

Sol-Gel-Beschichtung von Displaygläsern

Jörg Pütz, Michel A. Aegerter

Leibniz-Institut für Neue Materialien – INM, Abt. Schichttechnologie

Im Stadtwald, Geb. D2 2, 66123 Saarbrücken

Tel. +49 681 9300-349, Fax. +49 681 9300-249

E-Mail: joerg.puetz@inm-gmbh.de, Internet: www.inm-gmbh.de

Einleitung

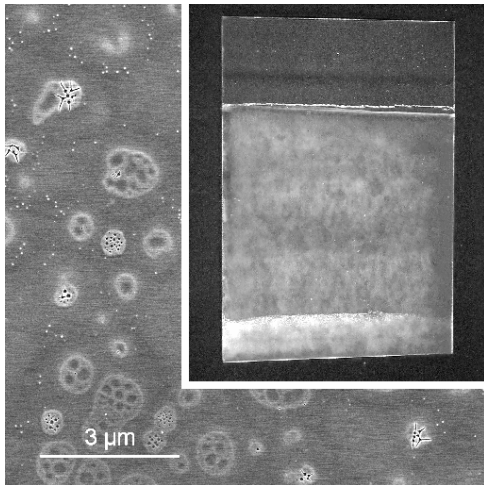
Dünne Schichten spielen eine entscheidende Rolle in der heutigen Displaytechnologie, wo sie unterschiedlichste optische, elektrische und mechanische Aufgaben übernehmen. Die Aufbringung solcher Schichten erfolgt in der Regel über die Gasphase, doch kann auch die Nassbeschichtung über den Sol-Gel-Prozess [1] oder unter Verwendung von Nanopartikeln hier durchaus Vorteile bieten.

Sol-Gel-Beschichtung und -Strukturierung

Zur Nassbeschichtung großflächiger Glassubstrate bietet sich vor allem die Sol-Gel-Tauchbeschichtung [2] an, die industriell seit langem zur Herstellung reflexmindernder Schichten für Verglasungen eingesetzt wird. Bei der Verwendung dünner Displaygläser sind jedoch einige Besonderheiten zu berücksichtigen, die sich speziell aus der geringen Dicke von unter 1 mm ergeben. So führt die geringere Wärmekapazität zu einer stärkeren Abkühlung des Substrates bei der Trocknung des Nassfilms und in der Folge zu einer gestörten Schichtbildung, die sich in Inhomogenitäten sowie einer Trübung zeigt (Abb. 1a). Abhilfe schafft hier bereits eine leichte Erwärmung der Beschichtungslösung auf konstante Temperaturen zwischen 25 und 30°C, wodurch dem Substrat eine ausreichende Wärmemenge zur Verdampfung und kontrollierten Filmbildung mitgegeben wird (Abb. 1b) [3,4]. Darüber hinaus stellt aber sicherlich auch die geringere mechanische Stabilität der dünnen Gläser eine Herausforderung bei der Beschichtung und der thermischen Nachbehandlung dar.

Neben der Flächenbeschichtung können nasschemische Verfahren ebenfalls zur Erzeugung optischer und elektrischer Strukturen auf Glassubstraten genutzt werden, wobei neben photolithographischen Prozessen vor allem Präge- und Druckverfahren zur Verfügung stehen.

a)



b)

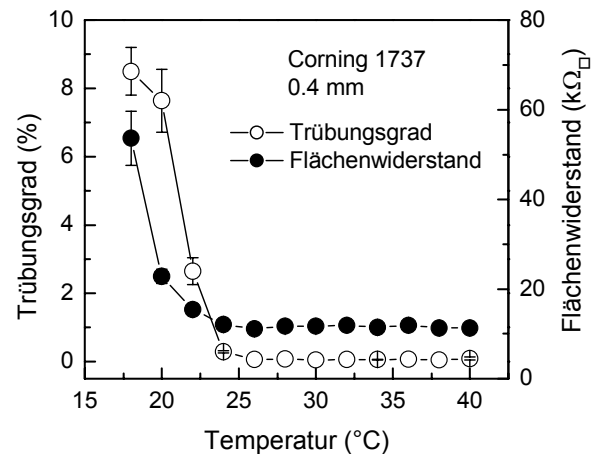


Abb. 1: Transparente leitfähige ATO-Schicht auf Displayglas (0.4 mm). a) Aufnahmen einer trüben Schicht und b) Trübungsgrad und Flächenwiderstand in Abhängigkeit von der Lösungstemperatur [3].

Transparente leitfähige Oxidschichten

Von besonderer Bedeutung für Displayanwendungen sind die als Elektroden dienenden transparenten leitfähigen Schichten mit Materialien wie Indium-Zinn-Oxid (ITO) oder Sb-dotiertem Zinndioxid (ATO) [5,6]. Die im Sol-Gel-Prozess erzielbaren Flächenwiderstände in der Größenordnung von etwa 1 kΩ_{sq} [6,7] reichen für eine direkte Verwendung als Elektrode jedoch in der Regel nicht aus, so dass Anwendungen eher im Bereich der Antistatik [8] oder in Touch-Screen-Displays zu finden sind.

Eine interessante Einsatzmöglichkeit ergibt sich dennoch im Bereich der OLED-Display-Technologie (*organic light emitting diode*), die vollkommen neue Anforderungen an die verwendeten Elektroden stellt. Neben guter Leitfähigkeit und hoher Transparenz, muss die Frontelektrode anwendungsbedingt eine sehr geringe Rauheit sowie eine hohe

Austrittsarbeit ($> 5,0$ eV) aufweisen, was sich im Falle gesputterter ITO-Schichten nur mit einer zusätzlichen leitfähigen Polymerschicht realisieren lässt. Alternativ kann hier eine dünne anorganische Sol-Gel ATO-Schicht mit lediglich 40-100 nm Dicke zur Glättung im Tauchprozess aufgebracht werden, wodurch gleichzeitig eine Erhöhung der Austrittsarbeit der Elektrode auf über 5.2 eV bewirkt wird (Abb. 2) [9,10]. Die erreichte Rauheit der ATO-beschichteten ITO-Substrate liegt bei $R_a < 1$ nm und $R_{pv} < 4$ nm, so dass die verfahrensbedingten Oberflächenstrukturen und Defekte der kommerziellen ITO-Schicht mit R_{pv} -Werten von etwa 31 nm wirkungsvoll überdeckt werden (Abb. 3, Tab. 1).

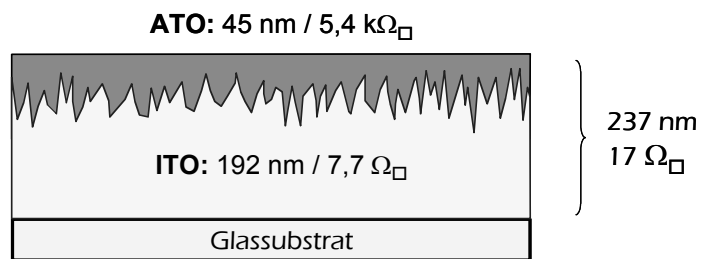


Abb. 2: Schematischer Aufbau der ATO-Glättungsschicht auf einem ITO-Substrat.

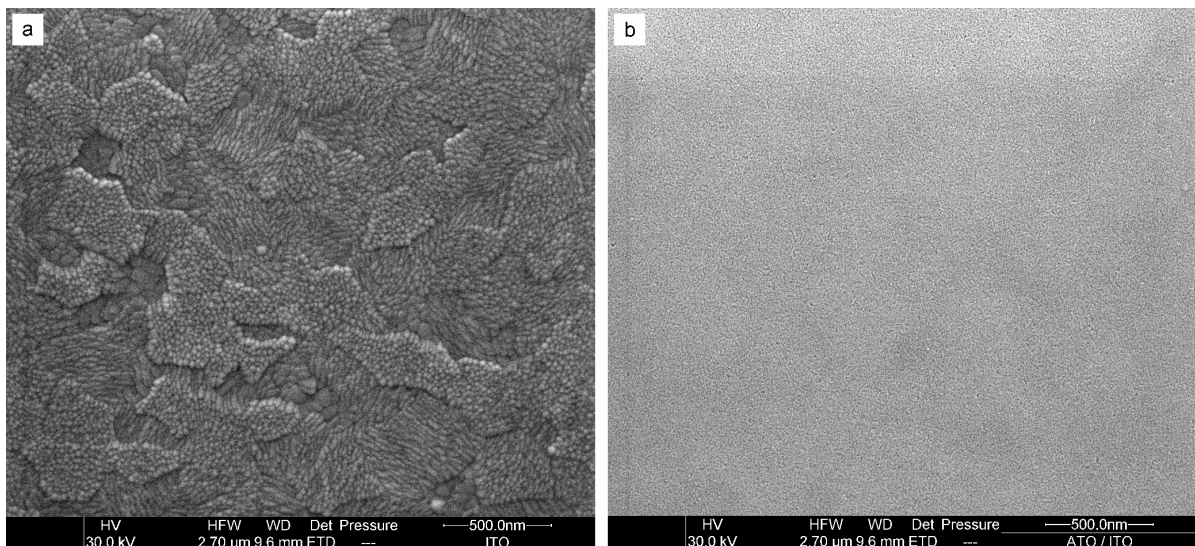


Abb. 3: REM-Oberflächenstruktur einer gesputterten ITO-Schicht ($8 \Omega_{sq}$) a) wie erhalten ($R_{pv} = 31$ nm) und b) mit einer zusätzlichen Sol-Gel-ATO-Schicht ($R_{pv} < 4$ nm).

Aufgrund der geringen Dicke der ATO-Schicht wird die ursprüngliche Leitfähigkeit des ITO-Substrates (R_{sq} : $8 \Omega_{sq}$) nur geringfügig beeinflusst, doch ist eine intrinsische elektrische Leitfähigkeit der Glättungsschicht generell notwendig, um den Einsatz als Elektrode zu ermöglichen. Bei der für die Sol-Gel-Schicht unersetzlichen Temperaturbehandlung bei etwa $450-550^{\circ}\text{C}$ dient diese dünne Schicht gleichzeitig als Schutzschicht für die oxidationsempfindliche ITO-Schicht. Eine weitere Erniedrigung des Flächenwiderstandes lässt sich durch eine nachträgliche Behandlung des Schichtsystems unter reduzierenden Bedingungen erreichen.

Tabelle 1: Grundlegende Eigenschaften der ITO- und ATO-Schichten sowie des ATO-beschichteten ITO-Substrates (auf Corning 1737) [9].

	ITO (gesputtert)	ATO auf ITO	Sol-Gel ATO
Flächenwiderstand (Ω_{sq})	7,7	17	$5,4 \times 10^3$
Transmission (%)	83	82	> 85
Austrittsarbeit (eV)	4,3...4,6	4,8...5,2	4,8...5,2
Schichtdicke (nm)	192	45/192	45
Rauigkeit, R_a (nm)	4,7	0,4	0,4
R_{pv} (nm)	31	3,8	3,8

Unter Verwendung nanopartikulärer Druckpasten lassen sich solche TCO-Materialien auch im Direktdruck auf flexiblen Substraten wie dünnen Gläsern und Polymerfolien aufbringen. Eine solche transparente Leiterstruktur, die unter Verwendung von ITO-Nanopartikeln im Tiefdruck-Verfahren hergestellt wurden (Abb. 4) [11], konnte bereits erfolgreich als Frontelektrode in einfachen OLED-Anzeigen getestet werden [12]. Der Vorteil von dünnen Glas-Substrate gegenüber Polymerfolien liegt hierbei vor allem in der Möglichkeit der Hochtemperaturbehandlung sowie den hervorragenden Barriereigenschaften gegenüber Wasser und Sauerstoff, die für zahlreiche Anwendungen, insbesondere OLEDs, ausgeschlossen werden müssen.

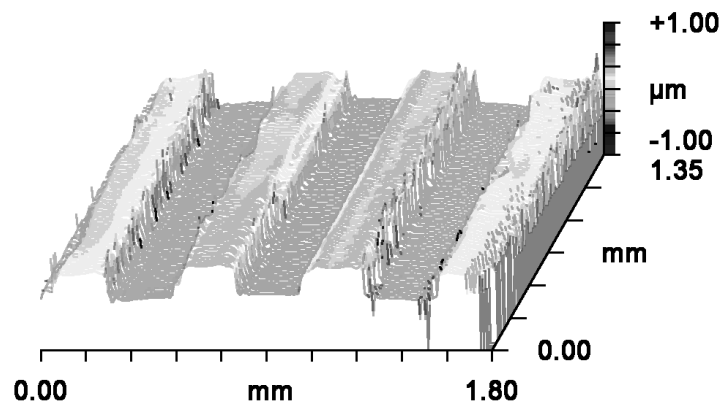


Abb. 4: WLI-Abbildung einer im Tiefdruck-Verfahren aufgetragenen ITO-Struktur [11].

Weitere Funktionsschichten

Über die an den Beispielen dokumentierten transparenten leitfähigen Schichten hinaus, bieten Sol-Gel-Materialien zahlreiche weitere Funktionalitäten, vor allem für die Optik. So lassen sich neben Antireflex-Systemen auf der Basis von Interferenz-Schichten oder porösen Schichten [13,14] auch geprägte oder holografische Strukturen zur Erhöhung der Lichtausbeute oder zum Lichtmanagement einsetzen [15,16]. Insbesondere der Einsatz nanopartikulärer Funktionsmaterialien eröffnet der Nassbeschichtung ein breites Spektrum zum Teil vollkommen neuer Anwendungen, die bisher nur über aufwendigere und teurere Verfahren zugänglich waren.

Literatur

- [1] S. Sakka, Handbook of Sol-Gel Science and Technology – Vol III Applications of Sol-Gel Technology, Kluwer Academic Publishers, Boston (2005).
- [2] J. Puetz, M.A. Aegerter, *Dip Coating Technique*, in: M.A. Aegerter, M. Mennig, „Sol-Gel Technologies for Glass Producers and Users“, Kluwer Academic Publishers, Boston (2004), S. 37.
- [3] J. Puetz, M.A. Aegerter, G. Guzman, *J. Sol-Gel Sci. Technol.* 32 (2004), 125.
- [4] G. Guzman, J. Pütz, M. Aegerter, *A method for depositing a film on a substrate*, WO2004022248A1, 03.09.2003 (s.a. FR2842899A1, 03.09.2002).

- [5] H.L. Hartnagel, A.L. Dawar, A.K. Jain, C. Jagadish, *Semiconducting Transparent Thin Films*, Institute of Physics Publishing, Bristol, 1995, S. 358.
- [6] J. Puetz, M.A. Aegerter, *Transparent Conducting Oxide Coatings*, in: M.A. Aegerter, M. Mennig, „Sol-Gel Technologies for Glass Producers and Users”, Kluwer Academic Publishers, Boston (2004), S. 169.
- [7] J. Puetz, M.A. Aegerter, *J. SID* (2005), 13 (2005), 321.
- [8] T. Ohishi, S. Maekawa, T. Ishikawa, D. Kamoto, *J. Sol-Gel Sci. Technol.* 8 (1997), 511.
- [9] G. Guzman, B. Dahmani, J. Puetz, M.A. Aegerter, *Thin Solid Films* 502 (2006), 281.
- [10] G. Guzman, B. Dahmani, J. Puetz, M.A. Aegerter, *Material for use in the manufacturing of luminous display devices*, WO2004023436A2, 03.09.2003 (s.a. FR2844136A1, 03.09.2002).
- [11] J. Puetz, M.A. Aegerter, Proc. of 6th International Conference on Coatings on Glass and Plastics – ICCG6, 18.-22. June 2006, Dresden, Germany.
- [12] M. Tuomikoski, R. Suhonen, M. Välimäki, T. Maaninen, A. Maaninen, M. Sauer, P. Rogin, M. Mennig, S. Heusing, J. Puetz, M.A. Aegerter, SPIE 6194-4 (Photonics Europe, Strasbourg, France, 03.-07.04.2006).
- [13] P.W. Oliveira, M. Mennig, M.A. Aegerter, H. Schmidt, *Interference coatings*, in: M.A. Aegerter, M. Mennig, „Sol-Gel Technologies for Glass Producers and Users”, Kluwer Academic Publishers, Boston (2004), S. 195.
- [14] D. Chen, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells* 68 (2001), 313.
- [15] M. Mennig, P.W. Oliveira, H. Schmidt, *Embossing*, in: M.A. Aegerter, M. Mennig, „Sol-Gel Technologies for Glass Producers and Users”, Kluwer Academic Publishers, Boston (2004), S. 109.
- [16] M. Mennig, P.W. Oliveira, H.K. Schmidt, *Glass Sci. Technol.* 76 C2 (2003), 115.