

# Schlussbericht FHprofUnt2012 – SPRAYGANIK



**Zuwendungsempfänger:** Hochschule für angewandte Wissenschaften Regensburg

**Förderkennzeichen:** 03FH040PX2

**Vorhaben:** FHprofUnt2012: Entwicklung eines Sprühbeschichters für das Aufbringen von organischen Schichten auf große Substrate für OPD's (organische Photodioden) in der Medizintechnik und für OPV (organische Photovoltaik) in der Energietechnik – SPRAYGANIK

**Laufzeit des Vorhabens:** 01.11.2012 – 31.10.2015

**Berichtszeitraum:** 01.01.2015 – 31.10.2015

## **Aufgabenstellung**

Ziel des Projektes war im Besonderen die Entwicklung eines mehrachsigen Sprühbeschichtersystems und neuartiger Mikrosprühdüsen zur Abscheidung organischer Halbleiter (OHL's). Hierbei musste Wert gelegt werden auf die Eigenschaften von OHL-Schichten, wie die Erzeugung einer Bulk-Hetero-Anordnung, um optimale elektrische Eigenschaften zu erreichen. Insbesondere zur Reduktion der Materialkosten organischer Photodioden und organischer Photovoltaik, die maßgeblich durch die stark nachgefragten OHL-Materialien bestimmt sind, war Ziel möglichst dünne Schichten mit geringer Rauheit und Welligkeit zu erzeugen ( $300\text{nm}\pm 50\text{nm}$ ).

## **Voraussetzungen unter denen dieses Projekt durchgeführt wurde**

Bei der Entwicklung von Sprühbeschichtern haben wir am Kompetenzzentrum Nanochem der Ostbayerischen Technischen Hochschule bereits substantielles Know-How erreicht und Anlagen an das Fraunhofer EMFT und die Siemens AG vertrieben. Besonders hielten wir es für notwendig für diese Anwendung speziell abbremsbare x/y-Achsentische zu verbauen und den Arbeitsraum im Sprühbeschichter für etwaige Aufbauten etwas größer zu gestalten.

Durch die Projektpaten Siemens AG und Belectric konnten wir zudem auf umfangreiches Wissen aus der Anwendung von OHL's zurückgreifen, das für die darauf spezialisierte Entwicklung notwendig ist.

## **Planung und Ablauf des Vorhabens**

Die Projektplanung sah neben dem Aufbau des Sprühbeschichters die Entwicklung eines Herstellungsprozesses für die Mikrodüsen und deren Anbindung zu Beginn des Projektes vor. Anschließend sollte das Design evaluiert und optimiert werden bevor die elektrische Charakterisierung und die Erweiterung auf große Substrate und lineare Düsenarrays erfolgt. Im Wesentlichen konnte diese Planung eingehalten werden. Lediglich der Schritt vom Erstdesign aus dem Antrag hin zum finalen Düsendesign erforderte mehrere Evaluationsschritte und somit eine etwas aufwändigere Bearbeitung als geplant.

## **Wissenschaftlicher und technischer Stand, an den angeknüpft wurde**

Wie bereits beschrieben, bestand bereits hauseigene Erfahrung in der Entwicklung von Sprühbeschichtern, während uns keine Forschungen an in Silizium geätzten Mikrosprühdüsen bekannt sind. Für das Erstdesign der Düsen nutzten wir unter anderem das allgemeine Werk „Zerstäuben von Flüssigkeiten“<sup>1</sup>.

## **Zusammenarbeit mit anderen Stellen**

Besonders hervorzuheben ist die Zusammenarbeit mit der Siemens AG in Erlangen, durch die wir nicht nur organische Halbleiter für Sprühversuche erhielten. Wir konnten außerdem vor Ort organische Schichten mit den entwickelten Düsen abscheiden, sie verkapseln und vermessen lassen. Die Zusammenarbeit mit Belectric war aufgrund von Umstrukturierungen nach der Insolvenz der Konzernmutter Konarka und ungeklärten Zuständigkeiten nur begrenzt möglich.

---

<sup>1</sup> Richter T. Zerstäuben von Flüssigkeiten. expert verlag. 2004

## Verwendung der Zuwendung und erzielte Ergebnisse

Die Gesamtzuwendung wurde zu großen Teilen für Personalmittel verwendet, die wiederum größtenteilig im zweiten Projektjahr für die arbeitsintensive Düsenevaluierung anfielen. In der Folge kam es aufgrund bestehender und teilweise verlängerter Personalverträge zu Kosten, welche die zugesicherte Zuwendung überstiegen. Diese wurden durch Drittmittel von Herrn Prof. Lechner beglichen.

Die Sachmittel wurden zum Großteil zu Beginn des Projekts für den Aufbau des Sprühbeschichters verwendet. Im Verlauf des Projekts wurden kaum weitere Sachmittel benötigt.

Durch die Zuwendung konnten wir hoch effiziente Mikrodüsen entwickeln, die potentiell die Herstellungskosten für Dioden oder Photovoltaik aus OHL's verringern können. Auch die Entwicklung des Sprühbeschichters war vollumfänglich erfolgreich. Im Folgenden wird auf die einzelnen Ergebnisse eingegangen und konkrete Erfolge genauer dargestellt.

### Sprühbeschichter

Die bestehende Erfahrung beim Aufbau von Sprühbeschichtern konnte genutzt werden, so dass die Integration neuer Elemente weitestgehend problemfrei erfolgte. Durch technische Veränderungen notwendige Adaptionen und Verbesserungen in der Anwendung der Gerätesoftware konnten im Laufe des Projekts umgesetzt werden.

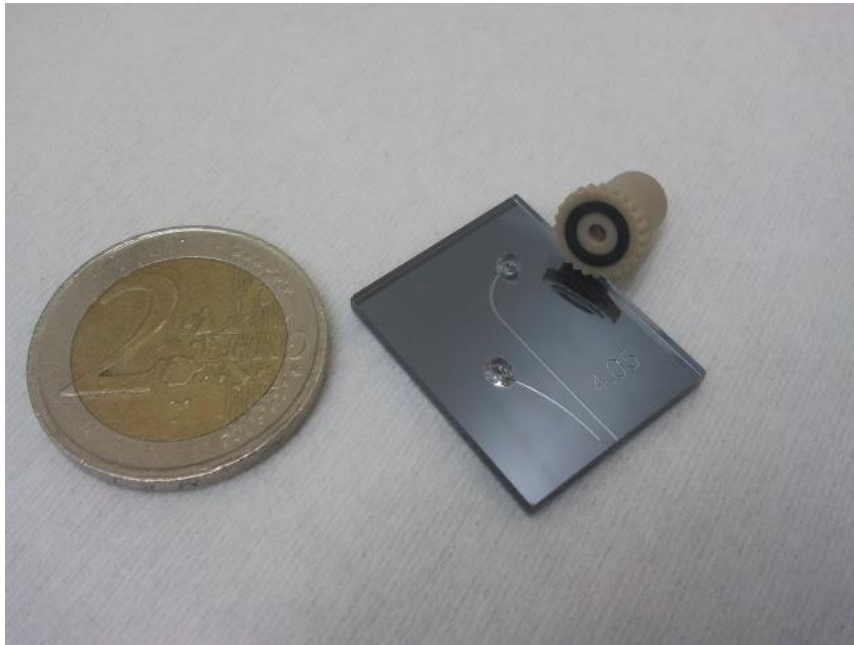


Abbildung 1: Sprühbeschichter im Reinraum der OTH Regensburg

### Düsenherstellung

Die Realisierung der Düsendesigns durch trockenchemisches Ätzen in leicht n-dotierten Siliziumwafern verlief planmäßig. Durch wenige Versuchsreihen konnten nahezu senkrechte Ätzwände und somit ein rechteckiger Kanalquerschnitt erreicht werden. Auch die Verkapselung der Düse durch anodisches Bonden mit einem Borosilikatglasdeckel konnte bei partikelarmen Arbeiten defektfrei realisiert werden. Die im Anschluss erfolgende Vereinzelung der Düsen durch eine Wafersäge war erfolgreich, im Laufe der späteren Düsentests zeigte sich aber, dass eine Evaluierung des Prozesses in Bezug auf

die Position der Schnittkante und makroskopische Ausbrüche notwendig ist. Durch ein Sägeblatt mit höherer Diamantkonzentration, geeigneter Drehzahl und Vorschubgeschwindigkeiten konnten die Ausbrüche auf ein akzeptables Maß reduziert werden.

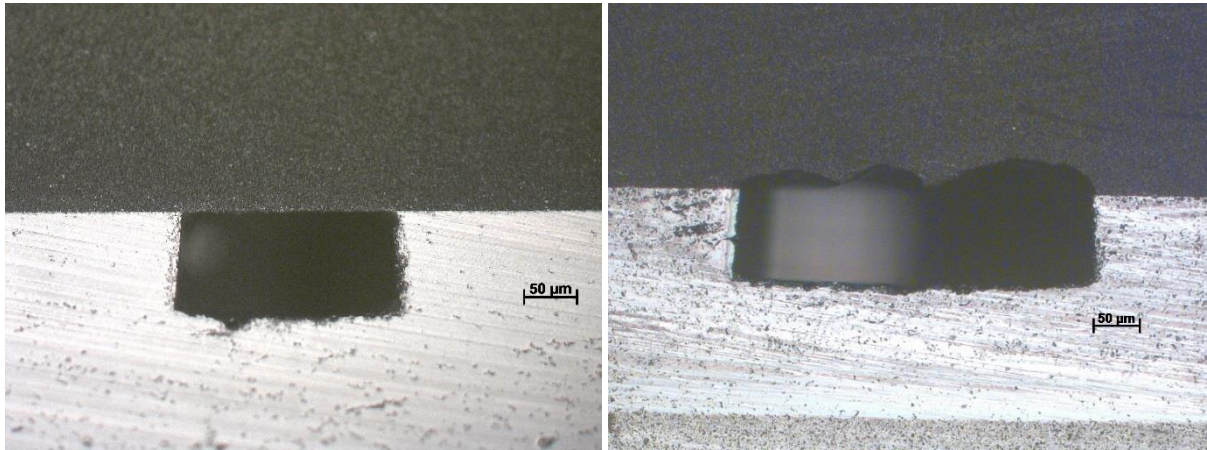


**Abbildung 2:** Per Wafersäge vereinzelt Mikrosprühdüse vom Design „4.05“ mit durchbohrtem Borosilikatglasdeckel, Fluidport und Münze als Maßstab

Der erste Ansatz der Anbindung durch Glaskapillaren stellte sich aus mehreren Gründen als problematisch heraus:

- Die Dicke der Kapillaren erfordert eine zweite, tiefe Ätzung. Dies ist problematisch, da die Maskierung bei hohen Topographien oder langen Ätzzeiten schwierig ist und es zu An- oder Überätzungen kommen kann, welche wiederum den Fluidfluss behindern können.
- Das Abdichten bzw. Verkleben der Kapillaren auf kristallinen Substraten geringster Rauheit stellt hohe Anforderungen an den Kleber. Während sich Epoxidharzkleber als eine der wenigen Kleberarten aufgrund der Haftung und Dichtheit als geeignet zeigen, kommt es bei manchen starken organischen Lösungsmitteln zur langsamen Anlösung, Verunreinigung der Lösung und Destabilisierung der Abdichtung. Nach einer Methodenentwicklung konnte am GC-MS ein Bisphenol-A-Derivat in bestimmten Lösemitteln nachgewiesen werden, welche lange in Kontakt mit dem Epoxidharz standen.
- Zwischen Kapillarende und weiterführenden Düsenkanal kommt es zu einer Spaltbildung, da die Kapillare nicht dicht am Düsenkanal anliegt (keine perfekt senkrechte Schnittebene am Kapillarende, Mittelpunkt der Kapillare unterhalb der Düsenkanalebene) und der Epoxidharzkleber nicht bis zum Kapillarende reichen darf (Gefahr der Verklebung der Kapillare, Kapillareffekt). Dies stellt eine Querschnittsvergrößerung dar, was man bei Druckleitungen versucht zu vermeiden.

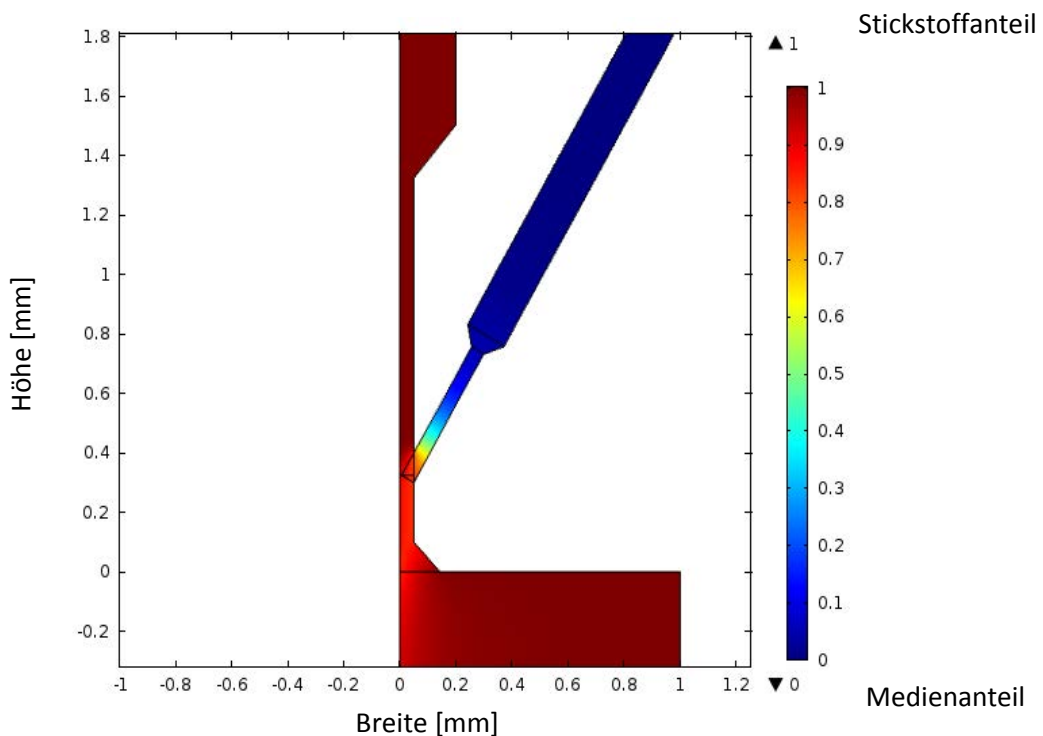
Durch die mechanische Bohrung des Glasdeckels, abgedichtete Fluidports und einer speziell gefertigten Pressvorrichtung konnte auf den zweiten, tiefen Ätzschritt und die Anbindung durch Kapillaren verzichtet werden.



**Abbildung 3:** Schnittkanten der Wafersäge mit kaum Ausbrüchen am Silizium (helleres Material, linkes Bild) und relevanten Ausbrüchen am Glasdeckel (rechtes Bild, dunkles Material). Aufnahmen im Lichtmikroskop bei 100facher Vergrößerung.

### Düsensdesign

Während das Erstdesign nicht die gewünschte Venturi-Ansaugung zeigte, konnten über FEM-Simulationen und mehrere Optimierungsschritte zwei geeignete Düsensdesigns erarbeitet werden. Nachfolgendes Bild zeigt eine vereinfachte Simulation, die ein radialsymmetrisches Düsensdesign zeigt. Während Stickstoff aus dem mittleren Kanal in den hier als Rechteck dargestellten Vordüsenbereich strömt, zieht der durch die Verengung beschleunigte Gasstrom das Sprühmedium aus dem Medienkanal. Die Farbskala zeigt die prozentualen Volumenkonzentrationen von Rot (reiner Stickstoff) bis Blau (reines Medium).



**Abbildung 4:** Bild aus einer FEM-Simulation zur Berechnung eines ersten Düsensdesign nach dem Venturi-Prinzip. Eine Animation ist in der digitalen Version eingefügt.

Tabelle 1: Angabe evaluierter Düsendimensionen

Düse	M [ $\mu\text{m}$ ]	N [ $\mu\text{m}$ ]	D [ $\mu\text{m}$ ]	W [ $^\circ$ ]	T [ $\mu\text{m}$ ]	Zuführung in Verbreiterung
2	50	300	100	120	100	
2k.br	150	300	100	60	100	ja
2k.05	50	300	50	60	100	ja
2k.br.05	150	300	50	60	100	ja
2-50 (2.1)	50	300	50	120	100	
2.br (2.2)	150	300	100	120	100	
2-25	50	300	25	120	100	
2.3	50	300	100	120	100	ja
2.4	150	300	100	60	100	ja
2.5	50	300	50	120	100	ja
2.6	150	300	50	60	100	ja
2k (2.7)	50	300	100	60	100	ja
4	50	300	100	170	100	
4.br	150	300	100	170	100	
4b	50	500	100	170	100	
4.05	50	300	50	170	100	
4.br.05	150	300	50	170	100	
5b	50	300	50	0	100	
11	50	500	100	120	100	

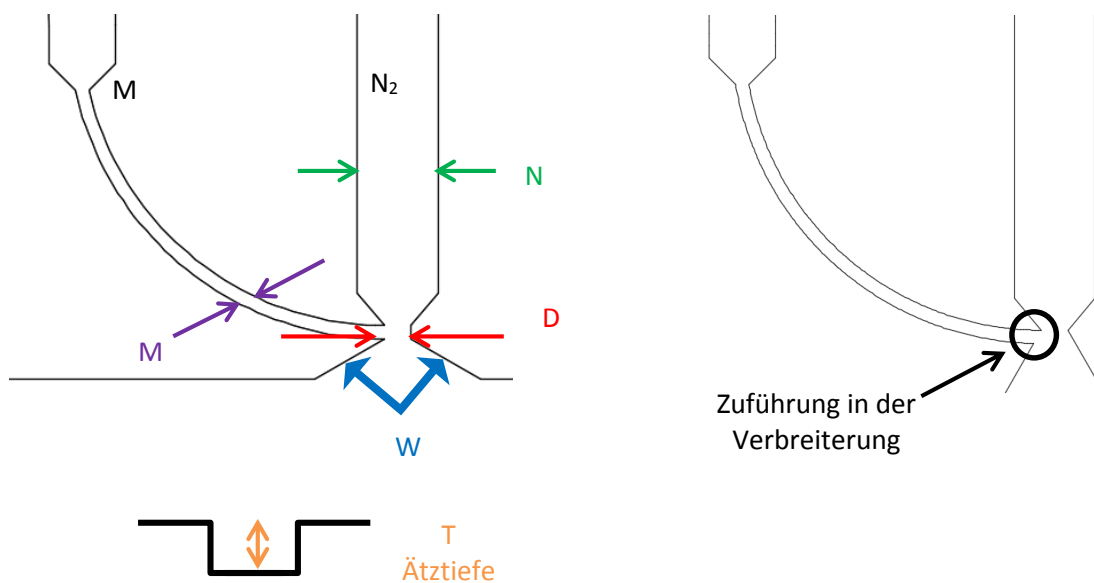
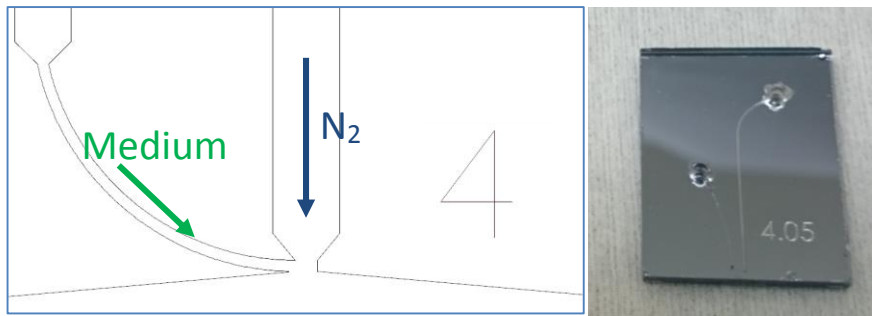


Abbildung 5: Darstellung evaluierter Parameter mit variiertem Medienzuführung vor und in der Verbreiterung des Düsenauslasses

#### Düsendesign „4“ / „4.05“

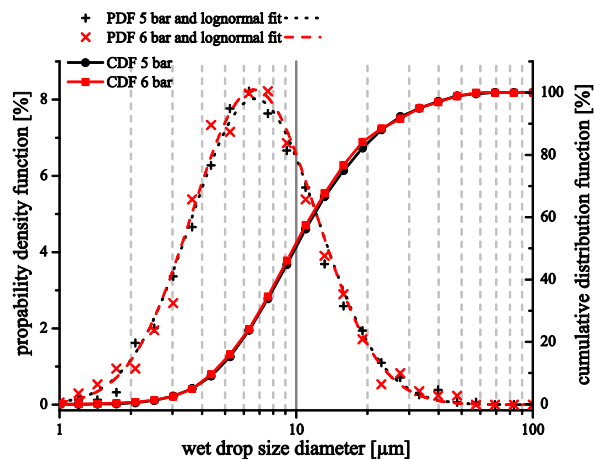
Mit dem Düsendesign „4“ bzw. „4.05“ (mit halbiertem Düsenöffnungsbreite) wurde das klassische Venturi-Prinzip der Medienzuführung in einer Verengung des Leitstrahls abschließend umgesetzt. Die Sprühergebnisse wurden ausführlich untersucht.



**Abbildung 6:** Ausschnitt aus der Ätzmaske für das Düsendesign 4 (links). Gezeigt werden Düsenauslass, Stickstoff- und Medienzuführung. Vereinzelte Düse 4.05 (rechts, mit halbiertes Düsenöffnungsweite D)

Zuerst wurde aus Kostengründen die Parameter mit einem mit PGMEA weiter verdünnten Photolack evaluiert. Dieses Medium wird in der Sprühbelackung verwendet, um Strukturen mit hohen Topographien gleichmäßig zu bedecken und wurde auch in diesem Projekt für die ursprüngliche Maskierung beim zweiten Trockenätzschritt genutzt.

Besonders die feine Zerstäubung und daraus resultierende geringe Tröpfchengröße war ein ausschlaggebender Parameter. Diese wurde bestimmt, indem bei geeignetem Abstand mit maximaler Verfahrensgeschwindigkeit der Düse über das Substrat gesprüht wurde. So konnten einzelne Tropfen vermessen werden. Neben dem Durchmesser der Tropfen wurde auch das Volumen nach einem Ausheizprozess zur Entfernung von Restlösemittel bestimmt. Dies stellt den Feststoffanteil dieses Tropfens dar, durch welchen man mit dem bekannten Lösemittelanteil des Mediums auf den ursprünglichen Durchmesser des feuchten Tropfens beim Verlassen der Düse zurückrechnen kann. Da die Tröpfchengröße sonst u.A. stark von dem Abstand der Düse zum Substrat abhängt, ist das aus Gründen der Vergleichbarkeit sinnvoll. Eine Bestimmung der Tröpfchengrößen durch Hochgeschwindigkeitsaufnahmen ist durch die Geschwindigkeit und Größe der Tropfen nicht möglich, wie im Weiteren noch gezeigt wird.



**Abbildung 7:** Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion (PSD) und kumulative Verteilungsfunktion (CFD) der Mikrodüse 4.05 bei 5 und 6 bar

Die Tropfendurchmesser folgen einer Lognormalverteilung mit einem geometrischen Mittel von 9,6 bzw. 9,8 µm (bei 5/6 bar) bei einer geometrischen Standardabweichung von 1,83 und 1,85 µm, respektive.

Der Sprühstrahl bildet trotz rechteckigem Kanalquerschnitt einen nahezu runden Sprühfleck. Dies ist günstig für die Überlappung mehrerer Sprühlinien, da die Dicke einer einzelnen Sprühlinie zum Rand der Linie hin stetig abnimmt und keine Kanten entstehen.

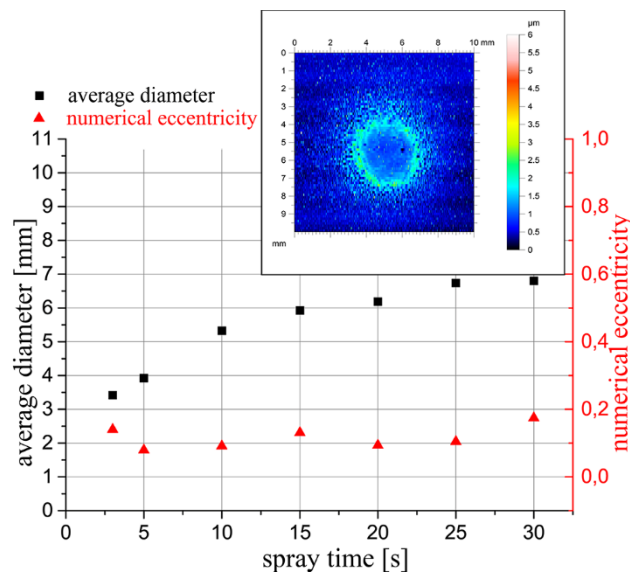


Abbildung 8: Angabe des gemittelten Durchmessers der Sprühflecken abhängig von der Sprühdauer

Wie hier zu sehen ist, nimmt der Durchmesser des Sprühflecks mit der Sprühdauer zu, die Exzentrizität variiert dagegen um den Wert 0,1 und steigt nicht mit der Sprühdauer.

Hochgeschwindigkeitsaufnahmen der Mikrosprühdüse „4.05“ zeigen, dass die Zerstäubung erst außerhalb der Düse im Sprühstrahl erfolgt. Zudem entstehen Tropfen auf der Seite der Medienzuführung, die in regelmäßigen, kurzen Abständen abreißen und auch im Sprühstrahl zerstäubt werden. Zum Vergleich wurden Aufnahmen einer konventionellen airbrush-Düse gemacht, die einen weit höheren Durchsatz, bei ausreichender zeitlicher Auflösung ebenfalls Abrisse des Mediums zeigt.

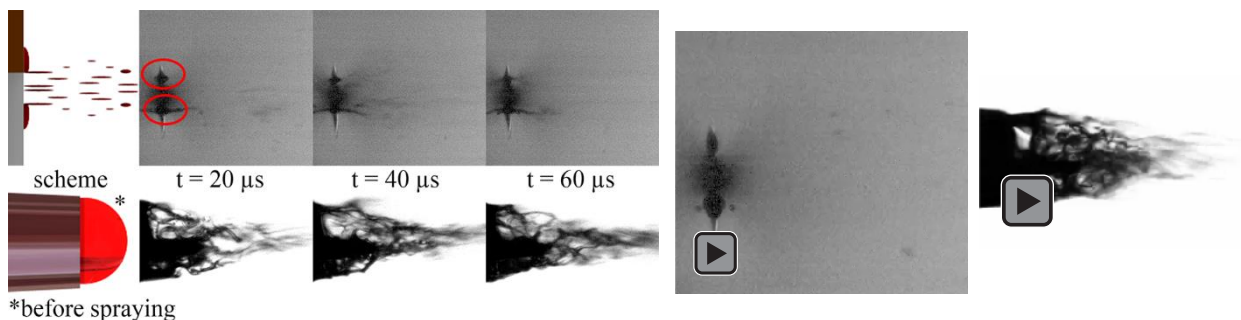
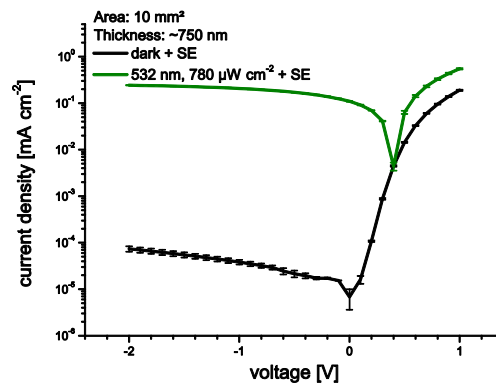


Abbildung 9: Hochgeschwindigkeitsaufnahmen der Mikrodüse und der airbrush-Düse. Es zeigt sich ein Abreißen von Tropfen über und unter der Düsenöffnung bei der Mikrodüse. Tropfen mittig im Sprühstrahl sind nicht aufzulösen. Animierte Aufnahmen sind in der digitalen Version eingefügt.

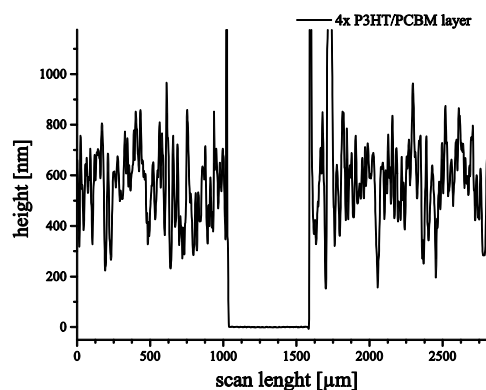
Am Standort Erlangen der Siemens AG wurden die vorhandenen Anlagen genutzt, um Schichten organischer Halbleiter abzuscheiden, organische Photodioden herzustellen und diese zu charakterisieren. Es wurden dabei Substrate mit 50x50 mm<sup>2</sup> besprüht und daraus Dioden mit aktiven Flächen von 10 bzw. 1 mm<sup>2</sup> hergestellt. Während die Substrate bereits mit Leiterbahnen aus ITO (Indium-Zinn-Oxid) strukturiert und diese mit SU-8 Photolack passiviert waren, wurde die obere Elektrode durch thermisches Bedampfen mit 200 nm Aluminium erzeugt. Die Verkapselung erfolgte über ein Glasplättchen und Epoxidharzkleber. Um den Übertritt von Löchern in die transparente ITO-



Elektrode zu erleichtern, wurde eine dünne Zwischenschicht aus P3HT vor der eigentlichen organischen Schicht aus P3HT und PCBM mit der Mikrodüse aufgesprüht. Diese Zwischenschicht wurde sicherheitshalber etwas dicker gewählt, um sicherzustellen, dass sie durchgängig ist. Dies führt allerdings auch zu einer etwas geringeren Quanteneffizienz, da in dieser Schicht Photonen absorbiert werden können, es aber aufgrund des fehlenden PCBM nicht zur Ladungsträgeraufspaltung über ein Exciton kommt.



**Abbildung 10:** Stromdichte von -2 V bis 1 V ohne (schwarz) und mit einer Beleuchtung von  $780 \mu\text{W}/\text{cm}^2$  (grün). Der Standardfehler (SE) wurde durch die Auswertung von vier Dioden mit je  $10 \text{ mm}^2$  aktiver Fläche gewonnen. Die externe Quanteneffizienz berechnet sich bei -2 V zu 72,9 %.



**Abbildung 11:** Die Rauigkeit eines zeitgleich beschichteten Referenzsubstrats beträgt 151 nm (RMS). Die Schichtdicke beträgt hier etwa 600 nm nach vier statt fünf Sprühschritten wie bei den gefertigten Dioden

Um die Effizienz der Düse zu bestimmen, wurden mit der organischen Lösung bekannter Konzentration über mehrere Beschichtungsschritte Schichten von etwa einem Mikrometer erzeugt. Zudem wurde der Verbrauch der Lösung über die Zeit durch Markierungen am zuführenden Schlauch und Zeitmessungen bestimmt. Daraus lässt sich berechnen wieviel Lösung in der Zeit der Beschichtung verbraucht wurde und somit wieviel Prozent des Feststoffanteils der Lösung letztlich die organische Schicht bildet und genutzt werden kann. Natürliche Verluste treten bereits dadurch auf, dass die Umkehrpunkte sowie die ersten und letzten Zeilen des Linienprührasters außerhalb der aktiven Fläche liegen müssen, um eine gleichmäßige Beschichtung zu gewährleisten. Die Bestimmung der Schichtdicke erfolgt durch einen abgeklebten Bereich auf dem Substrat und einem folgenden Ausheizschritt zur Entfernung des restlichen Lösemittels mit dem Profilometer Tencor P-16.

Weitere Untersuchungen zeigten, dass diese Mikrodüsen zudem mit bis zu 35 % eine sehr hohe Transfer-Effizienz zeigen, also prozentual mehr Medium genutzt wird als bei bisherigen Technologien.

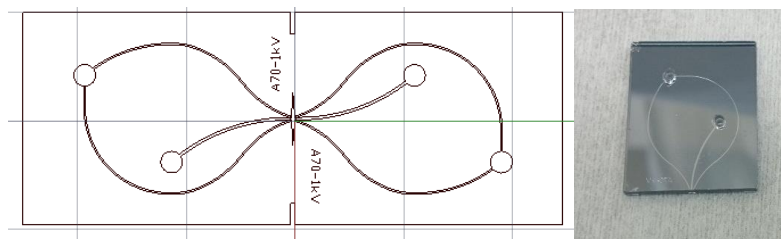
Zum Vergleich wird spin-coating mit maximal 5-10 %<sup>2</sup> angegeben, eine von uns getestete airbrush-Düse erreichte knapp 10 % und ein Sprühbeschichtersystem mit Ultraschalldüse, welche als sehr effizient gelten, wird mit etwa 20 % „transfer efficiency“ beworben<sup>3</sup>.

**Tabelle 2:** Angabe der Daten zur Berechnung der Düseneffizienzen bei der Beschichtung von 50x50 mm<sup>2</sup>-Substraten.

Düse (Rastergröße)	Verbrauchte Lösung (Feststoffanteil)	Schichtdicke [ $\mu\text{m}$ ]	Effizienz [%]
Airbrush (66x66mm <sup>2</sup> )	1,32 ml (21,2 $\mu\text{l}$ )	0,741	8,74
	2,71 ml (43,4 $\mu\text{l}$ )	1,81	10,4
4.05 (66x66mm <sup>2</sup> )	0,699 ml (9,94 $\mu\text{l}$ )	0,821	20,7
	0,867 ml (13,9 $\mu\text{l}$ )	1,14	20,5
4.05 (56x56mm <sup>2</sup> )	0,481 ml (7,73 $\mu\text{l}$ )	1,09	35,1

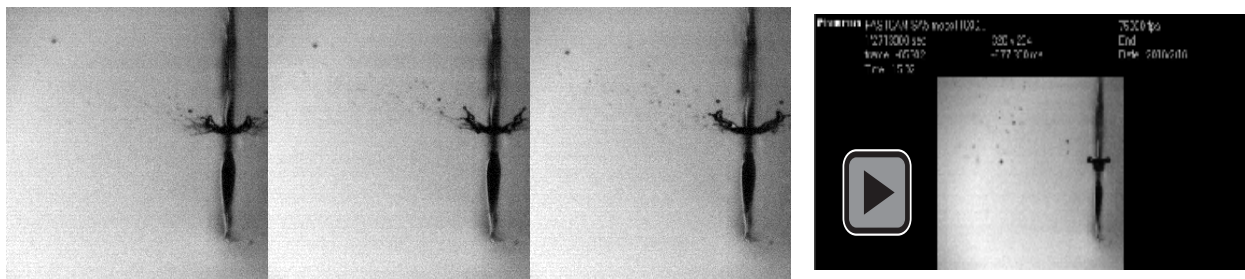
Mit dem Verbrauch für die Beschichtung und der erhaltenen Schichtdicke lässt sich die Transfereffizienz berechnen. Aufgrund der geringeren Größe des Sprühflecks der Mikrodüse lässt sich ein kleineres Beschichtungsrastr wählen (56x56 mm<sup>2</sup>). Die erhöhte Effizienz ist womöglich durch den gerichteten feinen Sprühstrahl verursacht, durch welchen auch trockene Partikel aus dem Randbereich genutzt werden, welche wiederum die Rauigkeit erhöhen.

#### Düsensdesign „A70“



**Abbildung 12:** Teil der Ätzmaske für das Düsendesign A70 (links, zwei Düsen, welche beim Sägen noch getrennt werden) und vereinzelt Düse (rechts)

Um die einseitige Bildung eines Tropfens am Düsenauslass zu verhindern, wurde ein weiteres Design evaluiert und getestet. Dabei wurde der Medienkanal ähnlich der airbrush-Düse mittig gewählt, umspült durch zwei außenliegende Trägergas-Kanäle. Aufgrund der außenliegenden Stickstoffkanäle wird der Medienstrahl stärker geführt und es kann sich kein Tropfen neben der Medienzuführung bilden.



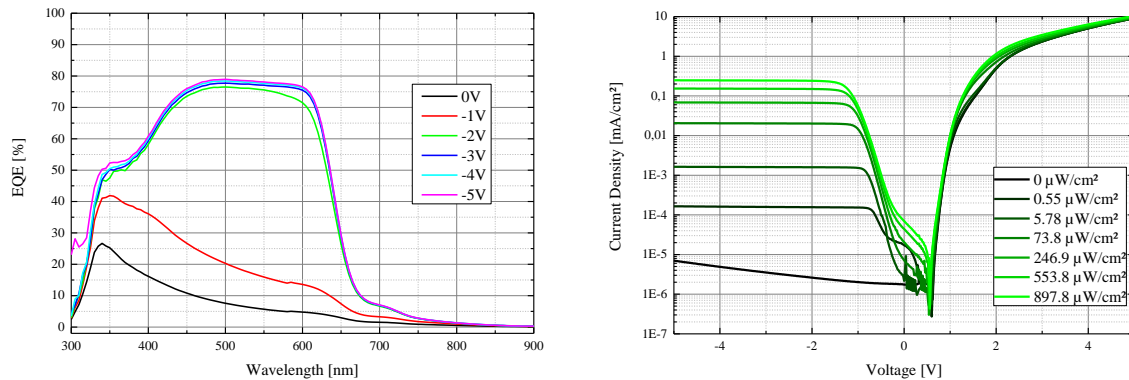
**Abbildung 13:** Aufnahmen einer Hochgeschwindigkeitskamera bei 75.000 Bildern pro Sekunde (13,3  $\mu\text{s}$  Zeitdifferenz der Bilder). Sprühhichtung nach links. Animierte Aufnahmen sind in der digitalen Version eingefügt.

<sup>2</sup> Brabec CJ, Durrant JR. Solution-Processed Organic Solar Cells. MRS Bulletin. July 2008; 33.

<sup>3</sup> Pham NP, Burghartz JN, Pasqualina MS. Spray coating of photoresist for pattern transfer on high topography surfaces. Journal of Micromechanics and Microengineering. 2005 February: p. 691–697.

Zur elektrischen Charakterisierung wurden erneut organische Photodioden gesprüht und verkapselt. Als Zwischenschicht wurde in diesem Fall bereits auf die Substrate eine dünne Schicht aus P3HT per Rotationsbeschichtung aufgebracht.

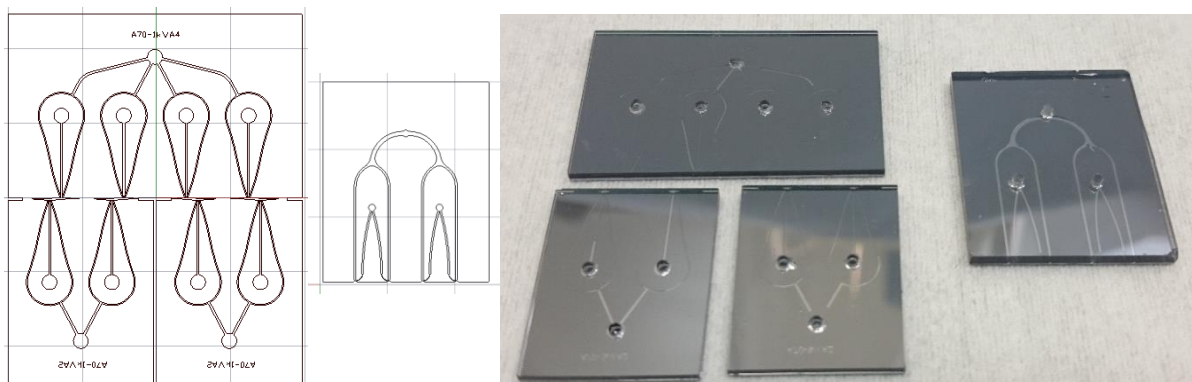
Die erzeugten Dioden weisen eine Schichtdicke der organischen Schicht von etwa 560 nm auf. Die elektrische Charakterisierung zeigt einen breiten Bereich hoher externer Quanteneffizienz im sichtbaren Spektrum.



**Abbildung 14:** Externe Quanteneffizienz über die Wellenlänge bei verschiedenen Spannungen (links) für die hergestellten Düsen nach dem Design A70. Rechts: Stromdichte in Abhängigkeit von der Spannung bei unterschiedlich starker Bestrahlung mit einer Wellenlänge von 532 nm.

### Mehrdüsenarrays

Sowohl für das Düsendesign „4.05“ als auch für das Design „A70“ wurden entsprechende lineare Arrays mit verknüpften Düsen erstellt. Aufgrund der beidseitigen Stickstoffzuführung ist mit dem zweidimensionalen Design „A70“ eine Medienzuführung für jede Düse einzeln notwendig. Die Schlauchverbindungen können aber vor der Düse mit einem Mehrfachverteiler oder T-Stücken mit einem einzelnen Reservoir verbunden werden.



**Abbildung 15:** Ausschnitte der Maskendesigns für ein Vier-Düsen-Array nach dem ursprünglichen Design (jeweils rechts), zwei Zwei-Düsen- und ein Vier-Düsenarray nach dem neuen Design A70 mit außenliegenden Stickstoffkanälen

Das Mikrodüsenarray ermöglicht eine erhöhte Abscheidengeschwindigkeit bei gleichbleibender Effizienz (durch die Einzeldüsen).

### **Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises**

Siehe zahlenmäßiger Nachweis ausgearbeitet durch die Verwaltung der OTH Regensburg als auch die eingehende Darstellung zur Verwendung der Zuwendung in diesem Schlussbericht.

### **Notwendigkeit und Angemessenheit der Arbeit**

Obwohl seit Jahren an organischen Halbleitern geforscht wird und viele Forscher von der Zukunftsträchtigkeit dieser Technologie überzeugt sind, ist die Anwendung noch nicht in der Breite angekommen. Der potentielle Nutzen in Hinblick auf die Herstellungskosten und Applikationsmöglichkeiten rechtfertigt aus unserer Sicht weitreichende Forschungsinvestitionen. Weitere Anwendungsmöglichkeiten ergeben sich zudem, wie z.B. in der Automobilindustrie bezüglich der Nutzung von Sonnenenergie.

### **Voraussichtlicher Nutzen insbesondere der Verwertbarkeit**

Die weitere Verwertung der Projektergebnisse wird aktuell mit den Projektpaten erörtert. Außerdem sind wir mit der Firma Continental in Kontakt, welche auf unsere Forschungsergebnisse aufmerksam wurden, und eruieren eine gemeinsame Weiterentwicklungs-/Applikationsmöglichkeit.

### **Bekannt gewordener Fortschritt auf dem Gebiet durch Dritte**

Im sehr speziellen Gebiet der Entwicklung von Mikrodüsen zur hocheffizienten Materialabscheidung ist uns keine Forschung Dritter bekannt. Als Standard hat sich hier wohl vorerst die Verwendung von Ultraschalldüsen etabliert, deren Effizienz aber nach aktuellem Kenntnisstand durch unsere Entwicklung übertroffen wird. Die Produktion von organischen Solarmodulen oder organischen Photodioden konnte im kleinen Maßstab bereits rein über Sprühbeschichtung noch mit konventionellen Düsen realisiert werden. Die größten Fortschritte und Bemühungen gibt es aber aktuell auf dem Gebiet der Druck-Verfahren, die ähnlich einem Tintenstrahldrucker funktionieren.

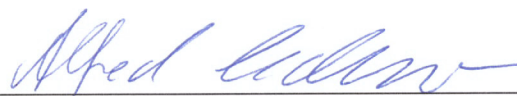
### **Erfolgte oder geplante Veröffentlichung der Ergebnisse**

Es wird aktuell an der Veröffentlichung eines ersten Teils der erarbeiteten Ergebnisse gearbeitet. Dies soll Mitte bis Herbst 2016 erfolgen. Zudem ist die Anmeldung eines Patents zur Herstellung von Mikrosprühdüsen angedacht. Aus diesem Grund sind für den Herstellungsprozess der Düsen relevante Teile des Schlussberichts als vertraulich zu behandeln.

Regensburg, 04.05.2015

Ort

Datum



Prof. Dr. Alfred Lechner, Projektbetreuer

## Erfolgskontrollbericht

### Beitrag zu den förderpolitischen Zielen

Die Anwendungsmöglichkeiten organischer Photovoltaik scheinen aus wissenschaftlich/wirtschaftlicher Betrachtungsweise der herkömmlichen Siliziumtechnologie überlegen. Die vielfältigen Prozessschritte auf Wafer/Ingotlevel stellen unweigerlich einen hohen Kostenfaktor dar und verhindern eine weitere Reduktion der Modulpreise. Dahingegen wird die Kosteneffizienz organischer Halbleiter momentan nur durch die hohen Materialkosten der noch teilweise neuen synthetischen Materialien beeinträchtigt. Wir sind überzeugt, dass sich Module aus OHL's in der Breite durchsetzen werden, sobald die Kosten entweder weiter sinken oder/und die Haltbarkeit/Dichtheit der Module längere Ertragsdauern versprechen. Unser Sprühbeschichtersystem bzw. unsere Mikrodüsen können einen Teil dazu beitragen die Herstellungskosten schon jetzt zu verringern und damit den Kreislauf aus Kostenreduktion und Nachfrage stärker in Gang zu bringen. Damit kann die Energiewende und Etablierung regenerativer Energien weiter angeregt werden. Zudem ergeben sich zusätzliche Möglichkeiten durch die Applikationsmöglichkeiten organischer Photodioden, wie zum Beispiel flexible Module für tragbare Anwendungen, in der Automobiltechnik und in vielen weiteren Bereichen.

### Wissenschaftlich-technisches Ergebnis, Nebenergebnisse und wesentliche Erfahrungen

Es konnte ein reproduzierbarer Prozess zur Herstellung von Mikrodüsen in Silizium gefunden und optimiert werden. (S. 3-5) Die Erstellung eines geeigneten Düsensdesigns erfolgte über eine FEM-Simulation (Abb. 4) und Evaluierungsschritte (Tabelle 1, Abb. 5). Letztere wurden unter anderem durch die Bestimmung der erzeugten Tröpfchengröße bewertet, welche für das Düsensdesign 4.05 (Abb. 6) bei etwa 10  $\mu\text{m}$  liegt und einer Lognormalverteilung gehorcht (Abb. 7). Zudem bildet der Sprühstrahl einen nahezu kreisrunden Sprühfleck aus (Abb. 8). Trotz hoher Rauigkeiten (Abb. 11), welche eventuell durch sich bildende Tropfen an der Düsenöffnung verursacht wurden (Abb. 9), konnten sowohl mit dem Design 4.05 als auch dem Design A70 (Abb. 12) Dioden mit sehr guten elektrischen Parametern gesprüht werden (Abb. 10, 14). Die feine Zerstäubung und der daraus resultierende relativ trockene Sprühstrahl benötigen einen geringen Düsenabstand und ergeben eine stark gerichtete Beschichtung. Dies trägt neben höheren Rauigkeiten vermutlich auch zu einer effektiven Beschichtung bei. So kann bei einer üblich dünnen Beschichtung von 750 nm eine Materialeinsparung von 50 bis fast 80 % erreicht werden (Tabelle 2). Die etwas geringere Abscheidegeschwindigkeit durch den feinen Sprühstrahl kann durch die Verwendung von Mehrdüsen-Arrays, deren Herstellung mit demselben Prozess problemfrei möglich ist, vervielfacht werden (Abb. 15).

### Verwertungsplan

#### Wirtschaftliche Erfolgsaussichten mit Zeithorizont

Zum jetzigen Zeitpunkt lassen sich die wirtschaftlichen Erfolgsaussichten noch schwer abschätzen. Angedacht ist eine längerfristige Zusammenarbeit mit der Continental AG auf diesem Gebiet. Gespräche dazu finden momentan statt. Die weitere Zusammenarbeit mit den Projektpaten wird im Laufe des nächsten Jahres eruiert und soll bis Mitte 2017 geklärt sein. Eventuell besteht Interesse an einem weiteren Sprühbeschichter sowie den Mikrodüsen. Für neue Anwendungen mit speziellen oder höheren Anforderungen kann auch eine Weiterentwicklung der Sprühdüse oder des Düsenarrays betreffend z.B. Düsenzahl oder Abstand notwendig sein.

### Präsentationsmöglichkeiten

Präsentationsmöglichkeiten stellen aus unserer Sicht Messen wie die Productronica, Führungen eingeladener industrielle Partner vor Ort sowie Veröffentlichungen dar.

### Einhaltung der Ausgaben- und Zeitplanung

Wie erwähnt wurden die Personalmittel um etwa 20.000 € überzogen. Diese zusätzlich abgerufenen Mittel wurden durch Drittmittel von Herrn Prof. Dr. Lechner beglichen. Die Bearbeitungszeit entsprach im Wesentlichen der Planung, nur geringe Tätigkeiten waren nach Projektende noch abzuschließen.

Regensburg, 04.05.2015



---

Ort

Datum

Prof. Dr. Alfred Lechner, Projektbetreuer

## Berichtsblatt

1. ISBN oder ISSN -	2. Berichtsart (Schlussbericht oder Veröffentlichung) <b>Schlussbericht</b>
3. Titel <b>Schlussbericht - Entwicklung eines Sprühbeschichters für das Aufbringen von organischen Schichten auf große Substrate für OPD's (organische Photodioden) in der Medizintechnik und für OPV (organische Photovoltaik) in der Energietechnik – Sprayganik</b>	
4. Autor(en) [Name(n), Vorname(n)]  <b>Dipl.-Ing. (FH) Michael Betz</b>  <b>Prof. Dr. Alfred Lechner</b>	5. Abschlussdatum des Vorhabens <b>31.10.2015</b>
	6. Veröffentlichungsdatum <b>04.05.2016</b>
	7. Form der Publikation <b>Bericht</b>
8. Durchführende Institution(en) (Name, Adresse)  <b>Kompetenzzentrum Nanochem</b>  <b>Ostbayerische Hochschule Regensburg (OTH Regensburg)</b>	9. Ber. Nr. Durchführende Institution
	10. Förderkennzeichen *) <b>03FH040PX2</b>
	11. Seitenzahl <b>14</b>
12. Fördernde Institution (Name, Adresse)  <b>Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) 53170 Bonn</b>	13. Literaturangaben <b>3</b>
	14. Tabellen <b>2</b>
	15. Abbildungen <b>15</b>
16. Zusätzliche Angaben	
17. Vorgelegt bei (Titel, Ort, Datum)  <b>Technische Informationsbibliothek, Deutsche Forschungsberichte</b>	
18. Kurzfassung <b>Organische Halbleiter werden momentan in großem Maßstab erforscht, können sich aber aufgrund von Herstellungskosten/Effizienz nicht in der Breite der Anwendungen durchsetzen. Potentiell lassen sich aber organische Photodioden und Solarmodule über Produktionsverfahren mit hohem Durchsatz wie Rolle-zu-Rolle oder Imprint zu sehr geringen Stückpreisen herstellen. Ziel des Projektes war es ein geeignetes Sprühbeschichtersystem zu entwickeln, die Herstellungskosten durch spezialisierte Mikrosprühdüsen zu verringern und somit den Markteintritt für organischer Bauteile zu erleichtern. Durch hoch-effiziente Siliziumdüsen konnte die Transfereffizienz verglichen mit einer konventionellen Düse mehr als verdreifacht werden. Auch Ultraschalldüsen zeigen wesentlich geringere Effizienzwerte. Da die Kosten organische Bauteile in der Produktion bei entsprechenden Verfahren von den hauptsächlich von den Materialkosten bestimmt werden, bedeutet dies eine direkte, erhebliche Kostenreduktion. Vielfältige Anwendungsmöglichkeiten ergeben sich durch die Aufbringung im Sprühverfahren auf flexiblen Substraten.</b>	
19. Schlagwörter <b>Sprühbeschichtung, organische Halbleiter, Photodioden, Photovoltaik</b>	
20. Verlag -	21. Preis -

\*) Auf das Förderkennzeichen des BMBF soll auch in der Veröffentlichung hingewiesen werden.