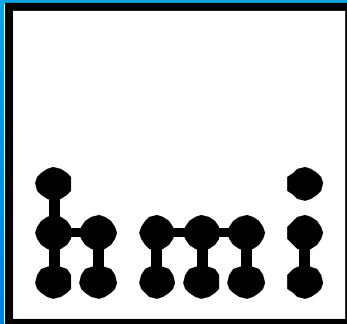


In situ-Analyse des Texturumschlags beim Wachstum von WS_x -Schichten mittels reaktiven Magnetronsputters

V. Weiß, R. Mientus, K. Ellmer

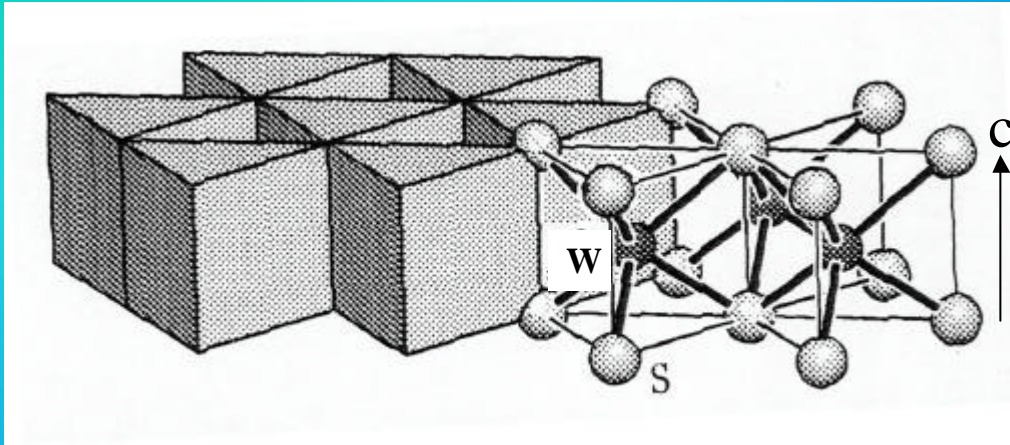


Inhalt

1. Grundlagen
2. Experimentaufbau
3. In situ-EDXRD-Ergebnisse
4. Ex situ-Ergebnisse
5. Zusammenfassung

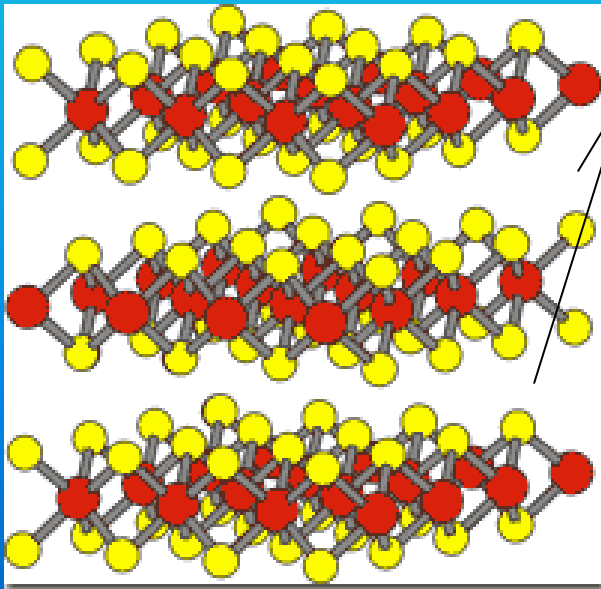
Hahn-Meitner-Institut Berlin
Abt. Solare Energetik

Schichtgitterhalbleiter WS_2



- Hexagonale Struktur 2H- WS_2
- Verwendung als Absorber in Dünnschichtsolarzellen:
 - Ⓡ Hoher Absorptionskoeffizient
 - Bandlücke im Bereich 1,7 - 1,9 eV
 - Gesättigte van-der-Waals-Flächen

H. Tributsch, *Z. Naturforsch.* 1977, 32a, 972.

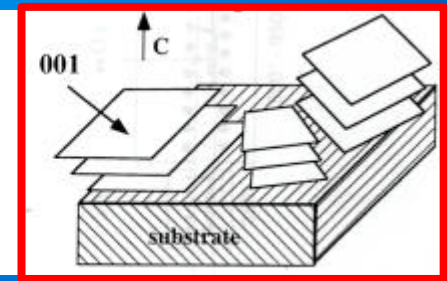
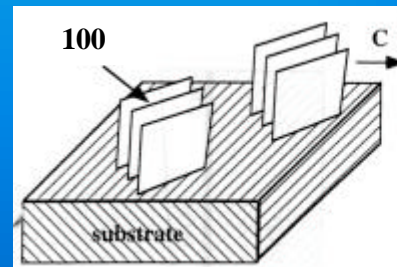


Van-der-Waals Ebenen

c

● X = S, Se
● M = Mo, W

Ziel:
(100)-Textur; c_{\parallel} (001)-Textur; c_{\perp}

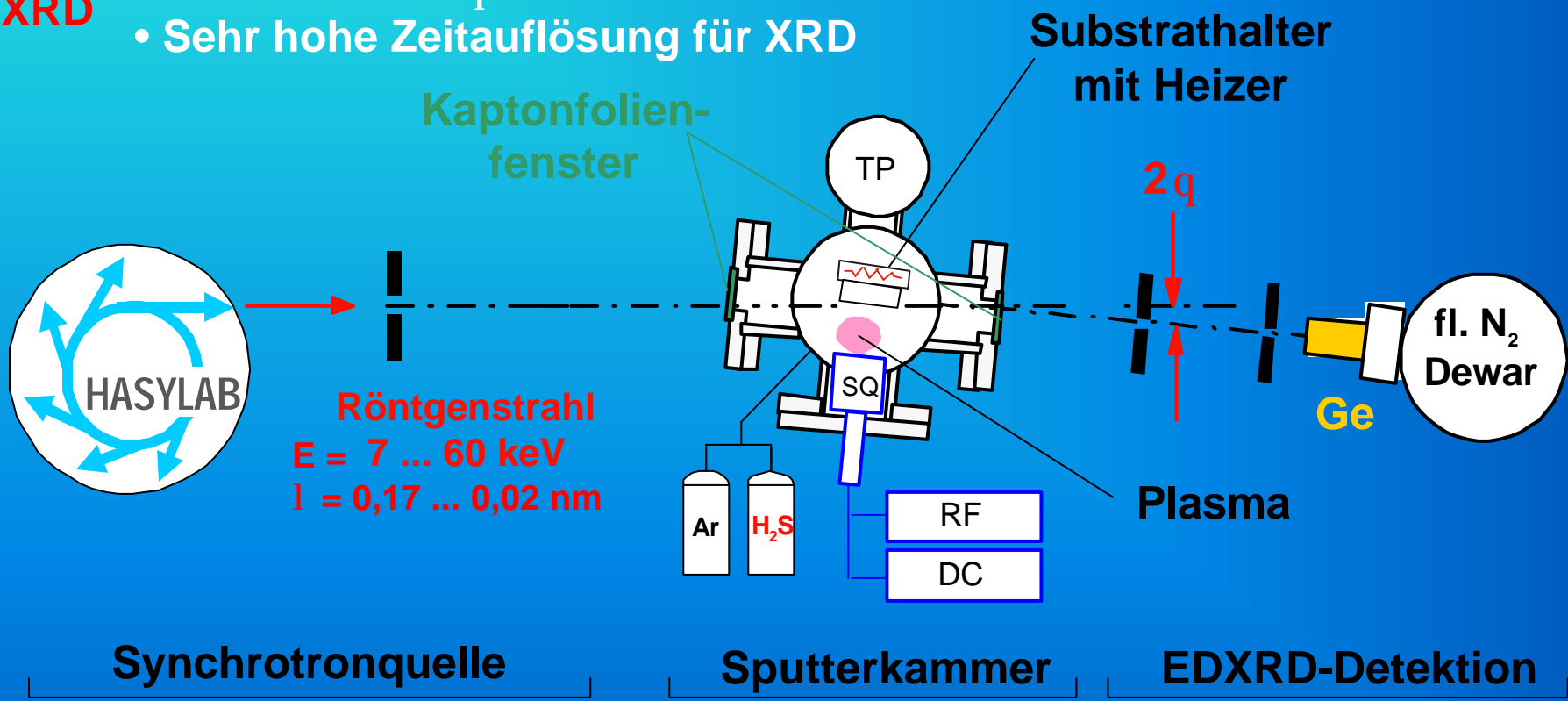


EDXRD-Aufbau mit Synchrotronstrahlung

- Sputtern**
- Reaktiv in Ar / H₂S ; W-Target
 - Oxidierte Si-Substrate

Bragg: $E \times d \times \sin q = \frac{hc}{2}$

- XRD**
- Fester Winkel q
 - Sehr hohe Zeitauflösung für XRD



Weiß et al., *Mat.Res.Soc.Symp.Proc.* 2002, 721, 131.
 Ellmer et al., *Meas.Sci.Technol.* 2003, 14, 336.

Hahn-Meitner-Institut Berlin



In situ-EDXRD während des Magnetronsputters

Abscheidebedingungen:

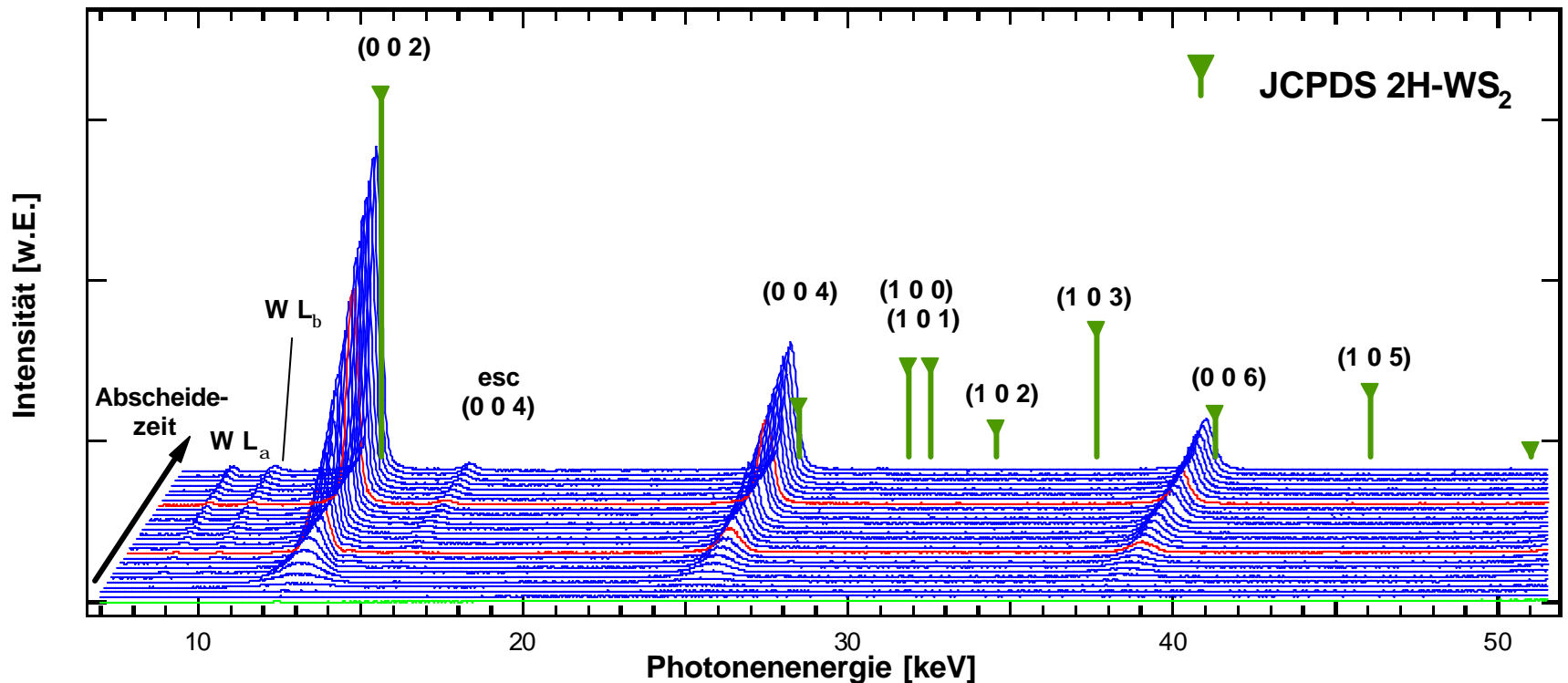
Auf oxidiertem Si

$T_{\text{sub}} = 450^\circ\text{C}$; Gasfluß ($\text{H}_2\text{S} : \text{Ar}$) = 3:1

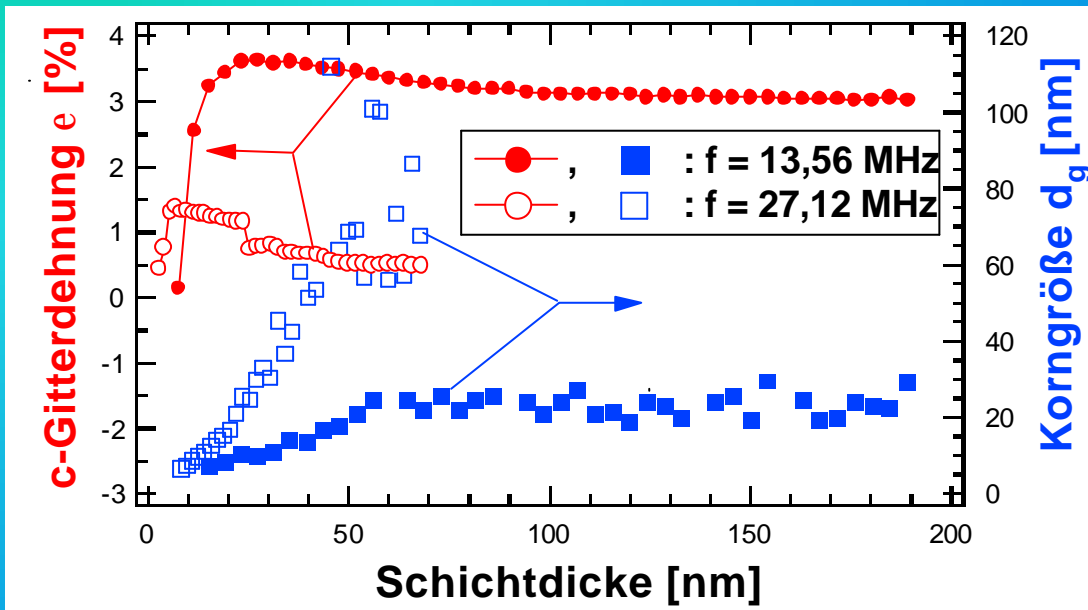
Leistung = 50W; HF (27,12 MHz)

$p = 0,02 \text{ mbar}$

$t = 20 \text{ min}$



c-Gitterdehnung e und Korngröße d_g aus in situ-EDXRD



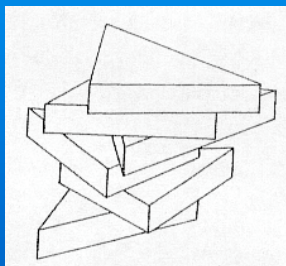
c-Gitterdehnung e

$$e = \frac{C_{\text{Schicht}} - C_{\text{Pulver}}}{C_{\text{Pulver}}}$$

Korngröße d_g

Ursache: Turbostratisches Wachstum
 Interkalation
 hohe Defektdichte
 aber nicht: Schichtspannungen

$$\|E_{hkl}^2 - E_{Dethkl}^2\| = \frac{0,6199 \times K \ddot{o}^2}{\epsilon \cdot d_g \sin q} + \left(2 \frac{Dc}{c} E_{hkl}\right)^2$$



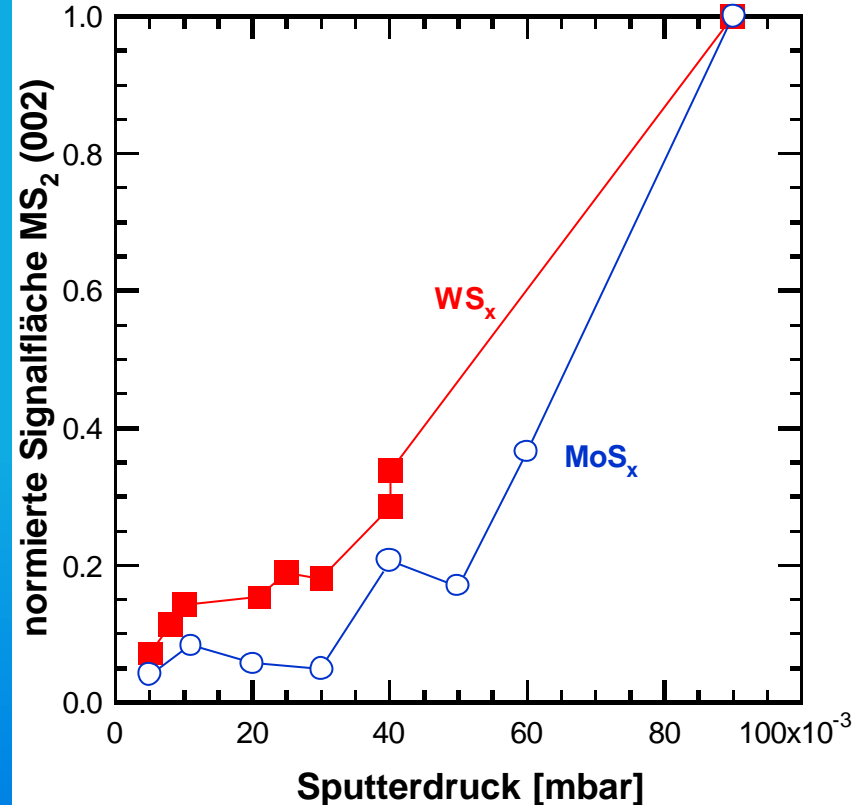
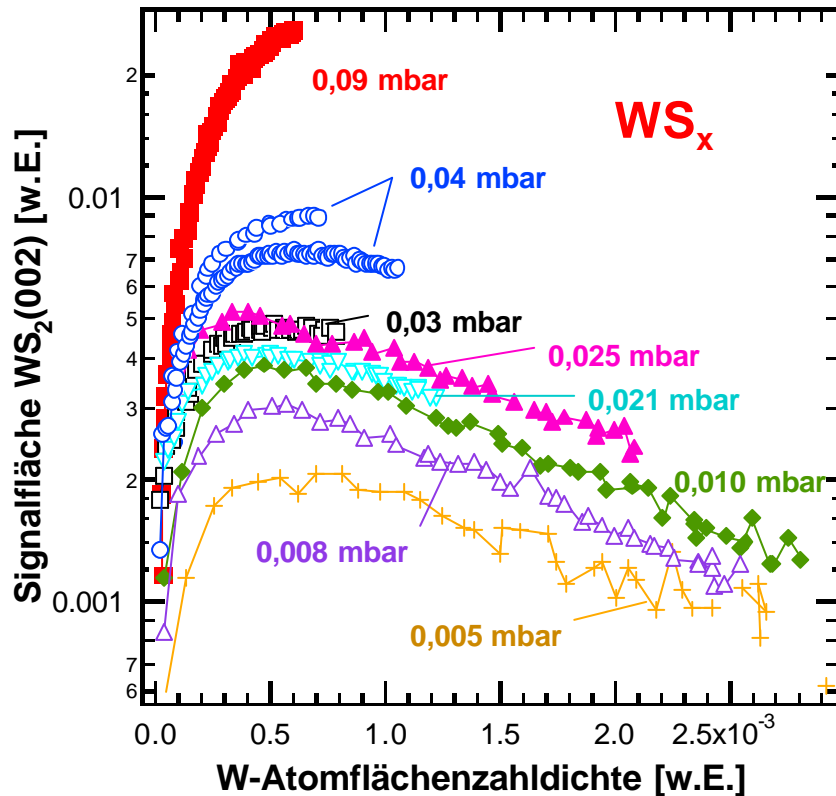
Turbostratisches Wachstum

Wildervanck, Jellinek,
 Z.Anorg.Allg.Chem. 1964, 328, 309.

Abscheidebedingungen:
 auf oxidiertem Si; $T_{\text{Sub}} = 450^\circ\text{C}$
 Gasfluß ($\text{H}_2\text{S} : \text{Ar}$) = 3:1; $p = 0,02 \text{ mbar}$
 Leistung = 50 W; HF-Entladung

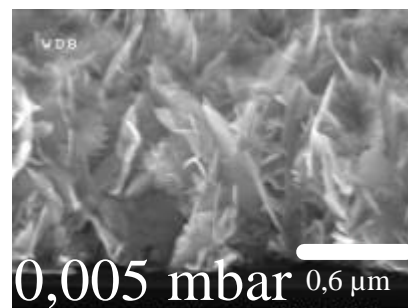
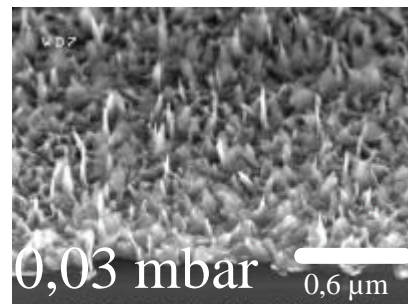
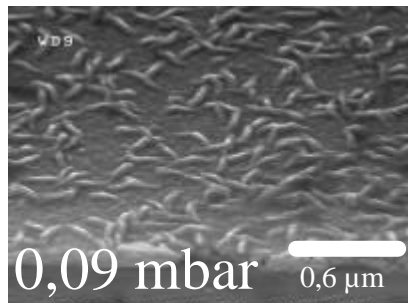


Beugendes Volumen von c_{\wedge} - Kristalliten in Abhängigkeit vom Sputterdruck

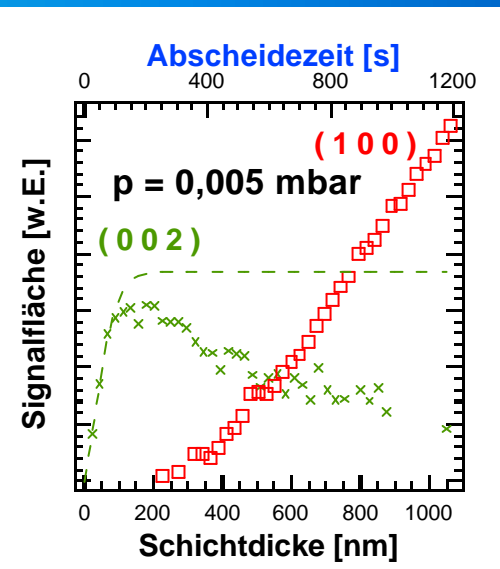
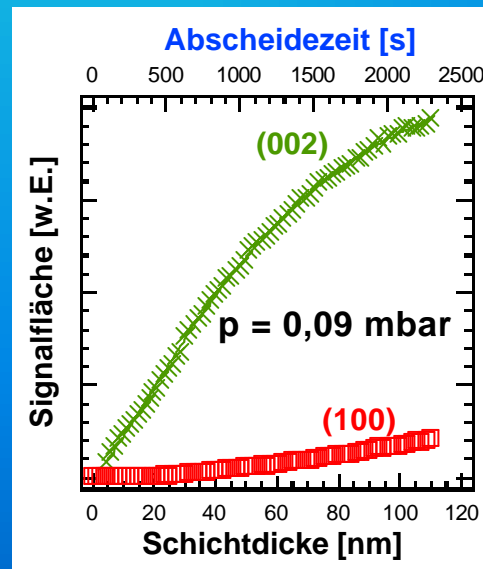
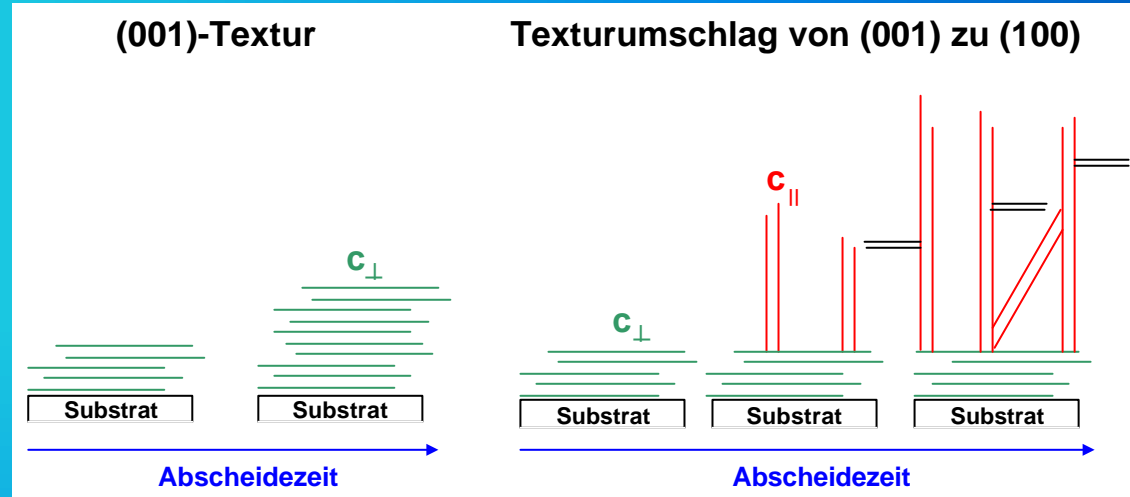


Abscheidebedingungen: auf oxidiertem Si; $T_{Sub} = 450^\circ C$
Gasfluß ($H_2S : Ar$) = 3:1
Leistung = 50 W_{DC}

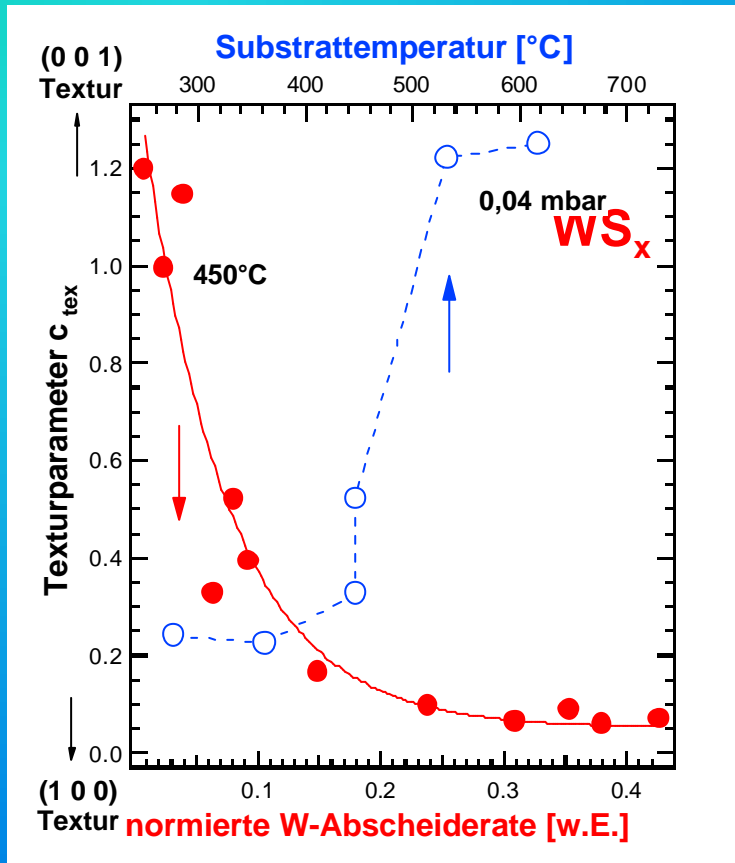
Irreversibler Texturumschlag



REM-Aufnahmen von
 $WS_x / SiO_2 / Si$



Textur in Abhängigkeit von Abscheiderate und Temperatur

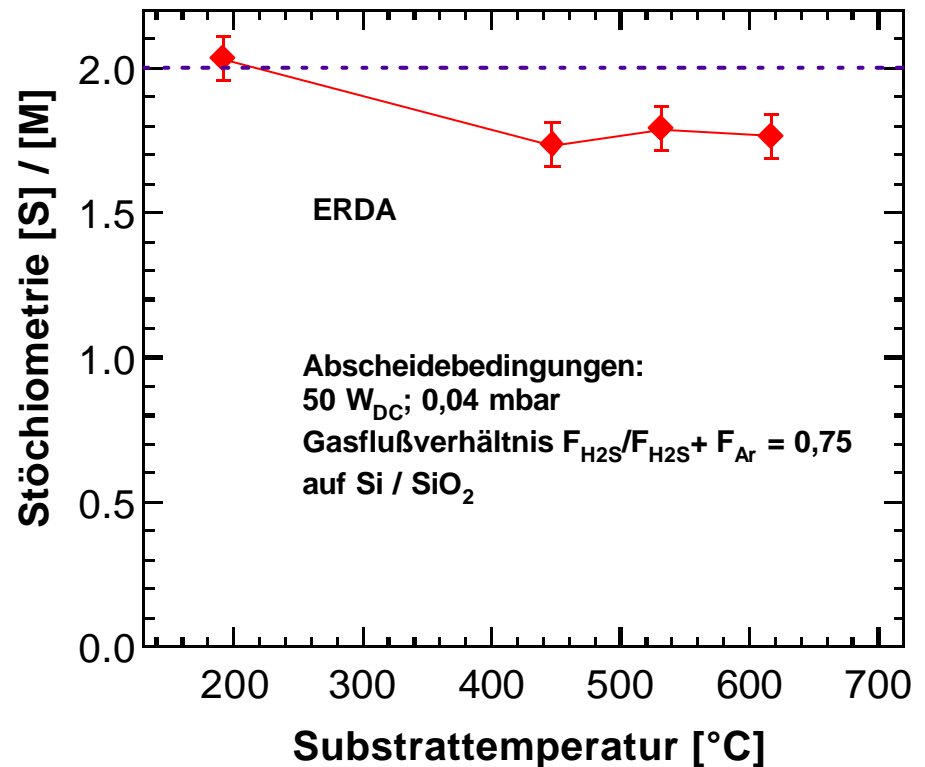
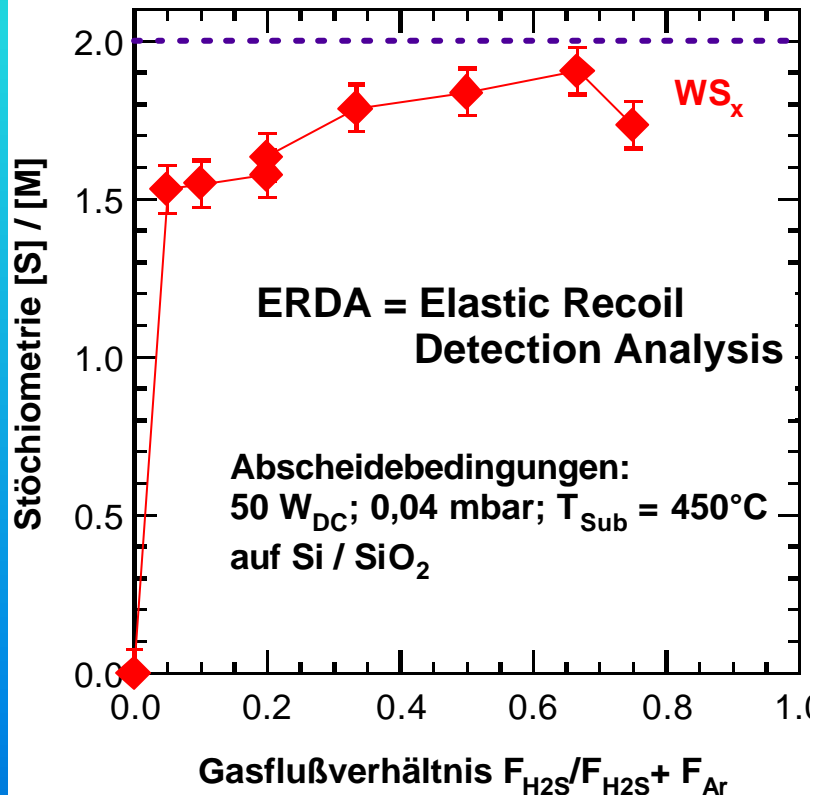


Abscheidebedingungen:
 auf oxidiertem Si;
 [T_{Sub} = 450°C]
 [p = 0,04 mbar]
 Gasfluß (H₂S : Ar) = 3:1
 DC- oder HF-Entladung

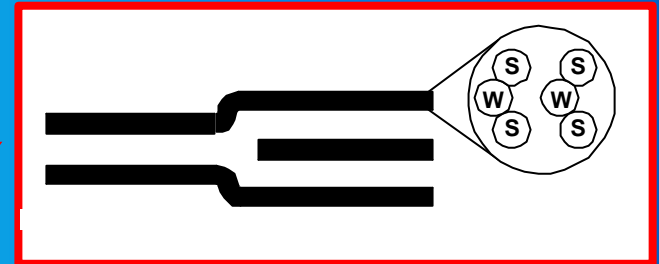
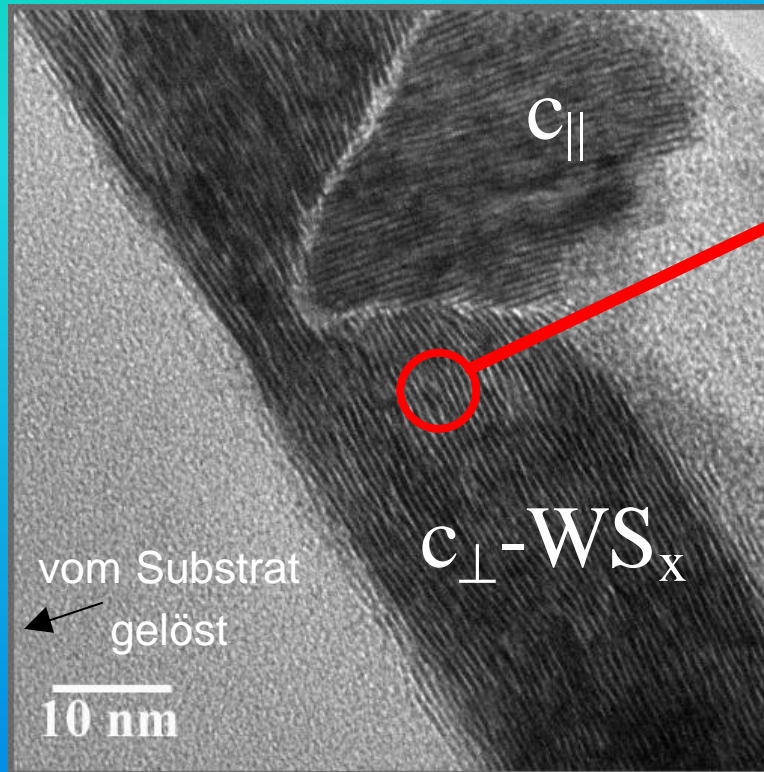
Texturparameter c_{tex}

$$c_{tex} = \frac{A_{002}}{A_{002} + A_{100/101}} \times \frac{I_{002}(\text{JCPDS}) + I_{100}(\text{JCPDS})}{I_{002}(\text{JCPDS})}$$

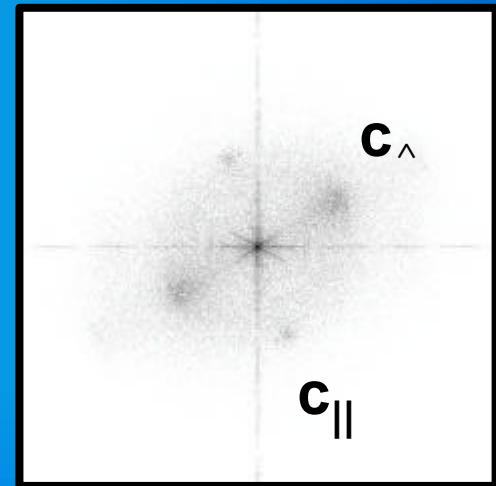
Stöchiometrie von WS_x



TEM - Analyse



FFT
→



- c_{\parallel} immer auf c_{\perp} -Basisschicht
- c_{\perp} -Basisschicht besitzt Einkristall-Röntgendiffraktion
- Teilweise starkes Wellenwachstum
- Versetzungsdichten bis zu $3 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2}$

Zusammenfassung

- **Erstmalig in situ-Röntgenbeugungsuntersuchungen während reaktivem Magnetronspütern von WS_x-Schichten**
- **WS_x-Schichtwachstum: erst c[^]-Basisschicht dann Umschlag nach c_{||}**
- **c-Gitterparameterdehnung (einige %) abhängig von Abscheiderate, Temperatur und H₂S / Ar - Verhältnis**

Ursache : Turbostratisches Wachstum, Interkalation oder hohe Defektdichte, aber nicht Schichtspannungen

- **Korngrößenwachstum in c-Richtung bis ca. 80 nm**
- **<001> - Textur bei geringer Abscheiderate und hohen Substrattemperaturen**
- **Deutliche stärkere (001)-Textur durch Erhöhung der RF-Frequenz auf 27,12MHz !**

Danke



**K. Ellmer, K. Harbauer, J. Hinze, P. Völz, G.Vollweiler, K.Diesner,
I. Sieber, U. Bloeck, N. Sobal, W. Bohne, E. Strub**

R. Mientus

H. Wulff und M. Quaas

F. Porsch und die HASYLAB-Mannschaft