

**Herstellung und Charakterisierung
von transparenten, elektrisch
leitfähigen $\text{TiO}_2\text{:Nb}$ -Dünnschichten
durch Gleichstrom- und Puls-
Magnetron-Sputtern**

Manuela Junghähnel



Universitätsverlag Ilmenau
2012

Impressum

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Angaben sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Diese Arbeit hat der Fakultät für Maschinenbau der Technischen Universität Ilmenau als Dissertation vorgelegen.

Tag der Einreichung: 10. Mai 2011

1. Gutachter: Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Edda Rädlein
(TU Ilmenau)

2. Gutachter: Univ.-Prof. Dr. rer. nat. habil. Peter Schaaf
(TU Ilmenau)

3. Gutachter: Dr. rer. nat. Johannes Strümpfel
(VON ARDENNE Anlagentechnik GmbH)

Tag der Verteidigung: 25. November 2011

Technische Universität Ilmenau/Universitätsbibliothek

Universitätsverlag Ilmenau

Postfach 10 05 65

98684 Ilmenau

www.tu-ilmenau.de/universitaetsverlag

Herstellung und Auslieferung

Verlagshaus Monsenstein und Vannerdat OHG

Am Hawerkamp 31

48155 Münster

www.mv-verlag.de

ISSN 1868-6532 (Druckausgabe)

ISBN 978-3-86360-017-4 (Druckausgabe)

URN [urn:nbn:de:gbv:ilm1-2011000464](http://nbn:de:gbv:ilm1-2011000464)

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung zum Thema	1
1.1	Motivation	1
1.2	Aufgabenstellung und Gliederung der Arbeit	4
2	Grundlagen	7
2.1	Elektrische Leitfähigkeit in polykristallinen TCOs	7
2.1.1	Strukturdefekte in realen Festkörpern	8
2.1.2	Ladungsträgerkonzentration in TCOs	10
2.1.3	Ladungsträgertransport in TCOs	12
2.1.4	Der Einfluss von Korngrenzen auf den Ladungsträgertransport in polykristallinen TCOs	13
2.1.5	Thermische Nachbehandlung nichtkristalliner Schichten	15
2.1.6	Morphologie gesputterter Dünnschichten	17
2.2	Transparente leitfähige Oxide - TCOs	20
2.2.1	Einordnung von TCOs nach ihren Eigenschaften	20
2.2.2	TCOs auf der Basis von Indiumoxid	22
2.2.3	TCOs auf der Basis von Zinkoxid	25
2.3	Das undotierte Titanoxid TiO_2	27
2.3.1	Kristallstruktur von TiO_2	27
2.3.2	Punktdefekte in TiO_2 - Schichten	30
2.3.3	Dotierung von TiO_2	31
2.4	Das Niob-dotierte Titanoxid $\text{TiO}_2:\text{Nb}$	33
2.4.1	Kristallstruktur und elektrische Leitfähigkeit von $\text{TiO}_2:\text{Nb}$	33
2.4.2	Punktdefekte in $\text{TiO}_2:\text{Nb}$	34
2.4.3	Elektronische Bandstruktur von $\text{TiO}_2:\text{Nb}$	35
2.4.4	Mit PVD-Verfahren hergestellte $\text{TiO}_2:\text{Nb}$ -Schichten	37
2.5	Abscheidung von Schichten mittels Magnetron-Sputtern	40
2.5.1	Gleichstrom-Magnetron-Sputtern	43
2.5.2	Puls-Magnetron-Sputtern	44
2.5.3	Sputtern von TiO_2	46
2.5.4	Phasenbildung bei TiO_2	50
3	Experimentelles	53
3.1	Magnetron-Sputtern von $\text{TiO}_2:\text{Nb}$ -Schichten	53

3.1.1	TiO ₂ :Nb-Sputterprozess	53
3.1.2	Die Durchlauf-Beschichtungsanlage ILA 900	53
3.1.3	Konfiguration der TiO ₂ :Nb-Targets	55
3.1.4	Energieeinspeisung in die Magnetronentladung	55
3.2	Versuchsdurchführung	57
3.2.1	Auswahl der Substrate	57
3.2.2	Parameter der Schichtabscheidung	58
3.2.3	Thermische Vor- und Nachbehandlung der TiO ₂ :Nb-Schichten	58
3.3	Charakterisierung der TiO ₂ :Nb-Schichten und Messung der Eigenschaften	61
3.3.1	Schichtdickenmessung	61
3.3.2	Optische Eigenschaften	61
3.3.3	Elektrische Eigenschaften	62
3.3.4	Lichtmikroskopie	64
3.3.5	Rasterelektronenmikroskopie (REM)	64
3.3.6	Röntgendiffraktometrie (XRD)	65
3.3.7	Photoelektronenspektroskopie (XPS)	65
3.3.8	Glimmentladungsspektroskopie (GD-OES)	65
4	Ergebnisse	67
4.1	Zusammensetzung des Targets und der gesputterten Schicht	67
4.1.1	Auswahl der Zusammensetzung und Konfiguration des TiO ₂ :Nb-Targets	67
4.1.2	Untersuchung des TiO ₂ :Nb-Targets	68
4.1.3	Chemische Zusammensetzung der TiO ₂ :Nb-Schichten	70
4.2	Sputtern von TiO ₂ :Nb	74
4.2.1	Allgemeine Prozesseigenschaften	74
4.2.2	Einfluss ausgewählter Prozessparameter auf die Eigenschaften von TiO ₂ :Nb-Schichten	79
4.2.2.1	Die Dotierung des Targets und zusätzlicher Sauerstoff im Prozessgas	79
4.2.2.2	Der Prozessdruck	83
4.2.2.3	Der Duty-Cycle	85
4.3	Optische Eigenschaften der TiO ₂ :Nb-Schichten	90
4.3.1	Problematik der Bestimmung der optischen Eigenschaften	90
4.3.2	Einfluss der Dotierkonzentration	91
4.3.3	Einfluss der Schichtdicke	91
4.4	Elektrische Eigenschaften der TiO ₂ :Nb-Schichten	96
4.4.1	Problematik der Bestimmung der elektrischen Eigenschaften	96
4.4.2	Ladungsträgerkonzentration und -beweglichkeit	96
4.4.3	Einfluss der Schichtdicke auf den spezifischen elektrischen Widerstand und die IR-Reflexion	100

4.4.4	Temperaturabhängigkeit der elektrischen Eigenschaften . . .	104
4.4.4.1	Der spezifische elektrische Widerstand	104
4.4.4.2	Die Ladungsträgerkonzentration und -beweglichkeit	107
4.5	Thermische Nachbehandlung der TiO ₂ :Nb-Schichten	108
4.5.1	Einfluss des Regimes der thermischen Behandlung	108
4.5.2	Einfluss der Atmosphäre während der thermischen Behandlung	109
4.5.3	Einfluss der Temperatur bei der thermischen Behandlung . . .	114
4.5.4	Abscheidung von TiO ₂ :Nb-Schichten auf geheiztem Substrat mit anschließender thermischer Behandlung	117
4.6	Untersuchung der Struktur von TiO ₂ :Nb	119
4.6.1	Morphologie der TiO ₂ :Nb-Schichten und Untersuchungen mit dem Rasterelektronenmikroskop	119
4.6.2	Untersuchung der TiO ₂ :Nb-Schichten mittels XPS	126
5	Bewertung und Diskussion der Ergebnisse	131
5.1	Einfluss der Dotierkonzentration	131
5.2	Einfluss des Prozessdrucks	132
5.3	Einfluss des Duty-Cycles	132
5.4	Thermische Nachbehandlung	132
5.5	Einfluss der Schichtdicke	133
5.6	Einfluss von zusätzlichem Sauerstoff	133
5.7	Diskussion	135
6	Schlussfolgerungen und Ausblick	137
7	Thesen	141
8	Formelzeichen und Abkürzungen	145
	Literaturverzeichnis	151
	Danksagung	I
	Zusammenfassung	III