Schlussbericht

der Forschungsstelle(n)

1 von 3, NaMLab gGmbH

zu dem über die

im Rahmen des Programms zur
Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF)

vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie
aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

geförderten Vorhaben **17131 BR**

Ausbildung von transparenten Wasser- und Sauerstoffbarriereschichten auf temperaturempfindlichen Substraten geeignet zur Verkapselung von organischen Leuchtdioden und organischen Solarzellen

(Bewilligungszeitraum: 01.05.2011 - 30.04.2014)

der AiF-Forschungsvereinigung

Dünne Schichten

Dresden, 08.08.2014
Ort, Datum

Dr. Uwe Schröder
Name und Unterschrift des/der Projektleiter(s)
an der/den Forschungsstelle(n)

Gefördert durch:

Bundesministerium
für Wirtschaft
und Technologie

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

0910

Schlussbericht

der Forschungsstelle(n)

2 von 3, Forschungsinstitut für Leder und Kunststoffbahnen

zu dem über die

im Rahmen des Programms zur
Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF)

vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie
aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

geförderten Vorhaben **17131 BR**

Ausbildung von transparenten Wasser- und Sauerstoffbarriereschichten auf temperaturempfindlichen Substraten geeignet zur Verkapselung von organischen Leuchtdioden und organischen Solarzellen

(Bewilligungszeitraum: 01.05.2011 - 30.04.2014)

der AiF-Forschungsvereinigung

Dünne Schichten

Freiberg, 06.08.2014	F. Junghans
Ort, Datum	Dr. Frauke Junghans
	Name und Unterschrift des/der Projektleiter(s) an der/den Forschungsstelle(n)

Gefördert durch:

Bundesministerium
für Wirtschaft
und Technologie

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

0910

Schlussbericht

der Forschungsstelle(n)

3 von 3, Institut für Halbleiter- und Mikrosystemtechnik, TU Dresden

zu dem über die

im Rahmen des Programms zur
Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF)

vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie
aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

geförderten Vorhaben **17131 BR**

Ausbildung von transparenten Wasser- und Sauerstoffbarriereschichten auf temperaturempfindlichen Substraten geeignet zur Verkapselung von organischen Leuchtdioden und organischen Solarzellen

(Bewilligungszeitraum: 01.05.2011 - 30.04.2014)

der AiF-Forschungsvereinigung

Dünne Schichten

Dresden, 08.08.2014
Ort, Datum

Dr. Matthias Albert
Name und Unterschrift des/der Projektleiter(s)
an der/den Forschungsstelle(n)

Gefördert durch:

Bundesministerium
für Wirtschaft
und Technologie

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

0910

NaMLab gGmbH
Nöthnitzer Strasse 64
01187 Dresden
Telefon (0351) 2124990-00
Telefax (0351) 2124900
info@namlab.com
www.namlab.com

Forschungsinstitut für Leder
und Kunststoffbahnen gGmbH
Meißner Ring 1-5
09599 Freiberg
Telefon (03731) 366-0
Telefax (03731) 366-130
mailbox@filkfreiberg.de
www.filkfreiberg.de

TU Dresden, Fakultät Elektro-
technik und Informationstechnik,
Institut für Halbleiter- und Mikro-
systemtechnik, Mierdel-Bau
Nöthnitzer Straße 64
01187 Dresden
Telefon (0351) 463 35468
Telefax (0351) 463 37172
Johann.bartha@tu-dresden.de
www.ihm.tu-dresden.de

Ausbildung von transparenten Wasser- und Sauerstoff-Barriereschichten auf temperaturempfindlichen flexiblen Substraten zur Verkapselung von organischen Leuchtdioden

Projektträger/Auftraggeber	: BMWi
Registrier-Nr. Schlussbericht	: 17131 BR
für die Zeit vom	: 01.05.2011 bis 30.04.2014
Abschluss des Vorhabens am	: 30.04.2014

Dresden, den 30.04.2014

Prof. Dr. T. Mikolajick
Institutsdirektor

Dr. Uwe Schröder
Projektverantwortlicher

Prof. Dr. M. Stoll
Institutsdirektor

Dr. Frauke Junghans
Projektverantwortliche

Prof. Dr. J. W. Bartha
Institutsdirektor

Dr. Matthias Albert
Projektverantwortlicher

Inhaltsverzeichnis

1 Zusammenfassung ... 3
2 Einleitung und Motivation ... 4
3 Zielstellungen ... 5
3.1 Wissenschaftlich-technische Zielstellung ... 5
3.2 Wirtschaftliche Zielstellung ... 6
4 Durchführung der Untersuchungen ... 6
4.1 Materialbeschaffung ... 6
4.2 Atomic Layer Deposition (ALD) ... 7
4.3 Plasmaprozesse ... 11
4.4 Bestimmung der Barriereeigenschaften mittels Kalziumtest ... 12
4.5 Schichtcharakterisierung ... 16
5 Ergebnisse ... 20
5.1 Charakterisierungen der Polymerfolien ... 20
5.1.1 Dynamische Differenzkalorimetrie ... 20
5.1.2 Thermische Stabilität der Folien ... 22
5.1.3 Folientransparenz ... 25
5.1.4 Quellverhalten der Folien in Lösungsmittel ... 25
5.1.5 Biegesteifigkeit ... 26
5.1.6 Statische Deformation ... 27
5.2 Charakterisierung der Diffusionsbarrieren ... 29
5.2.1 Der elektrische und optische Ca-Testaufbau und dessen Optimierung ... 29
5.2.2 Einfluss von Temperatur und Feuchtigkeit auf die Barrierewirkung ... 33
5.3 CVD- und PVD-Abscheidung im Niederdruck ... 33
5.3.1 Plasmareinigung der Polymerfolien ... 33
5.3.2 Herstellung von Barriereschichten ... 37
5.4 ALD-Einzelschicht-Barrieren ... 49
5.4.1 Wechselwirkungen zwischen ALD-Prozess und Foliensubstraten ... 49
5.4.2 Initiales Schichtwachstum bei der ALD von Al_2O_3 aus TMA und Ozon ... 51
5.4.3 Einzelschicht-Barrieren aus Al_2O_3 ... 52
5.4.4 Einzelschicht-Barrieren aus HfO_2 ... 56
5.5 ALD-Multischicht-Barrieresysteme ... 59
5.5.1 Charakterisierung von Wachstum und Aufbau der Laminate ... 59
5.5.2 Al-O/Ti-O-Dünnschichtlaminate ... 60
6 Zusammenfassung der Ergebnisse ... 66
7 Bewertung der Ergebnisse hinsichtlich Zielstellung ... 67
8 Wirtschaftliche Bedeutung der Forschungsergebnisse ... 67
9 Beabsichtigter Transfer der Forschungsergebnisse ... 68
9.1 Veröffentlichungen ... 71
9.2 Patente ... 73
10 Erläuterung der Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit ... 73
11 Förderhinweis ... 74
12 Literaturverzeichnis ... 75

1 Zusammenfassung

Im vorliegenden Projekt arbeiteten die NaMLab gGmbH, das Forschungsinstitut für Leder und Kunststoffbahnen gGmbH, und das Institut für Halbleiter- und Mikrosystemtechnik der TU Dresden gemeinsam an transparenten Wasser- und Sauerstoff-Barriereschichten auf temperaturempfindlichen Substraten zur Verkapselung von organischen Leuchtdioden. Das Hauptziel war eine Barriereentwicklung mit Wasser Diffusionswerten im Bereich von 10^{-6} g Wasser pro m^2 und Tag.

Aus den umfangreichen Datenmengen konnten folgende Ergebnisse erzielt werden:

- Alle Arbeitspakete wurden erfolgreich bearbeitet und abgeschlossen.
- Im Vergleich der Foliensubstrate stellte sich die planarisierte PEN Folie als bestes Foliensubstrat für Diffusionsbarrieren heraus.
- Beste Wasser Diffusionsbarriere Werte (WVTR) wurden mit Al_2O_3/TiO_2 Nanolaminaten sowohl auf Teststrukturen als auch auf industriell gefertigten OLEDs der Firma Novaled erreicht. Hierbei konnte die Barriere direkt auf den Teststrukturen bzw. OLEDs oder zunächst auf Folien abgeschieden werden, die zu einem späteren Zeitpunkt auf den OLEDs verklebt wurden.
- Grundsätzlich ergaben sich beste Barriere Werte für Al_2O_3/TiO_2 Nanolaminate gegenüber reinen Al_2O_3 oder TiO_2 Einzelschichten. Durch eine Verbesserung im Versuchsaufbau zur Bestimmung der WVTR Werte konnten zum Ende des Projektes beste WVTR Werte für reine Al_2O_3 gemessen werden. Dieser Versuchsaufbau wurde noch nicht an Nanolaminaten eingesetzt.
- Die Lebensdauer von organischen Leuchtdioden konnte durch den Einsatz von Diffusionsbarrieren auf mindestens 10000h erhöht werden. Während dieser Untersuchung an Luft wurde keine Degradation und keine Entstehung von Defekten beobachtet. Dieses Verhalten konnte sowohl nach einer Direktverkapselung der OLED als auch nach Laminierung einer Folie mit Diffusionsbarriere verifiziert werden. Eine maximale Lebensdauer kann noch nicht angegeben werden, da diese Versuche noch laufen.
- OLED Direktverkapselungen zeigten geringere Degradation der Leuchtdiode, wenn das aufgebrachte Nanolaminat zuerst unter Verwendung eines Ozon Präkursors abgeschieden wurde.
- Die Zielwerte für eine Wasser Diffusion durch die Barrieren konnte für einige anorganische Barrieresysteme nahezu erreicht werden. Beste Daten mit Werten von 10^{-5}g/m^2/Tag (gemessen bei 38 °C, 90 % Luftfeuchte) auf Folien und auf Glas Substraten können bei 20 °C und 50 % Luftfeuchte mit Werten im Bereich 10^{-6}g/m^2/Tag abgeschätzt werden.

Das Ziel des Projektes wurde somit erreicht.