

Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Abschlussbericht

Gem. Nr. 3.2 BNBEST-BMBF 98

Titel des Teilvorhabens

**Belastungs- und Zuverlässigkeitsuntersuchungen
im Verbundprojekt:**

**Entwicklung und Untersuchung der Beschichtung von Folienbändern
mit Kontakten, Barrieren und Solarzellen**

(Akronym: Flexsol)

Förderkennzeichen: 0325442E

Laufzeit: 01.10.2012 – 30.09.2015

Institution: Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden / SAWLab Saxony
Adresse: Helmholtzstr. 20, 01069 Dresden
Projektleiter Dr. Siegfried Menzel
Telefon: 0351-4659-214
Fax: 0351-4659-452
E-Mail: s.menzel@ifw-dresden.de

Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt beim Autor.

Dresden, 17.03.2016

Ort, Datum

Unterschrift Projektleiter

Inhalt

I.	Kurze Darstellung.....	3
1.	Aufgabenstellung.....	3
2.	Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde.....	3
3.	Planung und Ablauf des Vorhabens.....	4
4.	Anknüpfung an den wissenschaftlichen und technischen Stand	5
5.	Zusammenarbeit mit anderen Stellen	6
II.	Eingehende Darstellung	6
1.	Verwendung der Zuwendungen im Einzelnen und erzielte Resultate.....	6
2.	Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises.....	36
3.	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit.....	38
4.	Voraussichtlicher Nutzen und Verwertbarkeit der Ergebnisse	38
5.	Fortschritt auf dem Gebiet des Teilvorhabens bei anderen Stellen	39
6.	Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen	40
III.	Erfolgskontrollbericht	40
IV.	Literatur	40

I. KURZE DARSTELLUNG

1. Aufgabenstellung

Das Ziel des beantragten Teilprojektes waren experimentelle und theoretische Untersuchungen zum Belastungsverhalten der im Verbundprojekt „Flexsol“ von den Projektpartnern hergestellten Schicht- bzw. Solarzellen-Substratfolie-Verbunde sowie die Abschätzung von Lebensdauern und Zuverlässigkeitsaussagen. Solarzellen auf flexiblen Trägermaterialien wurden im Hinblick auf das thermisch-mechanische Verhalten bislang in der Literatur nicht systematisch untersucht. Entscheidende Fertigungsparameter und Aussagen zu Alterung, Zuverlässigkeit und Lebensdauer derartiger Solarzellen oder auch die zugrundeliegenden Versagensmechanismen waren bisher nicht bekannt und wurden im Verlauf des Projektes für die hergestellten Schicht-Substratfolie-Verbunde untersucht. Maßnahmen zur Parameteroptimierung der Solarzellen sowie die Entwicklung einer produktionsreifen und kostenorientierten Fertigungstechnologie konnten aus diesen Parametern abgeleitet werden.

Konkret wurden für die Projektbearbeitung folgende Schwerpunkte gesetzt:

- Experimentelle Untersuchungen und Simulation/Modellierung von kritischen Einzelschichten sowie Solarzellen auf Substratfolie unter monotoner mechanischer Belastung und zyklischer Wechselbelastung (Low-Cycle-Fatigue)
- Formulierung der Belastungsgrenzen (Maximalwerte) hinsichtlich Krümmungsradius, Umgebungsbedingungen, Temperatur, maximalen Dehnung, Risseinsatzspannung, Ermüdungsgrenzwerte (S-N-Kurven) u.a.
- Abschätzung von Lebensdauer und Zuverlässigkeit unter simulierten Einsatzbedingungen (Laborbedingungen)
- Beitrag zur Aufklärung der Versagensmechanismen unter Einbeziehung von Simulationen (soweit Daten vorhanden sind)
- Rückkopplung zu den Schichtherstellern und Optimierung der Schichtparameter und Technologien zur Verbesserung der Einzelkomponenten und des Solarzelle-Substratfolie-Verbundes

2. Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde

Das IKM des IFW verfügt über eine langjährige Erfahrung auf dem Gebiet der Festkörper- und Schichtanalytik, der dazu notwendigen Schichtpräparation sowie der Modellierung von Dünnschichtverhalten. Insbesondere in-situ Experimente, z.B. das Heizen oder die elektrische und mechanische Belastung von Dünnschichten unter elektronen- oder lichtmikroskopischer

Beobachtung, sind langjährige Forschungsschwerpunkte des IKM. Ziel ist es, das Schädigungs- und Belastungsverhalten der Schichten zu untersuchen und wirkende Mechanismen aufzudecken, beispielsweise das Thermoschockverhalten, Ermüdung, Elektro- und Stressmigration. Durch die interdisziplinäre Zusammenarbeit erfahrener Werkstoffwissenschaftler, Physiker und Chemiker in verschiedensten Projekten wurde ein breites Kompetenzspektrum im Bereich dünner Schichten etabliert. Das IKM verfügt über die für das Vorhaben notwendige apparative Grundausstattung, inklusive numerischer Simulationsmodule.

3. Planung und Ablauf des Vorhabens

Die Umsetzung des Teilvorhabens entspricht dem Arbeitspaket 4 der Gesamtvorhabensbeschreibung. Die Untersuchungen des Teilvorhabens gliedern sich entsprechend der in der Teilvorhabensbeschreibung definierten Arbeitspakete (AP), vgl. Tabelle 1.

Arbeitspakete des Teilvorhabens	Quartal ab Projektstart											
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI	XII
1. Zug-Druck-Messplatz, Spannungsmessvorrichtung, zyklische Belastungsapparatur	■	■										
2. Herstellung / Charakterisierung von Teststrukturen	■	■										
3. Eigenspannungszustände / Schichtparameter	■	■	■	■								
4. Simulation: Spannungs-Dehnungskurven der Einzelschichten, Temperatureffekt, Gesamtspannungszustand			■	■	■	■	■	■				
5. Belastungsexperimente: monotonen Spannungs-Dehnungskurven, Zyklische Belastungsexperimente			■	■	■	■	■	■	■	■	■	
6. Schädigungsanalyse					■	■	■	■	■	■	■	■
7. In situ REM-Experimente					■	■	■	■	■	■	■	
8. Schädigungsmodellierung							■	■	■	■	■	■
9. Publikationstätigkeit / Abschlussbericht					■				■			■

Teilweise Änderungen in der Durchführung ergaben sich lediglich für die Arbeitspakete 6 und 7. Aufgrund von herstellungsbedingten Eigenspannungen waren sowohl die Einzelschicht-Substratfolie-Verbunde als auch die Solarzelle-Substratfolie-Verbunde nach der Entnahme vom Probenhalter gewölbt, wodurch der ursprüngliche Eigenspannungszustand teilweise bzw. vollständig relaxiert war. Eine Untersuchung der Eigenspannungen mittels XRD war aus diesem Grund nicht möglich. Ferner lag die a-Si:H Absorberschicht vollständig im amorphen Zustand vor, sodass aufgrund fehlender Kristallstrukturen röntgenographisch keine ausreichend scharfen

Beugungsreflexe beobachtet werden konnten. Deshalb wurden die Eigenspannungen von diesen Einzelschichten im AP6 stattdessen über die Wölbung der Verbunde und unter Verwendung geeigneter Modelle abgeschätzt. Da Risse im REM aufgrund der extrem geringen Rissöffnungen und insbesondere die Defekte in den Vorstadien der Rissbildung nicht ausreichend gut detektierbar bzw. abbildbar waren, erwiesen sich die in-situ REM-Experimente (AP7) als ungeeignet für die Korrelation zwischen Mikrostruktur und Schädigung. Stattdessen wurden in-situ Zugexperimente mittels eines Keyence Digitalmikroskops durchgeführt und durch REM-Untersuchungen nach Aufbringen unterschiedlicher Belastungsniveaus ergänzt.

4. Anknüpfung an den wissenschaftlichen und technischen Stand

Siliziumbasierte Dünnschichtsolarzellen auf flexiblen Foliensubstraten stellen eine vielversprechende Technologie zur Kostenreduktion von Photovoltaikanwendungen dar. Während die Optimierung der Zellen hinsichtlich funktioneller Eigenschaften, z.B. dem Wirkungsgrad, seit einigen Jahren Bestandteil umfassender Untersuchungen sind, waren das mechanische und thermische Belastungsverhalten, wirkende Schädigungsmechanismen und Parameter, wie beispielsweise die Lebensdauer und Zuverlässigkeit von Solarzelle-Substratfolie-Verbunden noch weitgehend unklar. Nur wenige Arbeiten zur mechanischen Belastbarkeit (insbesondere Biegebelastung) flexibler anorganischer Solarzellen waren bekannt [u.a. Schubert2006, Yoon2008, Blakers2009, Lv2012], obwohl entsprechende Kenntnisse nicht nur für den Rolle-zu-Rolle-Herstellungsprozess sondern auch für die Anwendungen substantiell sind. Theoretische und experimentelle Untersuchungen hierzu beinhalten die Eigenspannungen, die Deformation und das Versagen flexibler elektronischer Bauteile insbesondere unter thermischer oder mechanischer Last. Ein umfassendes Verständnis der Belastbarkeit flexibler Solarzell-Substratfolie-Verbunde ist notwendig für die Auslegung des Rolle-zu-Rolle-Prozesses und für die Eingrenzung von Einsatzmöglichkeiten solcher Zellen beispielsweise auf gekrümmten Oberflächen.

Systematische Untersuchungen des Zusammenhangs zwischen der Belastbarkeit durch Dehnung und der Mikrostruktur der Schichten sowie dem Einfluss der Grenzflächen sind uns nicht bekannt. Ziel des Teilvorhabens ist es, anhand monotoner und zyklischer Dehnungsexperimente Dünnschichtparameter (z.B. temperaturabhängiger E-Modul) und das Versagensverhalten von a-Si:H basierten flexiblen Solarzellen abzuleiten. Während sich die Untersuchung von Schicht-Substratfolie-Verbunden unter Zugbelastung im Wesentlichen mit modifizierten Standardmethoden umsetzen lässt, stellt ein aussagekräftiges und reproduzierbares Experiment unter monotoner bzw. zyklischer Biegebeanspruchung hingegen eine Herausforderung dar. In der Literatur werden Biegeexperimente an flexiblen Schicht-

Substrat-Verbunden meist durch manuelles Durchbiegen oder Umwickeln eines Stabes mit bekanntem Durchmesser realisiert. Dieses Vorgehen beinhaltet jedoch ein hohes Risiko, die Schicht(en) durch Abrasion oder allein durch die Handhabung zu beschädigen. Zusätzlich sind wichtige Parameter wie die Dehnrage und die Vordehnung nicht kontrollierbar und es muss mit zusätzlichen Spannungskomponenten (unbekannter mehrachsiger Spannungszustand) gerechnet werden. Letzterer macht eine theoretische Beschreibung der Spannungssituation im Schicht-Substratfolie-Verbund unmöglich. Existierende Biegeapparaturen umgehen einige dieser, durch Handhabung bedingte, Schwierigkeiten, haben jedoch andere Nachteile, wie z.B. eine nicht homogene Biegung der Probe. Mit der Entwicklung einer neuartigen Biegeapparatur, knüpfte das Teilvorhaben an diese Entwicklungen und den eigenen Kenntnisstand an mit dem Ziel, möglichst kritische Prozessparameter für den Rolle-zu-Rolle-Prozess, wie z.B. die kritische Vorspannung und kritische Biegeradien bei Temperaturen bis 140°C, ableiten zu können.

Für eine umfassende Darstellung der Anknüpfungspunkte an den wissenschaftlichen und technischen Stand im Hinblick auf die mechanische Charakterisierung dünner Schichten sei auf Punkt 2.1 der Teilvorhabensbeschreibung verwiesen.

5. Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Wie im Projekt vorgesehen und gemäß der Vorhabensbeschreibung erfolgte eine enge Zusammenarbeit mit den Partnern des Verbundprojekts. Sämtliche Schicht-Substratfolie-Verbunde wurden von Partnern (TU Dresden/FAP, FEP und Forschungszentrum Jülich) hergestellt und dem IFW Dresden zur Verfügung gestellt. Es erfolgte ein direkter Rückfluss der Messergebnisse an die Partner.

II. EINGEHENDE DARSTELLUNG

1. Verwendung der Zuwendungen im Einzelnen und erzielte Resultate

Die Zuwendungen wurden entsprechend der Vorgaben im Projektantrag eingesetzt. Die erzielten Resultate sind im Folgenden anhand der einzelnen Arbeitspakete dargelegt.

AP1: Zug-Druck-Messplatz, Spannungsmessvorrichtung, zyklische Belastungsapparatur

Das vorhandene **Zug-Druck-Modul** der Firma Kammrath&Weiss (Abb. 1a) wurde für das Teilprojekt wie folgt modifiziert bzw. erweitert:

- Kopplung mit Mikroskop VHX2000 (Fa. Keyence) zur optischen Bestimmung des dehnungsabhängigen Risseinsatzes und Rissfortschritts. In diesem Zusammenhang erfolgte

eine Auswertung der Dehnung optisch mit Hilfe der Software VEDDAC (Fa. Chemnitzer Werkstoffmechanik GmbH).

- Erweiterung des Kraft-Messbereiches zu kleineren Kräften durch Installation einer neuen Kraftmessdose 50N / 20N einer Messgenauigkeit <0.1%
- Anpassung der Probeneinspannung für Foliensubstrate in Hinblick auf die Reduzierung bzw. die Minimierung von Schlupf und Quetschung sowie zur elektrischen Kontaktierung zur Bestimmung des Risseinsatzes an leitfähigen Schichten mit Hilfe von Widerstandsmessungen.
- Entwicklung und Implementierung eines Probenheizers (Temperzelle in Abb. 1a) für thermomechanische Zugbelastungsexperimente im Temperaturbereich von Raumtemperatur (RT) bis 150°C
- Verwendung eines Laserextensometers (Auflösung besser 0,1 µm, Fa. Fiedler Optoelektronik GmbH) zur Messung der Dehnung im homogenen Spannungsbereich

Um die Streuung der experimentellen Daten (E-Modul, Risseinsatzdehnung) zu reduzieren und die ermittelten Messergebnisse statistisch abzusichern, wurde eine weitere Messmethode unter Verwendung einer Instron-Prüfmaschine (Typ Instron 5869) mit Laserspeckle-Interferometer eingesetzt. Dazu wurde eine spezielle Probenhalterung sowie ein Adapter für eine 20N-Kraftmessdose entwickelt und installiert (Abb. 1b).

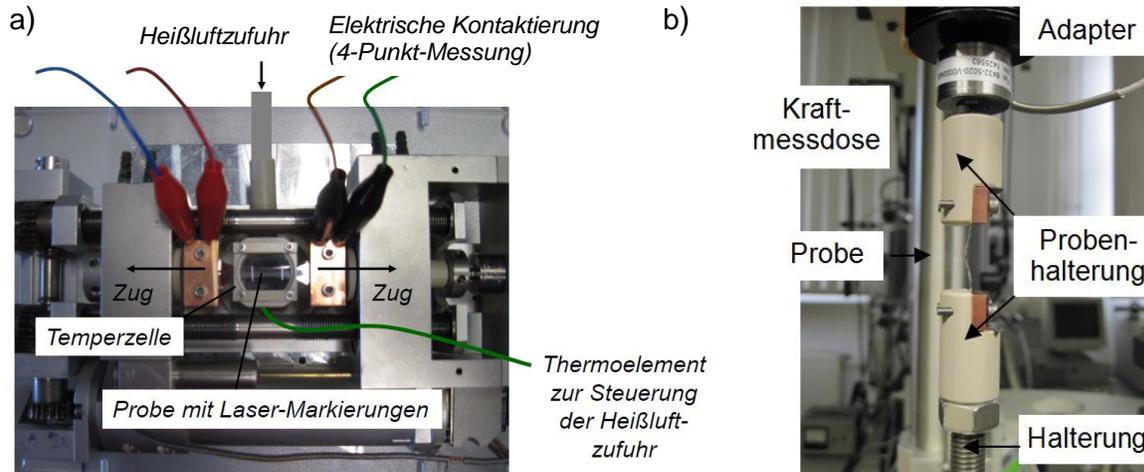


Abb. 1: a) Ausschnitt des angepassten Zug-Druck-Moduls der Firma Kammrath&Weiss mit elektrischer Kontaktierung zur Widerstandsmessung sowie eingebauter Temperkammer, um Zugexperimente bei erhöhter Temperatur durchzuführen. b) Entwickelter Probenhalter und Adapter für eine konventionelle Instron-Prüfmaschine.

Gemäß der Teilvorhabensbeschreibung wurde zur Untersuchung der monotonen und zyklischen Biegewechselbelastbarkeit der beschichteten Substratfolien eine **Biegebelastungsapparatur**

entwickelt und aufgebaut (siehe Abb. 2). Eine vergleichbare Apparatur war kommerziell nicht verfügbar. Die im Teilprojekt realisierte Apparatur erlaubt die experimentelle Simulation des Folienband-Durchlaufs in einem Rolle-zu-Rolle-Fertigungsprozess. Die folgenden Parameter der Apparatur wurden gemeinsam mit den Projektpartnern diskutiert und unter Berücksichtigung von Aspekten der Rolle-zu-Rolle-Beschichtungsanlagen festgelegt:

- konstante Folienvorspannung (F_0) während der Belastungszyklen mit variabler Krafteinstellung im Bereich $0 < F_0 < 3 \text{ N}$
- zyklische konvexe oder konkave Biegung bei einem max. Umschlingungswinkel von 90°
- diskret einstellbarer Krümmungsradius im Bereich $50 \text{ mm} \geq R \geq 10 \text{ mm}$
- Variabel einstellbare Temperatur des Schicht-Substratfolie-Verbundes durch Temperierung der Probenumgebung bis max. 150°C (dies simuliert die Temperatur der Substratfolie beim Beschichtungsprozess)
- Biegewechselfrequenz bis max. 10 Hz
- Abmessungen der Schicht-Substratfolie-Verbunde (Bandproben) 10 mm (Breite) x 225 mm (Länge)
- Belastung unter mikroskopischer Beobachtung möglich
- Elektrische Kontaktierung der Schichtoberfläche möglich zur Detektion des Risseinsatzes an leitfähigen Schichten

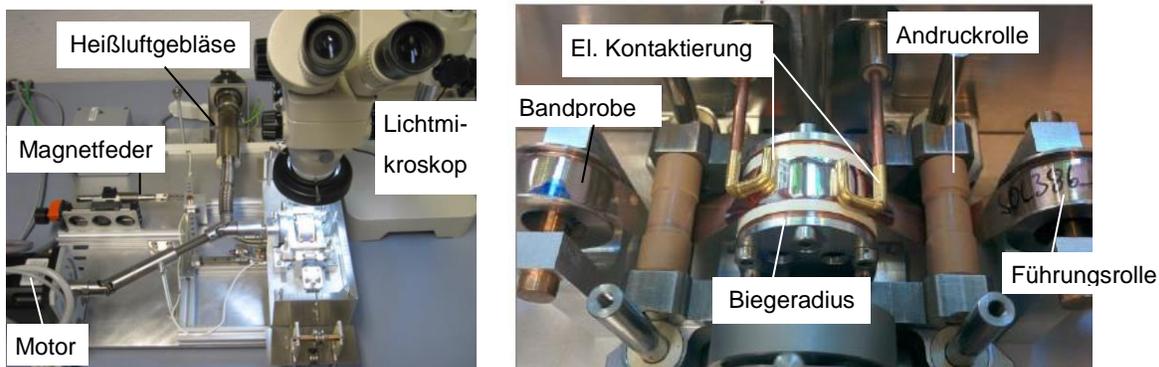


Abb. 2: Die am IFW realisierte Biege-Wechselbelastungs-Apparatur zur Bestimmung kritischer Biegeradien und zur Lebensdaueruntersuchung (Ermittlung kritischer Zyklenzahlen) unter Biegebelastung unter mikroskopischer Beobachtung der Schichtoberfläche (links), Vorrichtung zur elektrischen Kontaktierung leitfähiger Schichtoberflächen zur Detektion des Schichtversagens infolge von Rissbildung (rechts).

AP2: Herstellung / Charakterisierung von Teststrukturen

Für Zugexperimente an Folien werden gemäß der Norm ISO 527-1 die Probentypen Typ 2 und Typ 5 bevorzugt eingesetzt. Da das vorhandene Zug-Druck-Modul nur eine maximale Probenlänge von 60 mm zulässt, wurde der Probentyp 1B verwendet, welcher mit Hilfe von

FEM-Simulationen (COMSOL Multiphysics) (siehe AP4) skaliert wurde. Entscheidend bei der Verwendung von **Proben des Typs 1B** ist nicht nur eine sorgfältige Messung der Dehnung beispielsweise mittels Laserextensometers sondern auch die genaue Bestimmung des Bereichs der homogenen Dehnung. An einer Reihe von Testproben wurde außerdem untersucht, inwieweit sich der Skalierungseffekt durch Verwendung eines kalibrierten Korrekturfaktors berücksichtigen lässt, um routinemäßig die Dehnung der gesamten Probe über den induktiven Wegaufnehmer des Zug-Druck-Moduls in einfacherer Weise bestimmen zu können. Der Vorteil wäre eine deutliche Reduktion des Messaufwands gegenüber der Dehnungsmessung mittels Laserextensometer und damit eine höhere statistische Absicherung der Ergebnisse durch eine größere Probenanzahl. Es hat sich jedoch gezeigt, dass die Höhe des Korrekturfaktors stark von der Experimentführung (reproduzierbare Probenposition etc.) abhängig ist und damit ungeeignet für eine möglichst exakte Bestimmung der Schichtparameter ist. Von der Anwendung eines Korrekturfaktors wurde deshalb im weiteren Projektverlauf abgesehen.

Mit dem Ziel eines minimalen Probeneinsatzes wurde in Absprache mit den Projektpartnern eine Anzahl von jeweils 3-5 Proben pro Messwert vereinbart. Für eine effektive und reproduzierbare Herstellung dieser Proben mit hoher Qualität insbesondere der Vermeidung von Anrissen entlang der Schnittkanten ist ein geeignetes Stanzwerkzeug erforderlich. Ein derartiges **Stanzwerkzeug** wurde im Teilprojekt konstruiert und eingesetzt (siehe Abb. 3a). Damit wurde die Kantenqualität der Folienproben signifikant verbessert (vgl. Abb. 3b) und eine effektivere Probenpräparation in reproduzierbarer Qualität ermöglicht.

In Zusammenarbeit mit den Partnern wurde ein geeignetes Verfahren zum Handling der dünnen Folienproben während und nach der Beschichtung entwickelt wodurch damit verbundene Probenschäden (Vorschädigungen) vermieden werden konnten. Dazu wurden die Zugproben des (skalierten) Typs 2B über Adhäsion auf mit einem Polymer beschichteten 2“-Carrier-Wafern fixiert.

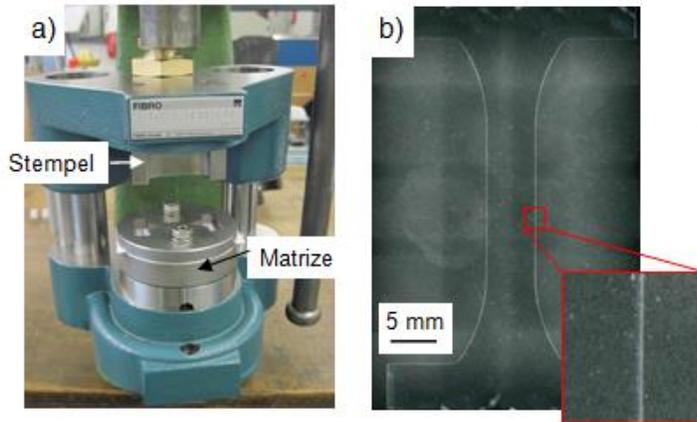


Abb. 3. Durch den Einsatz eines Stanzwerkzeugs (a) konnte die Kantenqualität (b) der Proben sowie die Reproduzierbarkeit der Probenherstellung deutlich verbessert werden.

Ebenfalls in Absprache mit den Projektpartnern werden aus Kostengründen Polyethylenterephthalat (PET)-Folien im Dickenbereich von 25 μm bis 150 μm für flexible Solarzellen favorisiert. Da aber über die Eignung dieser Folienart bislang keine Details bekannt sind, wurden im Rahmen des Teilprojekts verschiedene PET-Folientypen der Firma DuPont Teijin in diesem Dickenbereich mittels Rasterkraftmikroskopie (AFM) und im Zugexperiment entlang und senkrecht zur Maschinenrichtung charakterisiert (Tabelle 1).

Tabelle 1: Rauheit unterschiedlicher PET-Folien (Dupont Tejin).

Folientyp (Dicke)	Dicke [μm]	Rauheit RMS [nm]
HB3	25	1
Mylar	25	2,3
Melinex ST 504	125	5,3
Lumirror	25	1
Hostaphan	25	3
Ox50	50	1

Die Projektpartner einigten sich für die mechanischen Untersuchungen auf den PET-Substratfolientyp HB3, der sich insbesondere durch eine sehr geringe Rauheit (RMS = 1nm bei einer Foliendicke von 25 μm) auszeichnet. Die E-Moduln dieses Folientyps liegen bei $E_{\text{MD}} = 5,355 \pm 0,206$ GPa parallel (MD) und $E_{\text{TD}} = 5,662 \pm 0,074$ GPa senkrecht (TD) zur Maschinenrichtung. Der geringfügig höhere E-Modul senkrecht zur Maschinenrichtung ist auf eine vorzugsweise Ausrichtung der Polymerketten entlang MD während der Folienherstellung zurückzuführen, was u.a. eine höhere elastische Dehnung in dieser Richtung möglich macht. Da

die Eigenschaften (insbesondere der E-Modul) der Substratfolien naturgemäß relativ stark streuen, wurde jede Probenserie aus einem Folienblatt hergestellt.

Zudem werden die Substratfolieneigenschaften durch Temperatur- und Ionenbelastung während der Schichtabscheidung beeinflusst. Daher ist es erforderlich, die Substratfolieneigenschaften für jede Probenserie zu untersuchen. In Vorexperimenten hat sich beispielsweise gezeigt, dass der E-Modul bereits nach kurzer Temperzeit bei 120°C auf ca. 85% seines Ausgangswertes abfällt, dann aber relativ unabhängig von der Dauer der Wärmebehandlung ist (Abb. 4a). Während der Abscheidung von a-Si:H-Schichten bei ca. 120°C-140°C können in den Substratfolien folglich strukturelle Umwandlungen bzw. Relaxationseffekte ablaufen, die das mechanische Verhalten maßgeblich beeinflussen. Andere Vorexperimente an Folienteststrukturen haben ergeben, dass der plastische Dehnungsbereich vom Ionenbeschuss (Niederenergie-Ar⁺-Ionen einer MarkI⁺-Ionenquelle, Energiebereich 80 eV bis 300 eV) beeinflusst wird. Hingegen ist die Ionenbehandlung im linear-elastischen Bereich der Dehnung im Vergleich zum Temperatureinfluss vernachlässigbar (Abb. 4b).

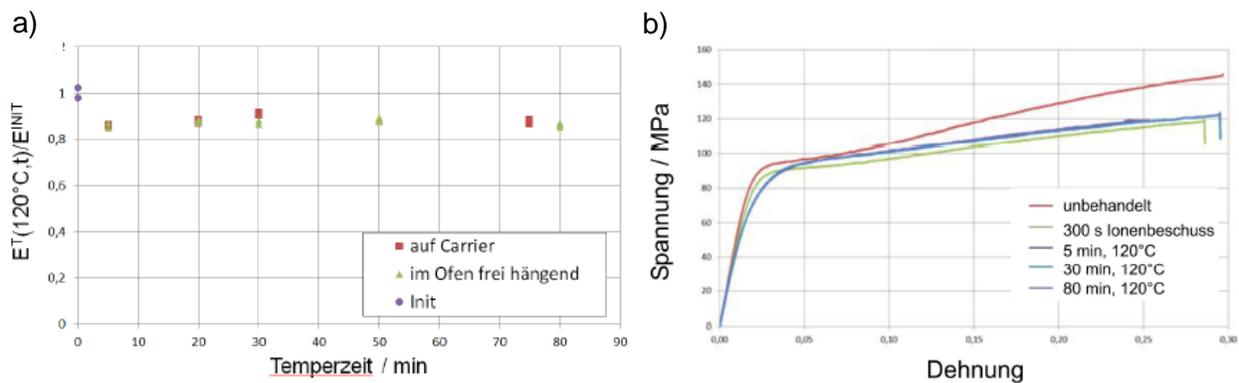


Abb. 4: a) Relativer E-Modul der HB3-25 μm -Folien nach Temperung an Luft bei 120°C (E-Modul nach Temperung E^T , E-Modul vor Temperung E^{ini}). b) Einfluss des Ionenbeschusses auf die Spannungs-Dehnungs-Kurve im Vergleich zum unbehandelten bzw. getemperten Foliensubstrat. Die Ionenbelastung erfolgte durch Beschuss mit Ar⁺-Ionen, 130 eV / 5min, 0.07A / cm² (MarkI⁺-Quelle, 0.5 A, 200 V).

Da die Simulation einer Temperatur- und Ionenbelastung den Realbedingungen bei der Schichtabscheidung letztlich nicht exakt entspricht, wurden **nasschemische Ätzroutinen** zur Ablösung der unterschiedlichen Schichtsysteme (ZnSnO_x, a-Si:H, ITO) nach der Schichtabscheidung entwickelt. Diese wurden zur Herstellung geeigneter Referenzfoliensubstratproben eingesetzt. Auf diese Weise kann garantiert werden, dass die verwendeten Referenzsubstrate die jeweils identische Temperatur- und Ionenbelastung erfahren haben wie die zu untersuchenden Schicht-Substratfolien-Verbunde.

Um den Temperatureinfluss während des Rolle-zu-Rolle-Prozess abschätzen zu können, wurden an der Referenzfolie Spannungs-Dehnungs-Kurven bei erhöhter Temperatur sowie Zeitstandsversuche durchgeführt. Die Ergebnisse sind exemplarisch in Abb. 5 dargestellt. Im Bereich der Glasübergangstemperatur T_G wurden ein starker Abfall des E-Moduls sowie relativ große bleibende Dehnungen (0,4 % für $\sigma_0 = 16$ MPa und 1,3 % für $\sigma_0 = 32$ MPa)

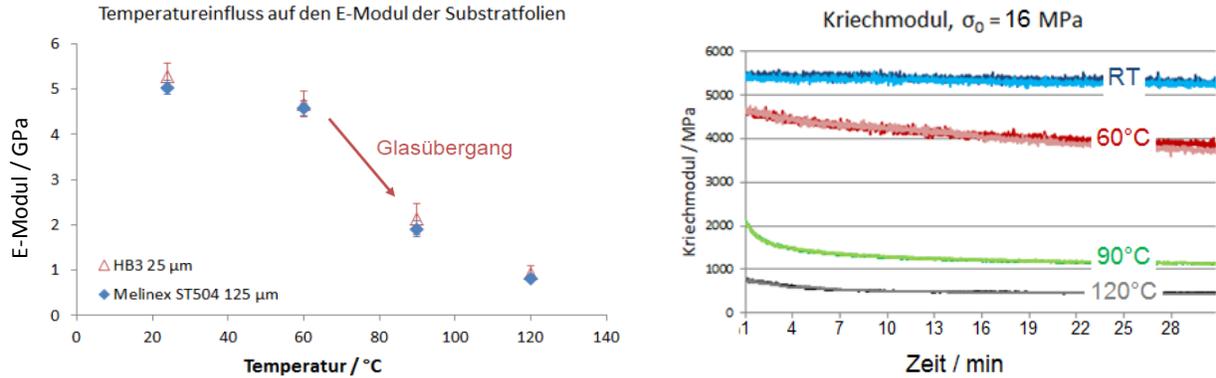


Abb. 5: E- Modul (links) und Kriechkurven (rechts) unbeschichteter 25 µm HB3 und 125 µm Melinex Substratfolien im Temperaturbereich von Raumtemperatur (RT) bis 120°C. Exemplarisch sind Kriechkurven bei einer Zug-Vorspannung von 16 MPa gezeigt.

gemessen. Die Schlussfolgerungen aus diesen Ergebnissen in Bezug auf eine Prozessführung im Rolle-zu-Rolle-Beschichtungsprozess wurden im Zwischenbericht (Juli 2014) sowie den Statusseminaren mit den Projektpartnern ausgiebig diskutiert. Insbesondere gilt es demnach, starke Druckspannungen in den Schichten während der Abscheidung auf vorgedehnten Bändern sowie inhomogene Spannungszustände zu vermeiden. Deshalb wurde eine Bandvorwärmung für eine optimierte Prozessführung der Projektpartner empfohlen.

AP3: Eigenspannungszustände / Schichtparameter

a) Eigenspannungen

Die Schichtspannungen von Einzelschichten wurden zunächst mit Hilfe der Substratkrümmungsmethode unter Anwendung der Stoney-Gleichung ermittelt (Die Resultate wurden im Zwischenbericht Januar 2014 sowie im Statusmeeting Dezember 2013 ausführlich diskutiert. Auf eine weitere Diskussion wird hier deshalb verzichtet). Dieser Ansatz wird für Schichten auf rigiden Substraten angewendet. Jedoch gelten die so ermittelten Eigenspannungswerte nicht zwangsläufig auch für den flexiblen Schicht-Substratfolie-Verbund. Gründe sind der geringe E-Modul der Substrate von lediglich einigen GPa und die Tatsache, dass sich aufgrund der stark unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Schicht und Substrat andere Eigenspannungszustände aufbauen als in Schichten auf rigiden Substraten. Zusätzlich hängen die tatsächlichen Schichtspannungen bei flexiblen Verbunden

sowohl von den Schichtdicken als auch von der Substratdicke ab. Je dicker das Substrat bzw. je kleiner das Verhältnis Schichtdicke zu Substratdicke, desto größer sind die Spannungen in der Schicht. Während beispielsweise die Schichtspannung in einer 200 nm dünnen a-Si:H Schicht auf einer 6 µm dicken Folie ($E = 4,2 \text{ GPa}$) lediglich bei ca. 60% des Werts der gleichen Schicht auf einem Si-Wafer beträgt, ist die Schichtspannung der 200 nm Schicht auf einem 125 µm Substrat gleichen Folientyps aufgrund des kleinen Schichtdicken-Substratdicken-Verhältnisses bereits vergleichbar mit der auf einem rigiden Substrat (Abb. 6a). Es wurde deshalb im Verlauf des Projekts nach einer Alternativmethode gesucht, die die Bestimmung von Schichtspannungen auf flexiblen Foliensubstraten grundsätzlich verbessert.

Es ist bekannt, dass sich ab einer kritischen Probengröße und einem kritischen Schichtdicken-Substratdickenverhältnis die Schicht-Substratverbunde zu Zylinderrollen krümmen [Fahnline1991, Masters1993], aus deren Krümmungsradius sich bei bekanntem E-Modul von Schicht und Substrat die Schichtspannungen berechnen lassen. Um die gewünschte Krümmungsmodi zu erreichen, wurden dazu im Teilprojekt sehr dünne Substrate (6 µm dünnen PET-Substrate) gewählt. Die so ermittelten Schichtspannungen unterschätzen damit zwar die tatsächlichen Spannungen in der auf 125 µm PET abgeschiedenen Solarzelle, sind aber im Optimierungsprozess der Schichteigenschaften ausreichend aussagekräftig und untereinander vergleichbar. Die (unter Zuhilfenahme der im Teilprojekt ermittelten E-Module der Schichten) ermittelten Eigenspannungen (Abb. 6b) zeigen, dass alle relevanten Schichtsysteme signifikante Druckspannungen aufweisen. Da die Abscheidung von a-Si:H-Schichten bei erhöhter Temperatur (ca. 120-140°C) stattfindet, dehnt sich das PET-Substrat vor der Beschichtung aus. Bei Abkühlung zieht es sich wiederum zusammen, was Druckspannungen in den a-Si:H Schichten hervorruft. Die Druckspannungen in den bei Raumtemperatur abgeschiedenen ITO-Schichten können einerseits intrinsischer Natur sein. Andererseits wird durch den Ionenbeschuss die Oberfläche der Substratfolie vermutlich zusätzlich erwärmt was zu einer Ausdehnung der Substratfolie führt. Ferner konnte gezeigt werden, dass im Zuge der Optimierung des PECVD-Prozesses für die Abscheidung von a-Si:H eine Erhöhung der Abscheidefrequenz von 13,56 MHz auf 140 MHz bei gleichzeitiger Verringerung der Leistung von 25 W auf 5 W in deutlich geringer verspannten a-Si:H-Schichten resultiert.

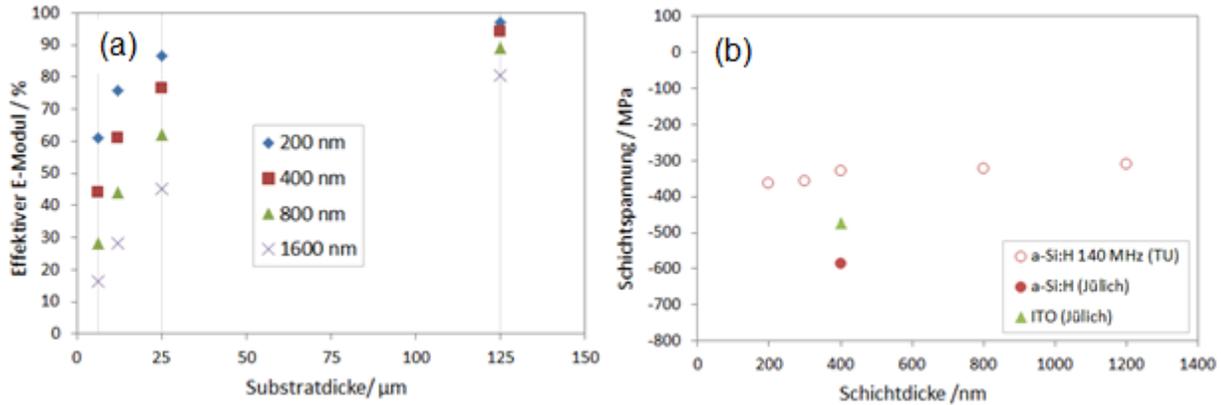


Abb. 6: a) Einfluss des Verhältnisses Schichtdicke zu Substratdicke auf den effektiven E-Modul der Schicht und damit die Höhe der Schichtspannungen, berechnet für einen Schicht-E-Modul von 80 GPa und ein Substratmodul von 4.2 GPa. Die vertikalen gepunkteten Linien kennzeichnen relevante Substratdicken: 6 μm für die Bestimmung von Schichtspannungen, 25 μm für die Ermittlung des E-Moduls und 125 μm für den Aufbau der Solarzelle. b) Aus dem Radius von sich selbst krümmenden Zylinderrollen bestimmte Eigenspannungen von Schichten auf 6 μm PET-Substraten.

b) Schichtparameter (Rauheit, Haftung)

Die von den Partnern abgeschiedenen Schichten wurden mittels Rasterkraftmikroskopie hinsichtlich ihrer Oberflächenmorphologie untersucht. Sie weisen eine geringe Rauheit auf, die mit zunehmender Schichtdicke leicht ansteigt (siehe Abb. 7). Ziel des Teilvorhabens der Projektpartner TU Dresden und FAP war die Skalierung des dynamischen Abscheideverfahrens von der Standardabscheidefrequenz 13,56 Hz auf 140 MHz. Die bei 140 MHz abgeschiedenen Schichten weisen eine geringfügig höhere Rauheit auf. Die untersuchten ITO Schichten dagegen weisen eine deutlich höhere Rauheit auf. Grund ist eine ausgeprägte Kornstruktur für Schichtdicken > 400 nm. Für 200 nm dünne ITO-Schichten ist keine Kornstruktur erkennbar. Zahlreiche Studien belegen, dass ITO zweiphasig auf Substrate aufwächst, wobei eine amorphe Schicht nahe dem Substrat beobachtet wird und eine sich daran anschließende kristalline Phase (siehe beispielsweise [Vink1995]).

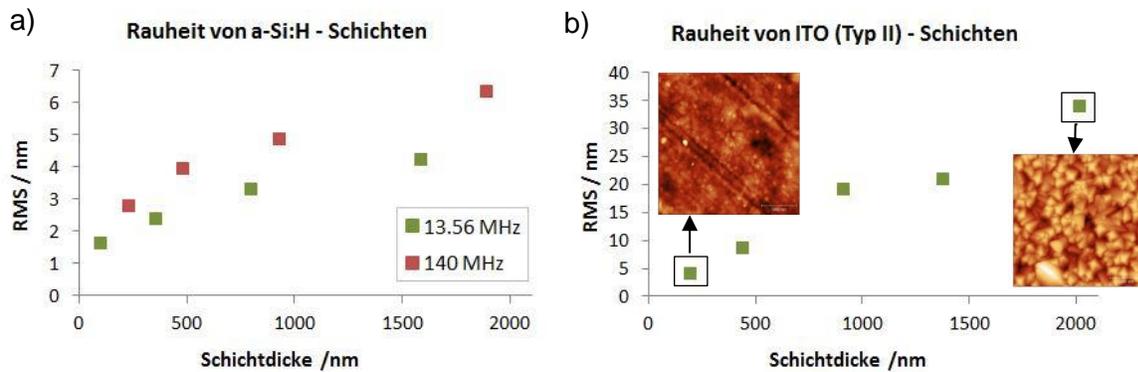


Abb. 7: Rauheit von a) a-Si:H-Schichten (TU Dresden, FAP) bei unterschiedlichen Abscheidefrequenzen und b) ITO (FZ Jülich) sowie die in der Oberflächenmorphologie ersichtliche Kornstruktur.

Die Rauheit der ZnSnO_x-Schichten (Projektpartner FEP) liegt für $t = 363$ nm bei $RMS \approx 2$ nm und damit deutlich unterhalb der von ITO.

Um einen Eindruck zur Belastbarkeit, z.B. durch Abrieb an den Rollen einer Rolle-zu-Rolle-Anlage der Mehrlagen zu gewinnen, wurden Tape-Peel-off-Tests an Trilagen a-Si:H/ITO/ZnSnO_x/PET durchgeführt (Abb. 8).

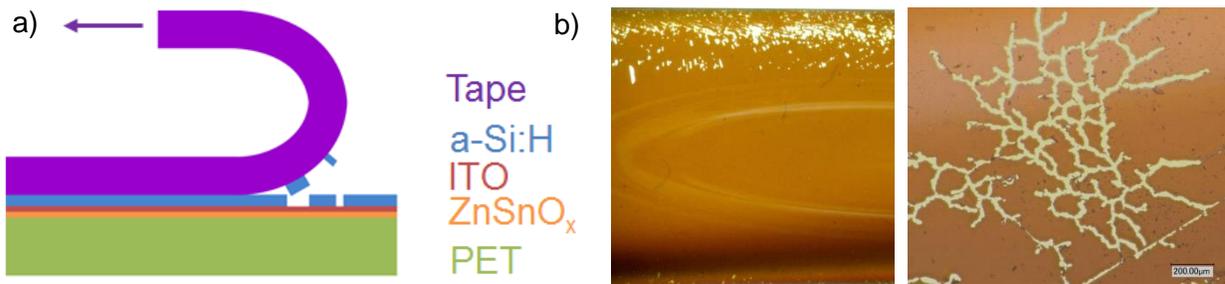


Abb. 8: a) Prinzip des Tape-Peel-off-Tests. b) Im Durchlichtmodus aufgenommene Ausschnitte von der Probenoberfläche nach den Peel-off-Tests.

Es hat sich gezeigt, dass die Haftung zwischen ITO und a-Si:H sowie zwischen a-Si:H und Substratfolie vergleichsweise gering ist. Dies hat zur Folge, dass die Schichten durch Führung beispielsweise über Rollen bzw. Umlenkrollen einen signifikanten Abrieb erfahren können. Für den Rolle-zu-Rolle-Prozess lässt sich daraus ableiten, dass eine Führung der Schicht-Substratfolien-Verbunde mit der Schichtseite über die Umlenkrollen oder Gleitlager unbedingt zu vermeiden und stattdessen folienseitig zu realisieren ist.

AP4: Simulation: Spannungs-Dehnungskurven der Einzelschichten, Temperatureffekt, Gesamtspannungszustand

- a) Gesamtspannungszustand in skalierten Zugproben des Typs 1B und homogener Spannungsbereich

Für die Bestimmung von Spannungs-Dehnungs-Diagrammen für skalierte Zugproben ist die Ermittlung des Probenbereichs entscheidend, in dem die Lastspannung und damit auch die Dehnung homogen sind. Die Simulation der Spannungsverteilung ergibt eine Länge von ca. 14 mm um die Probenmitte, über die die Spannung homogen verteilt ist (siehe Abb. 9). Innerhalb dieser Länge wurde während der Zugexperimente die Messung der Dehnung mittels Laserextensometers an den **skalierten Proben des Typs 1B** durchgeführt.

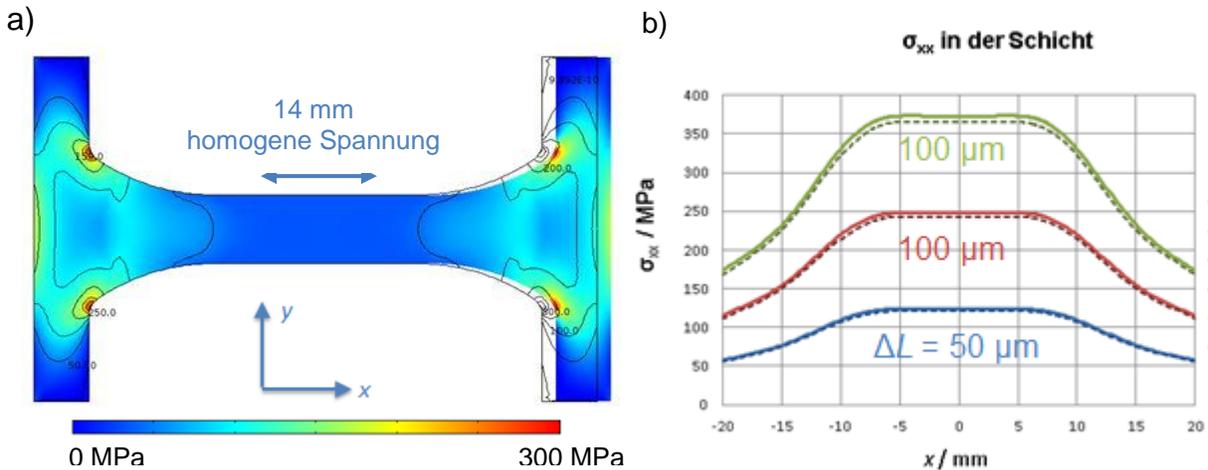


Abb. 9: a) Spannungsverteilung in der a-Si:H-Schicht einer unter Zug beanspruchten a-Si:H(800nm)/PET(25 μm)-Probe bei einer Elongation $\Delta L = 1000 \mu\text{m}$. b) Vergleich der Schichtspannung entlang der Probenlängsachse für $v_{\text{Folie}} = v_{\text{Schicht}} = 0,33$ (durchgezogene Linien) bzw. $v_{\text{Folie}} = 0,33$ und $v_{\text{Schicht}} = 0,22$ (gestrichelt) für unterschiedliche Elongation ΔL entlang x .

b) Simulation von Temperatureffekten

Die thermische Belastung von typischen Mehrschichtsystemen einer Dünnschichtsolarzelle auf flexiblen Substraten während des Abscheidungsprozesses wurde simuliert, um auftretende Schädigungen des Schicht-Substratfolie-Verbundes bereits bei der Schichtherstellung erklären und vorhersagen zu können. Dabei wurden die durch einen typischen Temperaturzyklus verursachten Schichtspannungen während der Abscheidung von a-Si:H-basierten Solarzellen auf Polymerfolie abgeschätzt. Mit Hilfe dieser Berechnungen konnte die unter AP6 diskutierte Schädigungsanalyse im Herstellungsprozess der Solarzelle (Reißen der Schichten) untermauert werden.

In einem zweistufigen Vorgehen wurde eine 2D FEM-Simulation (Software Comsol) des Schichtverbundes unter Verwendung bekannter und im Rahmen des Teilprojekts ermittelter Dünnschichtparameter durchgeführt. Dabei wurde zunächst vorausgesetzt, dass sich der Schicht-Substratfolie-Verbund senkrecht zur Schichtebene nicht krümmen kann, was der

Situation bei den auf Silikon aufgetragenen Folienproben entspricht (siehe AP2). Abb. 10 veranschaulicht das Vorgehen bei der FEM-Simulation schematisch.

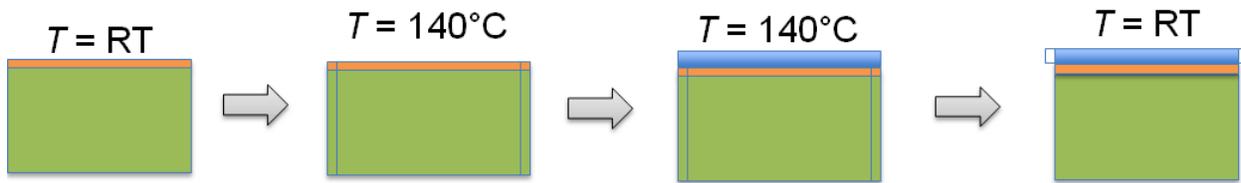


Abb. 10: Temperaturführung und Schichtfolge (grün: PET-Substrat, orange: ITO-Schicht und blau: a-Si:H-Schicht) für die FEM Simulation der Schichtspannungen im Verbund.

Zunächst wurde ein Verbund aus 200 nm ITO und einem 25 μm dicken PET-Substrat von Raumtemperatur (RT) auf 140°C erwärmt. Die so eingebrachten thermischen Spannungen sowie die aufgrund der Ausdehnung veränderten Probenabmessungen wurden als Ausgangsparameter in einem zweiten Simulationsschritt verwendet. Dabei wurde zusätzlich noch eine 400 nm dünne a-Si:H-Schicht aufgebracht. Der a-Si:H-ITO-PET-Verbund wurde anschließend auf Raumtemperatur abgekühlt. Die folgende Tabelle fasst die berechneten Ergebnisse kurz zusammen:

	$\epsilon_{xx} = \epsilon_{yy}$	σ_{PET}	σ_{ITO}	$\sigma_{\text{a-Si:H}}$
140°C	$7.16 \cdot 10^{-3}$	-7.5 MPa	950 MPa	0 MPa
RT	$-6.02 \cdot 10^{-3}$	9.21 MPa	175 MPa	-655 MPa

Anhand der Spannungswerte ist deutlich zu erkennen, dass die ITO-Schicht bereits während der Aufwärmung auf Abscheidetemperatur der zweiten Schicht unter hohen Zugspannungen von nahezu 1 GPa steht. Dieser Spannungswert liegt im Bereich der Risseinsatzspannung für ITO ($\sigma_c = 900 \text{ MPa} \pm 200 \text{ MPa}^1$) und führt folglich zu der unter AP6 diskutierten Rissbildung bereits während des Schichtabscheideprozesses auf den planar fixierten Proben. Größere und nur am Rand eingespannte Foliensubstrate können sich bei Erwärmung im Bereich der Substratmitte hingegen wölben und so die internen Schichtspannungen abbauen. Um diesen Effekt quantitativ einschätzen zu können, wurde in einem nächsten Simulationsschritt eine 3D-Simulation durchgeführt. Weil der vorhandene PC (workstation) dem Rechenaufwand für die 3D-Simulation

¹ Spannungswert gemäß eigenen Messungen an 200 nm dünnen ITO-Schichten auf 25 μm HB3 PET Substraten für Risseinsatzdehnung von $\epsilon_c = 0,6 \%$.

nicht gerecht wurde, wurde die Simulation über eine Comsol Multiphysics® Instanz in der Amazon™ Cloud (AWS) ausgeführt. Somit war es möglich, die Spannungen eines einzig an den Folienkanten fixierten (parallel zur y-Achse) ITO-PET Substratfolien-Verbunds mit realistischen Probandimensionen nach Erhitzen von RT auf 140°C zu berechnen. Die Ergebnisse sind exemplarisch für eine Schichtspannungskomponente in Abb. 11 dargestellt. Die Möglichkeit der Probenwölbung reduzierte die Schichtspannungen auf max. 800 MPa, was nunmehr unterhalb der Risseinsatzspannung von ITO liegt. Anhand der Simulationsergebnisse wurde deshalb für eine optimierte Prozessführung vorgeschlagen, die Abscheidung von ITO bei Temperaturen größer als Raumtemperatur durchzuführen. Dies hätte zwar erhöhte Druckspannungen in ITO zur Folge, würde das Material vermutlich aber toleranter gegenüber Zugspannungen in den folgenden Prozessschritten (z.B. Abscheidung von a-Si:H bei 140°C) machen.

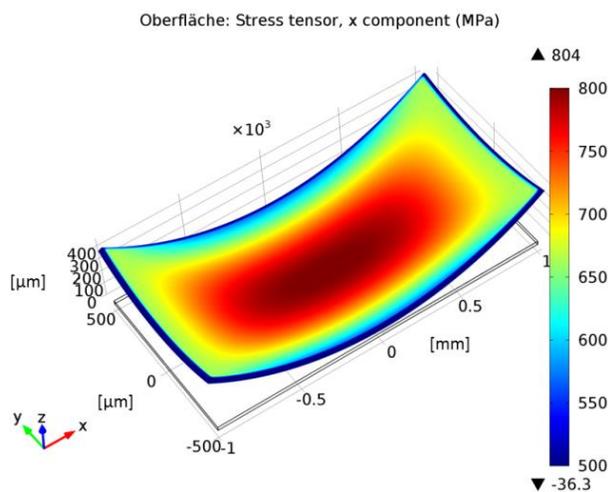


Abb. 11: Simulierter Spannungsverlauf unter Berücksichtigung der Deformation eines ITO/PET Verbunds bei einer Temperaturbelastung von 140°C (200 nm ITO auf 25 μm PET, Probenabmessungen 1 mm x 0,5 mm, Querkontraktion $\nu_{PET} = \nu_{ITO} = 0,33$; $\alpha_{PET} = 70 \times 10^{-6}$, $\alpha_{ITO} = 7,2 \times 10^{-6}$, $E_{PET} = 5,3$ GPa, $E_{ITO} = 100$ GPa).

AP5: Belastungsexperimente: monotone Spannungs-Dehnungskurven, Zyklische Belastungsexperimente

a) Monotone Spannungs-Dehnungs-Kurven

Für variierende Schichtdicken wurden von den Einzelschichten (ZnSnO_x, a-Si:H, und ITO) der Dünnschichtsolarzelle die Spannungs-Dehnungs-Diagramme ermittelt. Dazu wurden die Zugexperimente am Einzelschicht-Substratfolie-Verbund durchgeführt und die eigentlichen Schichteigenschaften durch Abzug des Referenzfolienbeitrags ermittelt. Beide Proben (Einzelschicht-Substratfolie und zugehörige Referenzprobe) wurden gleichzeitig beschichtet. Als Referenzproben dienten schließlich Foliensubstrate, bei denen die Schicht nasschemisch abgelöst wurde. Die Durchführung des Zugversuchs orientiert sich an der Norm DIN 527

[DIN527]. Dazu wurden die Proben mit einer Dehngeschwindigkeit von 2.7 $\mu\text{m/s}$ einachsrig auf Zug belastet. Der E-Modul der Einzelschichten wurde aus dem Anstieg der Spannungs-Dehnungs-Kurven für die einzelnen Schicht-Substratfolie-Verbunde ermittelt, indem der Substrateinfluss $F_s(\varepsilon_i)$ von der aufgewendeten Gesamtkraft $F_{total}(\varepsilon_i)$ für den Verbund abgezogen wurde:

$$\sigma_f = \frac{1}{wt_f} [F_{total}(\varepsilon_i) - F_s(\varepsilon_i)].$$

Dabei sind σ_f die Schichtspannung, w die Probenbreite und t_f die Schichtdicke. Zur Erhöhung der Datengenauigkeit wurden jeweils über 2-3 Messungen am jeweiligen Verbund und 2 Messungen an den entsprechenden Referenzproben gemittelt.

Mit zunehmender Schichtdicke wurde eine geringfügige Abnahme des E-Moduls von a-Si:H-Schichten beobachtet (Abb. 12). Für Schichtdicken ≥ 400 nm liegt der E-Modul der a-Si:H-Schichten mit $E \approx 80$ GPa im Bereich der bekannten Literaturwerte für amorphe Siliziumschichten [Freund2004]. Eine mögliche Erklärung für diese Schichtdickenabhängigkeit könnte ein mit der Schichtdicke variierender Wasserstoffgehalt in den a-Si:H-Schichten sein. Die wäre in Übereinstimmung mit Ergebnissen von Kuschneret et al., die zeigten, dass der E-Modul von a-Si:H-Schichten abhängig ist von der Wasserstoffkonzentration in der Schicht [Kuschneret1995].

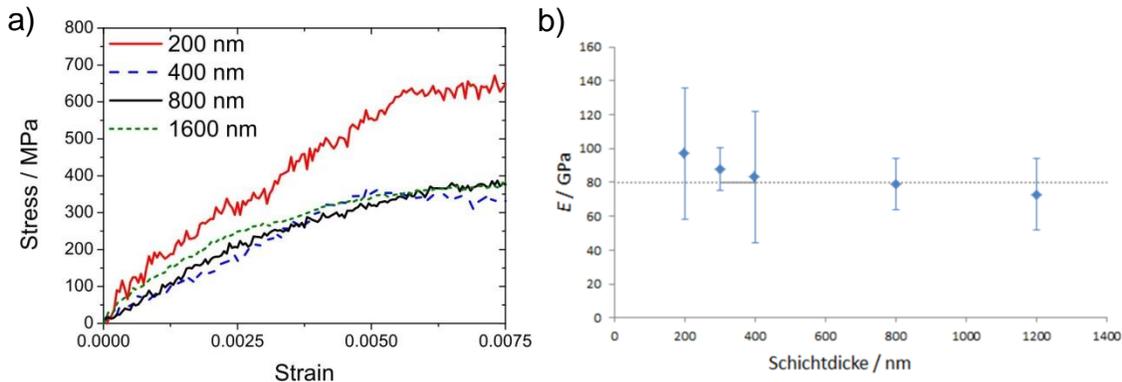


Abb. 12: a) Ausgewählte Spannungs-Dehnungs-Diagramme von a-Si:H Schichten unterschiedlicher Dicke (Beschichtung durch Projektpartner TUD/FAP), b) Einfluss der Schichtdicke auf den gemessenen E-Modul der abgeschiedenen a-Si:H-Schichten (Punktlinie: Literaturwert [Freund2004]).

Die E-Moduln der vom Projektpartner FZ Jülich hergestellten ITO-Schichten (siehe Abb. 13a) liegen im Bereich der relativ stark variierenden Literaturwerte (88 GPa ... 250 GPa). Auch für ITO ist ein deutlicher Anstieg des E-Moduls mit Verringerung der Schichtdicke erkennbar. Dies wird auf eine Dickenabhängigkeit der Mikrostruktur der ITO-Schichten zurückgeführt. Es ist bekannt, dass bei niedrigen Temperaturen abgeschiedene ITO-Schichten eine amorphe

Zwischenschicht am Substrat und eine kristallinen Deckschicht aufweisen, deren Korngröße zunimmt, je größer die Entfernung vom Substrat [Vink1995]. Daraus folgt, dass der Einfluss der kristallinen ITO-Phase auf das mechanische Verhalten der ITO-Gesamtschicht mit steigender Schichtdicke zunimmt.

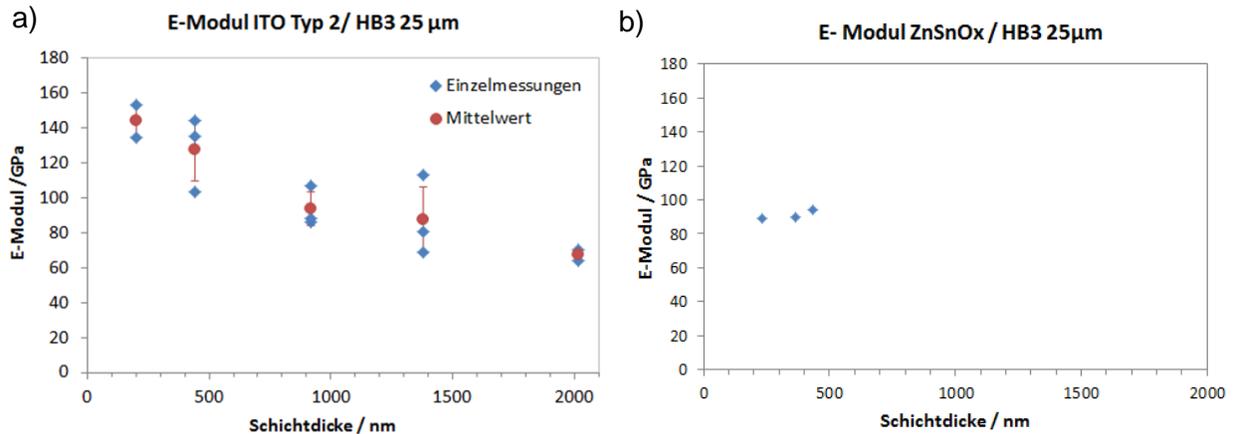


Abb. 13: E-Moduln der auf Substratfolien abgeschiedenen a) ITO-Schichten (vom Partner FZ-Jülich) und b) ZnSnOx-Schichten (vom Partner FEP) unterschiedlicher Schichtdicke.

Der E-Modul von ZnSnOx-Schichten (hergestellt vom Projektpartner FEP, Abb. 13b) variiert im untersuchten Schichtdickenbereich (230 nm - 433 nm) dagegen kaum, wobei der Mittelwert bei ca. 89 GPa liegt. Hier sind Vergleichswerte aus der Literatur nicht bekannt. Demzufolge stellen insbesondere diese ermittelten E-Moduln von ZnSnO_x einen essentiellen Beitrag zur Vervollständigung der Dünnschichtdatenbank auf dem Gebiet der Dünnschichtsolarzellen dar.

b) Zyklische Spannungs-Dehnungs-Experimente

Anhand zyklischer Belastungsexperimente mit schrittweise zunehmender Zugbelastung konnte nachgewiesen werden, dass die a-Si:H-Schichten vor der Rissbildung kein makroskopisches plastisches Verhalten zeigen. Die Schichten sind demzufolge sehr spröde und versagen bereits im quasi-elastischen Bereich durch Rissbildung und instabiles Risswachstum. Abb. 14 zeigt beispielhaft die Spannungs-Dehnungskurven einer solchen zyklischen Dehnungsmessung an einer 400 nm dicken a-Si:H-Schicht auf 25 µm HB3 PET-Folie. Auch von Gleskova *et al.* wurde ein solches, ausschließlich elastisches Dehnverhalten amorpher a-Si:H-Schichten bis zum Risseinsatz beschrieben. Ob es jedoch lokal, d.h. in mikroskopischen Bereichen, zu einer plastischen Verformung über sogenannte *Shear Transformation Zones* kommt, kann nicht ausgeschlossen werden. Auf die makroskopische Spannungs-Dehnungs-Kurve unmittelbar vor der Entstehung von Rissen sollte dies jedoch keine Auswirkungen haben. Für die Beurteilung des Versagensverhaltens der Schichten wird deshalb vorgeschlagen, anstelle der Dehngrenze

$R_{p0,2}$ grundsätzlich die kritische Spannung R_c bzw. die kritische Dehnung ϵ_c für den Risseinsatz anzugeben.

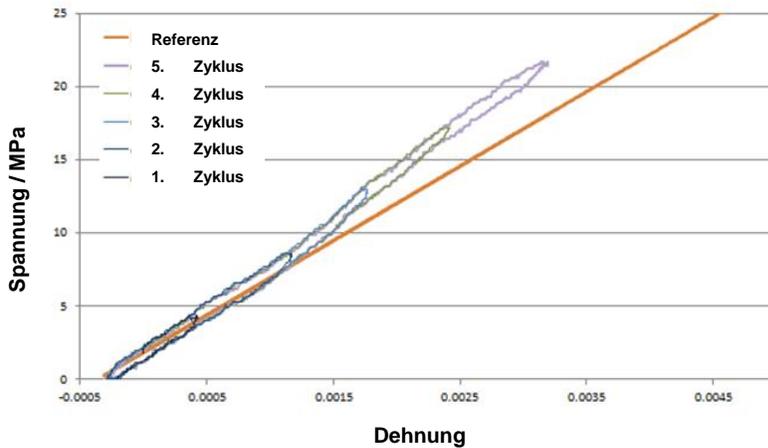


Abb. 14: Spannungs-Dehnungs-Kurve einer 400 nm dicken a-Si:H-Schicht auf 25µm PET-Folie. Die Dehnung wurde spannungskontrolliert zyklisch aufgebracht und das Lastniveau bei jedem Zyklus gesteigert. Zum Vergleich ist ein Ausschnitt der Spannungs-Dehnungs-Kurve einer monoton belasteten PET-Referenzprobe gezeigt.

c) Zyklische Biegebelastungsexperimente

Ziel der durchgeführten zyklischen Biegebelastungsexperimente war die Ermittlung von relevanten Größen für den Rolle-zu-Rolle-Prozess, wie z.B. kritische Biegeradien und die kritische Vorspannung des Folienbandes unter Berücksichtigung der erforderlichen Abscheidetemperaturen. Für die Biegebelastung der Schichten spielt die Foliendicke eine signifikante Rolle. Sie bestimmt maßgeblich wie stark sie Schichtoberseite gedehnt wird. Deshalb wurden anstelle der in den Zugversuchen verwendeten 25 µm dicken HB3-Substrate für die Biegeexperimente ausschließlich die dickeren Melinex-Substratfolien (Dicke 125 µm) verwendet. Damit lassen sich die Ergebnisse direkt auf die herzustellende Dünnschicht-Solarzelle übertragen, die im Projekt vorzugsweise auf 125 µm PET-Folie hergestellt wurde. Proben aus nicht-leitenden Schicht-Substratfolie-Verbunden wie im Falle von ZnSnO_x/ITO/a-Si:H Trilagen wurden einer diskreten Anzahl von Biegungen über Biegeradien von 10 bis 25 mm und unter definierter Vorspannung unterzogen und anschließend im Lichtmikroskop auf Schädigungen (insbesondere Risse) untersucht. War keine Schädigung für die gegebene Zyklenzahl ersichtlich, wurde das Experiment fortgesetzt und die Zyklenzahl erhöht. Aus der Anzahl an Biegezyklen bis zum Auftreten erster Risschädigungen wurden die Lebensdauerkurven ermittelt, wie in Abb. 15 gezeigt.

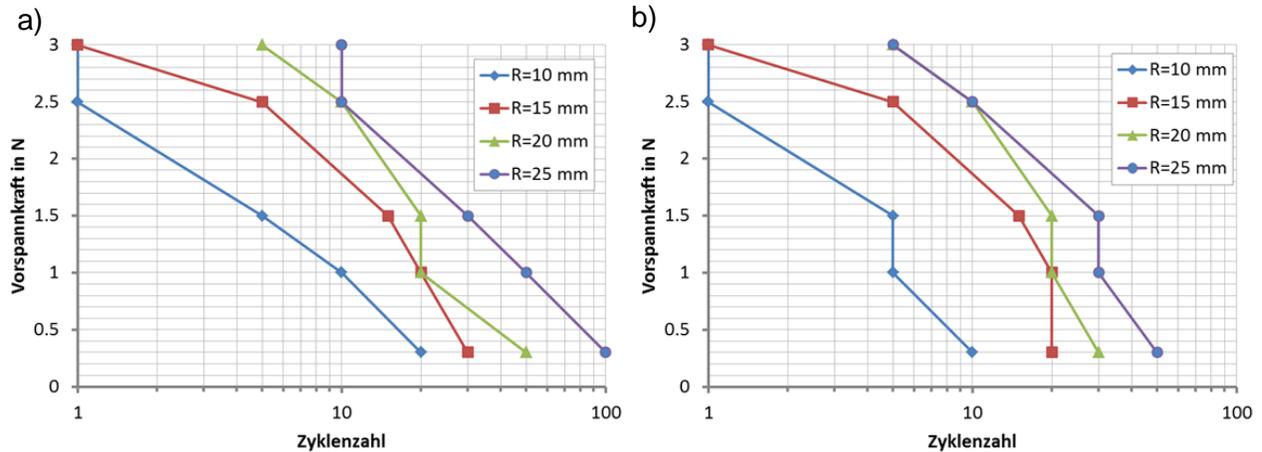


Abb. 15: Kritische Zyklenzahl bis zum Risseinsatz für ZnSnO_x/ITO/a-Si:H Trilagen (TUD) und für verschiedene Biegeradien im Bereich $10 \text{ mm} \leq R \leq 25 \text{ mm}$ bei a) Raumtemperatur und b) 120°C.

Die Zahl möglicher Belastungszyklen für Biegeradien von $10 \text{ mm} \leq R \leq 25 \text{ mm}$ und Vorspannkraften von $0,3 \text{ N} \leq F_0 \leq 3 \text{ N}$ liegt im sogenannten Low-Cycle-Bereich bei $N \leq 100$ für Raumtemperatur und $N \leq 50$ bei 120°C. Lediglich für große Biegeradien ($R = 20 \text{ mm}$ und 25 mm) lässt sich anhand von Abb. 15 eine Verringerung der möglichen Zyklenzahl bei gleicher Vorspannung erkennen. Aufgrund der schlechten Haftung zwischen den a-Si:H- und ITO-Schichten, kann jedoch nicht gänzlich ausgeschlossen werden, dass eine gewisse Vorschädigung der Schichtsysteme nicht schon durch das Probenhandling (Ein- und Ausbau der Proben zur Untersuchung im Lichtmikroskop) verursacht wurde. Die gezeigten Kurven stellen somit die Untergrenze für die kritische Zyklenzahl dar.

Zyklische Biegebelastungsexperimente an den leitfähigen Schichtsystemen (z.B. PET/ZnSnO_x/ITO-Bilagen) wurden zur genaueren Bestimmung des Risseinsatzes durch die Messung des elektrischen Widerstands unterstützt. Diese Experimente wurden bei Raumtemperatur und Biegeradien von $R=25 \text{ mm}$ und $R=15 \text{ mm}$ bei jeweils minimaler (0,3 N) und maximaler Vorspannkraft (3 N) durchgeführt. Nach einer definierten Zyklenzahl wird dazu das Belastungsexperiment für die Zeit der elektrischen Messung unterbrochen und die vergoldeten Messkontakte in festem Abstand zueinander und bei moderater Andruckkraft aufgelegt. Diese Vorgehensweise hat den Vorteil, dass die Proben nicht für die Messung ausgebaut werden müssen. Die Widerstandsmessung unterliegt geringfügigen Widerstandsänderungen über die Versuchsdauer (Abb. 16), was auf die Veränderung der Kontaktstellen (z.B. Abrieb) zurückgeführt wurde. Nach jeweils 5000 Zyklen wurde der Biegebelastungsversuch abgebrochen. An allen untersuchten PET/ZnSnO_x/ITO-Bilagen auf 125 µm dicken Substratfolien war innerhalb dieser Zyklenzahl keine Risschädigung nachweisbar.

Demzufolge ist das Bilagensystem unkritisch für den Rolle-zu-Rolle-Beschichtungsprozess unter den gegebenen Belastungsbedingungen.

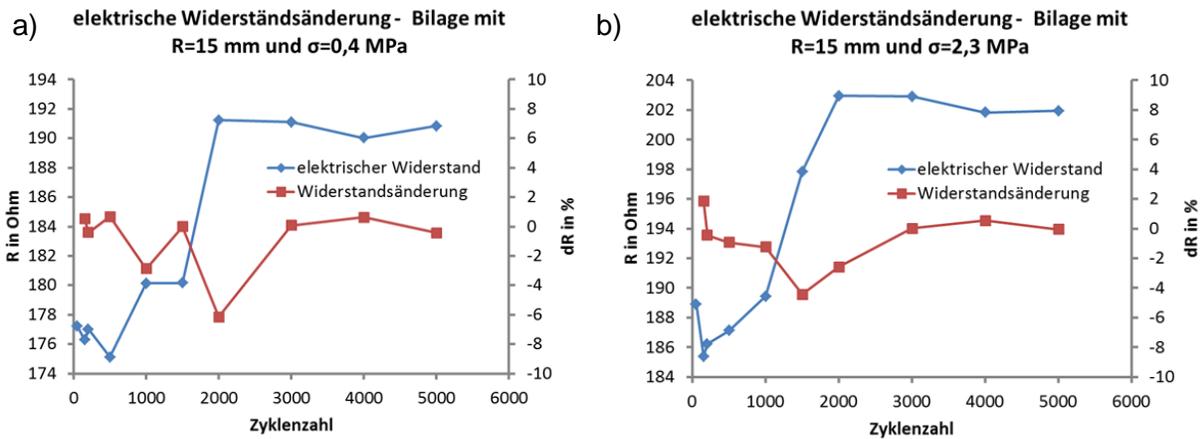


Abb. 16: Verlauf des elektrischen Widerstandes während zyklischer Biegebelastungsexperimente an PET/ZnSnO_x/ITO-Bilagen unter Verwendung eines Biegeradius von R=15 mm und a) 0,3 N und 3 N Vorspannung.

d) Zyklische Biegebelastung versus Leistungsfähigkeit der fertigen Solarzelle

In Zusammenarbeit mit dem Projektpartner FZ Jülich wurde die Leistungsfähigkeit von fertigen Solarzellen vor und nach zyklischer Biegebelastung untersucht und bewertet. Dazu wurde je eine Solarzelle zwischen zwei Folienstreifen geklebt, um die benötigte streifenförmige Probenform für die Biegeapparatur zu erhalten. Die elektrischen Parameter der hergestellten Solarzellen (Wirkungsgrad η , Leerlaufspannung V_{OC} , Füllfaktor FF und Kurzschlussstromdichte J_{SC}) wurden dazu jeweils vor und nach der Biegung gemessen. Das Verhältnis der jeweiligen Messwerte nach und vor erfolgter Biegebelastung ist in Abb. 17 für unterschiedliche Biegeradien R und Vorkräfte F_0 gezeigt. Die Versuche wurden in Absprache mit dem Projektpartner bei Raumtemperatur und bei einer betriebsrelevanten Temperatur von 50°C durchgeführt.

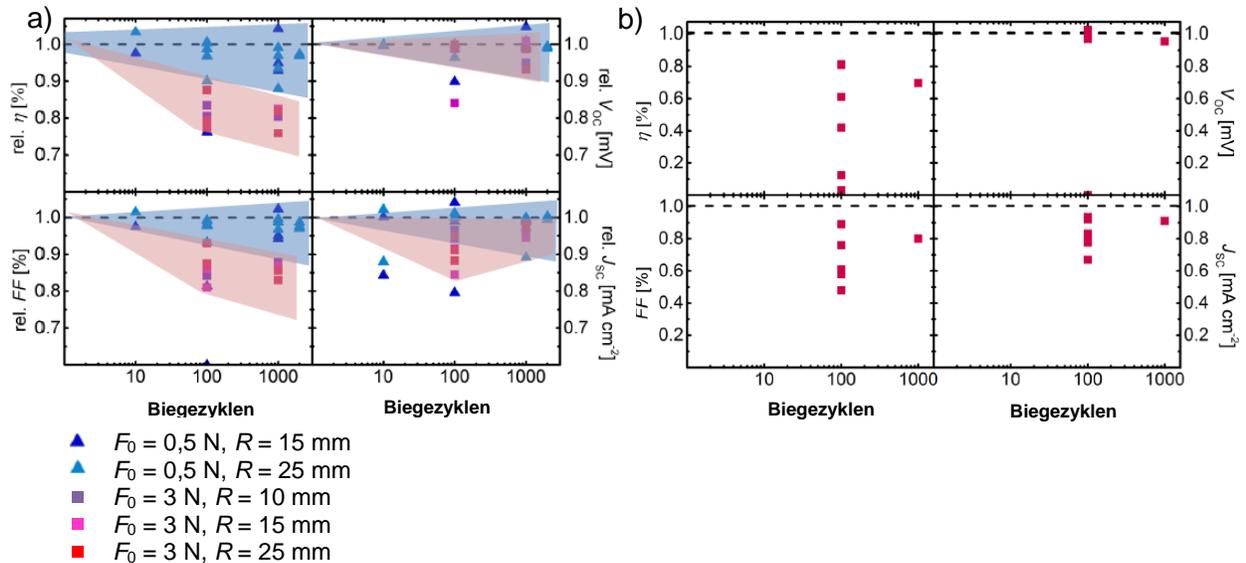


Abb. 17: Relative Änderung der Solarzellen-Kenngrößen (Wirkungsgrad η , Leerlaufspannung V_{OC} , Füllfaktor FF und Kurzschlussstromdichte J_{SC}) nach zyklischer Biegebelastung mit unterschiedlicher Zyklenzahl bezogen auf die Ausgangsperformance der Solarzelle. Die Biegebelastung erfolgte bei a) Raumtemperatur und b) 50°C.

Die Ergebnisse zeigen, dass nach Biegung der Solarzellen die Solarzellenparameter einer relativ breiten Streuung unterliegen. Besonders der Wirkungsgrad und der Füllfaktor werden infolge der Biegung über Radien im Bereich von 10 mm ... 25 mm und einer Vorspannkraft von 3 N deutlich verschlechtert. Die Biegung bei geringer Vorspannkraft von 0,5 N bei Raumtemperatur wirkt sich hingegen nicht signifikant auf die Solarzellenparameter aus. Der Biegeradius dagegen scheint im Vergleich zur Vorspannkraft eine untergeordnete Rolle zu spielen. Eine geringfügig erhöhte Versuchstemperatur (50°C) resultiert in einer noch stärkeren Streuung der Parameter und im Mittel einer deutlicheren Verschlechterung gegenüber der Belastung bei Raumtemperatur. Für den Rolle-zu-Rolle-Prozess sind daher die Verwendung einer möglichst geringen Vorspannkraft und eine geringe Umgebungstemperatur im Bereich der Umlenkrollen entscheidend für eine reproduzierbare Performance der dynamisch abgeschiedenen Solarzellen.

AP6: Schädigungsanalyse

a) Schichtversagens unter Zugbeanspruchung

Der Einsatz des Schichtversagens unter Zugbeanspruchung wurde für den Fall nicht-leitender Schichten durch Anwendung der Differenzbildtechnik in-situ Zugversuche unter dem Digitalmikroskop ermittelt. An leitfähigen Schichten dagegen erfolgte die Bestimmung der Risseinsatzdehnung zusätzlich über die Messung des elektrischen Widerstandes.

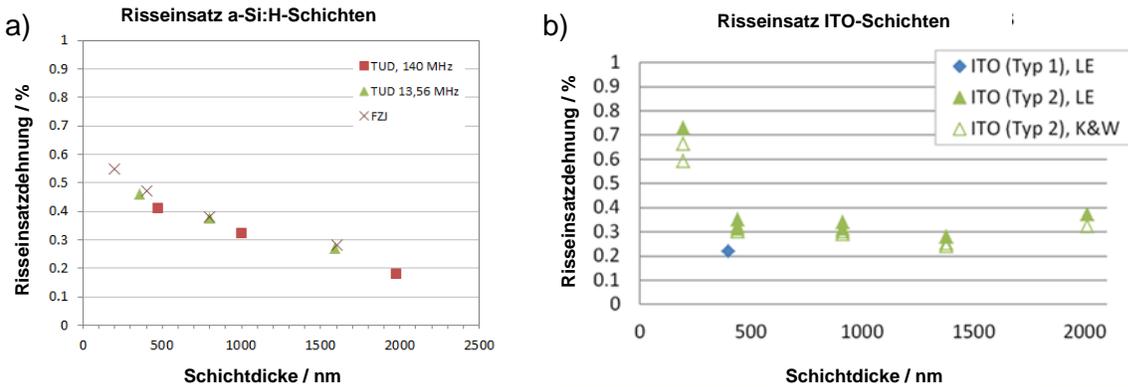


Abb. 18: Kritische Dehnungen für den Risseinsatz von a) a-Si:H-Schichten und b) ITO-Schichten unterschiedlicher Schichtdicke. Die Dehnungen der untersuchten a-Si:H-Schichten entsprechen der Gesamtdehnung ϵ_{gesamt} der Probe. Für kleine Dehnungen gilt $\epsilon_{\text{gesamt}} \approx \epsilon_{\text{homogen}}$.

Abb. 18 zeigt, dass die Risse in den untersuchten Schichten bereits bei sehr geringer Dehnung (makroskopisch noch im elastischen Dehnungsbereich) von unterhalb 1% entstehen. Dabei nimmt die kritische Rissdehnung erwartungsgemäß mit der Schichtdicke ab. Für a-Si:H-Schichten zeigt sich im Vergleich der Proben der Projektpartner TU Dresden und FZ Jülich kein signifikanter Unterschied, d.h. der Einfluss der unterschiedlichen Abscheidebedingungen auf die kritische Dehnung ist vernachlässigbar. Die Evolution des Rissmusters entspricht dabei qualitativ dem typischen Versagensschema spröder Schichten auf flexiblen Substraten: Nach Überschreiten einer kritischen Dehnung werden Risse in den Schichten initiiert, die erwartungsgemäß zunächst senkrecht zur Lastrichtung und in charakteristischen Abständen voneinander wachsen. Bei weiterer Dehnung nimmt zunächst die Rissdichte senkrecht zur Zugachse stetig zu. Mit steigender Querkontraktion setzt dann auch die Rissbildung parallel zur Zugachse ein (Abb. 19).

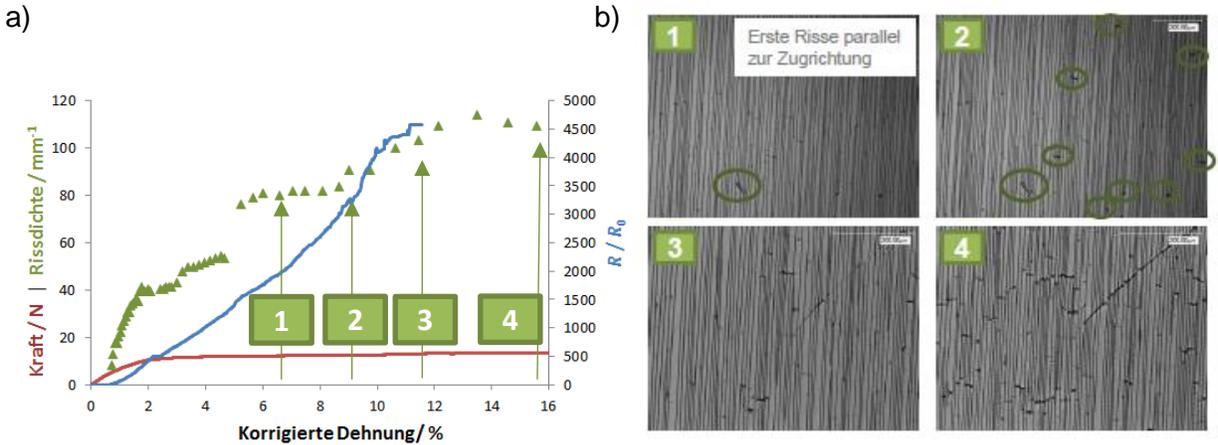


Abb. 19: a) Kraft-Dehnungs-Kurve einer 400 nm ITO-Schicht auf einer 25µm HB3-Folie. Ebenso dargestellt sind der Verlauf des elektrischen Widerstands und die Entwicklung der Rissdichte senkrecht zur Zugrichtung. b) Bei hohen plastischen Dehnungen ($\epsilon > 6\%$) entstehen infolge der Querkontraktion auch deutliche Risse parallel zur Zugrichtung. Bis zu sehr hohen Dehnungen (16%) wird keine Sättigungsrissdichte erreicht.

Für die Schädigungsmodellierung sowie die Ableitung von Grenzflächeneigenschaften wurden Rissdichteuntersuchungen an Einzelschicht-Substrat-Verbunden in Abhängigkeit von der Dehnung bei Raumtemperatur und 120°C durchgeführt (siehe beispielhaft Abb. 21). Eine Erhöhung der Temperatur von RT auf 120°C resultiert für ca. 400 nm dünne ITO-Schichten in einer deutlichen Reduktion der Risseinsatzdehnungen von ca. $\epsilon_{c(RT)} = 0.7\%$ auf $\epsilon_{c(120^\circ\text{C})} = 0,3-0,4\%$. Für eine ca. 400 nm dünne a-Si:H-Schicht wurde eine Verringerung der Risseinsatzdehnung von ca. $\epsilon_{c(RT)} = 0.47\%$ auf $\epsilon_{c(120^\circ\text{C})} = 0,2-0,3\%$ beobachtet. Die Temperaturabhängigkeit der Risseinsatzdehnung ist in der Literatur beschrieben als Differenz aus der intrinsischen Risseinsatzdehnung und der intrinsischen Dehnung [Waller2011]:

$\epsilon_c(T) = \epsilon_c^*(T) - \epsilon_i(T)$, wobei Zugspannungen positive und Druckspannungen negative Werte annehmen. Dabei geht die Temperaturabhängigkeit der intrinsischen Risseinsatzdehnung $\epsilon_c^*(T)$ in erster Linie auf die Temperaturabhängigkeit der Elastizitätsmoduln von Schicht und Substrat zurück. Wird der Substratmodul vernachlässigbar klein gegenüber dem E-Modul der Schicht (z.B. durch Erweichung des Polymers durch Erhitzen), divergiert die sogenannte elastische Kontrastfunktion g [Waller2011]. Da $\epsilon_c^*(T) \sim \frac{1}{\sqrt{g}}$ ist, resultiert dies wiederum in einer drastischen Verringerung der intrinsischen kritischen Dehnung. Die intrinsische Dehnung $\epsilon_i(T)$ der Schicht ergibt sich aus der Summe einer abscheidungsbedingten temperaturunabhängigen Schichtdehnung $\epsilon_{i,dep}$ und der Differenz der effektiven temperaturabhängigen thermischen Ausdehnungskoeffizienten:

$$\epsilon_i(T) = \int_{T_0}^T (\alpha_s(T) - \alpha_f) dT + \epsilon_{i,dep}, \text{ mit der Abscheidetemperatur } T_0.$$

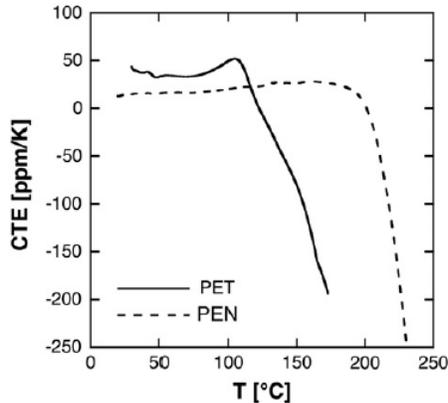


Abb. 20: Thermische Ausdehnungskoeffizienten von PET und PEN Substraten (entnommen von [Waller2011]).

Die Versuchstemperatur von 120°C liegt nahe der Abscheidetemperatur der a-Si:H-Schichten. Demzufolge geht die Reduktion der Risseinsatzdehnung hier im Wesentlichen auf die Erweichung des PET-Substrates zurück. Für die bei Raumtemperatur abgeschiedenen ITO-Schichten hingegen trägt zusätzlich $\epsilon_i(120^\circ\text{C})$ zur Reduktion der Risseinsatzdehnung bei. Wie anhand von Abb. 20 ersichtlich wird, ist der thermische Ausdehnungskoeffizient von PET im gesamten Temperaturbereich positiv und gleichzeitig ist $\alpha_{PET} > \alpha_{ITO}$. Daraus resultiert $\epsilon_i > 0$, was einer Zugdehnung entspricht. Die Verschiebung des Risseinsatzes zu geringeren Dehnungen bei erhöhter Versuchstemperatur kann somit sowohl für die bei Raumtemperatur abgeschiedenen oxydischen Schichten, also auch für die bei 125-140°C hergestellten a-Si:H-Schichten qualitativ gut mit bestehenden Modellen in der Literatur [Waller2011] erklärt werden.

Die Rissdichte nimmt nach dem Überschreiten der Risseinsatzspannung zunächst rasch zu, knickt aber etwa zeitgleich mit dem Übergang vom elastischen zum plastischen Bereich in der Spannungs-Dehnungs-Kurve ab. Auffällig ist, dass auch bei großen Dehnungen keine Sättigungsrissdichte beobachtet wurde (siehe beispielsweise Abb. 19a und Abb. 21). Eine erhöhte Versuchstemperatur resultiert in einer signifikanten Verringerung der Rissdichte in a-Si:H-Schichten (Abb. 21a). Nach erfolgtem Risseinsatz in der Schicht, erfolgt die Übertragung von Spannungen in die Schicht ausschließlich über die Grenzfläche zum Substrat. Der deutlich geringere E-Modul der Substratfolie bei 120°C resultiert in einem geringeren Spannungsniveau im Substrat und damit auch in der Schicht. In der Folge wird bei Temperaturerhöhung auch eine verringerte Rissdichte erwartet, was auch für die 400 nm dicke a-Si:H Schichten beobachtet wird.

Für ITO-Schichten wurde bei 120°C hingegen trotz deutlich geringerer Spannungen im Substrat eine ähnliche und teilweise sogar erhöhte Rissdichte verglichen mit der Raumtemperaturmessung beobachtet (Abb. 21b).

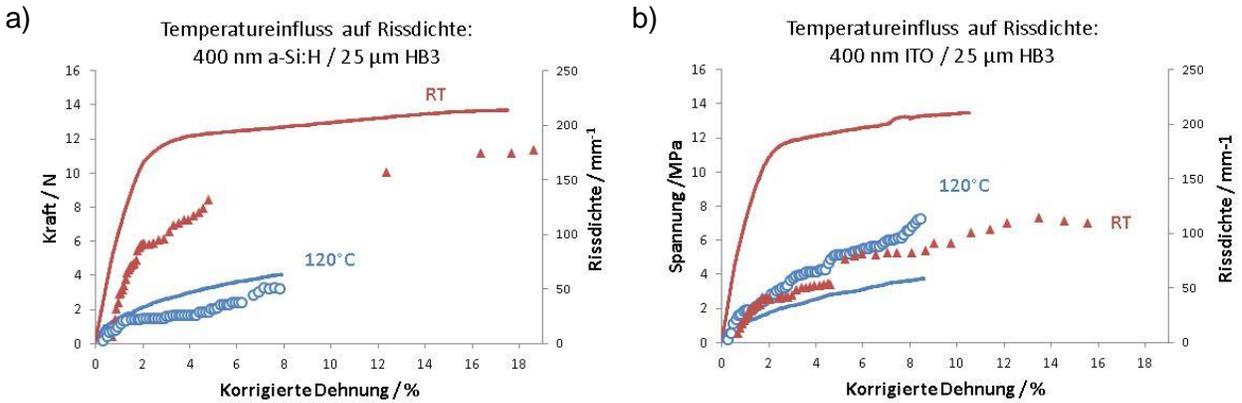


Abb. 21: Vergleich der Kraft-Dehnungs-Kurven sowie der ermittelten Rissdichte bei RT und 120°C für eine a) 400 nm a-Si:H-Schicht und b) eine 400 nm ITO-Schicht.

Ursache ist auch hier der zusätzliche intrinsische Zugdehnungsbeitrag $\epsilon_i(T)$ durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten von Substrat und Schicht und die Differenz zwischen Versuchs- und Abscheidetemperatur.

Anhand von FIB-Schnitten senkrecht zum Verlauf der Risse kann nachgewiesen werden, dass die an der Oberfläche beobachteten Risse sich parallel zur Oberflächennormalen über die gesamte Schichtdicke ausbreiten und darüber hinaus auch parallel zur Grenzfläche fortschreiten (Abb. 22a). Zusammen mit der Tatsache, dass kein äquidistantes Rissmuster und keine Sättigungsrissdichte beobachtet wird, bedeutet dies, dass die in der Literatur bekannten Modelle zur Beschreibung der im Rahmen des Projekts untersuchten Grenzflächen nicht geeignet sind [Taylor2012].

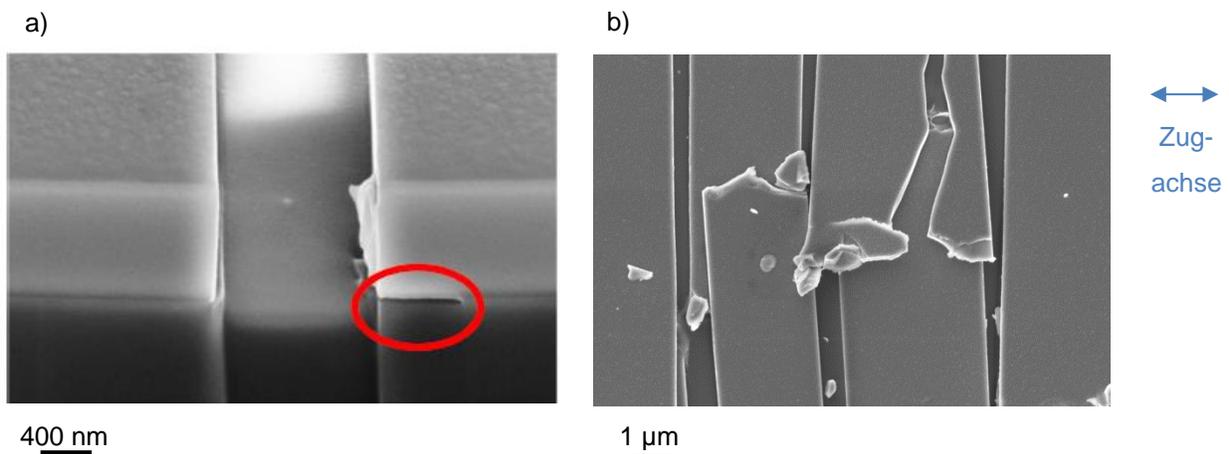


Abb. 22: FIB/REM Aufnahmen von a-Si:H-Schichten nach Überschreiten der Risseinsatzspannung und Rissbildung. a) Es ist ersichtlich, dass Risse bei großen Dehnungen (hier 6%) entlang der Grenzfläche zwischen Schicht und flexiblen Substrat fortschreiten (siehe Bereich in roter Markierung). b) Risse senkrecht und längs zur Zugrichtung bei 7% Dehnung einer 200 nm a-Si:H-Schicht.

Abb. 22b zeigt REM-Untersuchungen an einer a-Si:H-Schichtoberfläche bei 7% Dehnung. Es sind zu den Querrissen senkrecht zur Zugachse auch Risse parallel zur Zugachse erkennbar. Diese entstehen bei hohen Dehnungen durch zunehmende Druckspannungen infolge der Querkontraktion.

Um den Einfluss der Grenzflächen auf den Rissfortschritt senkrecht zur Schichtebene genauer zu untersuchen, wurden FIB-Schnitte und nachfolgende rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen an zahlreichen Zugproben angefertigt, die unterschiedlichen Belastungsniveaus ausgesetzt waren (d.h. der Zugversuch wurde bei unterschiedlichen Dehnungen abgebrochen). Eine Zusammenfassung der Ergebnisse ist in Abb. 23 zusammengestellt. Für Bilagen und Trilagen, die durch die Projektpartner FEP, TUD und FAP abgeschlossen wurden, ist anhand der Schichtstapelquerschnitte ersichtlich, dass bereits unmittelbar nach Überschreitung der Risseinsatzspannung sich die Risse bereits über alle Einzelschichten des jeweiligen Schichtstapels hinweg ausbreiten. Im Unterschied dazu sind in den Bilagen, die vom Projektpartner FZ Jülich zur Verfügung gestellt wurden, die Risse im a-Si:H gegenüber der ITO-Schicht leicht versetzt. Die kann dadurch erklärt werden, dass bei diesen Bilagen zunächst die kritische Spannung (Risseinsatzspannung) der spröderen und dickere a-Si:H Schicht überschritten wird und zunächst Risse sich nur in dieser Schicht parallel zur Oberflächennormalen ausbreiten. Erst bei weiterer Dehnung versagt auch die darunterliegende ITO-Schicht, vermutlich entlang einer nahe dem Riss liegenden Korngrenze. Es ist kein Rissfortschritt entlang der a-Si:H-ITO-Grenzfläche erkennbar. Die beobachteten Unterschiede bei der Rissentstehung in Schichtsystemen der unterschiedlichen Partner lassen mehrere Erklärungsansätze zu: (i) Die Schichten gleichen Materials aber unterschiedlicher Herstellung unterscheiden sich maßgeblich in ihren Eigenschaften und folglich in der Risseinsatzspannung. Damit unterscheiden sie sich auch in ihren Grenzflächeneigenschaften zwischen benachbarten Schichten. Im Falle von a-Si:H konnten jedoch keine signifikanten Unterschiede in den Eigenschaften der Schichten der zwei Projektpartner TUD und FZ Jülich beobachtet werden. (ii) Die ITO-Schichten des FZ Jülich lassen im Rasterelektronenmikroskop eine deutliche Kornstruktur (mit Korngrößen im Bereich der Schichtdicke) erkennen. Dass die Körner sich über die gesamte Schichtdicke erstrecken, deutet auf ein kolumnares Kornwachstum hin. Der Korndurchmesser liegt im Bereich des ausgemessenen Versatzes (ca. 100 nm) zwischen dem Riss in der a-Si:H-Schicht und dem in der darunter liegenden ITO-Schicht. In der am FEP abgeschiedenen ITO-Schicht sind keine Körner erkennbar.

Eine weitere mögliche Ursache für das unterschiedliche Versagen der zwei Bilagensysteme von den Partnern FEP/TU bzw. FZ Jülich liegt demzufolge in der Kristallisation der amorphen ITO-

Schichten während der a-Si:H-Abscheidung bei Temperaturen um 140°C. Die a-Si:H-Abscheidungsrate liegt bei ca. 0,7 nm / s beim Projektpartner TUD und bei nur ca. 0,2 nm / s für die Schichten vom FZ Jülich. Bei gleicher a-Si:H-Schichtdicke im Bilagensystem erfahren die durch das FZ Jülich hergestellten Proben demzufolge eine deutlich längere Temperung bei erhöhter Temperatur, was das Fortschreiten des Kristallisationsprozesses begünstigt und folglich zu einem höheren Anteil kristalliner Bereiche führt.

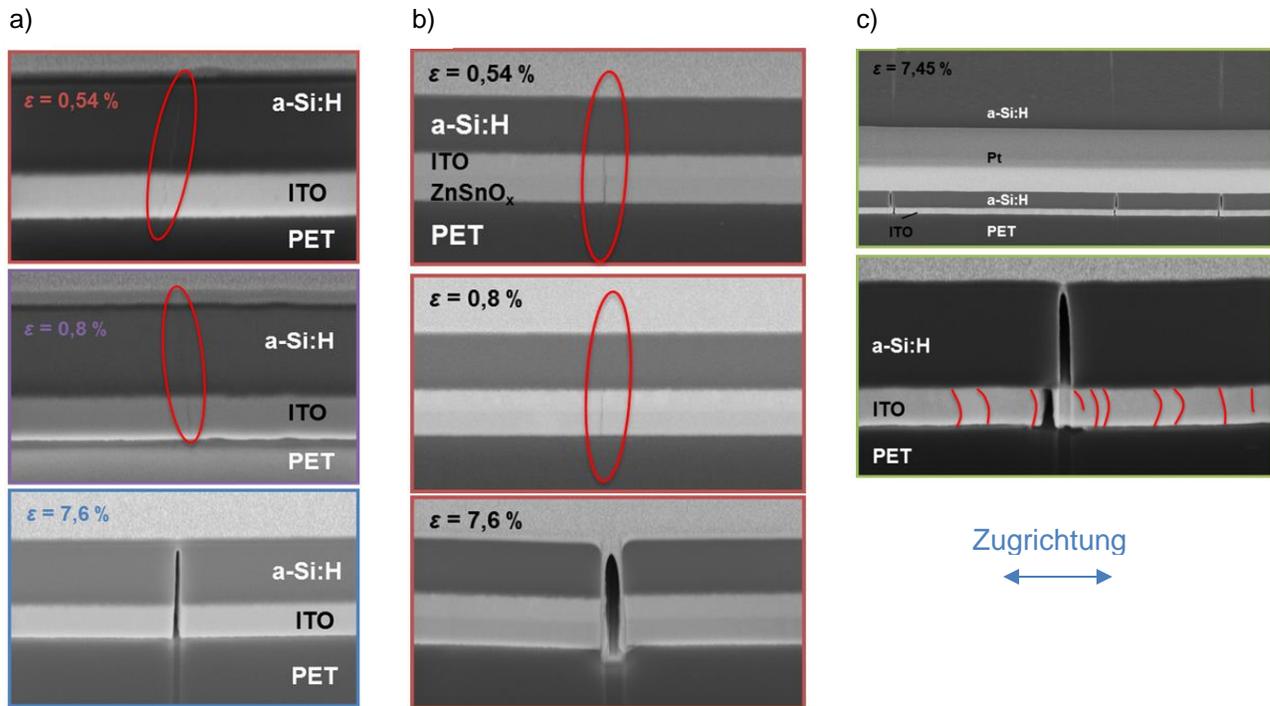


Abb. 23: Beispiele für Grenzflächenuntersuchungen an Zugproben, die über die kritische Risseinsatzdehnung hinaus auf Zug belastet wurden, Schichtsysteme: a) 25µm PET / 215 nm ITO / 435 nm a-Si:H (FEP/TUD/FAP) ; b) 25µm PET / 180 nm ZnSnO_x / 205 nm ITO / 400 nm a-Si:H (FEP/TUD/FAP) und c) 25µm PET / 205 nm ITO / 540 nm a-Si:H (FZ Jülich). Zur besseren Sichtbarkeit sind ausgewählte Risse bzw. Korngrenzen rot markiert.

Abb. 24 stellt typische Kraft-Dehnungs-Kurven für ITO(ca. 200 nm) / a-Si:H(ca. 400 nm)-Bilagen der Partner FEP/TUD/FAP und FZ Jülich gegenüber. Der Risseinsatz in den Schichten geht mit einem Abknicken der Kraft-Dehnungskurven einher. Die von den Partnern FEP/TUD/FAP hergestellten Bi- und Trilagen versagen über alle Schichten hinweg versagen, sobald die Schicht mit der geringsten Risseinsatzdehnung. Die Kraft-Dehnungskurve der Bilagen des FZ Jülich zeigt trotz des unterschiedlichen Rissverlaufs über den Schichtquerschnitt ebenso wie die Kraft-Dehnungskurve der FEP/TUD/FAP-Probe nur einen Knick (Anstiegsänderung) im linear-elastischen Bereich. Die Hypothese, dass die einzelnen Schichten der Jülicher Bilagen aufgrund der Kornstruktur und Grenzflächenbeschaffenheit getrennt und nacheinander

versagen, kann durch die makroskopische Spannungs-Dehnungs-Messung nicht untermauert werden.

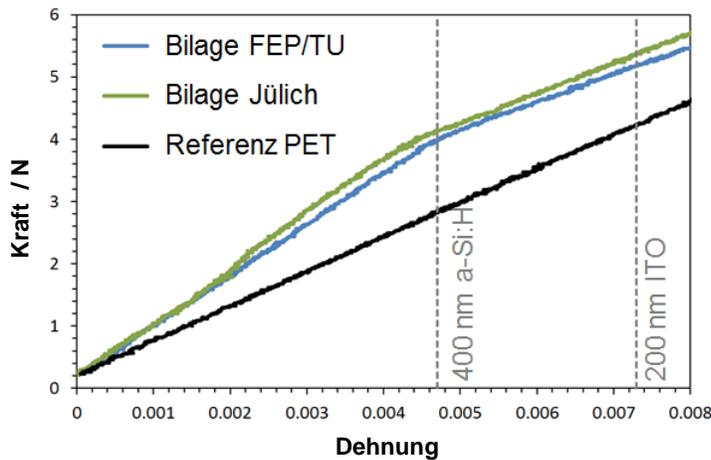


Abb. 24: Typische Kraft-Dehnungskurven für ITO(ca. 200 nm) / a-Si:H(ca. 400 nm)-Bilagen der Projektpartner FEP/TUD/FAP und FZ Jülich sowie einer 25 μm PET-Referenzprobe nach der Schichtablösung. Zum Vergleich sind außerdem die kritischen Risseinsatzdehnungen der entsprechenden Einzelschichten (FZ Jülich) gestrichelt gekennzeichnet.

b) Schädigung infolge von Biegebelastung

Sowohl an 400 nm dicken a-Si:H-Einzelschichten und a-Si:H(400 nm)/ ITO(165 nm)/ ZnSnOx(210 nm)-Trilagensystemen auf 125 μm Melinex-Substratfolien als auch an der kompletten Solarzelle des Partners FZ Jülich wurden zyklische Biegebelastungsexperimente (Temperaturbereich: $\text{RT} \leq T \leq 120^\circ\text{C}$, Biegeradien: 10, 15, 20 und 25 mm, Vorkräfte: $0,3 \text{ N} \leq F_0 \leq 3 \text{ N}$) durchgeführt. Dabei hat sich gezeigt, dass der Schichtverbund kaum auf konkave Biegung (d.h. Schichtseite im Kontakt mit der Oberfläche der Biegerolle) belastbar ist und bereits die einmalige Biegung über einen Radius $\leq 25 \text{ mm}$ zu einer teilweisen Ablösung der Schichten führt (siehe Abb. 25).

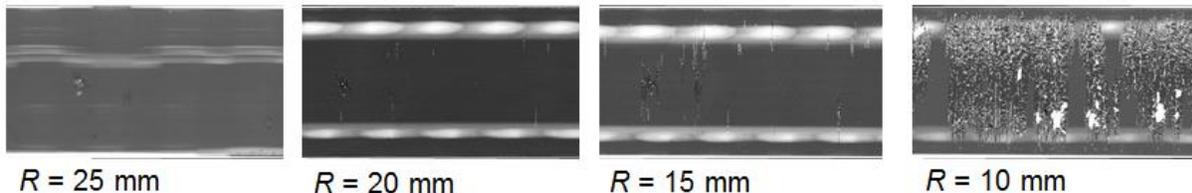


Abb. 25: Schichtdelamination an Bandproben nach konkaver Biegung mit unterschiedlichen Biegeradien. Die hellen Streifen parallel zur Längsachse der Bandproben sind Reflexionen durch die Wölbung der beschichteten Substrate.

Obwohl nach konvexer Biegung (d.h. Substratfolienseite im Kontakt mit der Oberfläche der Biegerolle) von a-Si:H-Einzelschichten auf 125 μm Melinex-Substraten auch bei erhöhten Temperaturen keine sichtbaren Schädigungen (Risse, Ausplatzungen) der Proben auftraten,

wurden in rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen kettenförmige Anordnungen von Partikeln auf der a-Si:H-Oberfläche mit einer Vorzugsorientierung der Partikelketten parallel zur Vorspannungsrichtung beobachtet. Diese Partikel können bereits nach der Abscheidung, d.h. vor der Biegung der a-Si:H-Schichten auf der Probenoberfläche in mehr oder weniger regelloser Anordnung nachgewiesen werden. Von Seiten des Projektpartners TUD wird vermutet, dass diese aufgrund des Ausgasens der Foliensubstrate während der Schichtherstellung entstehen.

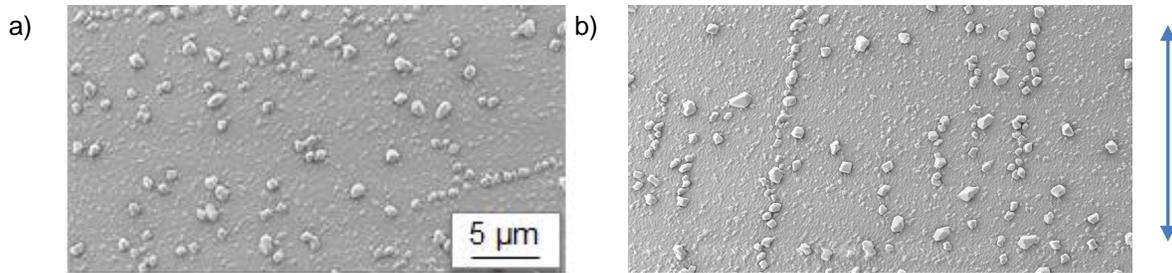


Abb. 26: REM-Aufnahme von der Oberfläche einer 400 nm dicken a-Si:H-Schicht auf 125 µm PET a) vor und b) nach zyklischer ($N = 3459$) konvexer Biegung bei 120°C und einer Vorspannung von $\sigma_0 = 1,3$ MPa über einen Biegeradius von 25 mm. Der eingezeichnete Pfeil kennzeichnet die Richtung der parallel zur Bandachse angelegten konstanten Vorspannung.

c) Versagen während der Herstellung

Neben der Untersuchung von Schichtversagen unter definierten thermo-mechanischen Belastungssituationen wurde das Versagen von ITO/a-Si:H-Bilagen auf flexiblen 25µm HB3 PET-Substraten im Zuge der Abscheidung untersucht. Die Herstellung der Proben für die oben beschriebenen Belastungsexperimente erforderte eine Beschichtung der Substratfolien nach deren Zuschnitt mit Hilfe des beschriebenen Stanzwerkzeugs. Während die Herstellung von Einzelschichten auf 25 µm HB3-Foliensubstraten problemlos möglich war und auch die Abscheidung der Mehrlagenschichtsysteme auf Substratfolien, die in einem Rahmen eingespannt waren rissfrei möglich war, ging die Herstellung von Bilagen aus ITO und a-Si:H auf planar fixierten Zugproben mit einer unerwarteten Rissbildung während der Beschichtung einher. Diese Schädigungen wurden im REM und mit Hilfe von FIB-Schnitten untersucht (Abb. 27).

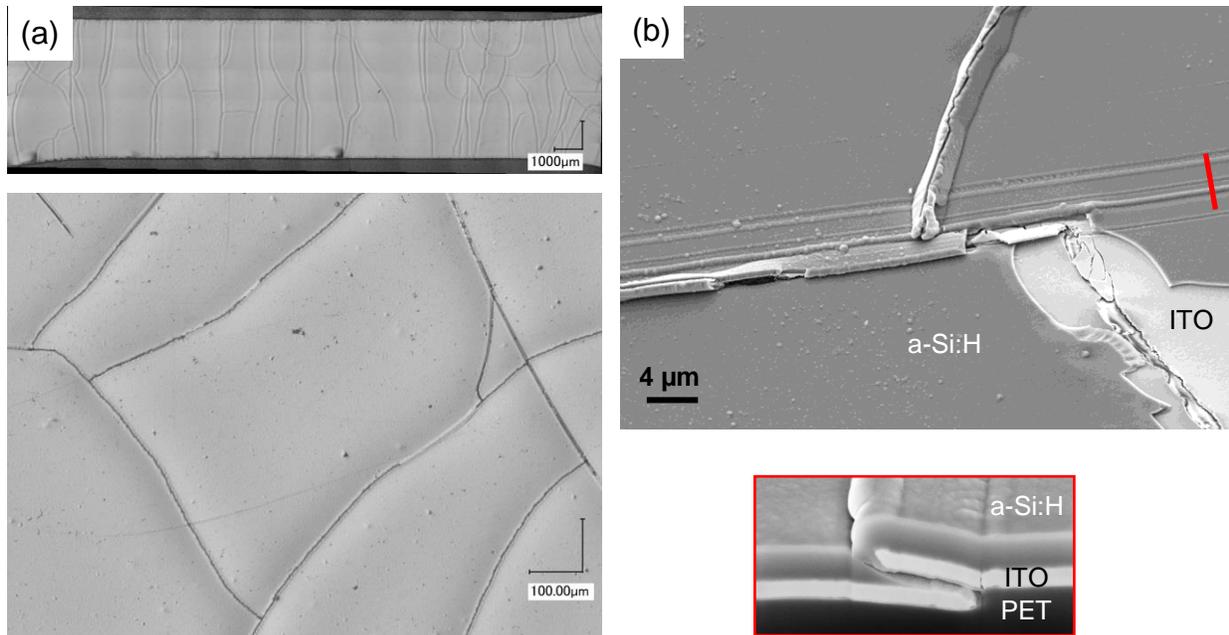


Abb. 27:a) Risse nach der Herstellung von Zugproben (Bilage aus ITO und a-Si:H auf 25 μm PET durch die Projektpartner FEP/TUD/FAP). b) REM-Detailaufnahme aus a) und FIB-Schnitt (rot umrandet) an der entsprechend gekennzeichneten Probenstelle im Bild b).

Um den Einfluss der Probenfixierung auf die Schädigung der Schicht zu untersuchen, wurden HB3- und eine temperaturkompensierte Melinex ST504 Substratfolien untersucht, die während der Beschichtung a) über eine Adhäsionsschicht planar fixiert sind und b) nur über Kapton-Tape an den Probenrändern befestigt sind und sich frei wölben können. Es hat sich gezeigt, dass die thermische Ausdehnung während der Beschichtung der Grund für das Schichtversagen der planar fixierten Substratfolien ist. Wird der ITO-PET-Verbund erhitzt, dehnt er sich stark aus und resultiert in Zugspannungen innerhalb der ITO-Schicht. Durch die planare Fixierung ist eine Spannungsrelaxation durch Wölbung des Schicht-Substrat-Verbunds nicht möglich. Anstelle der herkömmlichen Probenpräparation (planare Fixierung der Proben auf Glasträgerplatten) wurden für die Schichtherstellung im weiteren Projektverlauf die gestanzten Foliensubstrate auf einem Melinex-Träger mit aufgeschleuderter Adhäsionsschicht befestigt. Im Gegensatz zu den Steifen Glasträgern können sich Trägerfolien während der Erwärmung zum Abbau von Spannungen wölben. Infolgedessen konnte das thermische Versagen der Schichten während der Beschichtung mit Mehrlagensystemen für die Zugexperimente vermieden werden. Begleitend wurde mit Hilfe die Evolution von Schichtspannungen während eines typischen Temperaturzyklus numerisch simuliert, um das Schichtversagen bei der Abscheidung von ITO/a-Si:H-Bilagen genauer zu untersuchen (siehe AP4).

AP7: In situ REM-Experimente

Experimente, bei denen beschichtete Substratfolien in-situ im REM einer Zugbeanspruchung unterzogen wurden, haben gezeigt, dass aufgrund der hohen Tiefenschärfe bei der rasterelektronenmikroskopischen Abbildung und die damit verbundenen Probleme der Detektion submikroskopischer Anrisse auf isolierenden Substratfolien eine präzise Bestimmung des Risseinsatzes problematisch ist. Außerdem ist bei der für die scharfe Abbildung der Kornstruktur notwendigen Vergrößerung der Bildausschnitt innerhalb des homogenen Dehnbereichs der Proben zu klein, um die nach statistischen Gesichtspunkten lokal einsetzende Rissbildung bei moderaten Dehnungen zu detektieren. Des weiteren bewegt sich die Probenoberfläche als Folge der Verformung aus dem Fokus, was nicht schnell genug nachjustiert werden kann. Aus diesen Gründen wurden weitere in-situ Experimente unter lichtmikroskopischer Beobachtung unter Verwendung eines Digitalmikroskops der Firma Keyence durchgeführt (siehe Abb. 28), was bei geeigneter Beleuchtung zu wesentlich besseren Resultaten führte.



Abb. 28: Mit dem Keyence VHX-Lichtmikroskop gekoppeltes Zug-Druckmodul mit symmetrischer Probenauslenkung . Das Detail zeigt einen Teil des Zug-Druckmoduls mit eingespannter Probe des skalierten Probentyps 1B.

Mit Hilfe dieses experimentellen Aufbaus konnte die Rissbildung bereits bei Erreichen der Risseinsatzdehnung im Durchlichtmodus und unter Einsatz der Differenzbildtechnik sichtbar gemacht werden. Bei der Differenzbildtechnik wird von dem zu einem Zeitpunkt t_i aufgenommenen Bild der Probenoberfläche das zuvor aufgenommene Bild vom Zeitpunkt t_{i-1} von der gleichen Probenstelle abgezogen. Der Vorteil dieser Methode ist, dass topografische Bildinformation sowie Helligkeits- und Fokusschwankungen bei hinreichend kleinen Aufnahmeintervallen in dem Differenzbild nicht sichtbar sind. Hingegen sind die ansonsten schwer sichtbaren feinsten Anrisse gut detektierbar. Die so gewonnenen Ergebnisse (kritische

Rissdehnungen, Entwicklung der Rissdichte) der in-Situ Zugexperimente wurden unter AP6 zusammengefasst.

AP8: Schädigungsmodell

Die Schädigungsmodellierung erfolgte in direktem Zusammenhang mit der Auswertung der Messergebnisse der oben beschriebenen Arbeitspakete.

Für spröde Schichten auf flexiblen Substraten existieren in der Literatur einige Modellansätze (z.B. [Jansson2006]), anhand derer sich die Grenzflächenscherfestigkeit, als Maß für die Güte einer Grenzfläche, aus der Rissdichte ableiten lässt. Jedoch konnte anhand von FIB-Schnitten senkrecht zu entstandenen Rissflanken gezeigt werden, dass in den vorliegenden Fällen Risse auch parallel zur Grenzfläche fortschreiten können. Zusammen mit der Tatsache, dass kein äquidistantes Rissmuster und keine ausgesprochene Sättigungsrissdichte beobachtet wurde, bedeutet diese Beobachtung, dass die bekannten Modelle nicht zur vollständigen Beschreibung der im Rahmen des Projekts untersuchten Grenzflächen geeignet sind. Damit konnten unsere Arbeiten jüngste Zweifel, ob sich die vorhandenen Modelle universell für spröde Schichten auf flexiblen Polymersubstraten eignen [Taylor2012], sowie den dringenden Bedarf an adäquaten Modellen bestätigen.

Ein generalisiertes Modell zum Versagen und zur submikroskopischen Schädigung der Einzelschichten auf Foliensubstraten sowie der kompletten Solarzelle kann aufgrund der starken Abhängigkeit von den individuellen Abscheidebedingungen und den daraus resultierenden Schichteigenschaften nicht erstellt werden. Wie oben dargestellt, wurden jedoch einzelne Aspekte der Schichtschädigung systematisch untersucht.

AP9: Publikationstätigkeit / Abschlussbericht

Die Zwischenergebnisse der im Teilprojekt durchgeführten Untersuchungen wurden halbjährlich in den Projektmeetings für Projektpartner aufbereitet und präsentiert sowie in Zwischenberichten umfassend dokumentiert. Zudem wurden die jeweiligen Ergebnisse in Form von zwei Konferenzbeiträgen publiziert, eine weitere Publikation für eine referierte Zeitschrift ist in Bearbeitung und wird voraussichtlich Ende April eingereicht (siehe II.6).

2. Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

a) Geräte über 500 €

Erweiterung Zug-Druck-Modul (2998,80 €)

Die Untersuchung des mechanischen Verhaltens von flexiblen Substratfolien und Schicht-Substratfolie-Verbunden erfordert die hochpräzise Messung sehr kleiner Kräfte unterhalb von 50 N. Zu diesem Zweck wurde entsprechend der Teilvorhabensbeschreibung das vorhandene Zug-Druck-Modul der Firma Kammrath&Weiß mit zwei Präzessions-Miniatur-Kraftsensoren (20 N- und 50 N- Messdosen) der Firma Burster an die Messerfordernisse angepasst. Außerdem wurden diese Messdosen an einer zweiten Anlage (kommerzielle Instron-Prüfmaschine) unter Verwendung eines geeigneten Adapters eingesetzt.

Ermüdungsapparatur (7052,61 €)

Um die Belastbarkeit von beschichteten flexiblen Bändern unter möglichst prozessnahen Bedingungen (unterschiedliche Biegeradien, erhöhte Temperaturen, variable aber konstante Vorspannkraft während der Biegung) untersuchen zu können, wurde im Bereich Forschungstechnik/Werkstatt des IFW gemäß der Teilvorhabensbeschreibung eine Ermüdungs- bzw. Biegeapparatur entwickelt und gefertigt. Die Gesamtkosten ergeben sich aus folgenden Positionen:

Rundstäbe (Ermüdungsapparatur)	389.58 €
Trespa-Platten (Ermüdungsapparatur)	1,604.03 €
Vollstäbe (Ermüdungsapparatur)	1,902.38 €
Halteflansch, Magn. Konstantkraftfeder (Ermüdungsapparatur)	183.16 €
Messverstärker-Modul für DMS (Ermüdungsapparatur)	303.80 €
Servomotor (Ermüdungsapparatur)	1,424.62 €
Säulengestell (Ermüdungsapparatur)	400.43 €
Kupplungszapfen, Aufnahmefutter (Ermüdungsapparatur)	205.37 €
Mikroprozessionsregler (Ermüdungsapparatur)	520.27 €
USB-12bit-Mini-Messlabor (Ermüdungsapparatur)	151.46 €
Aluminiumguss-Gehäuse (Ermüdungsapparatur)	148.63 €
Aufnahmefutter (Ermüdungsapparatur) Gutschrift	-181.12 €

Stanzwerkzeug für Probenherstellung für Ermüdungsapparatur (1240,00 €)

Um eine minimale statistische Absicherung der Messdaten und folglich eine hinreichend hohe Probenzahl und deren reproduzierbare Herstellung zu gewährleisten beispielsweise durch Ausschluss des Fehlereinflusses durch eine unzureichende Kantenqualität der Proben, wurde

im Bereich Forschungstechnik/Werkstatt des IFW e-in geeignetes Stanzwerkzeug zur Herstellung von Foliensubstratproben nach DIN für die Ermüdungsapparatur und das Zug-Druck-Modul (s.o.) entwickelt und im Haus gefertigt. Dazu waren Kaufteile notwendig.

Matrize, Stempel (Ermüdungsapparatur)	1,240.00 €
---------------------------------------	------------

b) Verbrauchsmaterial über 500 €

Platin Reservoir-Wechsel	1,925.00
Tantalblech Kaltgewalzt	1,770.57
Düsen, Druckerverbrauchsteile, SIJ Standard nozzles	1,510.00

Das Platinreservoir (anteilige Finanzierung) war notwendig, um die sog. Schutzriegel in-situ in der FIB Workstation deponieren und die FIB-Querschnitte ausführen zu können. Das Tantalblech wurde für den Aufbau des Temperraums der Ermüdungsapparatur benötigt. Die Druckerdüsen waren für die Herstellung der REM-Proben erforderlich. Es erfolgte eine partielle Abdeckung mit einem leitfähigen Polymerlack, um die elektrische Aufladung der isolierenden Proben zu verhindern.

c) Reisekosten:

Teilnahme an Tagungen (6098,66 €):

Für die Publikation der eigenen Ergebnisse auf Tagungen bzw. Konferenzen wurden zwei Posterbeiträge auf der europaweit bedeutendsten Solarzellen-Konferenz (IEEE PVSEC) präsentiert.

Von der in der Teilvorhabensbeschreibung geplanten Teilnahme an der Jahrestagung der DPG 2013, dem Stress Workshop 2014 und dem MRS Spring Meeting 2015 wurde zugunsten der Teilnahme an den ebenso geplanten Solarzellen-Konferenzen abgesehen. Die Teilnahme an der IEEE PVSEC wurde sowohl mit den Projektpartnern als auch dem Projektträger abgesprochen.

Teilnahme an Meetings bei Projektpartnern (399,40 €):

Gemäß der Teilvorhabensbeschreibung erfolgte die Teilnahme an den halbjährlichen Meetings aller Projektpartner, wobei für das Treffen beim Partner FZ Jülich Kosten für Anfahrt und Hotel anfielen.

Die Gesamtreisekosten verteilen sich wie folgt:

28th EU PV Conference, 29.09.-04.10.13, Paris (1 Person)	2185,58 €
29th EU PV Conference, 21.-26.09.14, Amsterdam (2 Personen)	3913,08 €
FlexSol Rev.-Meeting, FZ Jülich, 14.-15.05.14 (3 Personen)	399,40 €

3. Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Wie unter den Punkten 1. und 2. aufgeschlüsselt wurde, wurden die Arbeiten gemäß dem Arbeitsplan in der Teilvorhabensbeschreibung durchgeführt und die finanziellen Mittel dementsprechend eingesetzt. Die im Verlauf des Teilprojekts erhaltenen Ergebnisse sind dem finanziellen Aufwand angemessen und am Ziel des Gesamtprojekts ausgerichtet.

4. Voraussichtlicher Nutzen und Verwertbarkeit der Ergebnisse

Erklärtes Ziel des Gesamtvorhabens war die umfangreiche Weiterentwicklung von a/nc-Silizium basierten Foliensolarzellen auf der Basis eines hochdynamischen Rolle-zu-Rolle-Verfahrens. Das Teilvorhaben war überwiegend auf dem Gebiet der anwendungsorientierten Forschung angesiedelt. Die direkte Nutzung der Untersuchungsergebnisse erfolgte unmittelbar durch die am Verbundprojekt beteiligten Partner auf dem Gebiet der Technologie- bzw. Bauelementeentwicklung. Durch eine enge Vernetzung der Projektpartner wurde dabei der gesamte Bereich der notwendigen Entwicklungsaktivitäten inklusive der Materialentwicklung und Schädigungsanalyse (Wertschöpfungskette) auf dem Gebiet der flexiblen Dünnschichtsolarzelle bzw. des Rolle-zu-Rolle-Herstellungsprozesses abgedeckt. Die Verwertung der Ergebnisse des Teilvorhabens erfolgte gemäß der Zielstellung des Vorhabens bereits während der Projektlaufzeit (kontinuierlicher Rückfluss an die Projektpartner während der gesamten Laufzeit und durch Austausch während der Projektmeetings). Es wurden materialkundliche Fragestellungen und technologische Aspekte der Prozessführung für den Rolle-zu-Rolle-Prozess für die Einzelschicht-Substratfolie-Verbunde sowie die komplette Dünnschichtsolarzelle untersucht, Informationen über die zu erwartende Zuverlässigkeit und Lebensdauer der hergestellten Verbunde gewonnen und als notwendige Voraussetzung für eine erfolgreiche Entwicklungskette zur Verfügung gestellt. Dabei sind die oben dargestellten Ergebnisse zur Belastbarkeit der untersuchten Schichtsysteme substantiell und einmalig sowohl in ihrem Umfang und Systematik als auch ihrer direkten Übertragbarkeit auf die Rolle-zu-Rolle-Prozessführung einmalig. Es konnten zahlreiche Parameter (z.B. temperaturabhängige maximale Vorspannkraft und kritische Rollendurchmesser) und Empfehlungen für einen

optimierten Rolle-zu-Rolle-Prozess abgeleitet werden und in die Auslegung einer solchen Anlage durch den Projektpartner FHR direkt einfließen.

Die im Rahmen des Teilprojekts erzielten Ergebnisse, beispielsweise die ermittelten mechanischen Dünnschichtparameter leisten ferner einen essentiellen Beitrag für die Aufstellung einer umfassenden Dünnschichtdatenbank für künftige FEM-Simulationen beispielsweise zur Vorhersage der Eigenschaften und Lebensdauern von realen Dünnschichtsolarzellen. Hier ist die Kenntnis der dickenabhängigen Einzelschichtparameter für den jeweiligen Herstellungsprozess (Korrelation mit dem Schichtgefügeeigenschaften) eine wichtige Voraussetzung zur Vorhersagbarkeit und Beurteilung ihres thermischen und mechanischen Verformungsverhaltens.

Das im Teilprojekt gewonnene Know-how und die ermittelten Daten stehen für weitere oder vergleichbare Arbeiten auf dem Gebiet folienbasierter Mikrotechnologien als eine der künftigen, kostengünstigen Schlüsseltechnologien zur Verfügung. Damit wurde im internationalen Vergleich auch die Position der Projektpartner im Wissenschaftsranking insgesamt gestärkt.

5. Fortschritt auf dem Gebiet des Teilvorhabens bei anderen Stellen

Signifikante methodische Fortschritte an anderen Stellen auf dem Gebiet der Charakterisierung des mechanischen Verhaltens von flexiblen anorganischen Solarzellen oder von elektronischen Baugruppen (flexible Elektronik) oder allgemein von dünnen Schichten bzw. Schichtsystemen auf flexiblen Substratfolien während der Projektlaufzeit sind uns nicht bekannt.

Allerdings wird in der Literatur zunehmend der Zusammenhang der Solarzellenparameter mit der mechanischen Belastungssituation erkannt und ist Gegenstand von Untersuchungen. So berichteten Liu und Kelly sowie Kim *et al.* über einen nur geringfügig sinkenden Wirkungsgrad von Perowskit-Solarzellen (auf ITO/PET- bzw. ITO/PEN Substraten) nach Biegung über einen Stab bzw. auf einem Verschiebetisch im Low-Cycle-Bereich (bis max. 1000 Zyklen) über Radien zwischen 1,5 mm und 400 mm [Liu2014, Kim2015]. Azar *et al.* entwickelten einen Versuchsaufbau zur gleichzeitigen Charakterisierung des elektrischen Widerstandes und wellenlängenabhängigen Transmission von transparenten Leitern (z.B. ITO) unter Zugbeanspruchung [Azar2015]. Sie konnten beispielsweise zeigen, dass die Transparenz von ITO für das Sonnenlichtspektrum von ca. 0,8 auf die Hälfte sinkt bei einer Dehnung von 0,25. Ferner wurde das mechanische Verhalten und Versagen von diversen dünnen Schichten für Anwendungen in flexiblen optoelektronischen Bauteilen von anderen Gruppen mit ähnlichen Methoden untersucht (z.B. [Mohammed2015]).

6. Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen

Die im Teilprojekt erzielten Ergebnisse wurden bisher in Form von zwei Konferenzbeiträgen (Posterbeiträge) publiziert:

S.B. Menzel, E. Brachmann, C. Hengst, A. Winkler, T. Gemming, C. Strobel, M. Albert, M. Fahland: Mechanical testing of thin film p-i-n silicon solar cells on flexible polymer substrates. 28. EU PVSEC, Paris (2013), 3.CV.1.34

C. Hengst, S. Menzel, E. Brachmann, T. Gemming, V. Smirnov, B. Leszynska, D. Fischer, M. Albert, N. Prager: Mechanical degradation study of thin film p-i-n silicon solar cells on PET under thermo-mechanical load. 29. EU PVSEC, Amsterdam (2014), 3.CV.1.24

Eine weitere Veröffentlichung mit dem Titel „Mechanical properties of ZTO, ITO and a-Si:H multilayer films for flexible a-Si:H based solar cells“ ist aktuell noch in der Fertigstellung und wird bis Ende April bei Thin Solid Films eingereicht.

III. ERFOLGSKONTROLLBERICHT

Ein kurzgefasster Erfolgskontrollbericht liegt diesem Abschlussbericht in der Anlage gesondert bei.

IV. LITERATUR

[Azar2015] A.D. Azar *et al.*, Instrument for evaluating the electrical resistance and wavelength-resolved transparency of stretchable electronics during strain. *Rev. Sci. Instrum.* **86** (2015) S. 013901

[Blakers2009] A.W. Blakers und T. Armour, Flexible silicon solar cells. *Sol. Energ. Mat. Sol. C.* **93**, 2009, S. 1440

[DIN527] Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 1: Allgemeine Grundsätze (ISO 527-1:2012); Deutsche Fassung EN ISO 527-1:2012

[Fahnline1991] D.E. Fahnline *et al.*, *J. Vac. Sci. Technol. A* **9**, 1991, S. 2483

[Freund2004] L.B. Freund and S. Suresh: *Thin Film Materials*. Cambridge University Press (2004), S.96, reference therein: Tencor Instruments, Film Stress Applications Note 3

[Jansson2006] N.E. Jansson, Y. Leterrier, L. Medico, J.-A.E. Manson: Calculation of adhesive and cohesive fracture toughness of a thin brittle coating on a polymer substrate. *Thin Solid Films* **515** (2006), S. 2097

[Kim2015] B.J. Kim *et al.*, Highly efficient and bending durable perovskite solar cells : toward a wearable power source. *Energy Environ. Sci.* **8**, 2015, S. 916

[Liu2014] D. Liu und T.L. Kelly, Perovskite solar cells with a planar heterojunction structure prepared using room-temperature solution processing techniques. *Nat. Photonics* **8**, 2014, S. 133-138

[Lv2012] Z. Lv *et al.*, Highly efficient and completely flexible fiber-shaped dye-sensitized solar cell based on TiO₂ nanotube array. *Nanoscale* **4**, 2012, S. 1248

[Masters1993] C.B. Masters und N.J. Salamon, Geometrically nonlinear stress-deflection relations for thin film/substrate systems. *Int. J. Engng. Sci.* **31**, 1993, S. 915

[Mohammed2015] D.W. Mohammed *et al.*, Mechanical properties of amorphous indium-gallium-zinc-oxide thin films on compliant substrates for flexible optoelectronic devices. *Thin Solid Films* **594**, 2015, S. 197

[Schubert2006] M.B. Schubert und J. H. Werner, Flexible solar cells for clothing. *Mater. Today* **9**, 2006, S. 42-50

[Taylor2012] A.A. Taylor *et al.*, On the limits of the interfacial yield model for fragmentation testing of brittle films on polymer substrates. *Philos. Mag.* **92**, 2012, S. 3363

[Vink1995] T. Vink *et al.*, On the homogeneity of sputter-deposited ITO films part i. stress and microstructure. *Thin Solid Films* **266**, 1995, S. 145-151

[Waller2011] J.H. Waller *et al.*, Modelling the effect of temperature on crack onset strain of brittle coatings on polymer substrates. *Thin Solid Films* **519**, 2011, S. 4249-4255

[Yoon2008] J. Yoon *et al.*, Ultrathin silicon solar microcells for semitransparent, mechanically flexible and microconcentrator module designs. *Nat. Mater.* **7**, 2008, S.907-915

Berichtsblatt

1. ISBN oder ISSN geplant	2. Berichtsart (Schlussbericht oder Veröffentlichung) Schlussbericht
3. Titel Entwicklung und Untersuchung der Beschichtung von Folienbändern mit Kontakten, Barrieren und Solarzellen – Belastungs- und Zuverlässigkeitsuntersuchungen	
4. Autor(en) [Name(n), Vorname(n)] Dr. Menzel, Siegfried Dr. Hengst, Claudia	5. Abschlussdatum des Vorhabens September 2015
	6. Veröffentlichungsdatum -
	7. Form der Publikation -
8. Durchführende Institution(en) (Name, Adresse) Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Helmholtzstraße 20 01069 Dresden	9. Ber. Nr. Durchführende Institution
	10. Förderkennzeichen 0325442E
	11. Seitenzahl 41
12. Fördernde Institution (Name, Adresse) Bundesministerium für Wirtschaft und Energie (BMWi) 53107 Bonn	13. Literaturangaben 16
	14. Tabellen 2
	15. Abbildungen 28
16. Zusätzliche Angaben -	
17. Vorgelegt bei (Titel, Ort, Datum) -	
18. Kurzfassung Silizium basierte Dünnschichtsolarzellen auf flexiblen Substraten sind eine vielversprechende Alternative für zukünftige Photovoltaikanwendungen. Sie können in großen Stückzahlen im Rolle-zu-Rolle-Verfahren auf großen Flächen und unter Verwendung von sehr kostengünstigen Polymersubstraten und bei niedrigen Temperaturen hergestellt werden. Das Ziel des Teilvorhabens „Belastungs- und Zuverlässigkeitsuntersuchungen“ waren experimentelle und theoretische Untersuchungen zum statischen bzw. dynamischen Belastungsverhalten von relevanten, flexiblen Schicht-Substratfolie-Verbunden bzw. Solarzellen-Substratfolie-Verbunden bei Raumtemperatur sowie bei erhöhten, prozessrelevanten Temperaturen bis 140°C. Ein Arbeitsschwerpunkt waren dabei zyklische Biegebelastungsexperimente unter Verwendung einer unikalen, im Projektverlauf entwickelten Biegeapparatur, um die kritischen Biegeparameter (kritische Zyklenzahl bis zum Ausfall durch Rissbildung, kritische Biegeradien und Temperatur- bzw. Dehnungsobergrenzen) und damit Lebensdauern solcher Schicht-Substratfolie-Verbunde abschätzen zu können. Wichtige, das thermo-mechanische Verhalten des Verbundes bestimmende Dünnschichteigenschaften, wie die Schichtmorphologie, der Elastizitätsmodul, die intrinsischen Schichtspannungen sowie die Schichtlastspannungen wurden für Einzelschichten der Materialien a-Si:H, InSnO _x (ITO) und ZnSnO _x (ZTO) sowie für Mehrlagensysteme der Dünnschichtsolarzelle auf flexiblen Polyethylenterephthalat (PET)-Substratfolien umfassend untersucht und in Abhängigkeit der bei der Herstellung verwendeten Prozessparameter und Schichtparameter (Schichtdicke, Material etc.) diskutiert. Des weiteren wurden das statische und zyklische Belastungsverhalten (einachsige Zugbelastung, Biegebelastung) relevanter Schicht-Substratfolie-Verbunde sowie von kompletten Solarzellen untersucht. Damit konnte ein signifikanter Beitrag zum Verständnis des Verhaltens und der Performance von flexiblen Einzelschicht- bzw. Schichtstapel-Substratfolie-Verbunde und der kompletter Solarzellverbunde unter thermisch-mechanischer Belastung für Anwendungen beispielsweise auf gekrümmten Oberflächen geleistet werden. Diese Erkenntnisse sind von herausragender Bedeutung für flexible Dünnschichtsolarzellen auf Polymersubstraten und waren aus der Literatur bislang nicht bekannt. Darüber hinaus flossen die Ergebnisse des Teilprojekts ein in die Arbeiten der Projektpartner des Verbundprojekts beispielsweise in Form der Formulierung kritischen Prozessparameter (z.B. kritische Vorspannkraft, kritische Biegeradien, Art der Folieneinspannung und Folienführung) und die Anlagendimensionierung für den Rolle-zu-Rolle-Herstellungsprozesses.	
19. Schlagwörter Dünnschichtsolarzelle, amorphes Silizium, ITO, ZTO, Zugversuch, zyklische Biegebelastung, Risseinsatzdehnung, Schichtspannungen	
20. Verlag -	21. Preis -

Document Control Sheet

1. ISBN or ISSN planned	2. type of document (e.g. report, publication) Final report
3. title Development und Investigation of the deposition of contact and barrier layers and solar cells on flexible polymer film tapes – Investigations of the behavior and reliability under mechanical load	
4. author(s) (family name, first name(s)) Dr. Menzel, Siegfried Dr. Hengst, Claudia	5. end of project September 2015
	6. publication date -
	7. form of publication -
8. performing organization(s) (name, address) Leibniz Institute for Solid State and Materials Research Dresden Helmholtzstrasse 20 01069 Dresden	9. originator's report no.
	10. reference no. 0325442E
	11. no. of pages 41
12. sponsoring agency (name, address) Bundesministerium für Wirtschaft und Energie (BMWi) 53107 Bonn	13. no. of references 16
	14. no. of tables 2
	15. no. of figures 28
16. supplementary notes -	
17. presented at (title, place, date) -	
18. abstract Silicon based thin film solar cells on flexible substrates are a promising alternatives for future photovoltaic applications. They can be produced at low temperatures and in large quantities on low-cost large area polymer substrates using a roll-to-roll technology. The main goal of the subproject "Investigations of the behavior and reliability under mechanical load" were experimental and theoretical investigations of the behavior of flexible composites under static and dynamic mechanical load. The performance of relevant flexible thin film-polymer substrate-composites as well as solar cell- polymer substrate-composites was studied at room temperature and at elevated temperatures up to 140°C that are relevant for the deposition of solar cells. A major part of the work focused on cyclic bending load experiments using a novel and unique test device for the determination of critical bending parameter (critical number of cycles until failure by crack initiation, critical bending radii, maximum temperature load and pre-strain) and for the estimation of the lifetime of such film-polymer substrate-composites. Important thin film properties that determine the thermo-mechanical behavior, e.g. the film morphology, the Young's modulus, the intrinsic film stress and film stress under load were studied for single films and multilayers of a-Si:H, InSnO _x (ITO) und ZnSnO _x (ZTO) on flexible Polyethylenterephthalate (PET) substrates. The results were discussed with respect to the process parameters during deposition and thin film parameters (film thickness, material etc.). Furthermore, the behavior under static and dynamic load (uniaxial tensile load and bending load) was investigated for relevant film-substrate-composites and for the whole solar cell stack. The results of these investigations significantly contribute to the understanding of the behavior and the performance of flexible thin film solar cell composites under thermo-mechanical load for the application, e.g. on curved surfaces. As similar works are not known from literature, the findings are of particular relevance for flexible thin film solar cells on polymer substrates. Apart from this, the results of the sub project, e.g. the formulation of critical process parameters (critical pre-strain, critical bending radius, manner of tape guidance) significantly contributed to the research and development of the other project partners, for example the design of a roll-to-roll-deposition tool.	
19. keywords Thin film solar cell, amorphous silicon, ITO, ZTO, tensile test, cyclic bending test, crack onset strain, film stress	
20. publisher	21. price