

# Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit sollten dünne, optisch aktive Vanadiumdioxidschichten aus der Gasphase abgeschieden, analysiert und modifiziert werden. Vanadiumdioxid besitzt die Eigenschaft der Thermochemie, d.h. es besitzt die Fähigkeit, seine optischen Eigenschaften temperaturabhängig zu verändern. Grund hierfür ist beim  $\text{VO}_2$  ein bei  $68^\circ\text{C}$  einsetzender reversibler Phasenübergang. Das Material durchläuft dabei innerhalb eines kleinen Temperaturbereichs von nur einigen Grad Celsius einen Halbleiter-Metall-Übergang und ändert dabei seinen elektrischen Widerstand um bis zu 5 Größenordnungen. Während der halbleitende Zustand unterhalb der Übergangstemperatur  $T_c$  für Infrarot-Strahlung durchlässig ist, vermag der eher metallische Charakter oberhalb  $T_c$  eine Transmission von Wärmestrahlung fast völlig zu unterdrücken.

Im sichtbaren Spektralbereich hingegen verändern dünne Vanadiumdioxidschichten ihre optischen Eigenschaften beim durchlaufen von  $T_c$  nur geringfügig. Das Material ist damit prinzipiell prädestiniert für die Beschichtung von Architekturglas zur Erzeugung von intelligenten Verglasungen, die ihre Transmissionseigenschaften für Wärmestrahlung inhärent, also ohne Eingriff von außen, an die jeweiligen Raumtemperaturen angepasst verändern können, ohne dabei sichtbare Veränderungen hervorzurufen. Die Phasenübergangstemperatur ist allerdings für reine  $\text{VO}_2$ -Schichten mit ca.  $70^\circ\text{C}$  etwas zu hoch für Anwendungen im „Zimmertemperaturbereich“. Es sollte allerdings durch ein gezieltes Dotieren der Filme möglich sein, die Schalttemperatur sowohl zu höheren als auch zu niedrigeren Temperaturen zu verschieben.

In dieser Arbeit erfolgte die Synthese der Schichten im Aufdampf- bzw. IBAD-Verfahren (Ion Beam Assisted Deposition), wobei in der Regel  $\text{VO}_2$ -Pulver verdampft wurde. Im apparativ begrenzten, realisierbaren Sauerstoffpartialdruckbereich zwischen ca.  $2 \cdot 10^{-6}$  und  $6 \cdot 10^{-4}$  mbar konnten auch bei zusätzlicher Heizung bis ca.  $450^\circ\text{C}$  keine thermochromen Filme durch reines Aufdampfen synthetisiert werden. Erst unter zusätzlichem Beschuss mit energiereichen Sauerstoffionen trat Thermochemie auf. Die Einflüsse ionenstrahlspezifischer Parameter, wie z.B. Ionenstromdichte, Ionenenergie und Ioneneinfallswinkel auf die Schichteigenschaften, speziell auf das Schaltvermögen und etwaige Verschiebung der Übergangstemperatur, sind in dieser Arbeit dokumentiert.

Des Weiteren wurden Untersuchungen zur Abhängigkeit dieser Schichteigenschaften von der Schichtdicke, Aufdampftrate und Topographie durchgeführt.

Im Rahmen verschiedener Versuchsreihen zur Dotierung mit verschiedenen Elementen und Verbindungen aus zwei Verdampfern und aus Pulvergemischen konnte die Phasenübergangstemperatur auf Raumtemperatur reduziert werden, wobei allerdings stets auch eine starke Abnahme des Schaltvermögens der Filme beobachtet wurde. Auch Filme die unter simultanem Beschuss mit Stickstoff- und Sauerstoffionen aus einer oder zwei getrennten Ionenquellen abgeschieden wurden, zeigten eine verringerte Übergangstemperatur.

Im Rahmen von Beschichtungen unter Probenrotation zur Steigerung der Filmhomogenität, konnte verifiziert werden, dass die Qualität der Filme bezüglich des Schaltvermögens indirekt im Zusammenhang mit dem Wärmefluss steht, der während der Synthese durch die Schichten

fließt. Trotz vergleichbarer mittlerer Temperaturen auf den Substratoberflächen der Filme, entsteht ausgeprägte Thermochromie nur bei genügender Temperaturkonstanz während der Abscheidung.

Die Aufklärung der Schichtzusammensetzung erfolgte mittels Photoelektronenspektroskopie (XPS). Die Qualität der Filme wurde über das Schaltvermögen, also das Verhältnis der elektrischen Widerstände im metallischen und halbleitenden Zustand, in temperaturabhängigen Widerstandsmessungen untersucht. Die Vermessung relevanter optischer Eigenschaften erfolgte mit Hilfe der UV/VIS/NIR-Spektroskopie, mit der ebenfalls das Schaltvermögen erfasst wird. Zur Verifizierung der kristallographischen Eigenschaften wurden GXR-D-Messungen herangezogen, die Schichtdickenmessung erfolgte in-situ mittels eines Schwingquarzsensors und wurde profilometrisch kontrolliert. Bei dotierten Proben wurden zur Beurteilung der Tiefenverteilung des Dotierguts RBS-Messungen durchgeführt. Untersuchungen zur Topographie, Bestimmung von Kristallitgrößen und Untersuchung auf Amorphisierung erfolgten am Rasterelektronen- bzw. Rasterkraftmikroskop.

Zusammenfassend zeigen die Untersuchungen, dass durch reines Aufdampfen keine thermochromen Filme erzeugt werden können, was nicht ausschließt, dass dies bei höheren Sauerstoffpartialdrücken grundsätzlich möglich ist. Mit dem IBAD-Verfahren hingegen ist es unter Optimierung der Prozessparameter gelungen, gut schaltende Filme zu synthetisieren. Die Beschichtung größerer Flächen stellt hierbei sehr hohe Ansprüche an die Homogenität des Ionenstrahls und an die Konstanthaltung der Temperatur der Proben während der Beschichtung.

Eine Dotierung mit Fremdatomen und Verbindungen bzw. die Bestrahlung mit Stickstoffionen kann die Schalttemperatur messbar absenken, reduziert aber gleichzeitig das Schaltvermögen der Schichten.

Eine Anwendung für Architektur- oder Fahrzeugglas erfordert noch eine Verbesserung der optischen Transmission der beschichteten Scheiben im sichtbaren Bereich. Anwendungen in der Elektronik, mit Schalttemperaturen  $>60^{\circ}$  sind mit den synthetisierten Schichten aber durchaus schon denkbar.