, (c) Rekombinationsstromdichte und (d) Spannung am Maximum Power Point.

Bisherige Publikationen, Vorträge und Patente

Publikationen

D. Oriwol, M. Hollatz, M. Reinecke: Control of Dislocation Cluster Formation and Development in Silicon Block Casting. In: Energy Procedia 27 (2012), S. 66–69

D. Oriwol, T. Bähr, H. Behnken, M. Hollatz: Residual Stresses in Multicrystalline Silicon: Test of Different Measurement Techniques and Comparison with Simulation Results. In: Proceedings of the EU PVSEC (2012), S. 642 - 646

M. Trempa, C. Reimann, J. Friedrich, G. Müller, D. Oriwol: Mono-Crystalline Growth in Directional Solidification of Silicon with Different Orientation and Splitting of Seed Crystals. In: Journal of Crystal Growth 351 (2012), Nr. 1, S. 131-140

D. Oriwol, E.-R. Carl, A.N. Danilewski, L. Sylla, W. Seifert, M. Kittler, H.S. Leipner: Small-Angle Subgrain Boundaries Emanating From Dislocation Pile-ups in Multicrystalline Silicon Studied with Synchrotron White-Beam X-Ray Topography. In: Acta Materialia 61 (2013), Nr. 18, S. 6903-6910

Publikationen in Vorbereitung

D. Oriwol, M. Trempa, M. Krause, H.S. Leipner, L. Sylla: Phenomenological Observation of the Dislocation-Cluster Evolution during Multicrystalline Silicon Block Casting. In Vorbereitung

D. Oriwol, L. Sylla, M. Kittler, H.S. Leipner: Estimation of the Dislocation Density within Sub-Grain Boundary Networks in Multicrystalline Silicon. In Vorbereitung

Poster und Vorträge

D. Oriwol, Dislocations in Multicrystalline Silicon. Dislocation Workshop, März 2012, Freiberg, Deutschland

D. Oriwol, H.S. Leipner, M. Hollatz: Observation of Dislocation Cluster Formation in Multicrystalline Silicon. DGKK Jahrestagung, März 2012, Freiberg, Deutschland

D. Oriwol, A.N. Danilewsky, L. Sylla, H.S. Leipner: Strukturelle Untersuchung von Versetzungscluster in multikristallinem Silicium mittels Synchrotron-Röntgentopographie, Deutsche Kristallzüchter-Tagung, März 2013, Erlangen, Deutschland

D. Oriwol, L. Sylla, A.N. Danilewsky, H.S. Leipner: Investigation of the Structure of Dislocation Clusters in Multicrystalline Block-Cast Silicon, 15. International Summerschool of Crystal Growth, August 2013, Danzig, Polen

D. Oriwol, L. Sylla, W. Seifert, M. Kittler, H.S. Leipner: Quantifizierung und elektrische Evaluierung von Versetzungsstrukturen in multikristallinen Silicium, Deutsche Kristallzüchter-Tagung, März 2014, Halle (Saale), Deutschland

Patente

D. Oriwol, M. Hollatz, B. Wahl: Verfahren zur Herstellung von Silizium-Ingots. 08.08.2012 (offengelegt), DE102012203706A1

D. Oriwol, M. Trempa, C. Reimann: Verfahren zur Herstellung von Silizium-Ingots. 12.09.2013 (offengelegt), DE102012203524A1

D. Oriwol, M. Trempa, C. Reimann: Verfahren zur Herstellung von Silizium-Ingots. 12.09.2013 (offengelegt), DE102012203527A1

Literaturverzeichnis

- [1] M. D. Abramoff, P. J. Magalhães, and S. J. Ram. Image processing with ImageJ. *Biophotonics international*, 11(7):36–42, 2004.
- [2] H. Alexander and P. Haasen. Dislocations and plastic flow in the diamond structure. In D. T. Frederick Seitz and H. Ehrenreich, editors, *Solid State Physics*, volume 22, pages 27–158. Academic Press, 1969.
- [3] H. Alexander and H. Teichler. Dislocations. In *Materials Science and Technology*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2006.
- [4] K. Arafune, T. Sasaki, F. Wakabayashi, Y. Terada, Y. Ohshita, and M. Yamaguchi. Study on defects and impurities in cast-grown polycrystalline silicon substrates for solar cells. *Physica B: Condensed Matter*, 376-377:236–239, Apr. 2006.
- [5] T. Bähr, H. Behnken, J. Henker, and A. Müller. Integrated simulation model for a newly developed silicon ingot casting unit: temperatures, stresses, dislocations, impurity degeneration and diffusion. In *EU PVSEC Proceedings*, Milan, Italy, 2007.
- [6] T. Bähr, H. Behnken, and M. Hollatz. Simulation of dislocation multiplication in multicrystalline silicon ingots dependent on thermal conditions during crystallization and cool down. In *EU PVSEC Proceedings*, pages 932–936, Hamburg, Deutschland, 2011.
- [7] T. Bähr, H. Behnken, M. Lohan, M. Hollatz, and D. Oriwol. Residual stresses in multicrystalline silicon: Test of different measurement techniques and comparison with simulation results. In *EU PVSEC Proceedings*, pages 642–646, Frankfurt, Deutschland, 2012.
- [8] G. Basile, A. Bergamin, G. Cavagnero, G. Mana, E. Vittone, and G. Zosi. Measurement of the silicon (220) lattice spacing. *Physical Review Letters*, 72(20):3133–3136, May 1994.
- [9] H. Behnken. Simulation of the development of dislocation density in multi-crystalline silicon during crystallisation processes. In *EU PVSEC Proceedings*, pages 1281–1285, Hamburg, 2009.
- [10] M. Bellmann, T. Kaden, D. Kressner-Kiel, J. Friedl, H. Möller, and L. Arnberg. The impact of germanium doping on the dislocation distribution in directional solidified mc-silicon. *Journal of Crystal Growth*, 325(1):1–4, June 2011.
- [11] M. Bellmann, E. Meese, and L. Arnberg. Impurity segregation in directional solidified multi-crystalline silicon. *Journal of Crystal Growth*, 312(21):3091–3095, Oct. 2010.
- [12] M. I. Bertoni, D. P. Fenning, M. Rinio, V. Rose, M. Holt, J. Maser, and T. Buonassisi. Nanoprobe x-ray fluorescence characterization of defects in large-area solar cells. *Energy & Environmental Science*, 4(10):4252, 2011.
- [13] J. R. K. Bigger, D. A. McInnes, A. P. Sutton, M. C. Payne, I. Stich, R. D. King-Smith, D. M. Bird, and L. J. Clarke. Atomic and electronic structures of the 90° partial dislocation in silicon. *Physical Review Letters*, 69(15):2224–2227, Oct. 1992.
- [14] J. Bohm. *Realstruktur von Kristallen*. Schweizerbart'sche Verlagsbuchhandlung, Stuttgart, 1995.

- [15] A. Bourret, J. Desseaux, and A. Renault. Core structure of the lomer dislocation in germanium and silicon. *Philosophical Magazine A*, 45(1):1–20, 1982.
- [16] M. Brede. The brittle-to-ductile transition in silicon. *Acta Metallurgica et Materialia*, 41(1):211–228, Jan. 1993.
- [17] O. Breitenstein. Nondestructive local analysis of current–voltage characteristics of solar cells by lock-in thermography. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 95(10):2933–2936, Oct. 2011.
- [18] O. Breitenstein. Local efficiency analysis of solar cells based on lock-in thermography. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 107:381–389, Dec. 2012.
- [19] O. Breitenstein. Erhellendes über den Dunkelstrom: Multikristalline Silizium-Solarzellen. *Physik in unserer Zeit*, 44(6):294–301, Nov. 2013.
- [20] O. Breitenstein, J. P. Rakotoniaina, M. H. Al Rifai, and M. Werner. Shunt types in crystalline silicon solar cells. *Progress in Photovoltaics: Research and Applications*, 12(7):529–538, 2004.
- [21] O. Breitenstein, W. Warta, and M. Langenkamp. *Lock-in Thermography: Basics and Use for Evaluating Electronic Devices and Materials*. Springer, Sept. 2010.
- [22] M. Brohl and H. Alexander. Microwave conductivity in plastically deformed silicon. *Inst. Phys. Conf. Ser.*, 104:163, 1989.
- [23] T. Buonassisi, A. Istratov, M. Pickett, J.-P. Rakotoniaina, O. Breitenstein, M. Marcus, S. Heald, and E. Weber. Transition metals in photovoltaic-grade ingot-cast multicrystalline silicon: Assessing the role of impurities in silicon nitride crucible lining material. *Journal of Crystal Growth*, 287(2):402–407, Jan. 2006.
- [24] W. Cai, V. V. Bulatov, J. F. Justo, A. S. Argon, and S. Yip. Intrinsic mobility of a dissociated dislocation in silicon. *Physical Review Letters*, 84(15):3346–3349, Apr. 2000.
- [25] J. R. Chelikowsky. 30° partial dislocations in silicon: Absence of electrically active states. *Physical Review Letters*, 49(21):1569–1572, Nov. 1982.
- [26] J. Chen and T. Sekiguchi. Carrier recombination activity and structural properties of small-angle grain boundaries in multicrystalline silicon. *Japanese Journal of Applied Physics*, 46(10A):6489–6497, Oct. 2007.
- [27] J. Chen, T. Sekiguchi, D. Yang, F. Yin, K. Kido, and S. Tsurekawa. Electron-beam-induced current study of grain boundaries in multicrystalline silicon. *Journal of Applied Physics*, 96(10):5490–5495, Nov. 2004.
- [28] P. Chen, Y. Tsai, and C. Lan. Phase field modeling of growth competition of silicon grains. *Acta Materialia*, 56(15):4114–4122, Sept. 2008.
- [29] X. Chen, S. Nakano, and K. Kakimoto. Three-dimensional global analysis of thermal stress and dislocations in a silicon ingot during a unidirectional solidification process with a square crucible. *Journal of Crystal Growth*, 312(22):3261–3266, Nov. 2010.
- [30] X. Chen, S. Nakano, L. Liu, and K. Kakimoto. Study on thermal stress in a silicon ingot during a unidirectional solidification process. *Journal of Crystal Growth*, 310(19):4330–4335, Sept. 2008.
- [31] K. Dadzis. *Numerical modelling of directional solidification of multicrystalline photovoltaic silicon in a traveling magnetic field*. PhD thesis, TU Freiberg, Freiberg, 2012.

- [32] A. Danilewsky, R. Simon, A. Fauler, M. Fiederle, and K. Benz. White beam x-ray topography at the synchrotron light source ANKA, research centre karlsruhe. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 199:71–74, Jan. 2003.
- [33] A. Danilewsky, J. Wittge, A. Croell, D. Allen, P. McNally, P. Vagovič, T. dos Santos Rolo, Z. Li, T. Baumbach, E. Gorostegui-Colinas, J. Garagorri, M. Elizalde, M. Fossati, D. Bowen, and B. Tanner. Dislocation dynamics and slip band formation in silicon: In-situ study by x-ray diffraction imaging. *Journal of Crystal Growth*, 318(1):1157–1163, Mar. 2011.
- [34] W. C. Dash. Copper precipitation on dislocations in silicon. *Journal of Applied Physics*, 27(10):1193–1195, Oct. 1956.
- [35] J. Doerschel, F.-G. Kirscht, and R. Baehr. Plastische Verformung von Siliziumeinkristallen unterschiedlicher Ausgangsversetzungsdichte im Streckgrenzenbereich. *Kristall und Technik*, 12(11):1191–1200, 1977.
- [36] G. Du, N. Chen, and P. Rossetto. On-wafer investigation of SiC and Si₃N₄ inclusions in multicrystalline si grown by directional solidification. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 92(9):1059–1066, Sept. 2008.
- [37] T. Duffar and A. Nadri. On the twinning occurrence in bulk semiconductor crystal growth. *Scripta Materialia*, 62(12):955–960, June 2010.
- [38] H. El Ghitani, M. Pasquinelli, and S. Martinuzzi. Influence of dislocations on photovoltaic properties of multicrystalline silicon solar cells. *Journal de Physique III*, 3(10):1941–1946, Oct. 1993.
- [39] D. Franke, T. Rettelbach, C. Häßler, W. Koch, and A. Müller. Silicon ingot casting: process development by numerical simulations. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 72(1–4):83–92, Apr. 2002.
- [40] K. Fujiwara, Y. Obinata, T. Ujihara, N. Usami, G. Sazaki, and K. Nakajima. Grain growth behaviors of polycrystalline silicon during melt growth processes. *Journal of Crystal Growth*, 266(4):441–448, June 2004.
- [41] M. Fukuzawa, M. Yamada, M. Rafiqul Islam, J. Chen, and T. Sekiguchi. Quantitative photoelastic characterization of residual strains in grains of multicrystalline silicon. *Journal of Electronic Materials*, 39(6):700–703, 2010.
- [42] B. Gallien, T. Duffar, S. Lay, and F. Robaut. Analysis of grain orientation in cold crucible continuous casting of photovoltaic si. *Journal of Crystal Growth*, 318(1):208–211, Mar. 2011.
- [43] V. Ganapati, S. Schoenfelder, S. Castellanos, S. Oener, and T. Buonassisi. Infrared birefringence imaging of residual stress and bulk defects in multicrystalline silicon. In *2010 35th IEEE Photovoltaic Specialists Conference (PVSC)*, pages 001289–001290, June 2010.
- [44] J. Garandet. On the thermal stresses in vertical gradient freeze furnaces. *Journal of Crystal Growth*, 96(3):680–684, July 1989.
- [45] A. Garg, W. A. T. Clark, and J. P. Hirth. Dissociated and faceted large-angle coincident-site-lattice boundaries in silicon. *Philosophical Magazine A*, 59(3):479–499, 1989.
- [46] J. Gastaldi, C. Jourdan, and G. Grange. In situ synchrotron x-ray topography study of the generation of lattice dislocations in aluminium by migrating grain boundaries. *Philosophical Magazine A*, 57(6):971–981, 1988.

- [47] A. George and G. Champier. Velocities of screw and 60° dislocations in n- and p-type silicon. *physica status solidi (a)*, 53(2):529–540, 1979.
- [48] J. Gilman and W. Johnston. Dislocations in lithium fluoride crystals. In Frederick Seitz and David Turnbull, editor, *Solid State Physics*, volume Volume 13, pages 147–222. Academic Press, 1962.
- [49] R. Glaenger and A. Jordan. The electrical properties of dislocations in silicon-i: The effects on carrier lifetime. *Solid-State Electronics*, 12(4):247–258, Apr. 1969.
- [50] G. Grange, C. Jourdan, A. Coulet, and J. Gastaldi. Observation of the melting-solidification processes of an al crystal by synchrotron x-ray topography. *Journal of Crystal Growth*, 72(3):748–752, Sept. 1985.
- [51] A. N. Gulluoglu, D. J. Srolovitz, R. LeStar, and P. S. Lomdahl. Dislocation distributions in two dimensions. *Scripta metallurgica*, 23(8):1347–1352, 1989.
- [52] A. Hähnel and J. Bauer. persönliche Mitteilung, Nov. 2013.
- [53] C. Häßler, G. Stollwerck, W. Koch, W. Krumbe, A. Müller, D. Franke, and T. Rettelbach. Multicrystalline silicon for solar cells: Process development by numerical simulation. *Advanced Materials*, 13(23):1815–1819, 2001.
- [54] M. Heggie and R. Jones. Atomic structure of dislocations and kinks in silicon. In *Microsc. Semicond. Mater*, pages 367–374, 1987.
- [55] R. Helbig, C. Funke, and H. Möller. Simulation of the dislocation density during multicrystalline silicon ingot growth. In *Proceedings of the 26th EUPVSEC*, pages 1938–1941, Hamburg, Deutschland, 2011.
- [56] T. Hibiya, H. Fukuyama, T. Tsukada, and M. Watanabe. Thermophysical properties of molten silicon. In I. H. J. Scheel and P. Capper, editors, *Crystal Growth Technology*, pages 103–136. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2008.
- [57] J. P. Hirth. *Theory of dislocations*. Krieger Pub. Co, Malabar, FL, 2nd ed edition, 1992.
- [58] D. Hu, T. Zhang, L. He, H. Chen, D. Zhong, S. Cao, J. Gao, and Y. Wan. The characteristics of sub-grains in the mono-like silicon crystals grown with directional solidification method. In *2012 38th IEEE Photovoltaic Specialists Conference (PVSC)*, pages 002735–002738, 2012.
- [59] X. R. Huang. LauePt, a graphical-user-interface program for simulating and analyzing white-beam x-ray diffraction laue patterns. *Journal of Applied Crystallography*, 43(4):926–928, May 2010.
- [60] D. Hull. *Introduction to Dislocations*. Butterworth-Heinemann, Oxford [Oxfordshire] ; Boston, 4th ed edition, 2001.
- [61] R. Hull. *Properties of Crystalline Silicon*. IET, 1999.
- [62] M. Imai and K. Sumino. In situ x-ray topographic study of the dislocation mobility in high-purity and impurity-doped silicon crystals. *Philosophical Magazine A*, 47(4):599–621, 1983.
- [63] A. Istratov, T. Buonassisi, M. Pickett, M. Heuer, and E. Weber. Control of metal impurities in “dirty” multicrystalline silicon for solar cells. *Materials Science and Engineering: B*, 134(2–3):282–286, Oct. 2006.
- [64] A. Jacques, F. Vallino, F. Serbena, and A. George. Dislocation multiplication in silicon at the onset of plasticity observed by in situ synchrotron x-ray topography. *Journal of Physics:*

- Condensed Matter*, 12(49):10045–10058, Dec. 2000.
- [65] B. Jakobsen, H. F. Poulsen, U. Lienert, J. Almer, S. D. Shastri, H. O. Sørensen, C. Gundlach, and W. Pantleon. Formation and subdivision of deformation structures during plastic deformation. *Science*, 312(5775):889–892, Dec. 2006. PMID: 16690859.
- [66] M. W. Jenkins. A new preferential etch for defects in silicon crystals. *Journal of The Electrochemical Society*, 124(5):757–762, 1977.
- [67] W. G. Johnston and J. J. Gilman. Dislocation multiplication in lithium fluoride crystals. *Journal of Applied Physics*, 31(4):632–643, Apr. 1960.
- [68] S. Julsrud, T. Naas, and S. Senkader. Directionally solidified multicrystalline silicon: Industrial perspectives, objectives, challenges. In *3rd International Workshop on Crystalline Silicon Solar Cells*, Trondheim, Norwegen, 2009.
- [69] T. Kaden, K. Petter, R. Bakowskie, Y. Ludwig, R. Lantzsich, D. Raschke, S. Rupp, and T. Spiess. Analysis of mono-cast silicon wafers and solar cells on industrial scale. *Energy Procedia*, 27:103–108, 2012.
- [70] H. Kampwerth, T. Trupke, J. W. Weber, and Y. Augarten. Advanced luminescence based effective series resistance imaging of silicon solar cells. *Applied Physics Letters*, 93(20):202102, Nov. 2008.
- [71] S. Kimura and K. Terashima. A review of measurement of thermophysical properties of silicon melt. *Journal of Crystal Growth*, 180(3-4):323–333, Oct. 1997.
- [72] M. Kittler and W. Seifert. On the origin of EBIC defect contrast in silicon. a reflection on injection and temperature dependent investigations. *physica status solidi (a)*, 138(2):687–693, 1993.
- [73] M. Kittler and W. Seifert. Estimation of the upper limit of the minority-carrier diffusion length in multicrystalline silicon: Limitation of the action of gettering and passivation on dislocations. *Solid State Phenomena*, 95-96:197–204, 2004.
- [74] M. Kittler, W. Seifert, T. Arguirov, I. Tarasov, and S. Ostapenko. Room-temperature luminescence and electron-beam-induced current (EBIC) recombination behaviour of crystal defects in multicrystalline silicon. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 72(1-4):465–472, Apr. 2002.
- [75] M. Kittler, W. Seifert, and K. Knobloch. Influence of contamination on the electrical activity of crystal defects in silicon. *Microelectronic Engineering*, 66(1-4):281–288, Apr. 2003.
- [76] M. M. Kivambe, T. Ervik, B. Rynningen, and G. Stokkan. On the role of stacking faults on dislocation generation and dislocation cluster formation in multicrystalline silicon. *Journal of Applied Physics*, 112(10):103528, Nov. 2012.
- [77] M. M. Kivambe, G. Stokkan, T. Ervik, B. Rynningen, and O. Lohne. The microstructure of dislocation clusters in industrial directionally solidified multicrystalline silicon. *Journal of Applied Physics*, 110(6):063524–063524–5, Sept. 2011.
- [78] W. Kleber and H.-J. Bausch. *Einführung in die Kristallographie*. Verl. Technik, Berlin, 1998.
- [79] J. S. Koehler. The nature of work-hardening. *Physical Review*, 86(1):52–59, Apr. 1952.
- [80] M. Kohyama, S. Kose, M. Kinoshita, and R. Yamamoto. The atomic and electronic structure of the {211}/{111} facets in si. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 1(43):8251–8256, Oct. 1989.

- [81] S. Kusanagi, T. Sekiguchi, B. Shen, and K. Sumino. Electrical activity of extended defects and gettering of metallic impurities in silicon. *Materials Science and Technology*, 11(7):682–690, 1995.
- [82] V. Kveder, M. Kittler, and W. Schröter. Recombination activity of contaminated dislocations in silicon: A model describing electron-beam-induced current contrast behavior. *Physical Review B*, 63(11):115208, Mar. 2001.
- [83] V. Kveder, T. Sekiguchi, and K. Sumino. Electronic states associated with dislocations in p-type silicon studied by means of electric-dipole spin resonance and deep-level transient spectroscopy. *Physical Review B*, 51(23):16721–16727, June 1995.
- [84] J. C. Li. Some elastic properties of an edge dislocation wall. *Acta Metallurgica*, 8(8):563–574, Aug. 1960.
- [85] F. Louchet. Thermally activated dislocation sources in silicon. *Journal of Physics C: Solid State Physics*, 13(30):L847–L849, Oct. 1980.
- [86] F. Louchet. On the mobility of dislocations in silicon by in situ straining in a high-voltage electron microscope. *Philosophical Magazine A*, 43(5):1289–1297, 1981.
- [87] T. Malis, D. J. Lloyd, and K. Tangri. Dislocation generation from grain boundaries in nickel. *physica status solidi (a)*, 11(1):275–286, 1972.
- [88] T. Malis and K. Tangri. Grain boundaries as dislocation sources in the premacroyield strain region. *Acta Metallurgica*, 27(1):25–32, Jan. 1979.
- [89] N. Mangelinck-Noel and T. Duffar. Modelling of the transition from a planar faceted front to equiaxed growth: Application to photovoltaic polycrystalline silicon. *Journal of Crystal Growth*, 311(1):20–25, Dec. 2008.
- [90] Y. Miyamura, H. Harada, S. Ito, J. Chen, and T. Sekiguchi. Structural study of small angle grain boundaries in multicrystalline si. *Materials Science Forum*, 725:157–160, July 2012.
- [91] M. M'Hamdi, S. Gouttebroze, and H. G. Fjær. Thermo-mechanical analysis of the ingot–crucible contact during multi-crystalline silicon ingot casting. *Journal of Crystal Growth*, 318(1):269–274, Mar. 2011.
- [92] H. Mughrabi. Dislocation wall and cell structures and long-range internal stresses in deformed metal crystals. *Acta Metallurgica*, 31(9):1367–1379, Sept. 1983.
- [93] T. Müller, R. Wahlich, P. Krottenthaler, J. Studener, A. Kühhorn, and W. Ammon. Modeling and experimental verification of the 300 mm ar anneal process. *Materials Science and Engineering: B*, 124–125:235–240, Dec. 2005.
- [94] L. Murr. Strain-induced dislocation emission from grain boundaries in stainless steel. *Materials Science and Engineering*, 51(1):71–79, Nov. 1981.
- [95] K. Nagashio and K. Kuribayashi. Growth mechanism of twin-related and twin-free facet si dendrites. *Acta Materialia*, 53(10):3021–3029, June 2005.
- [96] K. Nakajima, K. Fujiwara, W. Pan, M. Tokairin, Y. Nose, and N. Usami. Development of textured high-quality si multicrystal ingots with same grain orientation and large grain sizes by the new dendritic casting method. In *Conference Record of the 2006 IEEE 4th World Conference on Photovoltaic Energy Conversion*, volume 1, pages 964 –967, May 2006.
- [97] K. Nakajima, K. Kutsukake, K. Fujiwara, K. Morishita, and S. Ono. Arrangement of dendrite crystals grown along the bottom of si ingots using the dendritic casting method by controlling thermal conductivity under crucibles. *Journal of Crystal Growth*, 319(1):13–18,

- Mar. 2011.
- [98] S. Nakano, X. Chen, B. Gao, and K. Kakimoto. Numerical analysis of cooling rate dependence on dislocation density in multicrystalline silicon for solar cells. *Journal of Crystal Growth*, 318(1):280–282, Mar. 2011.
- [99] E. Nes. Recovery revisited. *Acta Metallurgica et Materialia*, 43(6):2189–2207, June 1995.
- [100] P. Omling, E. R. Weber, L. Montelius, H. Alexander, and J. Michel. Electrical properties of dislocations and point defects in plastically deformed silicon. *Physical Review B*, 32(10):6571–6581, Nov. 1985.
- [101] N. Ono, K. Kitamura, K. Nakajima, and Y. Shimanuki. Measurement of young's modulus of silicon single crystal at high temperature and its dependency on boron concentration using the flexural vibration method. *Japanese Journal of Applied Physics*, 39(Part 1, No. 2A):368–371, Feb. 2000.
- [102] D. Oriwol, M. Hollatz, and M. Reinecke. Control of dislocation cluster formation and development in silicon block casting. *Energy Procedia*, 27:66–69, 2012.
- [103] P. Paufler. *Physikalische Kristallographie*. Akademie-Verlag, Berlin, 1986.
- [104] P. M. Petroff, R. A. Logan, and A. Savage. Nonradiative recombination at dislocations in III-V compound semiconductors. *Journal of Microscopy*, 118(3):255–261, 1980.
- [105] M. Ramsay. Silicon crystallization in PV - the race between different techniques continues, Mar. 2012.
- [106] K. V. Ravi. On the observation of bardeen-herring sources in silicon. *Metallurgical Transactions*, 3(5):1311–1313, May 1972.
- [107] I. L. F. Ray and D. J. H. Cockayne. The observation of dissociated dislocations in silicon. *Philosophical Magazine*, 22(178):853–856, 1970.
- [108] W. T. Read. *Dislocations In Crystals*. McGraw Hill Book Company Inc., Jan. 1953.
- [109] W. T. Read and W. Shockley. Dislocation models of crystal grain boundaries. *Physical Review*, 78(3):275–289, May 1950.
- [110] C. Reimann, M. Trempa, J. Friedrich, and G. Müller. About the formation and avoidance of c and n related precipitates during directional solidification of multi-crystalline silicon from contaminated feedstock. *Journal of Crystal Growth*, 312(9):1510–1516, Apr. 2010.
- [111] S. Rißland and O. Breitenstein. High resolution saturation current density imaging at grain boundaries by lock-in thermography. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 104:121–124, Sept. 2012.
- [112] P. Rudolph. Dislocation cell structures in melt-grown semiconductor compound crystals. *Crystal Research and Technology*, 40(1-2):7–20, 2005.
- [113] B. Rynningen, G. Stokkan, M. Kivambe, T. Ervik, and O. Lohne. Growth of dislocation clusters during directional solidification of multicrystalline silicon ingots. *Acta Materialia*, 59(20):7703–7710, Dec. 2011.
- [114] B. Rynningen, K. S. Sultana, E. Stubhaug, O. Lohne, and P. C. Hjermås. Dislocation clusters in multicrystalline silicon. In *EU PVSEC Proceedings*, Milan, Italia, 2007. DISLOCATION CLUSTERS IN MULTICRYSTALLINE SILICON.
- [115] J. Samuels, S. Roberts, and P. Hirsch. The brittle-to-ductile transition in silicon. *Materials Science and Engineering: A*, 105-106, Part 1(0):39–46, Nov. 1988.

- [116] E. Schmid, S. Würzner, C. Funke, T. Behm, R. Helbig, O. Pätzold, H. Berek, and M. Stelter. The correlation between spatial alignment of dislocations, grain orientation, and grain boundaries in multicrystalline silicon. *Crystal Research and Technology*, 47(3):229–236, 2012.
- [117] G. Schoeck. The activation energy of dislocation movement. *physica status solidi (b)*, 8(2):499–507, 1965.
- [118] A. Schönecker, L. Geerligs, and A. Müller. Casting technologies for solar silicon wafers: Block casting and ribbon-growth-on-substrate. *Solid State Phenomena*, 95-96:149–158, 2004.
- [119] M. Seibt, R. Khalil, V. Kveder, and W. Schröter. Electronic states at dislocations and metal silicide precipitates in crystalline silicon and their role in solar cell materials. *Applied Physics A*, 96(1):235–253, July 2009.
- [120] R. Simon and A. Danilewsky. The experimental station for white beam x-ray topography at the synchrotron light source ANKA, karlsruhe. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 199:550–553, Jan. 2003.
- [121] B. Sopori, P. Rupnowski, V. Mehta, V. Budhraja, S. Johnston, N. Call, H. Mountinho, M. Al-Jassim, A. Shaikh, M. Seacrist, and D. Carlson. Performance limitations of mc-si solar cells caused by defect clusters. *ECS Transactions*, 18(1):1049–1058, 2009.
- [122] B. L. Sopori. *On the Performance Limiting Behavior of Defect Clusters in Commercial Silicon Solar Cells*. National Renewable Energy Laboratory, 1998.
- [123] S. Steingrube, O. Breitenstein, K. Ramspeck, S. Glunz, A. Schenk, and P. P. Altermatt. Explanation of commonly observed shunt currents in c-si solar cells by means of recombination statistics beyond the shockley-read-hall approximation. *Journal of Applied Physics*, 110(1):014515, July 2011.
- [124] G. Stokkan. Relationship between dislocation density and nucleation of multicrystalline silicon. *Acta Materialia*, 58(9):3223–3229, May 2010.
- [125] H. Sugimoto, K. Araki, M. Tajima, T. Eguchi, I. Yamaga, M. Dhamrin, K. Kamisako, and T. Saitoh. Photoluminescence analysis of intragrain defects in multicrystalline silicon wafers for solar cells. *Journal of Applied Physics*, 102(5):054506–054506–5, Sept. 2007.
- [126] H. Sugimoto, M. Inoue, M. Tajima, A. Ogura, and Y. Ohshita. Analysis of intra-grain defects in multicrystalline silicon wafers by photoluminescence mapping and spectroscopy. *Japanese journal of applied physics*, 45(24-28), 2006.
- [127] K. Sumino. Deformation behavior of silicon. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30(6):1465–1479, 1999.
- [128] K. Sumino and H. Harada. In situ x-ray topographic studies of the generation and the multiplication processes of dislocations in silicon crystals at elevated temperatures. *Philosophical Magazine A*, 44(6):1319–1334, 1981.
- [129] W. D. Sylwestrowicz. Mechanical properties of single crystals of silicon. *Philosophical Magazine*, 7(83):1825–1845, 1962.
- [130] I. Takahashi, N. Usami, K. Kutsukake, G. Stokkan, K. Morishita, and K. Nakajima. Generation mechanism of dislocations during directional solidification of multicrystalline silicon using artificially designed seed. *Journal of Crystal Growth*, 312(7):897–901, Mar. 2010.

- [131] K. Tang, E. J. Øvrelid, G. Tranell, and M. Tangstad. Critical assessment of the impurity diffusivities in solid and liquid silicon. *JOM*, 61(11):49–55, Nov. 2009.
- [132] I. Tarasov, S. Ostapenko, V. Feifer, S. McHugo, S. Koveshnikov, J. Weber, C. Haessler, and E.-U. Reisner. Defect diagnostics using scanning photoluminescence in multicrystalline silicon. *Physica B: Condensed Matter*, 273–274:549–552, Dec. 1999.
- [133] D. Töbrens, N. Stüßer, K. Knorr, H. Mayer, and G. Lampert. E9: The new high-resolution neutron powder diffractometer at the berlin neutron scattering center. *Materials Science Forum*, 378–381:288–293, 2001.
- [134] M. Trempa, C. Reimann, J. Friedrich, G. Müller, and D. Oriwol. Mono-crystalline growth in directional solidification of silicon with different orientation and splitting of seed crystals. *Journal of Crystal Growth*, 351(1):131–140, 2012.
- [135] T. Trupke, E. Pink, R. A. Bardos, and M. D. Abbott. Spatially resolved series resistance of silicon solar cells obtained from luminescence imaging. *Applied Physics Letters*, 90(9):093506, Feb. 2007.
- [136] M. G. Tsoutsouva, V. A. Oliveira, D. Camel, T. N. Tran Thi, J. Baruchel, B. Marie, and T. A. Lafford. Segregation, precipitation and dislocation generation between seeds in directionally solidified mono-like silicon for photovoltaic applications. *Journal of Crystal Growth*, In Press, 2014.
- [137] N. Usami, R. Yokoyama, I. Takahashi, K. Kutsukake, K. Fujiwara, and K. Nakajima. Relationship between grain boundary structures in si multicrystals and generation of dislocations during crystal growth. *Journal of Applied Physics*, 107(1):013511–013511–5, Jan. 2010.
- [138] A. Voigt, E. Wolf, and H. P. Strunk. Grain orientation and grain boundaries in cast multicrystalline silicon. *Materials science & engineering. B, Solid-state materials for advanced technology*, 54(3):202–206, 1998.
- [139] H. Wagner, M. Muller, G. Fischer, and P. Altermatt. A simple criterion for predicting multicrystalline si solar cell performance from lifetime images of wafers prior to cell production. *Journal of Applied Physics*, 114(5):054501–054501–8, 2013.
- [140] Z. Wang, H. Leipner, R. Krause-Rehberg, V. Bodarenko, and H. Gu. Defects properties in plastically deformed silicon studied by positron lifetime measurements. *Microelectronic Engineering*, 66(1–4):358–366, Apr. 2003.
- [141] M. Wattenbach, C. Kisielowski-Kemmerich, H. Alexander, V. V. Kveder, T. R. McHedlidze, and Y. A. Osipyan. Electric-dipole spin resonance of dislocations in plastically deformed p-type silicon. *physica status solidi (b)*, 158(1):K49–K53, 1990.
- [142] E. R. Weber and H. Alexander. Deep level defects in plastically deformed silicon. *Le Journal de Physique Colloques*, 44(C4):C4–319–C4–328, Sept. 1983.
- [143] K. Wessel and H. Alexander. On the mobility of partial dislocations in silicon. *Philosophical Magazine*, 35(6):1523–1536, 1977.
- [144] H. Wiedersich. A quantitative theory for the dislocation multiplication during the early stages of the formation of glide bands. *Journal of Applied Physics*, 33(3):854–858, Mar. 1962.
- [145] D. B. Williams and C. B. Carter. *Transmission electron microscopy: a textbook for materials science*. 3, 3,. Plenum Press, New York [u.a.], 2009.

- [146] D. Windisch and P. Becker. Silicon lattice parameters as an absolute scale of length for high precision measurements of fundamental constants. *physica status solidi (a)*, 118(2):379–388, 1990.
- [147] J. J. Wortman and R. A. Evans. Young’s modulus, shear modulus, and poisson’s ratio in silicon and germanium. *Journal of Applied Physics*, 36(1):153 –156, Jan. 1965.
- [148] S. Würzner, R. Helbig, C. Funke, and H. J. Möller. The relationship between microstructure and dislocation density distribution in multicrystalline silicon. *Journal of Applied Physics*, 108(8):083516 –083516–5, Oct. 2010.
- [149] S. Würzner, T. Kaden, C. Funke, D. Kreßner-Kiel, and H. Möller. A new view on the origin of dislocations and their density distribution in multicrystalline silicon. *24th European Photovoltaic Solar Energy Conference, Hamburg, Germany*, pages 2133 – 2137, Sept. 2009.
- [150] Y. M. Yang, A. Yu, B. Hsu, W. C. Hsu, A. Yang, and C. W. Lan. Development of high-performance multicrystalline silicon for photovoltaic industry. *Progress in Photovoltaics: Research and Applications*, page n/a–n/a, 2013.
- [151] I. Yonenaga. Upper yield stress of si crystals at high-temperatures. *Journal of the Electrochemical Society*, 143(8):L176–L178, 1996.
- [152] I. Yonenaga and K. Sumino. Dislocation dynamics in the plastic deformation of silicon crystals i. experiments. *physica status solidi (a)*, 50(2):685–693, 1978.

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

a	Gitterkonstante
A	Fläche, Waferfläche
α	Materialkonstante zur Berechnung von ν , Poldistanz
α'	Abbildung der Poldistanz
\mathbf{b}	Burgersvektor
BB-PL	Band-Band Photolumineszenz
β	Azimutwinkel
β'	Abbildung des Azimutwinkels
C	EBIC-Kontrast
CLS	Koinzidenzgitter
CMP	Chemisch-mechanische Politur
Cz	Czochralski-Method
D	Diffusionskoeffizient
d	Probendicke, Subkorndurchmesser
DFA	Defektflächenanteil
DLIT	Dunkel Lock-In Thermographie
DLTS	Deep Level Transient Spectroscopy
E	Elastizitätsmodul
e	Elementarladung, Eulersche Zahl
EBIC	Electron Beam Induced Current
EBSD	Electron Backscatter Diffraction
E_C	Energie des Leitungsbandes
E_{De}	Energie einer flachen Störstelle
E_{dh}	Energie einer flachen Störstelle
EDSR	Electric-Dipol Spin Resonance
E_M	Energie einer tiefen Störstelle
EPD	Ätzgrubendichte
η	Wirkungsgrad
E_V	Energie des Valenzbandes

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

FF	Füllfaktor
Fz	Floatzone-Method
G	Schubmodul
g	Beugungsvektor
γ_{UP}	Obere Streckgrenze
GWKG	Großwinkelkorngrenze
h	Versetzungsabstand
HEM	Heat Exchange Method
I_{oc}	Kurzschlussstrom
I_0	Probenstrom
I_D	Defektstrom
J_{01}	Sättigungsstromdichte des Diffusionsstromes
J_{02}	Sättigungsstromdichte des Rekombinationsstromes
J_{diff}	Diffusionsstrom
J_{mpp}	Strom bei maximaler Leistung
J_{rec}	Rekombinationsstrom
J_{shunt}	Shuntstrom
$J(U_{loc})$	Lokaler Dunkelstrom
K	Materialkonstante zur Berechnung von ν
k	Boltzmann-Konstante
KWKG	Kleinwinkelkorngrenze
l	Linienvektor einer Versetzung
l	Kantenlänge einer Subkorngrenze
λ	Wellenlänge
L_S	Durchmesser der Raumladungszone
l_{sub}	Gesamte Kantenlänge mehrerer Subkorngrenzen
LTLD	Ladungsträgerlebensdauer der Minoritäten
m	Spannungsexponent
mc-Si	Multicrystalline Silicon
MWC	Microwave Conductivity
n	Ordnung der Röntgenbeugung
N_M	Konzentration an tiefen Störstellen
N_{sub}	Anzahl an Subkorngrenzen

ν	Versetzungsgeschwindigkeit
PL	Photolumineszenz
P_{loc}	Lokal verbrauchte Leistung
PV	Photovoltaik
Q	Aktivierungsenergie für Versetzungsbewegung
REM	Rasterelektronenmikroskop
ρ	Versetzungsdichte
ρ_{Dis}	Reale Versetzungsdichte
ρ_{EPD}	Sich aus der EPD ergebende Versetzungsdichte
ρ_{pu}	Versetzungsdichte der <i>Pile-ups</i>
R_p	Parallelwiderstand
R_s	Lokal aufgelöster Serienwiderstand
σ	Spannung
τ	Schubspannung
T	Temperatur
\perp	Versetzungskern
$T_{gl}^{-90^\circ}$	Globales 90° phasenverschobenes DLIT-Signal
$T_{loc}^{-90^\circ}$	Lokales 90° phasenverschobenes DLIT-Signal
τ	Ladungsträgerlebensdauer
τ_0	Vergleichs-Schubspannung (= 1 MPa)
τ_{eff}	Effektive Schubspannung
TEM	Transmission Electron Microscopy
θ	Verkipfungswinkel zwischen zwei Körnern, Beugungswinkel
U_{oc}	Leerlaufspannung
U_i	Global anliegende Spannung der DLIT-Messung i
U_{loc}	Lokale Spannung an der Raumladungszone
U_{mpp}	Spannung bei maximaler Leistung
VGf	Vertigal Gradient Freeze
WB-XRT	White-Beam X-Ray Topography
WUDU	Wusel-Dusel
XRD	X-Ray Diffraction