

**Entwicklung von Wärmedämmungs-Schichtsystemen
für die
großflächige Glasbeschichtung**

Teilvorhaben: Targetentwicklung

Verbundpartner: Degussa AG
Leybold AG
Trösch/Sanko
FhG/IST

Förderkennzeichen: 13N6509

**Degussa AG,
Rodenbacher Chaussee 4
EM-FEW/Dr. M. Schlott**

**63457 Hanau
November 1998**

Abschlußbericht zum F & E - Vorhaben 13N6509

Berichtszeitraum 1.10.1994 - 31.3.1998

Entwicklung von Wärmedämmungs-Schichtsystemen für die großflächige Glasbeschichtung

Teilvorhaben: Targetentwicklung

Projektleiter: Dr. Schlott

**Projektmitarbeiter: Hr. Dauth
Hr. Heindel
Hr. Kutzner
Hr. Luh**

Inhalt

1. Aufgabenstellung
2. Voraussetzungen
3. Planung und Ablauf des Vorhabens
4. Technischer Stand vor Beginn der Arbeiten
5. Zusammenarbeit mit anderen Stellen
6. Erzielte Ergebnisse
 - 6.1.Targets für Single-Oxide Schichten
 - 6.2.Targets für Silber-basierte Schichten
 - 6.3.Recyclingverfahren
7. Verwertbarkeit der Ergebnisse
8. Bekanntgewordener Fortschritt bei anderen Stellen
9. Veröffentlichung der Ergebnisse
10. Literaturverzeichnis
11. Tabellen
12. Abbildungen
13. Anhang:
 - Erfolgskontrollbericht
 - Berichtsblatt
 - Document Control Sheet

1. Aufgabenstellung

Als Beitrag zur Thematik „Beschichtung von Architekturglas mit Funktionsschichten“ sollten im sichtbaren Spektralbereich transparente und elektrisch leitfähige Schichten bzw. Schichtsysteme für die großflächige Beschichtung von Architektur- und Fensterverglasungen entwickelt werden. Hierbei standen mittels PVD-Verfahren hergestellte Schichtsysteme im Vordergrund, die eine gezielte Regelung des Energiedurchlasses erlauben (Sonnenschutzschichten, Wärmedämmungsschichten).

Hierzu war die Entwicklung und Optimierung neuartiger Schichten und Schichtsysteme geplant, die eine kostengünstige, hochskalierbare und somit auch großflächige Wärmedämmbeschichtung von Architektur- und Fensterglas erlauben. Hierunter fallen Schichtsysteme, die einerseits im visuellen und nahen IR-Bereich (0,4 bis 3 μm) eine hohe Transparenz (80 bis 85%) aufweisen und andererseits durch eine geringe Emissivität (low E, $\epsilon < 0,1$) im mittleren und fernen IR-Bereich (3 bis 50 μm) gekennzeichnet sind. Bei geringer Modifikation solcher Schichtsysteme läßt sich auch eine Sonnenschutzwirkung erzielen.

Derartige Beschichtungen führen nicht nur zu beträchtlichen Energieeinsparungen in allen Lebensbereichen, sie ermöglichen außerdem eine deutliche Reduzierung der CO₂-Emissionen und somit eine Verminderung des Treibhauseffekts.

Zielsetzung des Einzelvorhabens Targetentwicklung war die Entwicklung geeigneter Fertigungstechniken zur Herstellung der innerhalb des Projekts von den Partner geforderten Targets. Die zu entwickelnden Verfahren mußten dabei mehreren und häufig nur schwer miteinander zu vereinbarenden Anforderungen genügen:

- Erfüllung der geforderten Spezifikationen der Partner bzgl. Reinheit, Zusammensetzung, Homogenität, und Dichte der Targets
- Umsetzbarkeit in wirtschaftliche Serienfertigung
- hoher Materialnutzungsgrad zur Verringerung von Abfallmaterial und Recyclingkosten
- Rezyklierbarkeit abgesputterter Targets

2. Voraussetzungen

Die Voraussetzungen für eine erfolgreiche Durchführung des Projekts sind:

- Kompetenz für die Entwicklung von Targetmaterialien
- Kooperation mit den Partner bezüglich Optimierung der Targetzusammensetzung und Erprobung der Targets

In der Abteilung Edelmetalle - Forschung und Entwicklung Werkstoffe (EM-FEW) der Degussa AG wird schon seit langem erfolgreich an der Entwicklung von Fertigungsverfahren für Sputtertargets gearbeitet. Die Entwicklungsarbeiten erfolgen im Auftrag der Leybold Materials GmbH im Rahmen eines Forschungsvertrages.

Leybold Materials ist einer der führenden Hersteller für Aufdampf- und Sputtermaterialien. Zu den wichtigsten Bereichen, für die Leybold Materials Sputtertargets liefert, gehört neben der Mikroelektronik, der Datenspeichertechnik, der Optik und der Displaytechnik insbesondere auch die Glasbeschichtung.

Degussa besitzt neben der langjährigen Erfahrung auf dem Gebiet der Entwicklung von Sputtertargets auch alle erforderlichen Labor- und Technikumseinrichtungen, um die geplanten Versuche durchzuführen.

3. Planung und Ablauf des Vorhabens

Entsprechend dem Arbeits- und Zeitplan für das Gesamtprojekt ergaben sich auch für das Einzelvorhaben Targetentwicklung zwei weitgehend getrennte Einheiten:

1. Targets für Single-Oxide-Schichten
2. Targets für Blocker- und Schutzschichten von Schichtsystemen auf Silberbasis

Der überwiegende Teil der Entwicklungsarbeiten war auf dem Gebiet der Single-Oxide-Schichten geplant. Für das vorgesehene Screening unterschiedlicher Schichtsysteme auf der Basis von SnO_2 , ZnO und In_2O_3 waren jeweils mehrere Targets herzustellen, wobei unterschiedliche Dotierungszusätze wie z.B. Sb, Al, Al_2O_3 beigemischt werden sollten. Da sowohl reaktives Sputtern von metallischen Targets als auch teilreaktives Sputtern von oxidischen Targets untersucht werden sollte, waren im Teilprojekt Targetentwicklung sowohl die entsprechenden metallischen als auch die jeweiligen oxidischen Targetmaterialien herzustellen.

Für die metallischen Targets waren Verfahren wie Schmelzen und Gießen, ggf. Strangpressen

sowie gegebenenfalls Umformung durch Walzen vorgesehen. Für die keramischen Targets sollten pulvermetallurgische Verfahren wie Sintern, Heißpressen oder heißisostatisches Pressen angewendet werden. Außerdem sollten je nach Anforderungsprofil verschiedene Herstellvarianten verglichen werden. Wichtig waren hierbei auch Aspekte wie das spätere up-scaling und die Rezyklierbarkeit abgesputterter Targets.

Bei den Blocker- und Schutzschichten sollten verschiedene metallische Legierungstargets hergestellt werden. Hier waren jedoch zunächst noch Voruntersuchungen seitens der Schichthersteller erforderlich.

Bei der Verfahrensentwicklung war geplant, zunächst Versuchsstücke im Labormaßstab zu fertigen. Nachdem die gestellten Anforderungen hinsichtlich Homogenität der Zusammensetzung, Reinheit, Dichte und Korngröße erfüllt waren, sollten anschließend die an die Partner zu liefernden Versuchstargets auf gleiche Weise hergestellt werden.

Zum up-scaling von Targets mit vielversprechenden Sputter- und Schichteigenschaften auf eine für den Demonstrationslauf ausreichende Größe waren Herstellversuche an hinreichend großen Chargen durchzuführen. Soweit erforderlich sollte hier auch auf Produktionsanlagen bei Leybold Materials oder andere externe Einrichtungen zurückgegriffen werden. Nach Sicherstellung der Prozeßstabilität waren schließlich die von den Partnern geforderten Targets für die Beschichtungsversuche in Pilot- und Produktionsanlagen zu fertigen.

Mit diesem schrittweisen Vorgehen sollte es ermöglicht werden, zu Projektbeginn eine größere Zahl von Target- und Schichtvarianten bei vertretbaren Kosten untersuchen und vergleichen zu können. Durch das nachfolgende up-scaling und die Bestätigungsläufe in Großanlagen war sichergestellt, daß die zuvor selektierten Schichtsysteme und Sputtertargets auch tatsächlich in der Lage sind, die gestellten Anforderungen unter produktionsähnlichen Randbedingungen zu erfüllen.

Zum Meilenstein 1/96 sollten die innerhalb des Projekts benötigten Targets für die Screening-Versuche hergestellt und getestet sein.

4. Technischer Stand vor Beginn der Arbeiten

Für die funktionelle Großflächenbeschichtung von Glas stehen Schichtsysteme im Mittelpunkt, die sowohl eine gute Wärmestrahlungsreflexion als auch eine hohe solare Transparenz in sich vereinen. Aus physikalischer Sicht sind prinzipiell vier verschiedene Ansätze denkbar /1, 2/: (a)