

Gaspermeationsmessgerät – nicht nur für OLEDs

Johannes Grübler, Sempa Systems

Eine neue Technologie aus Dresden zur gleichzeitigen Messung von Wasserdampf- und Sauerstoffdurchlässigkeitsraten eignet sich auch für den Einsatz bei elektronischen und optoelektronischen Komponenten.

Die genaue Bestimmung der Wasserdampf- und Sauerstoffdurchlässigkeit (Permeation) von Verkapselungsmaterialien hat eine herausragende Bedeutung für eine Vielzahl von Anwendungen, darunter hochwertige Produkte wie Lebensmittel- und pharmazeutische Verpackungen, Gasspeichersysteme, E-Reader, Lithium-Ionen-Batterien sowie Vakuumisolationspaneele. Insbesondere bei elektronischen und optoelektronischen Komponenten, z. B. bei organischen Leuchtdioden (OLEDs), spielt die Bestimmung der Gasdurchlässigkeit eine entscheidende Rolle.

OLEDs werden in der Regel verkapselt, um die organischen Schichten vor Umwelteinflüssen zu schützen und damit eine höhere Effizienz und eine längere Lebensdauer zu gewährleisten. Insbesondere der Kontakt mit Feuchtigkeit und Sauerstoff führt zur Degradation, d. h. zur Veränderung der Materialeigenschaften. Um die volle Funktionsfähigkeit zu erhalten, haben OLEDs extreme Barriereanforderungen an das Verkapselungsmaterial. Diese liegen bei einer maximalen Wasserdampfdurchlässigkeit (Water Vapor Transmission Rate, WVTR) von $10^{-6} \text{ g}_{\text{H}_2\text{O}} \text{ m}^{-2} \text{ d}^{-1}$ und einer maximalen Sauerstoffdurchlässigkeit (Oxygen Transmission Rate, OTR) von $10^{-4} \text{ cm}^3 \text{ O}_2 \text{ m}^{-2} \text{ d}^{-1} \text{ bar}^{-1}$ (Abb. 1).

Die Wasserdampf- und Sauerstoffdurchlässigkeit (Permeation) von Verkapselungsmaterialien ist in vielen Anwendungen bedeutend – auch bei elektronischen und optoelektronischen Komponenten

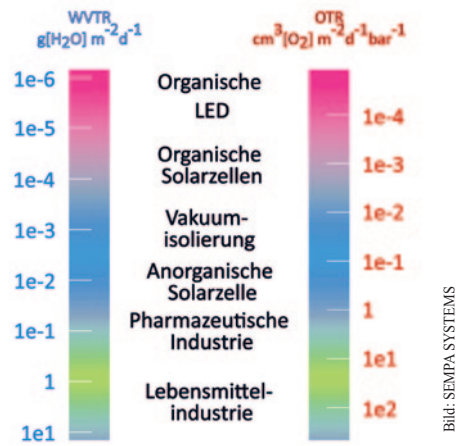


Abb. 1: Anforderungen verschiedener Anwendungsfelder an WVTR und OTR

Innovatives Messgerät

SEMPA SYSTEMS aus Dresden hat auf Basis eines Patents des Fraunhofer-Instituts für Werkstoff- und Strahltechnik IWS ein hochmodernes Permeationsmessgerät entwickelt. In Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer-Institut für Werkstoff und Strahltechnik (IWS) schufen die Ingenieure des ‚SEMPA Labs‘, einem Forschungs- und Entwicklungslabor innerhalb des Unternehmens, mit ‚HiBarSens 3.0‘ das erste Gerät, welches die Bestimmung von WVTR und OTR einer Probe in nur einem Arbeitsgang ermöglicht. Somit kann die Durchlässigkeit für die kritischsten atmosphärischen Gase simultan unter den gleichen experimentellen Bedingungen gemessen werden. Niedrige Betriebskosten ergeben sich durch kürzere Messzeiten, einen geringen Platzbedarf und einen niedrigen Handlungsaufwand.

Als Innovation des neuen Permeationsmessgerät nennt SEMPA SYSTEMS die Kombination von zwei Messprinzipen in einer einzigen Messzelle: der Laserdioden-Spektroskopie für die Messung der Wasserdampfkonzentration und der Fluoreszenzlöschung für die Sauerstoffkonzentrationsmessung (Abb. 2).

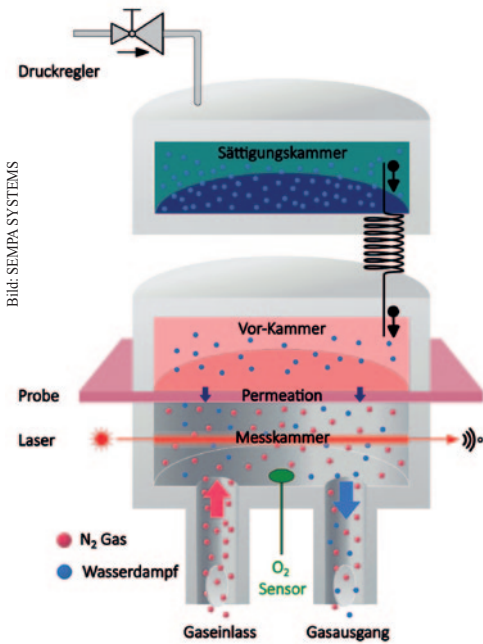


Abb. 2: Schematische Darstellung des ‚HiBarSens 3.0‘-Messprinzips

Eine horizontal angeordnete Probe teilt das Modul in zwei Bereiche. Oberhalb der Probe befinden sich die Sättigungs- und die Vorkammer, die eine entscheidende Rolle bei der Aufrechterhaltung einer definierten Wasserdampfkonzentration während des gesamten Messvorgangs spielen. Unmittelbar unter der Probe befindet sich die Messkammer. In der Messkammer wird die Abschwächung der Laserstrahlintensität in Abhängigkeit von der Wasserdampfkonzentration gemessen. Da diese Laserdioden-Spektroskopie die charakteristischen Absorptionslinien eines Gases bei bestimmten Wellenlängen nutzt, werden Störungen durch nicht relevante Moleküle ausgeschlossen.

Gleichzeitig wird für die Fluoreszenzlöschung ein speziell beschichtetes Pad mit grünem LED-Licht bestrahlt, so dass es Fluoreszenzlicht aussendet.

Jedes Sauerstoffmolekül in der unmittelbaren Umgebung löscht das Fluoreszenzlicht teilweise aus. Die Abnahme dieses Lumineszenzsignals wird dann als Funktion des Sauerstoffpartialdrucks gemessen.

Der der Messkammer zugeführte Stickstoff reguliert die Konzentration der Wasserdampf- und Sauerstoffmoleküle, welche die zu untersuchende Probe durchdrungen haben (Permeat). Automatisiert geöffnete und geschlossene Ventile ermöglichen einen diskontinuierlichen Stickstofffluss zur Regulierung der Permeatenkonzentrationen. Dies führt dazu, dass sich – unter Einhaltung aller Gleichgewichtsbedingungen – auch geringe Permeat-Mengen so weit anreichern, dass sie zuverlässig messbar sind.

Die beschriebenen Methoden ermöglichen eine zuverlässige Bestimmung der WVTR in einem weiten dynamischen Bereich zwischen 10 und $10^{-6} \text{ g}_{\text{H}_2\text{O}} \text{ m}^{-2} \text{ d}^{-1}$, was derzeit die niedrigste Nachweisgrenze (‚Limit of Detection‘, LOD) ist, die mit einem kommerziellen Produkt erreicht wird. Im OTR-Bereich liegen die Nachweisgrenzen beim HiBarSens 3.0 zwischen 10^3 und $10^{-3} \text{ cm}^3 \text{ m}^{-2} \text{ d}^{-1} \text{ bar}^{-1}$.

Aktive Dichtungstechnologie

Um die Messergebnisse nicht zu verfälschen, müssen die eingelegten Proben hermetisch abgeschlossen werden. Die dafür verwendete Dichtungstechnik darf die Proben mechanisch nicht beschädigen. Das ist eine anspruchsvolle Aufgabe, da die typischen Dichtungslösungen, also metallische Dichtungen und Dichtungsmaterialien auf Polymerbasis, nicht eingesetzt werden dürfen. Während metallische Dichtungen aufgrund ihrer Härte die Probe zerstören können, sind Polymerdichtungen selbst anfällig für Permeation.

‚HiBarSens 3.0‘ verwendet eine aktive Dichtungstechnologie (‚ActiveSeal‘) ohne Dichtungsmaterialien. Dabei werden zwei spezielle Spülkanäle außerhalb des Messbereichs kontinuierlich mit trockenem Stickstoff versorgt. Infolgedessen reduziert jeder Kanal die diffundierte Umgebungsfeuchte – und zwar um mehrere Größenordnungen. Dies gewährleistet eine perfekt abgedichtete Umgebung und unterstützt präzise Messungen und Analysen.

Erhebliche Messzeitreduzierung

Momentan ist die Messung der ‚Water Vapor Transmission Rate‘ (WVTR) ein zeitaufwändiger Prozess,

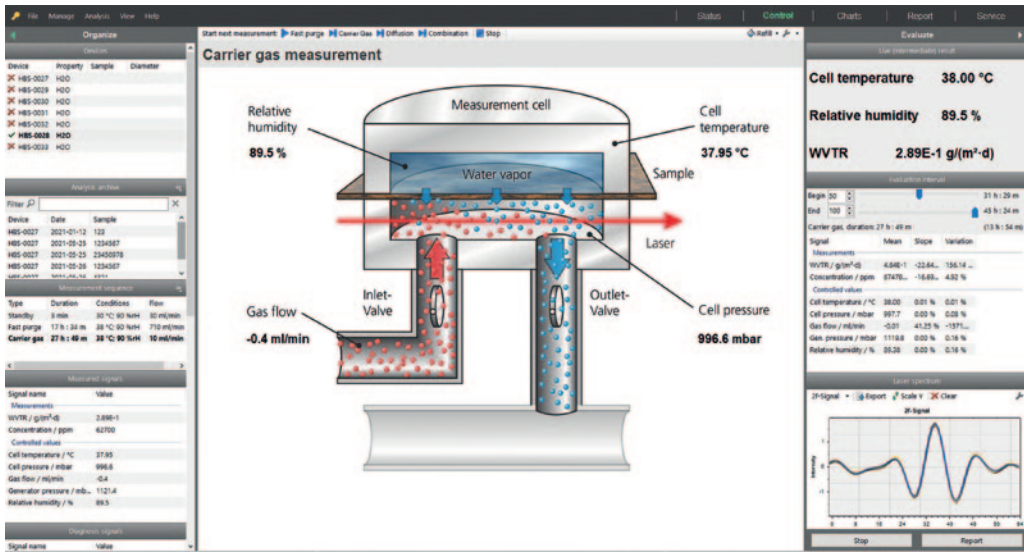


Bild: SEMPA SYSTEMS

Abb. 3: Permalzyer Pro – die GUI des Permeationsmessgerätes

insbesondere bei nahezu undurchlässigen Proben. Deren Messdauer könnte theoretisch bei unendlich liegen. Das Permeationsmessgerät von SEMPA begegnet dieser Herausforderung mit zwei wichtigen Funktionen. Erstens kann die Messtemperatur auf bis zu 85 °C erhöht werden, was in einer höheren Durchlässigkeitsrate resultiert.

Zweitens kann ‚PreConCell‘-Technologie, parallel zur Messung eingesetzt werden. ‚PreConCell‘ verfügt über voneinander unabhängige Kammern, in denen die Proben vor der Messung vorkonditioniert werden. Die Technologie erzeugt den erforderlichen Feuchtgradienten in den Messproben und sorgt mit einer Anpassung der relativen Feuchte von trocken

bis 95 % r.F. (Relative Feuchte) für eine perfekt vorbereitete Probe. Je nach Probeneigenschaften lässt sich dadurch eine bis zu zehnmal schnellere Messungen realisieren. Der Betrieb bei höheren Temperaturen ermöglicht sogar eine bis zu 300mal schnellere Messung.

Nutzerfreundliche grafische Oberfläche

‚Permalzyer Pro‘ ist eine nutzerfreundliche grafische Oberfläche (Graphical User Interface GUI), die für die Steuerung und Interaktion mit dem Permeationsmessgerät entwickelt wurde (Abb. 3). Sie ist der zentrale Knotenpunkt, über den die NutzerInnen die Funktionen mehrerer ‚HiBarSens 3.0‘-Geräte gleichzeitig verwalten und steuern können. ‚Permalzyer Pro‘ vereinfacht das Konfigurieren, Starten und Überwachen von Messungen und ermöglicht eine reibungslose Bedienung. Daneben besteht die Möglichkeit, Messdaten abzurufen, Diagramme zu erstellen und Messberichte zu exportieren.

www.sempa.de

www.iws.fraunhofer.de



Johannes Grübler absolvierte sein Studium der ‚Physikalischen Technik‘ mit der Spezialisierung Photonik an der FH Mittweida. In seiner Diplomarbeit erforschte er das Permeationsverhalten von Ultrabarrieren. Seit 2009 gehört er der Entwicklungsabteilung der SEMPA SYSTEMS an und leitet sie seit 2020. Kontakt: gruebler@sempa.de