

# INTERNATIONAL STANDARD

## NORME INTERNATIONALE



**Semiconductor devices – Flexible and stretchable semiconductor devices –  
Part 7: Test method for characterizing the barrier performance of thin film  
encapsulation for flexible organic semiconductor**

**Dispositifs à semiconducteurs – Dispositifs à semiconducteurs souples et  
extensibles –**

**Partie 7: Méthode d'essai pour caractériser la performance des barrières en  
couches minces utilisées pour l'encapsulation des semiconducteurs  
organiques souples**



## THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2019 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester. If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'IEC ou du Comité national de l'IEC du pays du demandeur. Si vous avez des questions sur le copyright de l'IEC ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de l'IEC de votre pays de résidence.

IEC Central Office  
3, rue de Varembe  
CH-1211 Geneva 20  
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11  
[info@iec.ch](mailto:info@iec.ch)  
[www.iec.ch](http://www.iec.ch)

### About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

### About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigendum or an amendment might have been published.

#### IEC publications search - [webstore.iec.ch/advsearchform](http://webstore.iec.ch/advsearchform)

The advanced search enables to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...). It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

#### IEC Just Published - [webstore.iec.ch/justpublished](http://webstore.iec.ch/justpublished)

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available online and once a month by email.

#### IEC Customer Service Centre - [webstore.iec.ch/csc](http://webstore.iec.ch/csc)

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: [sales@iec.ch](mailto:sales@iec.ch).

#### Electropedia - [www.electropedia.org](http://www.electropedia.org)

The world's leading online dictionary on electrotechnology, containing more than 22 000 terminological entries in English and French, with equivalent terms in 16 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

#### IEC Glossary - [std.iec.ch/glossary](http://std.iec.ch/glossary)

67 000 electrotechnical terminology entries in English and French extracted from the Terms and Definitions clause of IEC publications issued since 2002. Some entries have been collected from earlier publications of IEC TC 37, 77, 86 and CISPR.

### A propos de l'IEC

La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

### A propos des publications IEC

Le contenu technique des publications IEC est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

#### Recherche de publications IEC -

[webstore.iec.ch/advsearchform](http://webstore.iec.ch/advsearchform)

La recherche avancée permet de trouver des publications IEC en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...). Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

#### IEC Just Published - [webstore.iec.ch/justpublished](http://webstore.iec.ch/justpublished)

Restez informé sur les nouvelles publications IEC. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et une fois par mois par email.

#### Service Clients - [webstore.iec.ch/csc](http://webstore.iec.ch/csc)

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: [sales@iec.ch](mailto:sales@iec.ch).

#### Electropedia - [www.electropedia.org](http://www.electropedia.org)

Le premier dictionnaire d'électrotechnologie en ligne au monde, avec plus de 22 000 articles terminologiques en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 16 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

#### Glossaire IEC - [std.iec.ch/glossary](http://std.iec.ch/glossary)

67 000 entrées terminologiques électrotechniques, en anglais et en français, extraites des articles Termes et Définitions des publications IEC parues depuis 2002. Plus certaines entrées antérieures extraites des publications des CE 37, 77, 86 et CISPR de l'IEC.

# INTERNATIONAL STANDARD

## NORME INTERNATIONALE



**Semiconductor devices – Flexible and stretchable semiconductor devices –  
Part 7: Test method for characterizing the barrier performance of thin film  
encapsulation for flexible organic semiconductor**

**Dispositifs à semiconducteurs – Dispositifs à semiconducteurs souples et  
extensibles –  
Partie 7: Méthode d'essai pour caractériser la performance des barrières en  
couches minces utilisées pour l'encapsulation des semiconducteurs  
organiques souples**

INTERNATIONAL  
ELECTROTECHNICAL  
COMMISSION

COMMISSION  
ELECTROTECHNIQUE  
INTERNATIONALE

ICS 31.080.99

ISBN 978-2-8322-6612-0

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.  
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

## CONTENTS

|                                                                                                                                     |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| FOREWORD.....                                                                                                                       | 3  |
| 1 Scope.....                                                                                                                        | 5  |
| 2 Normative references .....                                                                                                        | 5  |
| 3 Terms and definitions .....                                                                                                       | 5  |
| 4 Test method .....                                                                                                                 | 6  |
| 4.1 General.....                                                                                                                    | 6  |
| 4.2 Experimental apparatus .....                                                                                                    | 6  |
| 4.3 WVTR calculation .....                                                                                                          | 7  |
| 4.4 Measurement of Ca resistance.....                                                                                               | 7  |
| 4.5 Application to flexible organic semiconductor devices .....                                                                     | 8  |
| 4.6 Measurement of barrier performance under the bending condition .....                                                            | 9  |
| 5 Test report.....                                                                                                                  | 10 |
| Annex A (informative) Sample preparation and data .....                                                                             | 12 |
| A.1 Sample preparation.....                                                                                                         | 12 |
| A.2 Measurement data .....                                                                                                          | 12 |
| Bibliography.....                                                                                                                   | 14 |
| Figure 1 – Experimental set-up for measuring resistance by the four-wire resistance measurement method .....                        | 6  |
| Figure 2 – Four-wire resistance measurement method for measuring resistance change .....                                            | 8  |
| Figure 3 – Experimental set-up for measuring resistance by the four-wire resistance measurement method for flexible substrate ..... | 9  |
| Figure 4 – Experimental set-up for measurement of barrier performance under the bending condition.....                              | 10 |
| Figure A.1 – Example of Ca sensor and its deposition procedures .....                                                               | 12 |
| Figure A.2 – Normalized conductance change as a function of time with linear fit .....                                              | 13 |

## INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**SEMICONDUCTOR DEVICES –  
FLEXIBLE AND STRETCHABLE SEMICONDUCTOR DEVICES –****Part 7: Test method for characterizing the barrier performance of  
thin film encapsulation for flexible organic semiconductor**

## FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 62951-7 has been prepared by IEC technical committee 47: Semiconductor devices.

The text of this International Standard is based on the following documents:

| FDIS         | Report on voting |
|--------------|------------------|
| 47/2533/FDIS | 47/2542/RVD      |

Full information on the voting for the approval of this International Standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

This document has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

A list of all parts in the IEC 62951 series, published under the general title *Semiconductor devices – Flexible and stretchable semiconductor devices*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this document will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific document. At this date, the document will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

**IMPORTANT – The 'colour inside' logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.**

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62951-7:2019

## **SEMICONDUCTOR DEVICES – FLEXIBLE AND STRETCHABLE SEMICONDUCTOR DEVICES –**

### **Part 7: Test method for characterizing the barrier performance of thin film encapsulation for flexible organic semiconductor**

#### **1 Scope**

This part of IEC 62951 specifies evaluation conditions and gives a method of measurement as well as a test set-up for the measurement of barrier performance for thin-film layer with ultra-low permeation rate under both flat and bending conditions. This document also includes the preparation of specimen, electrical contacts, sensor films and calculation procedures. For these purposes, this document provides terms, definitions, symbols, configurations, and test methods including test conditions such as temperature, relative humidity, testing time.

#### **2 Normative references**

There are no normative references in this document.

#### **3 Terms and definitions**

For the purposes of of this document, the following terms and definitions apply.

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- IEC Electropedia: available at <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform, available at <http://www.iso.org/obp>

##### **3.1**

##### **water vapour transmission rate WVTR**

amount of water vapour transmitted through unit area of test specimen per unit time under specified conditions

Note 1 to entry: Its unit is generally  $\text{g/m}^2 \text{ day}$  or  $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$  and it means how much water vapour permeates through a 1 m by 1 m square for 1 day.

[SOURCE: ISO 15106-1:2003, 3.1, modified – the note has been expanded.]

##### **3.2**

##### **four-wire resistance measurement**

electrical resistance measuring technique that uses separate pairs of current-carrying and voltage-sensing electrodes to make more accurate measurements than the simpler and more usual two-terminal sensing

##### **3.3**

##### **organic thin film transistor OTFT**

thin film transistor fabricated by using an organic semiconducting material

Note 1 to entry: This note applies to the French language only.

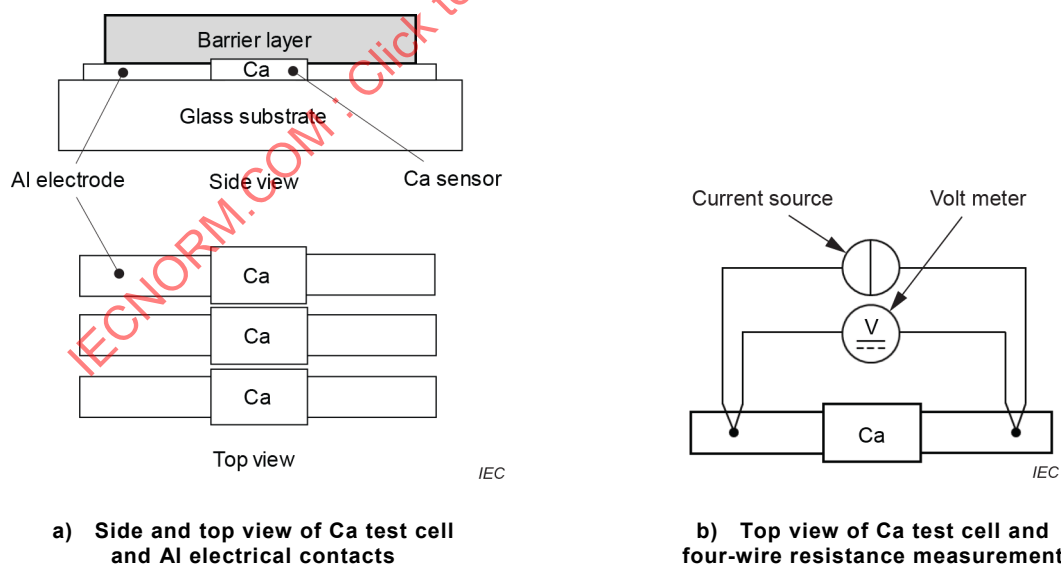
## 4 Test method

### 4.1 General

In the case of organic semiconductor devices, one of the main reliability issues is their susceptibility to water vapour. Hence, a high performance encapsulation layer is needed to suppress the ingress of water vapour into devices. The requirement of these barrier layers is less than  $10^{-4}$  g/m<sup>2</sup> day to provide enough protection for organic devices such as OTFTs and organic diodes from the operating environment. Commercially available and published standard for WVTR measurement is only available for a barrier having  $10^{-3}$  g/m<sup>2</sup> day or  $10^{-4}$  g/m<sup>2</sup> day. Hence, this cannot detect the ultra-low permeation of water vapour. This document covers the measurement method for ultra-low permeation rate and general test set-up. The WVTR can be measured if the change of resistance of the Ca sensor is measured. In addition, WVTR under bending conditions needs to be measured for flexible organic electronics.

### 4.2 Experimental apparatus

Due to the detection limit, the test method based on the infra-red sensor for water vapour transmission rate in the published standard cannot be applied to barrier layer materials for organic semiconductors. Ca test is a widely known and used method for measuring ultra-low permeation rate of the thin-film barriers. Calcium is an electrically conducting and optically opaque metal which becomes non-conducting and transparent after oxidation by humidity. Hence, the measurement of Ca conductance or transparency changes provides an indirect method to determine the oxidation and corrosion rates of Ca induced by permeated water vapour through the barrier layer. In order to measure the electrical conductance change as a function of time, the schematics in Figure 1 a) and b) are suggested. Metal electrodes such as aluminium and Ca sensor are fabricated on the impermeable substrate against water vapour. The dimension including the thickness of the Ca sensor and electrode shall be changed according to the applications. The fabrication of each layer is described in Annex A as an example. The barrier layer which is used to measure WVTR is fabricated on top of the Ca sensor and electrodes. Figure A.2 in Annex A shows typical conductance change as a function of time measured in the test set-up illustrated in Figure 1.



**Figure 1 – Experimental set-up for measuring resistance by the four-wire resistance measurement method**

### 4.3 WVTR calculation

By using the experimental set-up described, the change of electrical resistance can be measured by the four-wire resistance measurement method. An example of data can be found in Annex A. The WVTR can be determined by monitoring the time rate of change of the electrical conductance of Ca (data in Figure A.2 in Annex A) through the use of Formula (1) which has been widely used.

$$WVTR = n \delta_{Ca} \rho_{Ca} \frac{dG}{dt} \frac{l}{w} \frac{M_{H_2O}}{M_{Ca}} \frac{A_{Ca}}{A_w} \quad (1)$$

where

$n$  is the molar equivalent of the reaction (assumed as  $n = 2$ );

$\delta_{Ca}$  is the calcium resistivity ( $3,4 \times 10^{-8} \Omega \text{ m}$ );

$\rho_{Ca}$  is the calcium density ( $1,55 \text{ g/cm}^3$ );

$G$  is the electrical conductance of calcium (the value of  $\frac{dG}{dt}$  in Formula (1) is from the linear fitting in the conductance change versus time as shown in Figure A.2 in Annex A);

$M$  is the molar mass ( $M_{H_2O}$  and  $M_{Ca}$  are the molar masses of water vapour and of Ca, respectively);

$l$  is the length of the calcium sensor;

$w$  is the width of the calcium sensor;

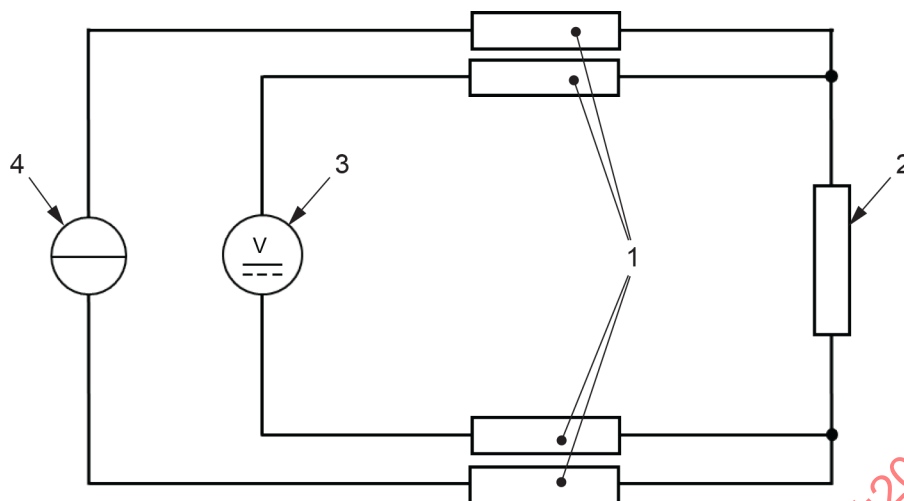
$A_{Ca}$  is the area of the Ca sensor;

$A_w$  is the area of the window.

The ratio of the area of the Ca sensor to the area of the window for water permeation and the ratio of the length is unity due to the geometry of the experimental set-up.

### 4.4 Measurement of Ca resistance

In order to measure the electrical conductance change accurately, the four-wire resistance measurement method is suggested to measure the resistance change, as shown in Figure 2. The four-wire resistance measurement method is an electrical impedance measuring technique that uses separate pairs of current-carrying and voltage-sensing electrodes to make more accurate measurements than the simpler and more usual two-terminal (2T) sensing. Due to imperceptible change in resistance during the Ca test, the four-wire resistance measurement method should be used.



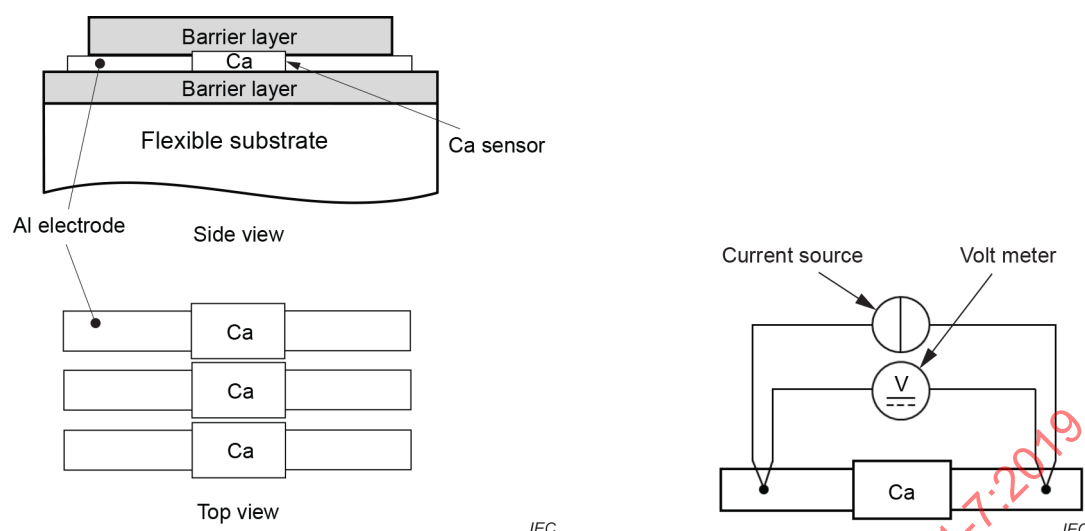
**Key**

- 1. resistance of wire;
- 2. resistance of Ca sensor;
- 3. volt meter;
- 4. current source.

**Figure 2 – Four-wire resistance measurement method for measuring resistance change**

**4.5 Application to flexible organic semiconductor devices**

Subclauses 4.2 to 4.4 explain the basic concept of the experimental apparatus for measurement of permeated water vapour through thin film barrier layer in one direction. Subclause 4.5 is about the experimental apparatus for measurement of permeated water vapour through both sides as shown in Figure 3. Due to the limitation of glass substrate to flexible applications, flexible substrates such as PET (polyethylene terephthalate) have been widely used. However, most of flexible substrates are permeable to water vapour. Hence, in order to decrease the amount of permeated water vapour through bottom substrate, a barrier layer should be deposited on top of the flexible substrate, as illustrated in Figure 3. Water vapour can permeate through the top barrier layer as well as the bottom flexible substrate with a barrier layer. The measurement procedure for resistance change is identical to that described in 4.2 to 4.4.



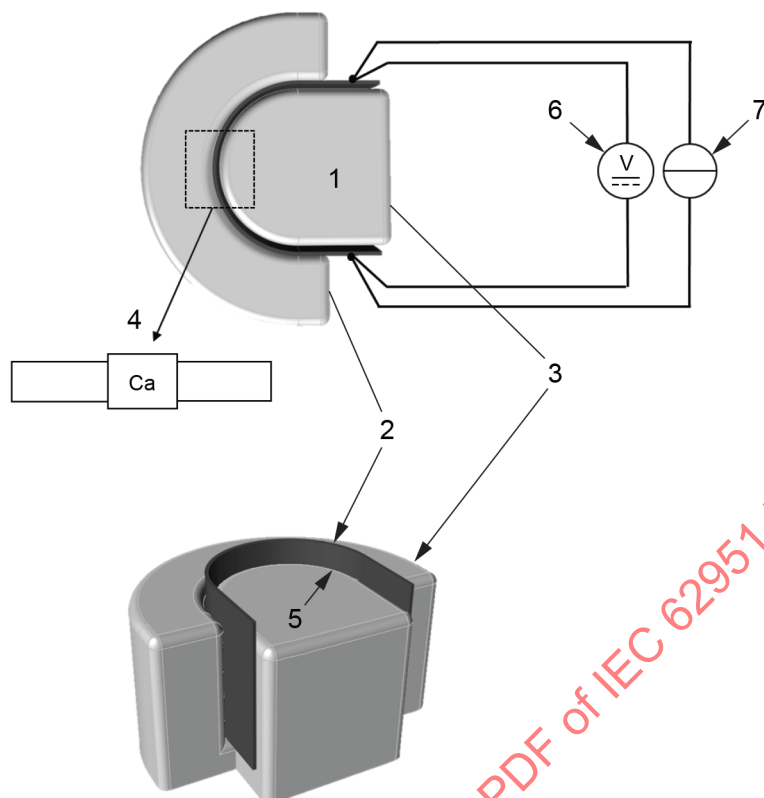
a) Side and top view of Ca test cell and Al electrical contacts for flexible substrate

b) Top view of Ca test cell and four-wire resistance measurement

**Figure 3 – Experimental set-up for measuring resistance by the four-wire resistance measurement method for flexible substrate**

#### 4.6 Measurement of barrier performance under the bending condition

Subclauses 4.2 to 4.5 explain the basic concept of the experimental apparatus for measurement of permeated water vapour through both the thin film barrier layer and the flexible substrate. Subclause 4.6 is about the experimental apparatus for measurement of permeated water vapour through both sides under the bending condition as shown in Figure 4. Due to the actual application of flexible electronics, the barrier performance needs to be measured under the bending condition. By using the experimental apparatus described in Figure 4, the radius of the curvature for the thin film barrier layer can be precisely realized.



IEC

#### Key

- 1 bending radius
- 2 flexible barrier layer
- 3 bending test jig
- 4 Ca sensor
- 5 bending radius
- 6 volt meter
- 7 current source

**Figure 4 – Experimental set-up for measurement of barrier performance under the bending condition**

## 5 Test report

It should be noted that the value of WVTR is significantly dependent on the test environments such as temperature and relative humidity. Hence, it is noted that the value of WVTR should be reported with the test environment. In this document, it is suggested that the test should be carried out either in a controlled environmental chamber or under standard laboratory conditions. The following information shall be included in the test report:

- a) reference to IEC 62951-7
- b) the shape and the dimensions of experimental apparatus
  - Ca sensor
  - electrode
  - barrier layer

c) test conditions

- temperature (ambient or environmental chamber)
- relative humidity
- evaluation time
- bending radius of curvature

d) test result

- resistance change as a function of time (or conductance change)
- WVTR

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62951-7:2019

## Annex A (informative)

### Sample preparation and data

#### A.1 Sample preparation

In order to carry out the experiment for WVTR measurement, the Ca sensor and electrode should be fabricated. Generally, Ca is oxidized quickly in the air. Hence, it is strongly suggested that it be fabricated in a vacuum or nitrogen environment. A thermal evaporator for the fabrication of the Ca and electrode can be used. In the last step, a thin film barrier is fabricated on top of the buffer layer as illustrated in Figure A.1. As explained in 4.2, the dimension shall be changed according to the applications. In general, the thickness of the Ca sensor should be thicker than 20 nm due to its critical thickness. In the case of thickness less than 20 nm, the sheet resistance of the Ca sensor is too large to detect the change.

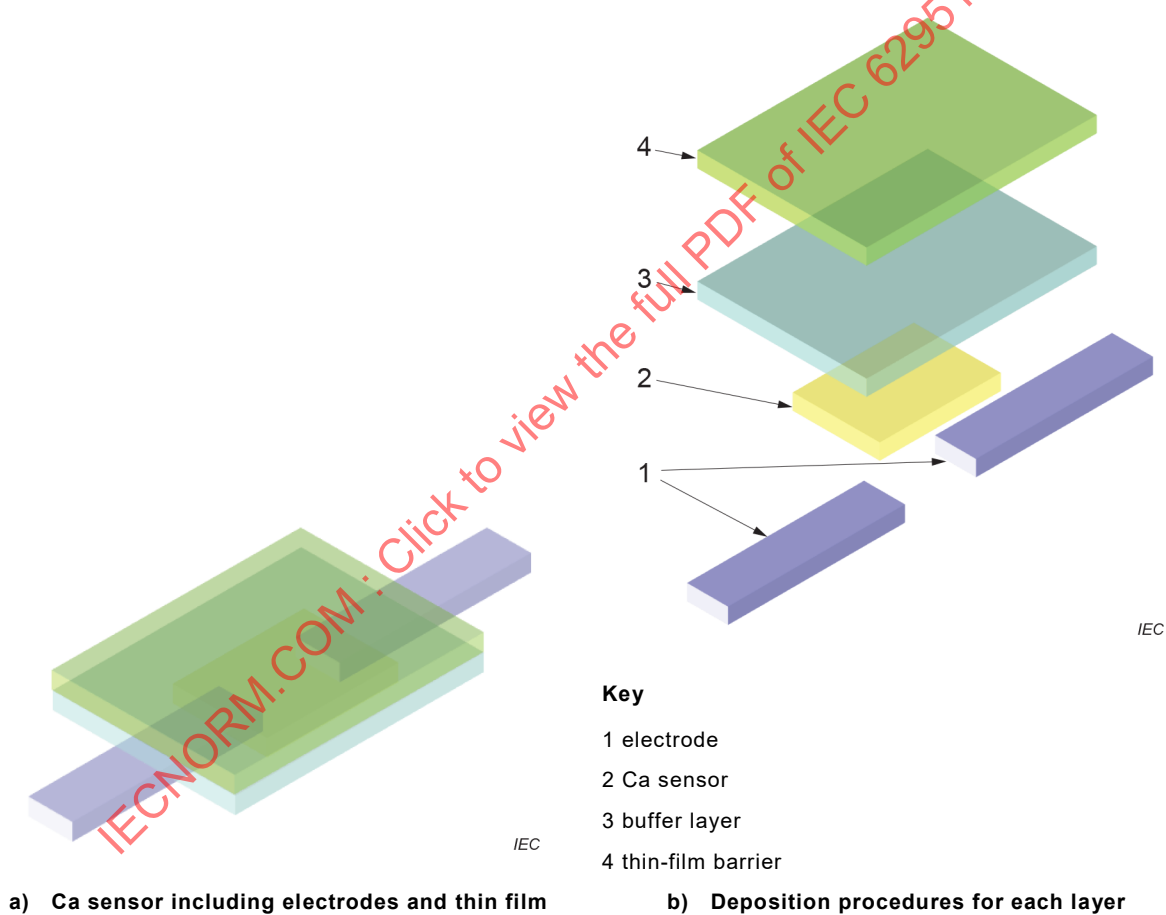


Figure A.1 – Example of Ca sensor and its deposition procedures

#### A.2 Measurement data

Based on the measurement data of the resistance change of the Ca sensor as a function of time, WVTR is determined. The accuracy and consistency are critical to determine WVTR. Figure A.2 shows an example of the change of resistance of the Ca sensor as a function of time; the measurement was carried out for 800 h. There is no suggestion for evaluation time but the measurement should be carried out for enough time to get a linear fit. The slope of the linear fit is significantly dependent on the amount of permeated water vapour. Hence, it cannot be set in advance about its range.

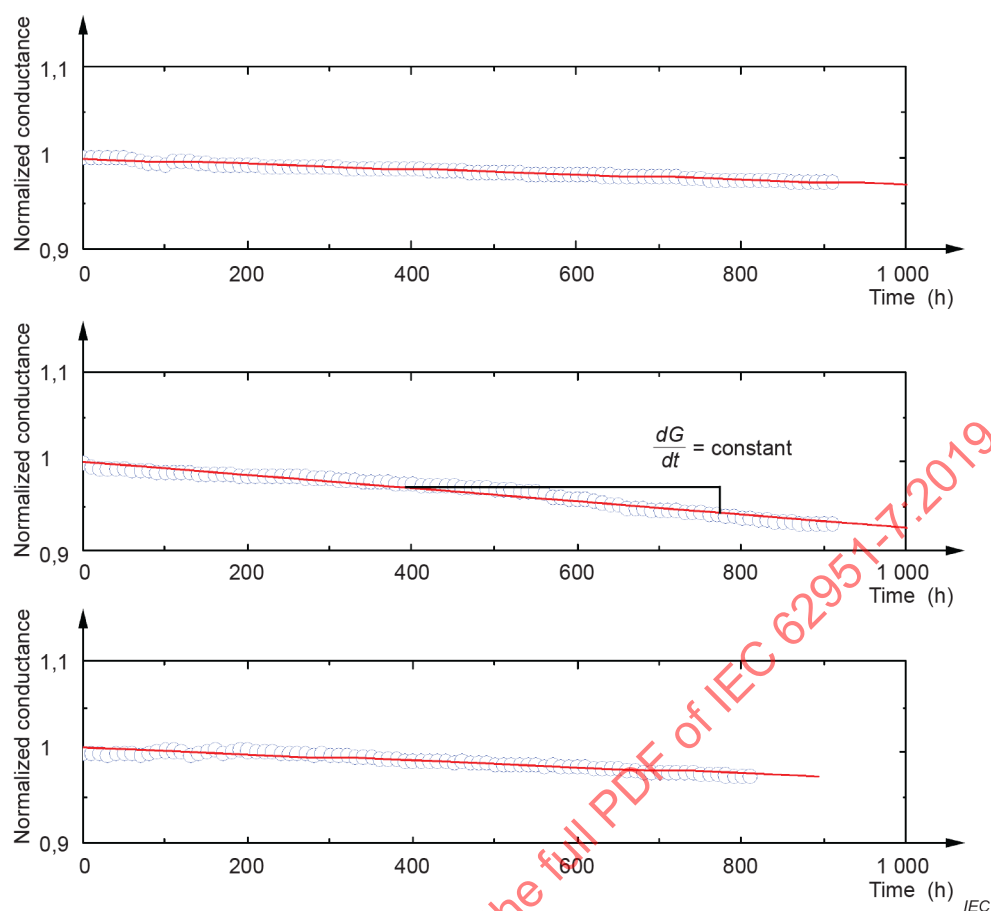


Figure A.2 – Normalized conductance change as a function of time with linear fit

## Bibliography

IEC 60115-1:2008, *Fixed resistors for use in electronic equipment – Part 1: Generic specification*

IEC 60749-39, *Semiconductor devices – Mechanical and climatic test methods – Part 39: Measurement of moisture diffusivity and water solubility in organic materials used for semiconductor components*

IEC 62812<sup>1</sup>, *Low resistance measurements – Methods and guidance*

ISO 15106-1:2003, *Plastics – Film and sheeting – Determination of water vapour transmission rate - Part 1: Humidity detection sensor method*

N. Kim, W. J. Potscavage, Jr., B. Domercq, B. Kippelen, and S. Graham, A hybrid encapsulation method for organic electronics, *Applied Physics Letters*, 94, 163-308 (2009)

N Kim, W. J. Potscavage, A. Sundaramoorthi, C. Henderson, B. Kippelen, S. Graham, A correlation study between barrier film performance and shelf lifetime of encapsulated organic solar cells, *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 101, 140 (2012)

---

<sup>1</sup> Under preparation. Stage at the time of publication: IEC FDIS 62812.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62951-7:2019

## SOMMAIRE

|                                                                                                                                               |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| AVANT-PROPOS .....                                                                                                                            | 17 |
| 1 Domaine d'application .....                                                                                                                 | 19 |
| 2 Références normatives .....                                                                                                                 | 19 |
| 3 Termes et définitions .....                                                                                                                 | 19 |
| 4 Méthode d'essai .....                                                                                                                       | 20 |
| 4.1 Généralités .....                                                                                                                         | 20 |
| 4.2 Appareillage expérimental.....                                                                                                            | 20 |
| 4.3 Calcul du CTVE .....                                                                                                                      | 21 |
| 4.4 Mesure de la résistance du calcium .....                                                                                                  | 22 |
| 4.5 Application aux dispositifs à semiconducteurs organiques souples.....                                                                     | 22 |
| 4.6 Mesure de la performance de la couche de barrière en condition de flexion.....                                                            | 23 |
| 5 Rapport d'essai .....                                                                                                                       | 24 |
| Annexe A (informative) Préparation de l'échantillon et données .....                                                                          | 26 |
| A.1 Préparation de l'échantillon.....                                                                                                         | 26 |
| A.2 Données de mesure .....                                                                                                                   | 27 |
| Bibliographie.....                                                                                                                            | 28 |
| Figure 1 – Montage expérimental pour mesurer la résistance par la méthode de mesure de résistance à quatre fils .....                         | 21 |
| Figure 2 – Méthode de mesure à quatre fils pour mesurer la variation de résistance.....                                                       | 22 |
| Figure 3 – Montage expérimental pour mesurer la résistance par la méthode de mesure de résistance à quatre fils pour un substrat souple ..... | 23 |
| Figure 4 – Montage expérimental pour la mesure de la performance de la couche de barrière en condition de flexion .....                       | 24 |
| Figure A.1 – Exemple de détecteur calcique et ses modes opératoires de dépôt.....                                                             | 26 |
| Figure A.2 – Variation de la conductance normalisée en fonction du temps, avec ajustement linéaire .....                                      | 27 |

## COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**DISPOSITIFS À SEMICONDUCTEURS –  
DISPOSITIFS À SEMICONDUCTEURS SOUPLES ET EXTENSIBLES –****Partie 7: Méthode d'essai pour caractériser la performance  
des barrières en couches minces utilisées pour l'encapsulation  
des semiconducteurs organiques souples**

## AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale IEC 62951-7 a été établie par le comité d'études 47 de l'IEC: Dispositifs à semiconducteurs.

Le texte de cette norme internationale est issu des documents suivants:

| FDIS         | Rapport de vote |
|--------------|-----------------|
| 47/2533/FDIS | 47/2542/RVD     |

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme internationale.

Le présent document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série IEC 62951, publiées sous le titre général *Dispositifs à semiconducteurs – Dispositifs à semiconducteurs souples et extensibles*, peut être consultée sur le site web de l'IEC.

Le comité a décidé que le contenu de ce présent document ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives au document recherché. A cette date, le présent document sera

- reconduit,
- supprimé,
- remplacé par une édition révisée, ou
- amendé.

**IMPORTANT – Le logo "colour inside" qui se trouve sur la page de couverture de cette publication indique qu'elle contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer cette publication en utilisant une imprimante couleur.**

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 62951-7:2019

## **DISPOSITIFS À SEMICONDUCTEURS – DISPOSITIFS À SEMICONDUCTEURS SOUPLES ET EXTENSIBLES –**

### **Partie 7: Méthode d'essai pour caractériser la performance des barrières en couches minces utilisées pour l'encapsulation des semiconducteurs organiques souples**

#### **1 Domaine d'application**

La présente partie de l'IEC 62951 spécifie des conditions d'évaluation et fournit une méthode de mesure ainsi qu'un montage d'essai pour la mesure de performance des barrières en couches minces à vitesse de perméation ultra faible, à la fois à plat et en conditions de flexion. Le présent document comprend également la préparation de l'éprouvette, les contacts électriques, les couches de détecteur et les modes opératoires de calcul. A cet effet, le présent document fournit des termes, des définitions, des symboles, des configurations et des méthodes d'essai, y compris des conditions d'essai telles que la température, l'humidité relative et la durée d'essai.

#### **2 Références normatives**

Le présent document ne contient aucune référence normative.

#### **3 Termes et définitions**

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

##### **3.1**

##### **coefficient de transmission de vapeur d'eau CTVE**

quantité de vapeur d'eau traversant une unité de surface de l'éprouvette par unité de temps dans des conditions spécifiées

Note 1 à l'article: Ce coefficient est généralement exprimé en  $\text{g/m}^2$  jour ou en  $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$  et il indique la quantité de vapeur d'eau qui s'infiltré dans un carré de 1 m par 1 m pendant 1 jour.

[SOURCE: ISO 15106-1:2003, 3-1, modifié – la note a été étoffée.]

##### **3.2**

##### **mesure de résistance à quatre fils**

technique de mesure de résistance électrique qui utilise des paires distinctes d'électrodes de conduction de courant et d'électrodes de détection de tension pour réaliser des mesures plus précises que la détection à deux bornes qui est une technique plus simple et plus courante

##### **3.3**

##### **transistor organique en couches minces OTFT**

transistor en couches minces fabriqué en utilisant un matériau semiconducteur organique

Note 1 à l'article: L'abréviation «OTFT» est dérivée du terme anglais développé correspondant «organic thin film transistor».

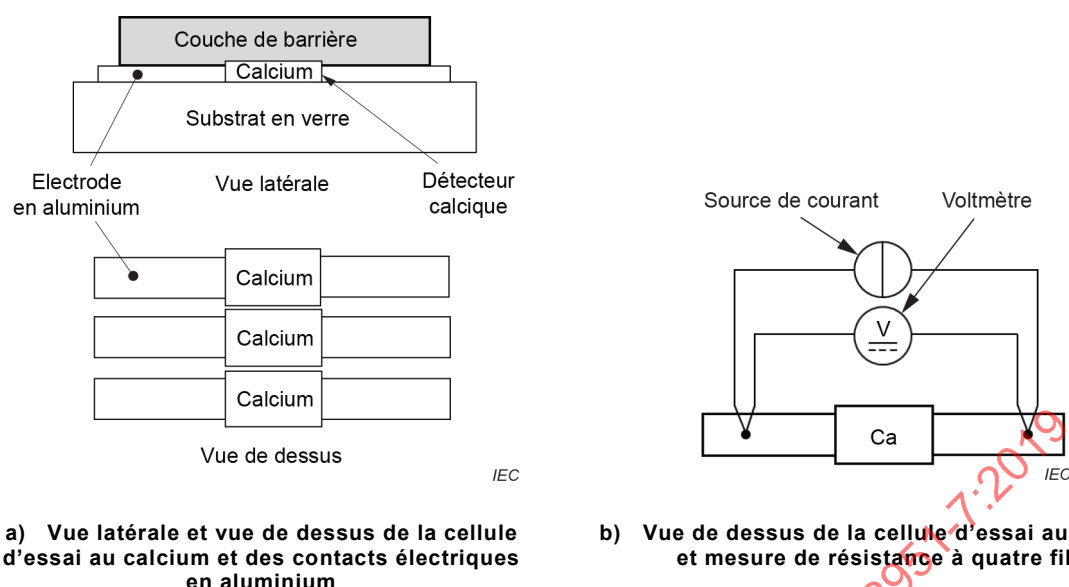
## 4 Méthode d'essai

### 4.1 Généralités

Dans le cas des dispositifs à semiconducteurs organiques, l'un des principaux problèmes de fiabilité est leur sensibilité à la vapeur d'eau. De ce fait, il est nécessaire d'appliquer une couche d'encapsulation à haute performance afin d'empêcher l'entrée de vapeur d'eau dans les dispositifs. L'exigence de ces couches de barrière est moins de  $10^{-4}$  g/m<sup>2</sup> jour pour assurer une protection suffisante des dispositifs organiques tels que les OTFT et les diodes organiques, contre l'environnement opératoire. La norme disponible dans le commerce et publiée pour la mesure du CTVE n'est disponible que pour une barrière de  $10^{-3}$  g/m<sup>2</sup> jour ou  $10^{-4}$  g/m<sup>2</sup> jour. De ce fait, il est impossible de détecter la perméation ultra faible de la vapeur d'eau. Le présent document couvre la méthode de mesure pour une vitesse de perméation ultra faible et le montage d'essai général. Le CTVE peut être mesuré si la variation de résistance du détecteur calcique est mesurée. De plus, pour l'électronique organique souple, il est nécessaire de mesurer le CTVE en conditions de flexion.

### 4.2 Appareillage expérimental

Du fait de la limite de détection, la méthode d'essai fondée sur un détecteur infrarouge pour déterminer le coefficient de transmission de vapeur d'eau dans la norme publiée ne peut pas être appliquée aux matériaux des couches barrières pour semiconducteurs organiques. L'essai au calcium est une méthode largement répandue et utilisée pour mesurer la vitesse de perméation ultra faible des barrières en couches minces. Le calcium est un métal électriquement conducteur et optiquement opaque qui devient non conducteur et transparent après une oxydation par l'humidité. De ce fait, la mesure des variations de conductance ou de transparence du calcium fournit une méthode indirecte pour déterminer les vitesses d'oxydation et de corrosion du calcium induites par la vapeur d'eau qui s'est infiltrée à travers la couche de barrière. Afin de mesurer la variation de conductance électrique en fonction du temps, les schémas de la Figure 1 a) et b) sont suggérés. Une électrode en métal, par exemple en aluminium, et un détecteur calcique sont fabriqués sur le substrat imperméable à la vapeur d'eau. La dimension incluant l'épaisseur du détecteur calcique et de l'électrode doit être changée en fonction des applications. La fabrication de chaque couche est décrite à l'Annexe A, à titre d'exemple. La couche de barrière qui est utilisée pour mesurer le CTVE est fabriquée au-dessus de la couche de calcium et des électrodes. La Figure A.2 à l'Annexe A indique une variation de conductance type en fonction du temps, mesurée dans le montage d'essai représenté sur la Figure 1.



**Figure 1 – Montage expérimental pour mesurer la résistance par la méthode de mesure de résistance à quatre fils**

### 4.3 Calcul du CTVE

En utilisant le montage expérimental décrit, la variation de la résistance électrique peut être mesurée par la méthode de mesure de résistance à quatre fils. L'Annexe A fournit un exemple de données. Le CTVE peut être déterminé en surveillant la vitesse de variation dans le temps de la conductance électrique du calcium (données de la Figure A.2 de l'Annexe A) en utilisant la Formule (1) qui a été largement utilisée.

$$WVTR = n \delta_{Ca} \rho_{Ca} \frac{dG}{dt} \frac{l}{w} \frac{M_{H_2O}}{M_{Ca}} \frac{A_{Ca}}{A_w} \quad (1)$$

où

$n$  est l'équivalent molaire de la réaction (supposé égal à 2);

$\delta_{Ca}$  est la résistivité du calcium ( $3,4 \times 10^{-8} \Omega m$ );

$\rho_{Ca}$  est la densité du calcium ( $1,55 g/cm^3$ );

$G$  est la conductance électrique du calcium (la valeur de  $\frac{dG}{dt}$  dans la Formule (1) est obtenue par ajustement linéaire de la variation de conductance en fonction du temps tel que représentée à la Figure A.2 de l'Annexe A);

$M$  est la masse molaire ( $M_{H_2O}$  et  $M_{Ca}$  sont les masses molaires de la vapeur d'eau et du calcium, respectivement);

$l$  est la longueur du détecteur calcique;

$w$  est la largeur du détecteur calcique;

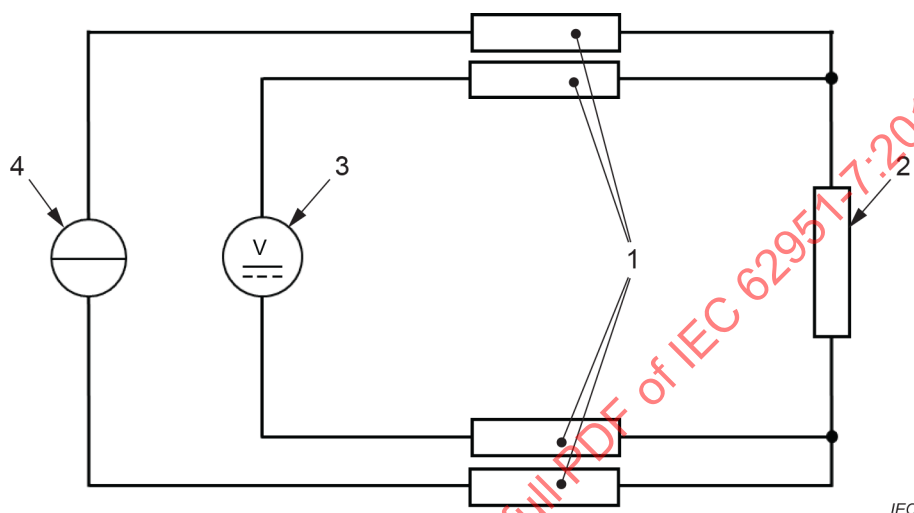
$A_{Ca}$  est la surface du détecteur calcique;

$A_w$  est la surface de la vitre.

Le rapport de la surface du détecteur calcique sur la surface de la vitre pour la perméation de l'eau et le rapport de la longueur est égal à l'unité en raison de la géométrie du montage expérimental.

#### 4.4 Mesure de la résistance du calcium

Afin de mesurer précisément la variation de la conductance électrique, la méthode de mesure de résistance à quatre fils est suggérée pour mesurer la variation de résistance, tel que représenté à la Figure 2. La méthode de mesure de résistance à quatre fils est une technique de mesure d'impédance électrique qui utilise des paires distinctes d'électrodes de conduction de courant et de détection de tension pour réaliser des mesures plus précises que la détection à deux bornes qui est une technique plus simple et plus courante. Du fait de l'imperceptible variation de la résistance pendant l'essai au calcium, il convient d'utiliser la méthode de mesure de résistance à quatre fils.



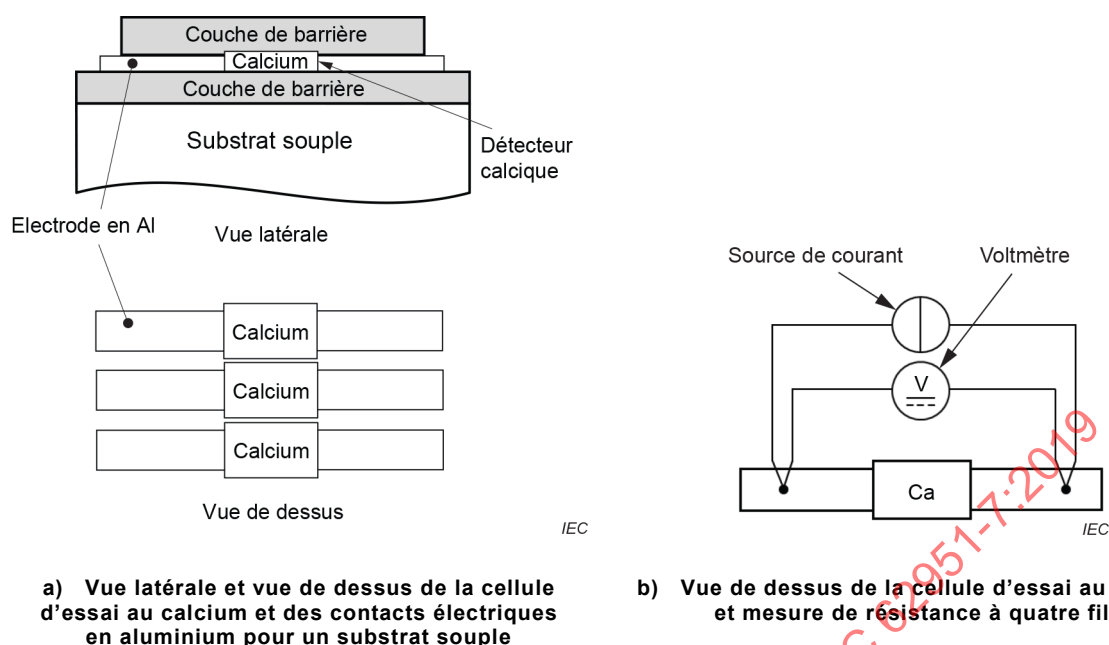
#### Légende

1. mesure de résistance;
2. mesure de résistance du détecteur calcique;
3. voltmètre;
4. source de courant.

**Figure 2 – Méthode de mesure à quatre fils pour mesurer la variation de résistance**

#### 4.5 Application aux dispositifs à semiconducteurs organiques souples

Les paragraphes 4.2 à 4.4 expliquent le concept de base de l'appareillage expérimental pour la mesure de la vapeur d'eau infiltrée à travers une barrière en couche mince dans une seule direction. Le paragraphe 4.5 concerne l'appareillage expérimental pour la mesure de la vapeur d'eau infiltrée par les deux côtés, tel que représenté à la Figure 3. Du fait de la limite du substrat en verre vis-à-vis des applications souples, des substrats souples tels que du PET (polyéthylène téréphtalate) ont largement été utilisés. Cependant, la plupart des substrats souples sont perméables à la vapeur d'eau. De ce fait, afin de réduire la quantité de vapeur d'eau infiltrée à travers le substrat inférieur, il convient de déposer une couche de barrière au-dessus du substrat souple, tel que la Figure 3 le montre. La vapeur d'eau peut s'infiltrer à travers la couche de barrière supérieure ainsi que le substrat souple inférieur avec une couche de barrière. Le mode opératoire de mesure pour la variation de résistance est identique à celui décrit en 4.2 à 4.4.



**Figure 3 – Montage expérimental pour mesurer la résistance par la méthode de mesure de résistance à quatre fils pour un substrat souple**

#### 4.6 Mesure de la performance de la couche de barrière en condition de flexion

Les paragraphes 4.2 à 4.5 expliquent le concept de base de l'appareillage expérimental pour la mesure de la vapeur d'eau infiltrée à la fois à travers une mince couche de barrière et à travers un substrat souple. Le paragraphe 4.6 concerne l'appareillage expérimental pour la mesure de la vapeur d'eau infiltrée par les deux côtés en condition de flexion, tel que représenté à la Figure 4. Du fait de l'application actuelle de l'électronique souple, il est nécessaire de mesurer la performance de la couche de barrière en condition de flexion. En utilisant l'appareillage expérimental décrit à la Figure 4, le rayon de courbure pour la mince couche de barrière peut être réalisé avec précision.