

(様式第4号)

X線トポグラフィを用いた 太陽電池用シードキャスト成長シリコン基板の結晶欠陥の観察 Observation of crystalline imperfections in seed-cast-grown silicon substrates for solar cells by X-ray topography technique

小島拓人, 大下祥雄
Takuto Kojima, Yoshio Ohshita

豊田工業大学
Toyota Technological Institute

※長期利用課題は、実施課題名の末尾に期を表す (I)、(II)、(III) を追記すること。

1. 概要

種結晶からキャスト法により成長させた擬単結晶シリコンの結晶欠陥を白色 X 線トポグラフィによって調べた。反射像中の複数の回折点で単結晶領域中の欠陥クラスターが可視化された。欠陥クラスターは坩堝壁近傍の多結晶領域との界面および双晶が密に分布した領域に存在した。

Quasi-mono silicon wafer grown by the seed casting method was investigated using white x-ray topography. Defect clusters in the single crystal region were visualized at diffraction spots in the reflection image. The cluster existed at the interface for the polycrystalline region near the wall of the crucible and at the region with many twins.

2. 背景と研究目的:

現在主流の太陽電池であるキャスト法により成長した多結晶シリコン太陽電池のエネルギー変換効率は、商業ベースでは高いもので 18% である。一方、理論最大変換効率はおよそ 30% であるため、エネルギー変換効率向上の余地は大きい。多結晶シリコン太陽電池の変換効率が理論最大変換効率に及ばない理由の一つとして、多結晶シリコン基板中に少数キャリアの再結合中心が数多く存在していることがあげられる。この再結合中心の一部は多結晶シリコンの結晶粒界および結晶粒界の二次欠陥に起因するため、結晶粒を大きくすることで変換効率の向上を期待することができる。

シードキャスト法は結晶成長の起点に単結晶シリコンを置くことで、結晶粒径を大幅に向上させることができる。しかし、シードからの単結晶部分には多くの転位が存在し、電気的特性は多結晶シリコンと比較して十分に向上せず、一部は劣化している。またインゴット上部、および端部では多結晶化が起こっており、この起点として不純物の析出が考えられる。

これらのことからシードキャストインゴットの転位や析出物の分布に関する知見が、今後の結晶成長技術の向上に必要となるが、インゴット中の広い範囲(mm-cm オーダー)での分布や析出物や転位の起源を探索するのは電子線や赤外-可視光による測定では困難である。このような析出物や転位等の検出手段として X 線トポグラフィは古くから利用されている。シンクロトロン光を利用した X 線は、高輝度でビームの平行度も高いため、一回で測定できる範囲が大きくとれ、また、X 線のエネルギーも白色であるため、X 線波長と対応する格子間隔の組み合わせが複数となり、回折面のマッチングも容易であるため、広範囲領域の観察と多結晶領域の測定に最適である。

本申請課題の目的は X 線トポグラフィを用いた太陽電池用シードキャストシリコン基板中の不純物及び転位の観察である。これらはナノ～マイクロメートルオーダーの欠陥であるが、従来の多結晶シリコン太陽電池では一部の結晶粒に偏在し、局所的な変換効率、ひいては歩留り低下の原因となっており、これらの欠陥の制御には発生機構のナノレベルでの理解が不可欠である。そのため多結晶シリコンと同様の成長方法により作製され、かつ結晶粒の大径化によって系の単純化されたシードキャ

ストシリコンを用いた。特に今回は白色 X 線によって、同一インゴットから連続的に切り出した基板から立体的に欠陥を可視化するために最適な試料・測定条件を確認することを目的とした。

3. 実験内容（試料、実験方法の説明）

100 mm ϕ x 80 mm Hの円柱状シリコンインゴットを成長方向に平行に厚さ300 μ mにスライスしたウェハを用いた。一部の試料はHF/HNO₃エッチングでダメージ層を除去した。

X線トポグラフィ測定を九州シンクロトン光研究センターBL09Aにておこなった。測定装置の配置を図1に示す。光軸調整後、試料を反射配置でマウントし、複数の回折点をイメージングプレート(IP)で一括撮影する。また適切な強度の回折点を選び、高解像のCCDカメラ、X線フィルムをその位置で固定・撮影した。測定は反射像を $2\theta = 35^\circ, 70^\circ$ で、透過像を $2\theta = 30^\circ$ で測定した。

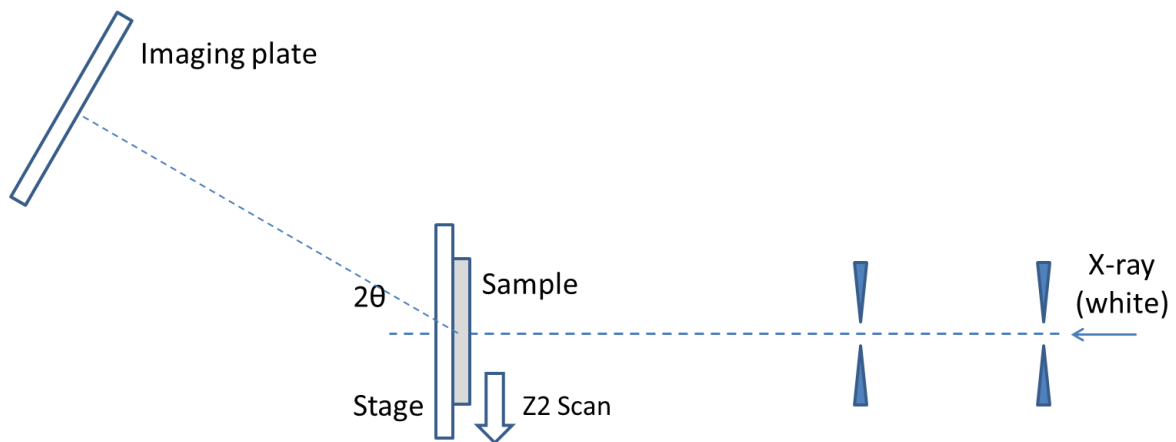
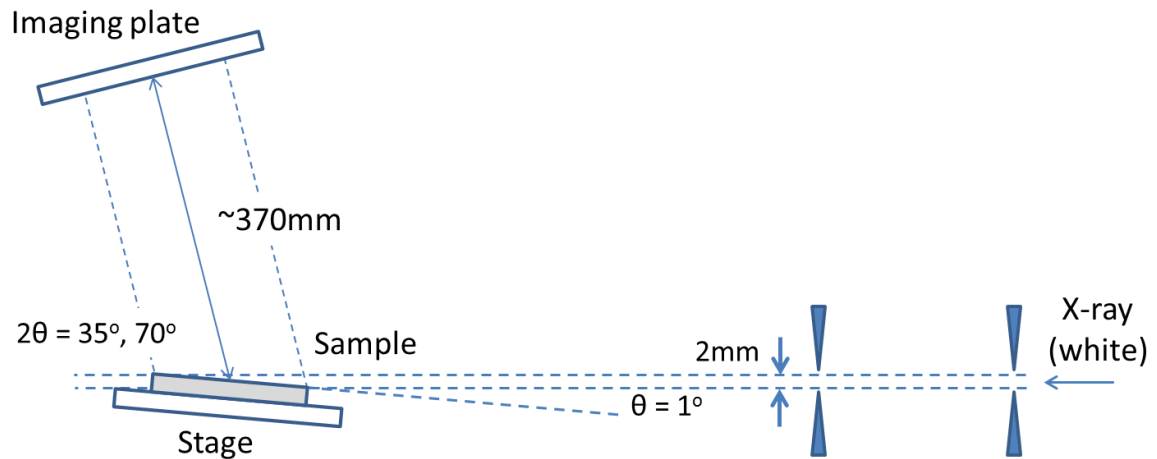
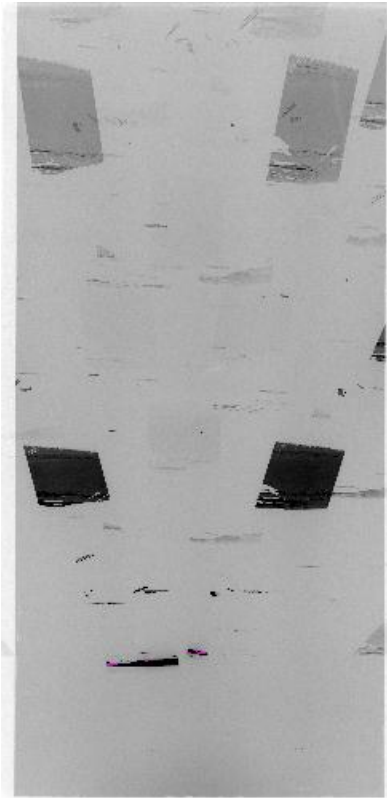


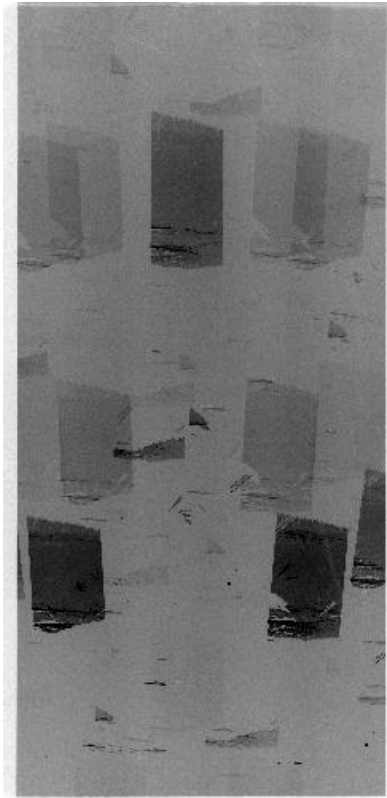
図1 X線トポグラフィ測定概略図

4. 実験結果と考察

図2に HF/HNO₃ダメージ層エッチングを施した擬単結晶シリコン基板のイメージングプレートに投影された反射像を示す。単結晶領域は複数の回折点で明瞭に結像した。2 θ = 35°, 2 θ = 70° からそれぞれコントラストの大きい2つの回折点での反射像を図3に、また光学像と重ね合わせたものを図4に示す。

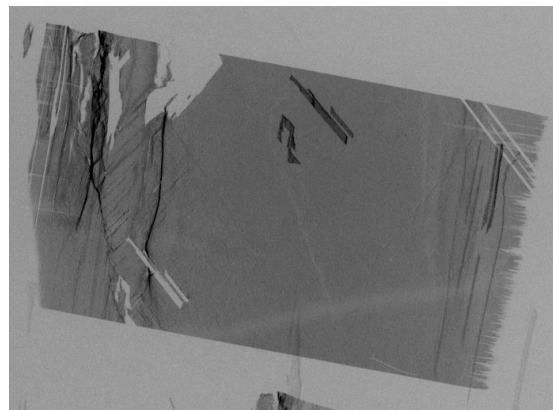


(a) 2 θ = 35° 反射像

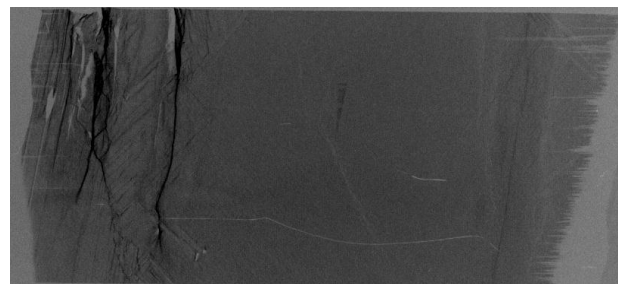


(b) 2 θ = 70° 反射像

図2 イメージングプレート上に投影された複数の回折点での反射 X 線トポグラフ。

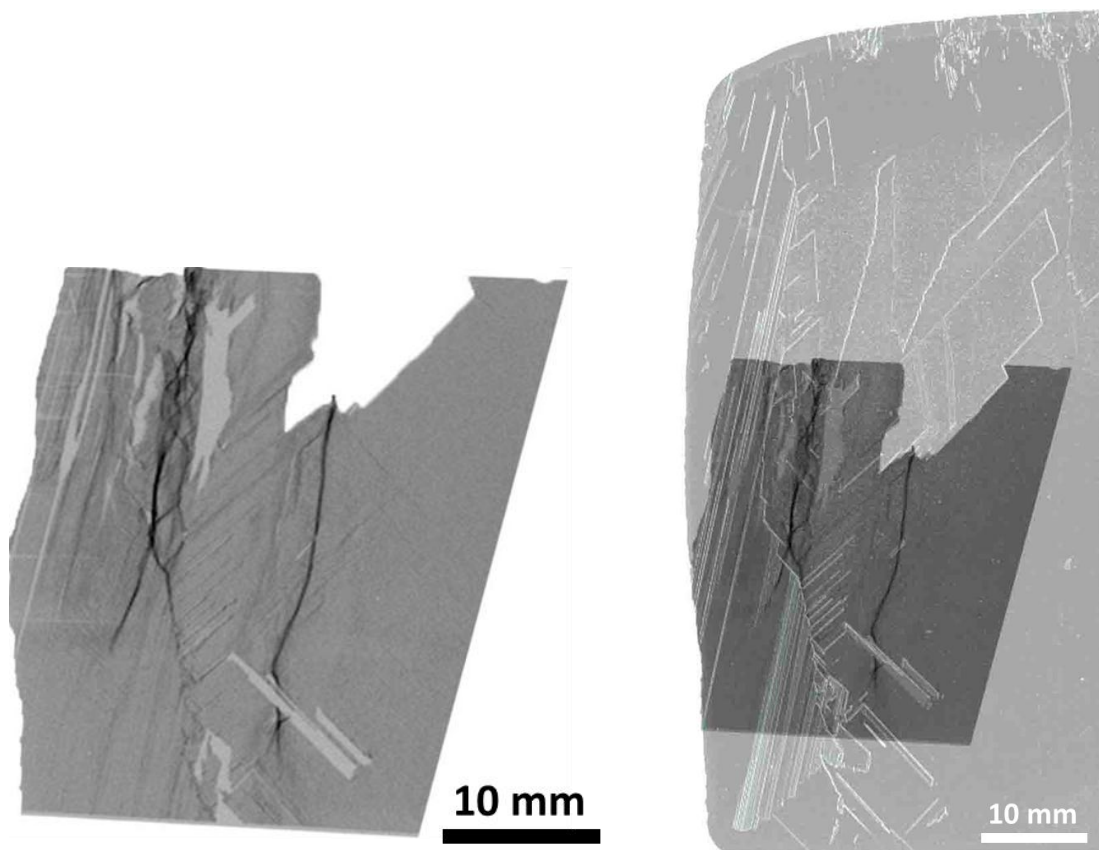


(a) 2 θ = 35° 反射像 (図2(a) 左上)



(b) 2 θ = 70° 反射像 (図2(b)中央上)

図3 コントラストの明瞭な反射像。



(a) X線トポグラフ (図3(a), 像歪み補正)

(b) 光学像との重ねあわせ

図4 反射X線トポグラフと光学像との重ねあわせ.

坩堝壁面から成長した多結晶領域との境界近傍および双晶粒界が連続的に分布した領域から暗線として可視化された欠陥クラスタが存在した。

また欠陥クラスタを立体的に可視化するため、比較的短時間で測定できる透過X線トポグラフィを同一インゴットから連続して切り出した基板群に対して行なった。十分な信号強度は得られたが、試料表面状態が粗く、明瞭なコントラストが得られなかった。

5. 今後の課題：

今回の測定により、白色X線を使用する事によってHF/HNO₃エッチングを施した擬単結晶シリコンで欠陥クラスタを反射像測定により可視化できた。一方で表面状態の粗い試料については透過X線像で明瞭なコントラストが得られなかった。今回の測定により試料・測定条件が明らかになったので今後、欠陥を立体的に可視化することでインゴット中の欠陥生成機構の解明を目指す。

6. 論文発表状況・特許状況

現在までに論文発表なし。

7. 参考文献

8. キーワード (試料及び実験方法を特定する用語を2~3)

- ・ X線トポグラフィ
- ・ 擬単結晶シリコン
- ・ 転位