

Berufspraktikum bei der InnovationLab GmbH in Heidelberg

Lena Kuske
Betreuer: Eric Mankel

01.09. - 30.11.2013



Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	2
2	Das Innovation Lab	2
3	Mein Tätigkeitsbereich	2
3.1	Perovskite und ihre Eigenschaften	3
3.2	Untersuchungsmethoden	3

1 Einleitung

Ich habe das Berufspraktikum über die Technische Universität Darmstadt bei der InnovationLab GmbH (iL) in Heidelberg absolviert. Dort habe ich drei Monate in der Analysegruppe gelernt und gearbeitet.

2 Das Innovation Lab

Die InnovationLab GmbH ist eine Forschungs- und Transferplattform von Wissenschaft und Wirtschaft, die von den Universitäten Heidelberg und Mannheim, sowie dem Karlsruher Institut für Technologie und den Unternehmen BASF SE, Merck KGaA, Heidelberger Druckmaschinen AG und SAP AG getragen wird.

Hier forschen Studenten/innen, Doktoranden/innen, Professoren/innen und wissenschaftliche MitarbeiterInnen verschiedener Unis zusammen mit den Unternehmen disziplinübergreifend an der Zukunftstechnologie Organische Elektronik.

3 Mein Tätigkeitsbereich

Ich habe mich im Zuge des Praktikums mit Perowskit-Materialien und deren elektronischen Eigenschaften beschäftigt. Das Praktikum galt der Vorbereitung für die Bachelorarbeit, die ich auch am iL schreiben werde. Durch das Praktikum hatte ich die Möglichkeit, mich mit dem Themengebiet, den Maschinen und den Messmethoden vertraut zu machen und das Labor kennen zu lernen. Im iL gibt es ein Reinlabor, d.h. ein Labor, in dem die Luft einen bestimmten Wert an Verunreinigung durch Partikel nicht überschreitet. Dieses Labor darf man nur nach einer Einweisung und in dafür vorgesehener Reinraum-Kleidung betreten, mit Handschuhen und Haarnetz, damit die Atmosphäre so rein wie möglich bleibt.

In einem Teil des Labors steht eine Vakuumanlage mit drei Verteilern, einer angeschlossenen Glovebox, mehreren Verdampfungs- und Analysekkammern. Hier kann man z.B. Schichten im Vakuum aufdampfen und in situ, d.h. ohne, dass sie an Luft kommen, vermessen.

Am Anfang des Praktikums habe ich sehr viel gelesen; über Solarzellen, pn-Übergänge, Halbleiter und viel über Perowskit-Materialien und ihre Eigenschaften. Im Laufe der drei Monate habe ich oft Mitarbeiter ins Labor begleitet und ihnen zugeguckt, wenn sie Schichten aufdampften und z.B. mit UV- oder Röntgenstrahlung untersucht haben. Mir wurde viel über die Vakuumanlage erklärt und wie man Proben durch die einzelnen Kammern transferiert, was wichtig ist,

wenn man Kammern belüften muss, wie man sie wieder korrekt abpumpt und wie die Flansche ordnungsgemäß geschraubt werden, sodass sie wirklich dicht sind. Im Büro habe ich die Programme zum Auswerten der Messungen kennen gelernt und erklärt bekommen.

Kurz: ich habe alles gelernt, was wichtig ist für die Bachelorarbeit!

3.1 Perovskite und ihre Eigenschaften

Perovskite sind kristalline organische Materialien. Sie weisen photoelektronische Eigenschaften auf, die sie für den Bau von Solarzellen interessant machen. Ihrer Funktionsweise als Halbleiter sind bis jetzt noch nicht in allen Details geklärt. Forschungsgruppen bauen zur Zeit Perovskit-Zellen mit Wirkungsgraden von über 10 %, was für organische Solarzellen sehr hoch ist.

1839 wurde in Russland der erste natürlich vorkommende Perovskit entdeckt, inzwischen sind über 100 bekannt. Verbaut in Solarzellen, werden sie seit den 1990er Jahren untersucht, wobei sich in den letzten Jahren ein zunehmendes Interesse entwickelt hat. Dieses Interesse gilt zum einen den hohen Wirkungsgraden und zum anderen der billigen Produktion der fast perfekten Kristalle.

Die verwendeten Perovskite bestehen aus einer Methylammoniumgruppe, einem Blei- und drei Halogenatomen (Iod, Chlor) $CH_3NH_3PbX_3$. Teilweise dotiert man Methylammoniumbleiodid auch mit Chlor, was zu folgender Summenformel führt $CH_3NH_3PbI_{x-3}Cl_x$.

3.2 Untersuchungsmethoden

Beim Bau von z.B. Solarzellen oder OLEDs ist es wichtig, die einzelnen Schichten unabhängig voneinander und auch ihre Grenzflächen untersuchen zu können. Wie verändern sich die elektronischen Eigenschaften? Wie verschiebt sich das Fermi-niveau? Welche Dicke hat eine Schicht und wie setzt sie sich zusammen? Zur Klärung dieser Fragen gibt es verschiedene Methoden. Eine davon ist die Untersuchung mit Röntgenstrahlen.

Die sogenannte XPS (Röntgenphotoelektronenspektroskopie, siehe Abbildung 1) beruht auf dem äußeren Photoeffekt und dient sowohl der quantitativen Untersuchung der Probe, also welcher Stoff liegt vor und in welchem stöchiometrischen Verhältnis, als auch der Schichtdickenbestimmung.

Durch das Beschießen der Probe mit Röntgenstrahlen werden die Elektronen aus der Metall- oder Halbleiteroberfläche herausgelöst und als Funktion ihrer kinetischen Energie aufgetragen. Auf Grund des Energieerhaltungssatzes kann aus der kinetischen Energie auf die Bindungsenergie im Molekül geschlossen werden, d.h. man weiß aus welchem Orbital das Elektron kam und kann so auf Elemente und deren Bindungen im Molekül schließen. Bei einer typischen Messung wird zunächst ein gröber aufgelöstes Übersichtsspektrum aufgezeichnet und dann, je

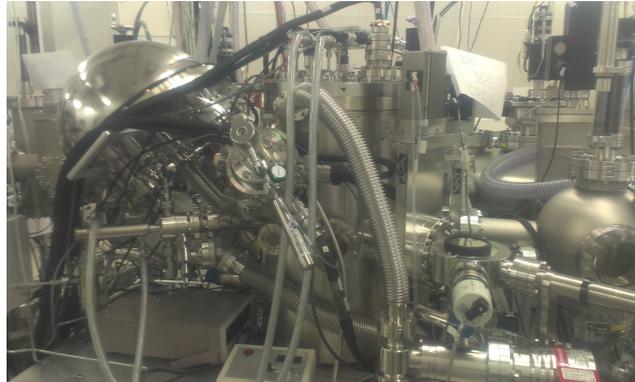


Abbildung 1: XPS im Clustertool an der Inovation Lab GmbH in Heidelberg

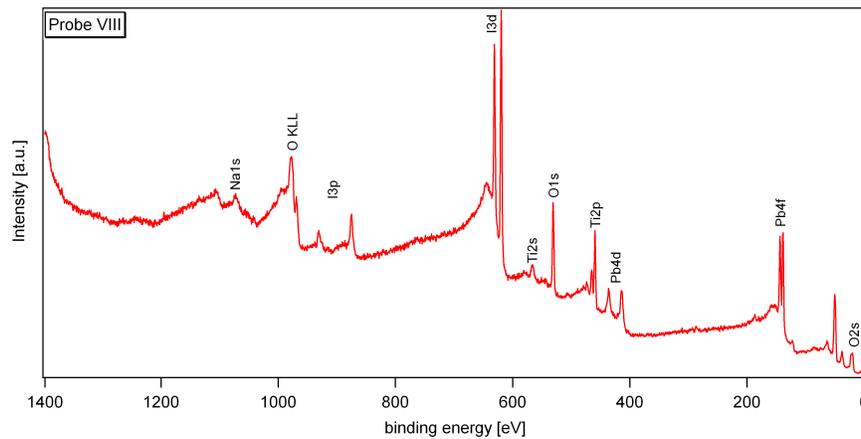


Abbildung 2: Übersichtsspektrum der Probe VIII, Perowskit $CH_3NH_3PbI_3$

nach vorliegender Probe, Einzelspektren zu bestimmten Elementen erstellt. Bei diesen Einzelspektren wird der betrachtete Energiebereich verkleinert, sodass man genauere Spektren von den entscheidenden Energiewerten bekommt. Im Folgenden sind zwei Übersichtsspektren aufgetragen, die ich während meines Praktikums aufgezeichnet habe. Wir haben versucht Perowskit-Solarzellen zu bauen, was leider nicht so funktioniert hat, wie wir uns das vorgestellt haben. Die einzelnen Schichten wurden flüssig prozessiert, wobei das verwendete Lösungsmittel anscheinend nicht geeignet war. An den Spektren kann man sehr gut sehen, dass Probe VIII eindeutig aus dem Perowskitmaterial besteht (siehe Abbildung 2), während bei der Probe IV der Perowskit durch das Auftragen der Lochleiterschicht weggespült wurde (siehe Abbildung 3).

In dem Spektrum für die Probe VIII (siehe Abbildung 2) sieht man deutlich alle

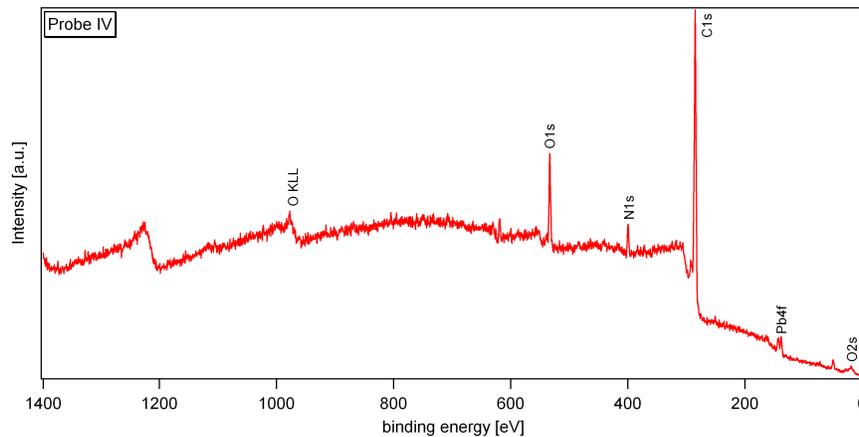


Abbildung 3: Übersichtsspektrum der Probe IV, Perowskitmaterial wurde zu großen Teilen durch das Auftragen des Lochleiters (spiro-MeOTAD) weggespült

Piecks für die Elemente, die in dem Perowskit vorkommen.

Für die Probe IV sieht das Spektrum anders aus. Hier wurde in gleicher Weise der Perowskit aufgetragen und anschließend die Lochleiterschicht ebenfalls flüssig durch Spinncoating aufgetragen. Bei diesem Prozess scheint das Lösemittel des Lochleiters den Perowskiten weggespült zu haben. In dem Spektrum ist zwar sehr viel Kohlenstoff, Sauerstoff und Stickstoff zu sehen, allerdings fehlen die charakteristischen Linien für Iod und die für Blei sind nur sehr schwach.

Wenn man das Spektrum weiter auswertet, kann man die genaue stöchiometrische Zusammensetzung der Materialien über die Intensität der Piecks berechnen. Hierzu wird der Untergrund der Kurve abgezogen und integriert.

Durch das Auswerten der Verschiebung der Piecks hin zu höheren/schwächeren Bindungsenergien kann noch genaueres über die Art der Bindung ausgesagt werden. Um die exakte Verschiebung berechnen zu können, muss man einen Referenzwert haben. Hierzu wird eine reine Silberprobe gemessen. Für die Werte der markanten Douplet-Linie für die 3p-Elektronen gibt es Literaturwerte. Die relative Verschiebung zu diesen Literaturwerten entspricht der relativen Verschiebung aller Spektren, die unter gleichen Bedingungen gemessen wurden.

Insgesamt bin ich mit meinem Praktikum, auch wenn ich vor allem am Anfang nicht viel selber machen konnte und eher passiv dabei war, sehr zufrieden! Ich habe in den drei Monaten sehr viel Zeit gehabt mich in das Thema für meine Bachelorarbeit einzuarbeiten, aktuelle Paper zu lesen und die Messmethoden kennen zu lernen, ohne unter Zeitdruck zu stehen, und fühle mich jetzt sicher im Umgang mit der Anlage und bestens vorbereitet für die Bachelorarbeit.