



INDUSTRIE-OFENBAU  
CARL HANF  CO

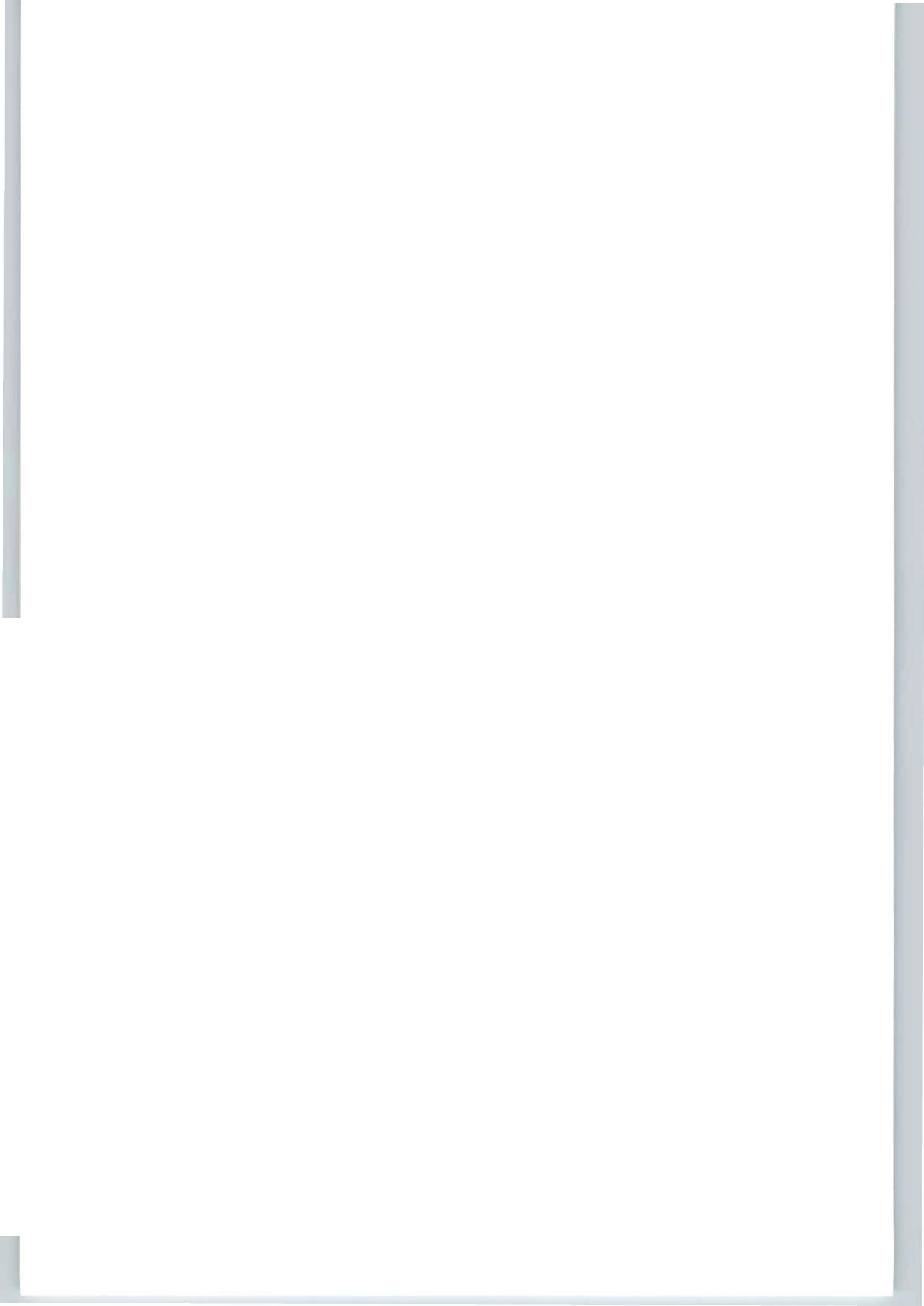
## **Technologieentwicklung für einen Inline-Vakuum-Klebeprozess mit Gasbefüllung zur umweltgerechten Produktion von Plasmabildschirmen und Gasentladungslampen**

Abschlussbericht über ein Entwicklungsprojekt,  
gefördert unter dem Az: 23513 von der  
Deutschen Bundesstiftung Umwelt

von

Francisco López & Dr.-Ing. Reinhard Schummers

Düren, April 2007



**Projektkennblatt**  
der  
**Deutschen Bundesstiftung Umwelt**



Az	<b>23513</b>	Referat	<b>21/0</b>	Fördersumme	<b>125.000,00 €</b>
<b>Antragstitel</b>	Technologieentwicklung für einen Inline-Vakuum-Klebeprozess mit Gasbefüllung zur umweltgerechten Produktion von Plasmabildschirmen und Gasentladungslampen				
<b>Stichworte</b>	Energie, Verfahren, Bildröhre				
Laufzeit	Projektbeginn	Projektende	Projektphase(n)		
<b>18 Monate</b>	<b>13.07.2005</b>	<b>12.01.2007</b>			
Zwischenberichte:	alle 6 Monate Kurzbericht				
<b>Bewilligungsempfänger</b>	ELINO Industrie-Ofenbau Carl Hanf GmbH & Co. KG Zum Mühlengraben 16 - 18 52355 Düren			Tel	<b>02421/6902-125</b>
				Fax	02421/62979
				Projektleitung	Herr Johnen
				Bearbeiter	Herr López Herr Dr. Schummers
<b>Kooperationspartner</b>					

### **Zielsetzung und Anlass des Vorhabens**

Ziel des Projekts ist die Entwicklung von neuen Technologien als Grundlage für einen neuartigen Vakuum-Durchlaufofen für die Produktion von Plasmabildschirmen und Leuchtkörpern. Dieser Inline-Vakuum-Klebeprozess (InVaK-Prozess) stellt eine Integration der zwei bisher getrennten Verfahrensschritte Kleben und Evakuieren im Kammerofen dar. Hierdurch kann der Energieverbrauch bei der Herstellung von Plasmabildschirmen gegenüber dem Prozess im Kammerofen um fast 90 % reduziert werden. Gleichzeitig wird durch den Wegfall manueller Produktionsschritte der Material- und Zeiteinsatz deutlich verringert. Der entsprechende Ofen für den InVaK-Prozess wird zunächst flexibel nutzbar sein für Plasmabildschirme im Bereich 40 bis 100 Zoll.

### **Darstellung der Arbeitsschritte und der angewandten Methoden**

**Arbeitspaket 1: Technologieentwicklung zum Vakuumofen.** Ziel des Arbeitspaketes ist die Entwicklung eines Prozesses, der es ermöglicht, in Form eines Durchlaufofens das Verkleben und Evakuieren zu integrieren. Hierbei handelt es sich um eine vollständige Neuentwicklung, bei der nicht auf am Markt verfügbare Technologien zurückgegriffen werden kann. Da im InVaK-Prozess erst evakuiert und während des Vakuums verklebt wird, können Ausgasungen der Glasfritte, die zum Verkleben bei Temperaturen über 400 °C aufgeschmolzen wird, nach dem Klebevorgang nicht mehr aus dem Bildschirm entfernt werden. Zur Lösung dieses Problems müssen Ausgasungen der Fritte daher möglichst vermieden und Auswirkungen verbleibender Reste im Bildschirm genau untersucht werden. Außerdem werden Einflüsse von Evakuiergeschwindigkeit, Endvakuum, Leckrate sowie Vakuumtemperatur vor und während des Klebevorgangs auf die Bildschirmparameter untersucht.

**Arbeitspaket 2: Technologieentwicklung zur Gasfüllstation.** Im neuen InVaK-Prozess verlassen die Bildschirme den Ofen komplett verklebt, evakuiert und abgedichtet. Zum Gasfüllen bei Raumtemperatur wird ein Adapterflansch verwendet, mit dem der Bildschirm lediglich noch über einen Glasrohrstummel wieder geöffnet, mit Gas befüllt und nachfolgend wieder verschlossen wird. Hierbei spielt die Dichtheit der Adapterverbindung zum Glasstummel eine wesentliche Rolle. Durch Analysen bezüglich Restsauerstoff, residualer C-H-Verbindungen und Endvakuum wird sichergestellt, dass der InVaK-Prozess die gestellten Geräteanforderungen erfüllt bzw. übertrifft.

## **Ergebnisse und Diskussion**

Die Verfahrensschritte „Evakuieren“, „Verkleben“ und „Gasfüllen“ wurden erfolgreich dargestellt. Aus einer Matrix bestehend aus einer Serie von Glasfritten unterschiedlicher Hersteller, deren spezifischer Vorbehandlung sowie Verfahrensparameter (insbesondere geeignete Temperaturführungen), Vakuum- und Spülzyklen im Klebprozess wurden dabei geeignete Materialien und Prozesseinstellungen ermittelt. Im Rahmen des Projekts wurde dazu an Versuchsaufbauten die Verfahrensweise getestet. Die Eignung der so hergestellten Plasmabildschirme mit Diagonale 7,5 Zoll wurde durch Messung der Bildschirmparameter verifiziert. Damit sind nun die technischen Voraussetzungen bekannt, die zum Upscaling auf eine Pilotanlage im Durchlaufbetrieb notwendig sind.

Im Rahmen des Projekts wurde die ursprüngliche Zielstellung durch die Darstellung der sog. Tipless-Panels erweitert. Dabei handelt es sich um eine Technik zur Vermeidung des sonst üblichen Pumpstängels, welcher auf der Rückseite des Bildschirms um mehrere Zentimeter senkrecht absteht. Dieser Pumpstängel ist heute eine Schwachstelle bei der manuellen Handhabung der Bildschirme und erfordert ein um ein Vielfaches erhöhtes Transportvolumen als für die flachen Bildschirme eigentlich notwendig wäre. Die Transportkosten und der Transport-Energiebedarf können bei Tipless-Panels drastisch gesenkt werden. Der Transportenergiebedarf ist signifikant, da zurzeit die Panel-Herstellung in Hochlohnländern erfolgt und die Gerätemontage in Niedriglohnländern, wodurch lange Flug- bzw. Schifffrachtwege für die Panels erforderlich sind.

Das InVaK-Verfahren ist durch die im Rahmen dieses Projekts durchgeführten Untersuchungen soweit definiert, dass nun das Upscaling auf eine Pilotanlage erfolgt. Die Errichtung der Pilotanlage ist bereits projektiert.

## **Öffentlichkeitsarbeit und Präsentation**

Da es sich bei dem durchgeführten Projekt um eine reine Verfahrensentwicklung handelt, welche die Grundlage für die nun geplante Pilotanlage darstellt, ist eine Veröffentlichung der Ergebnisse bisher nicht erfolgt. Veröffentlichungen und Präsentationen der Ergebnisse werden im Rahmen des Betriebs der Pilotanlage erfolgen.

### **Fazit**

Das Projekt InVaK-Prozess hat zu wichtigen Erkenntnissen und Verfahrensentwicklungen geführt, welche nun die Grundlage zum Scale-up des Inline-Vakuum-Klebprozesses auf eine Pilotanlage bilden. Von der Pilotanlage wird aufgrund der bisher erzielten Ergebnisse erwartet, dass die oben dargestellten Ziele zur Material- und Energieeinsparung bei der Herstellung und beim Transport von Plasmabildschirmen erreicht werden können.

## Inhaltsverzeichnis

Zusammenfassung .....	2
Einleitung .....	2
Hauptteil .....	4
Arbeitspaket 1: Technologieentwicklung zum Vakuumofen .....	5
Arbeitspaket 2: Technologieentwicklung zur Gasfüllstation .....	9
Ergebnisse .....	13
Fazit .....	14
Anhänge .....	15
Anhang 1: Energiekalkulation .....	15
Anhang 2: Testreport für LGE vom 18. Mai 2006 mit technischen Daten der Versuchsbildschirme .....	17

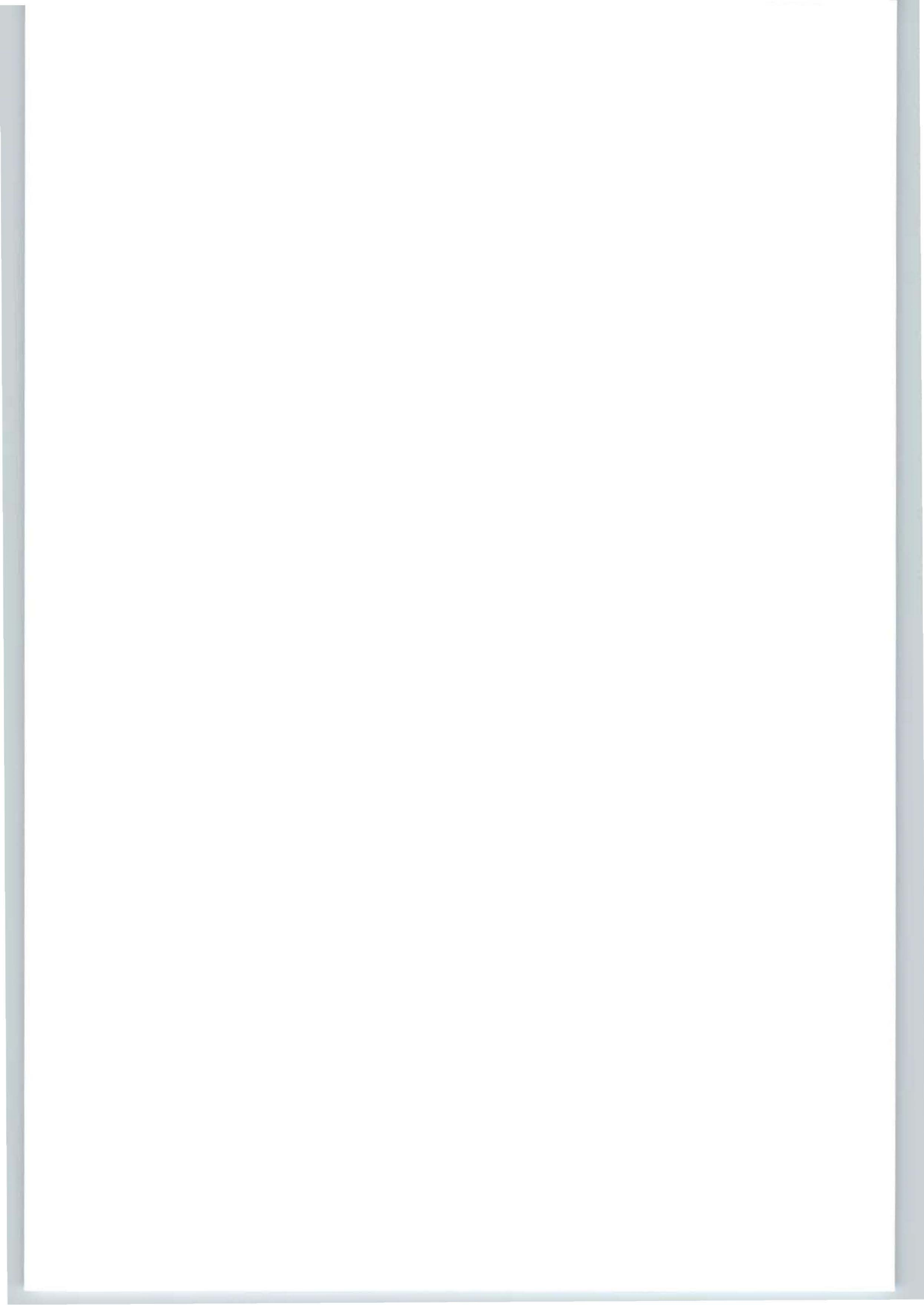
## Verzeichnis von Bildern und Tabellen

Abbildung 1: Vakuum-Rohrofen für PDP-Versuche .....	6
Abbildung 2: CPT-Testbildschirm gefertigt mit LGE-Fritte (240 V, 120 mA) .....	6
Abbildung 3: Dampfdruckkurve LGE-Fritte #2/4 .....	7
Abbildung 4: Prozentualer Anteil der nachleuchtenden Fläche an verschiedenen PDP-Testpanels .....	8
Abbildung 5: Gasfüllstation .....	9
Abbildung 6: 7,5-Zoll LGE Dummy-Panel .....	11
Abbildung 7: Tip-tube nach Öffnen in Gasfüllstation .....	11
Abbildung 8: Gezündetes 7,5" LGE Panel mit Tip-tube Gasfüllung .....	11
Abbildung 9: 7,5"-Bildschirm (LGE) mit angeschlossener Gasfüllkapillare (GFT) zur Gasbefüllung .....	12
Abbildung 10: Befüllte und gezündete Bildschirme mit verschlossener Gasfüllkapillare (GFT) .....	13

Tabelle 1: Pumpzeiten und Enddruck bei den beiden eingesetzten Vakuumpumpen.	5
Tabelle A1: InVaK-Prozess von ELINO – kontinuierliches Kleben und Pumpen .....	15
Tabelle A2: Konventioneller Prozess, Teil 1 – Kleben im Kammerofen .....	16
Tabelle A3: Konventioneller Prozess, Teil 2 – Pumpen im Kammerofen .....	16

## Verzeichnis von Begriffen und Definitionen

PDP	-	Plasma Display Panel (Plasmabildschirm)
GFT	-	Gas Filling Tube
LGE	-	LG Electronics Inc., Seoul Korea
CPT	-	Chunghwa Picture Tubes, Ltd., Bade City, Taiwan



## Zusammenfassung

Im Rahmen des Projekts InVaK-Prozess wurde ein Durchlaufverfahren entwickelt, welches ermöglicht, Plasmabildschirme und Gasentladungslampen mit drastisch gesteigerter Energie- und Materialeffizienz herzustellen. Die Effizienzsteigerungen beruhen dabei auf der damit möglichen Vermeidung des ständigen Aufheizens und Abkühlens der heute üblichen Batch-Öfen sowie der Reduzierung der manuellen Arbeitsschritte.

Im Laufe des Projekts wurde die ursprüngliche Zielsetzung des Projekts durch die Entwicklung der Tipless-Technik erweitert. Dabei handelt es sich um die Vermeidung der heute üblichen Pumpstängel, die senkrecht vom Plasmabildschirm abstehen und an denen die Vorrichtungen zur Evakuierung und Gasbefüllung angeschlossen werden.

Mit der durchgeführten Verfahrensentwicklung ist nun die Basis geschaffen, eine Pilotanlage mit einem Durchlaufverfahren zu erstellen, welche marktfähige Plasmabildschirme produzieren kann. Die Erstellung der Pilotanlage ist bereits projektiert.

## Einleitung

Plasmabildschirme (PDP = Plasma Display Panel) bestehen aus zwei miteinander verklebten Glasplatten, in deren Zwischenraum sich Kammern (Bildpunkte) befinden. Die in diesen Kammern eingeschlossene Gasfüllung wird durch elektrische Energie zum Leuchten angeregt. Plasmabildschirme werden zurzeit mit einer Bildschirmdiagonale von bis zu 150 cm hergestellt. Über den Einsatz im privaten Bereich hinaus eignen sie sich besonders als Unterhaltungs- und Informationsdisplays in Flughäfen, U-Bahnstationen, Gaststätten, Diskotheken, u.a. Noch größere Bildschirme können aus mehreren Einzelbildschirmen zusammengesetzt werden.

Die Herstellung und der Transport von Plasmabildschirmen sind zurzeit jedoch noch mit einem erheblichen Ressourcenverbrauch verbunden. Dabei werden über 90 % aller Bildschirme von den Herstellerfabriken (hauptsächlich in Korea und Japan) zu den jeweiligen Montagefabriken der Fernsehgerätehersteller weltweit verschifft, da die Bildschirmherstellung in Hochlohnländern und die Gerätemontage jedoch in Niedriglohnländern erfolgt und somit oft lange Flug- bzw. Schifffrachtwege erforderlich werden.

Die Herstellung des Grundkörpers von modernen Plasmabildschirmen erfolgt beim derzeitigen Stand der Technik entweder in zwei separaten Verfahrensschritten 1a und 1b (konventioneller Prozess) oder durch einen kombinierten Prozess im Herdwagen-Tunnelofen (2):

- 1a) Kleben im Kammer- oder Durchlaufofen. Ober- und Unterseite des Bildschirms bestehen aus je einer Glasplatte und werden mit Hilfe einer Glasfritte miteinander am Rand verklebt. Für diesen Klebevorgang werden die aufeinander fixierten Glasplatten auf ca. 450 °C erwärmt, so dass die Glasfritte aufschmilzt und beide Scheiben miteinander verklebt. Nach einer kurzen Haltezeit bei 450 °C (ca. 40 Minuten) werden die Produkte wieder auf Raumtemperatur abgekühlt. Der Klebprozess dauert inkl. Heizen und Kühlen etwa 6 Stunden. Dieser Prozess erfolgt im Kammerofen oder im Herdwagen-Tunnelofen.

- 1b) Evakuieren und Gasfüllen im Kammerofen. Das zwischen den beiden Scheiben eingeschlossene Volumen wird in einem ca. 8 bis 12-stündigen Verfahren auf  $3 \cdot 10^{-5}$  mbar evakuiert und nachfolgend mit dem erforderlichen Prozessgas (Mischung aus Xenon und Neon) gefüllt. Der Bildschirm wird über ein an der Rückseite des Bildschirms angeschweißtes Glasröhrchen evakuiert, auf ca. 350 °C aufgeheizt und zum Gasfüllen wieder auf Raumtemperatur abgekühlt. Schließlich wird das Glasröhrchen wieder abgeschmolzen, so dass ein Pumpstängel von ca. 30 mm Länge an der Bildschirmrückseite übrig bleibt. Dieser Prozess erfolgt im Kammerofen oder Herdwagen-Tunnelofen.
- 2) Kombinierter Prozess im Herdwagen-Tunnelofen. In diesen Systemen werden die Panels in Horden von ca. 10 Bildschirmen bereits vor dem Klebprozess über ein Glasröhrchen mit einer auf dem Herdwagen befindlichen Pumpstation verbunden. Die Pumpwagen werden durch einen Tunnelofen gefahren und erfahren somit die notwendige Temperaturbehandlung, wobei sich die Pumpstation hitzegeschützt unterhalb der Bildschirmhorde befindet. Jede Panelhorde bleibt dabei in Verbindung mit der mitfahrenden Vakuumpumpe. Dadurch ist ein sehr voluminöser Aufbau mit einer entsprechend großen Oberflächenverlustleistung erforderlich.

Das erste Verfahren erfordert ein zweifaches Aufheizen und Abkühlen von Öfen und Plasma-Bildschirmen. Dadurch werden in folgender Weise der Ressourcenverbrauch, die Herstellungskosten und die Qualität der Bildschirme beeinflusst:

- Hoher Energieverbrauch pro Schirm, systembedingt durch lange Prozesszeit sowie Aufheiz- und Abkühlvorgänge der Öfen und Ofenkomponenten selber (ca. 23 kWh pro Schirm, siehe Anhang 1).
- Vielfältiger Ausschuss durch Pumprohrbruch während Temperier-, Evakuier- und Füllvorgängen, dadurch hoher Rohstoffverbrauch (aktuell ca. 35 % Ausschuss).
- Ungleichmäßige Produktqualität aufgrund der systemimmanenten Parameterschwankungen bei Kammeröfen.
- Mehrfache manuelle Handhabung der Produkte und sehr lange Prozessdauer (14 bis 18 Stunden).
- Hoher Aufwand bei Umstellung auf größere oder durch den Einsatz unterschiedlich großer Bildschirme in einem Prozesszyklus.
- Bruchempfindlicher Pumpstängel erfordert ca. 50 mm Transportabstand der Bildschirme mit einer geringen Packdichte von 16 Stück 42“-Bildschirmen pro m<sup>3</sup>.

Im kombinierten Prozess (siehe oben Nr. 2) ist aufgrund der aufwendigen und großen Herdwagen ein sehr großer Tunnelofen mit entsprechend weiter Durchfahröffnung erforderlich. Dadurch werden wiederum in folgender Weise der Ressourcenverbrauch, die Herstellungskosten und die Qualität der Bildschirme beeinflusst:

- Hoher Energieverbrauch pro Schirm durch größere Ofenoberfläche und damit verbundene Wärmeverluste. Weitere Energieverluste entstehen durch die mit zu heizenden und nachfolgend zu kühlenden Hordenträger und -wagen und durch dezentrale Pumpstationen auf jedem Herdwagen. Insgesamt werden gemäß Herstellerangabe ca. 14,5 kWh pro Schirm benötigt.
- Hoher Aufwand bei Umstellung auf größere oder durch den Einsatz unterschiedlich großer Bildschirme in einem Prozesszyklus.



- Vielfältiger Ausschuss durch Pumprohrbruch während Temperier-, Evakuier- und Füllvorgängen, dadurch hoher Rohstoffverbrauch (aktuell ca. 15 % Ausschuss).
- Bruchempfindlicher Pumpstängel erfordert ca. 50 mm Transportabstand der Bildschirme mit einer geringen Packdichte von 16 Stück 42“-Bildschirmen pro m<sup>3</sup>.

Mit der grundsätzlichen Neuentwicklung des Verfahrens können die genannten Nachteile bei der Herstellung von Plasmabildschirmen nahezu beseitigt werden.

Ziel des Projekts war die Entwicklung von neuen Technologien als Grundlage für einen neuartigen Vakuum-Durchlaufofen für die Produktion von Plasmabildschirmen und Leuchtörpern. Dieser Prozess stellt eine Integration von zwei bisher getrennten Verfahrensschritten dar. Hierdurch ergeben sich mehrere signifikante Verbesserungen:

- Reduktion des Energieverbrauchs bei der Herstellung von Plasmabildschirmen um ca. 90 % gegenüber dem heute üblichen konventionellen Prozess.
- Ressourcenschonung durch Verminderung des Ausschusses von bis zu ca. 35 % auf ca. 10 % (prozessabhängig).
- Verbesserte Produktivität. Durch die Kontinuität des Herstellungsprozesses reduziert sich die Gesamtprozesszeit von 14 bis 18 Stunden auf 5 Stunden. Außerdem kann eine größere Flexibilität bezüglich der Bildschirmgröße erreicht werden (40 bis 100 Zoll).
- Senkung des Transportaufwands beim weltweiten Transport der neuen pumpstängellosen Bildschirme (Tipless Panels) durch Transportvolumenreduktion auf etwa ein Fünftel des heute üblichen.

Im Rahmen dieses FuE-Vorhabens wurden die grundlegenden Technologien entwickelt, die zur Errichtung einer Pilotanlage notwendig sind. Die Projektergebnisse bilden damit die Grundlage für eine großtechnische Produktion von Plasmabildschirmen mit deutlich gesteigerter Energie- und Kosteneffizienz bei geringerem Materialeinsatz.

Eine weitergehende Nutzung des Inline-Vakuum-Klebeprozesses (InVaK-Prozess) wird erwartet durch dessen Übertragbarkeit auf Produkte wie neuartige energiesparende Flachglas-Entladungslampen, Kfz-Xenon-Lampen sowie energiesparende Röhren-Entladungslampen.

## Hauptteil

Der InVaK-Prozess für PDP-Bildschirme beruht auf folgenden Prozess-Schritten:

- I. **Evakuieren** des Panels bis  $< 10^{-5}$  mbar bei 350 °C bis 390 °C.
- II. **Verkleben** der vorderen und rückseitigen Bildschirmscheiben und Anschmelzen des Gasfüllstängels bei 400 °C bis 450 °C (je nach Typ der Glasfritte).
- III. Öffnen des Gasfüllstängels bei 30 °C, **Gasfüllen** des Panels mit Ne-Xe (5 %) und Wiederverschließen des Gasfüllstängels.

Die Durchführung der Schritte I und II erfolgt im Rahmen des integrierten InVaK-Prozesses innerhalb des Ofens (Arbeitspaket 1), Schritt III in einem separaten, externen Verfahrensschritt (Arbeitspaket 2).

## Arbeitspaket 1: Technologieentwicklung zum Vakuumofen

Ziel des Arbeitspaketes war die Entwicklung eines Prozesses, der es ermöglicht, in Form eines Durchlaufofens das Evakuieren und Verkleben zu integrieren. Eine besondere Herausforderung stellte dabei die Entwicklung der Glasfritte zum Verkleben der Vorder- und Rückseite dar. In der PDP-Technologie verwendete Fritten schmelzen je nach Zusammensetzung zwischen 350 °C und 450 °C. Beim Aufschmelzen der Fritte werden flüchtige Gasbestandteile frei ( $\text{PbO} \Rightarrow \text{Sauerstoff}_x$ , residuale C-H-Verbindungen aus Lösemittel u.a.), welche die Plasmazündung und Fluoreszenz des Phosphors negativ beeinflussen.

Da im InVaK-Prozess erst evakuiert und während des Vakuums verklebt wird, können Ausgasungen nach dem Klebevorgang nicht mehr aus dem Bildschirm entfernt werden. Zur Lösung dieses Problems mussten Ausgasungen der Fritte daher möglichst vermieden und Auswirkungen verbleibender Reste im Bildschirm genau untersucht werden.

Im Zusammenhang mit dem Ausgasungsverhalten der verwendeten Fritte wurden die Einflüsse von Evakuiergeschwindigkeit, Endvakuum, Leckrate und Vakuumtemperatur vor und während des Klebevorgangs auf die Bildschirmparameter untersucht. Diese Arbeiten wurden von der SOF Optoelectronics GmbH durchgeführt. Dabei wurde eine einstufige Drehschieberpumpe (Pfeiffer Uno 240) im Vergleich mit einer neuartigen trockenlaufenden Schraubenvakuumpumpe (Pfeiffer Revodry 200) vergleichend untersucht und verschiedene Vakuum-Zeit-Diagramme aufgenommen (Endwerte siehe Tabelle 1). Obwohl die Drehschieberpumpe die preisgünstigere Alternative mit besserer Pumpleistung ist, erwies sich die trockenlaufende Pumpe dabei als vorteilhafter, da ölhaltige Dämpfe der Drehschieberpumpe in den Vakuumofen zurückdiffundierten und daher eine Produktkontamination mit Kohlenwasserstoffen aus den Öldämpfen nicht auszuschließen war.

**Tabelle 1:** Pumpzeiten und Enddruck bei den beiden eingesetzten Vakuumpumpen

	<b>Pumpzeit (bis 3 mbar @25°C)</b>	<b>Enddruck (1h)</b>
<b>Pfeiffer Uno 240</b>	90 s	0,22 mbar
<b>Pfeiffer Revodry 200</b>	145 s	1,2 mbar

Die Turbomolekular-Pumpe (Pfeiffer TPH 2301P) wurde ab einem Druck von < 3 mbar zugeschaltet. Unter Voraussetzung einer leeren und absolut trockenen Ofenkammer wurde der prozessnotwendige Enddruck von  $1,0 \cdot 10^{-5}$  mbar nach ca. 6 min. erreicht und somit die Zielvorgabe einer maximalen Pumpzeit von 8 min. deutlich unterschritten.

### Durchgeführte Arbeitsschritte:

Erste Versuche wurden in einem Test-Ofen durchgeführt. Hierzu wurde ein vorhandener Rohofen für die Verarbeitung von PDP-Test-Panels bis Diagonalgröße 7,5-Zoll modifiziert (siehe Abbildung 1).



Abbildung 1: Vakuum-Rohröfen für PDP-Versuche

Notwendig hierzu war die Entwicklung einer neuen vakuumdichten Flansch-Konstruktion mit Leckrate  $< 1 \cdot 10^{-9}$  mbar l/s sowie die Anbringung des Vakuum- und Gasanschlusses mit Thermoelement-Vakuumdurchführung. Zur exakten Temperaturführung mit  $\pm 0,5$  °C bis max. Temperatur 500 °C wurde ein Regelthermoelement im Ofen, am Panel anliegend, eingebracht. Weiterhin wurde eine Pfeiffer Turbomolekular-Vakuumpumpe und ein Pfeiffer-Helium-Lecktester für In-Situ-Untersuchung beschafft und an den Ofen angeschlossen.

Nach Fertigstellung und Erprobung des Test-Ofens zum Evakuieren und Verkleben wurden Testreihen mit unterschiedlichen Fritten auf leeren Glaspanels durchgeführt.

Bis 31.12.2005 wurden dabei Test-Panels, Glas-Fritte, Pump-(Gasfüll-)stängel und Edalgasmischung der Firma CPT (Taiwan) verwendet. Ab 2006 wurden Materialien der Firma LG-Electronics (LGE, Korea) eingesetzt, da CPT die PDP-Weiterentwicklung und Herstellung eingestellt hat.

Die zugehörigen Dampfdruckkurven sowie Erweichungs- und Klebetemperaturen wurden ermittelt. Darauf folgend stellte LGE 7,5“-Testbildschirme zur Verfügung, auf die eine bei LGE übliche Fritte aufgebracht wurde. Es zeigten sich jedoch erhebliche Differenzen bei den Prozessparametern zwischen den vorherigen leeren Glaspanels und den Testbildschirmen, die

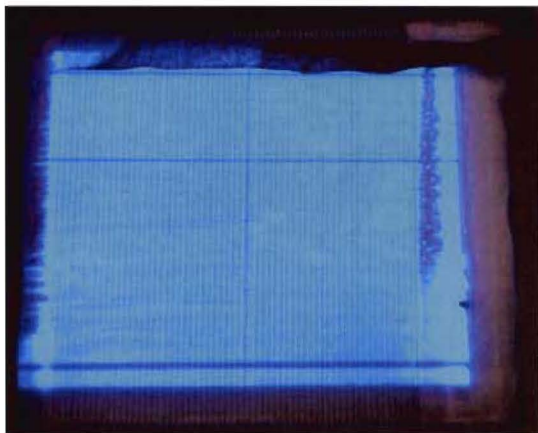


Abbildung 2: CPT-Testbildschirm gefertigt mit LGE-Fritte (240 V, 120 mA)

zunächst eine einwandfreie Funktion der Testbildschirme nicht ermöglichen, da Front- und Rückscheibe nicht homogen verklebt werden konnten.

Parallel dazu wurde auf einem noch vorhandenen älteren CPT-Testbildschirm die LGE-Standardfritte manuell aufgebracht und mit dem InVak-Prozess verarbeitet. Dieser Versuch war sehr erfolgreich. Der Bildschirm leuchtete einwandfrei (siehe Abbildung 2), die Zündspannung lag im erwarteten Bereich.

Bei einer weiteren Versuchsreihe wurde die LGE-Standardfritte manuell abgeschliffen, ein neuer Frittenstreifen aufgebracht und wie üblich getrocknet, gefeuert und mit dem InVaK-Prozess verarbeitet. Hierbei zeigte sich, dass die Verklebung einwandfrei, jedoch eine Erfassung optoelektrischer Messwerte nicht möglich war, da nicht verhindert werden konnte, dass beim Abschleifen der Originalfritte die elektrischen Zuleitungen durchgetrennt wurden. Damit wurde eindeutig erwiesen, dass Herstellungsprobleme bei LGE zu den Problemen bei den LGE-Testbildschirmen führten. Letztendlich zeigte sich, dass die Temperatur-Vorbehandlung der Fritte im Hause LGE für diese Panels testweise geändert wurde, ohne dies mit ELINO abzustimmen, so dass die von ELINO zuvor ermittelten Parameter nicht mehr übereinstimmten. Nach späterer Korrektur im Januar 2007 wurden wieder auf Anrieb gute Klebe- und Vakuumbedingungen bei ELINO erzielt.

Im Einzelnen wurden folgende kritische Parameter der jeweiligen Glasfritte exakt bestimmt:

- Relevante Punkte der Dampfdruckkurve der CPT-Glasfritte zwischen 360 °C und 460 °C
- Relevante Punkte der Dampfdruckkurve der LGE-Glasfritte zwischen 320 °C und 420 °C (siehe Abbildung 3)

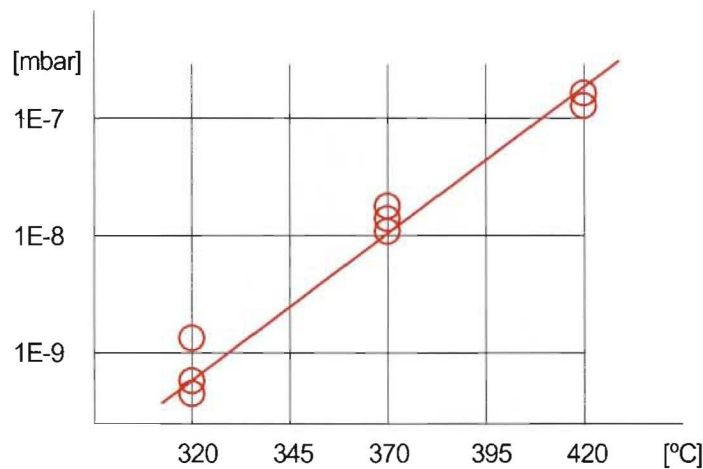


Abbildung 3: Dampfdruckkurve LGE-Fritte #2/4

- Erweichungspunkt unter Vakuum
- optimale Klebetemperatur für CPT-Glasfritte zwischen 400 °C und 460 °C
- optimale Klebetemperatur für LGE-Glasfritte zwischen 380 °C und 430 °C (siehe LGE-Testreport im Anhang 2)
- Wiedererstarrungspunkt

Messungen der residualen C-H-Verbindungen im evakuierten Bildschirm erwiesen sich als sehr schwierig. Dazu wurden im CPT-Labor Spektralabsorptionsmessungen im Spektralbereich von 900 nm bis 4.000 nm durchgeführt. Die relevanten Spektrallinien waren jedoch nicht eindeutig zu identifizieren. Vermutlich ist die Verunreinigungskonzentration im Vakuum zu gering, so dass deren typisches Absorptionsmuster im Absorptionsspektrum des verwendeten Glases untergeht. In weiterführender Literaturrecherche konnten auch keine weiteren Veröffentlichungen diesbezüglich gefunden werden.

Die absolute Bestimmung des Restsauerstoffs im evakuierten Panel erwies sich als ebenso schwierig wie die Bestimmung der C-H-Verbindungen. Jedoch gibt es hier einen eindeutigen Zusammenhang zwischen Restsauerstoff im Gasgemisch des fertigen Panels und der Leuchteigenschaft des Panels unter bestimmten Betriebsbedingungen. Dabei ist die Intensität des Nachleuchtens bei ausgeschalteter Steuerspannung der einzelnen Farbfelder ein Maß der Sauerstoffverunreinigung im befüllten Panel. Die nachleuchtende Fläche kann dazu ins Verhältnis zur gesamten Bildschirmfläche gesetzt werden. Es wurde festgestellt, dass der hauptsächliche Sauerstoffeintrag bei der Gasbefüllung erfolgte. Nach Optimierung der Gasfüllstation und des Befüllvorgangs (ab Versuchsmuster #26) wurden gute und stabile Ergebnisse erreicht (siehe Abbildung 4).

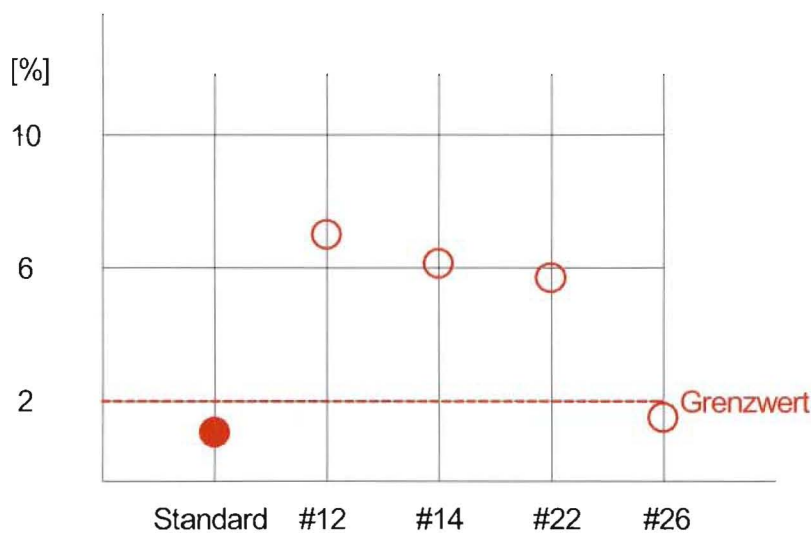


Abbildung 4: Prozentualer Anteil der nachleuchtenden Fläche an verschiedenen PDP-Testpanels

## Arbeitspaket 2: Technologieentwicklung zur Gasfüllstation

Beim konventionellen PDP-Herstellungsverfahren wird jeder Bildschirm über ein dünnes Glasrohr ( $\varnothing = 6 \text{ mm}$ ) mit einer Vakuum-Pump-Station verbunden (verschweißt). Über dieses Glasrohr werden dann ca. 20 Bildschirme gleichzeitig bei  $350 \text{ }^\circ\text{C}$  evakuiert und nachfolgend nach dem Abkühlvorgang bei Raumtemperatur mit dem entsprechenden Edelgas (Plasma: Helium-Neon-Xenon) befüllt. Dieser Vorgang ist sehr aufwendig und riskant, da jeder Bildschirm einzeln mit dem Glasrohr verschweißt werden muss und diese Verbindung während des gesamten Evakuiervorgangs dicht erhalten bleiben muss. Des Weiteren ist dieser Prozess sehr zeitaufwendig ( $> 10 \text{ h}$ ), da die Bildschirme lediglich über diese dünne Rohrverbindung auf einen Absolutdruck in der Größenordnung  $10^{-5} \text{ mbar}$  abgepumpt werden müssen.

Im neuen InVaK-Prozess verlassen die Bildschirme den Ofen komplett verklebt, evakuiert und abgedichtet. Zum Gasfüllen bei Raumtemperatur wird ein Adapterflansch verwendet, mit dem der Bildschirm lediglich noch über einen Glasrohrstummel wieder geöffnet, mit Gas befüllt und nachfolgend wieder verschlossen wird. Hierbei spielt die Atmosphären-Reinheit im Adapterflansch und damit auch die Dichtheit der Adapterverbindung zum Glasstummel eine wesentliche Rolle.

### Durchgeführte Arbeitsschritte:

Durchgeführte Entwicklungsarbeiten zur Gasfüll-Station:

- Konstruktion Gasfüllstation mit Vakuumkomponenten.
- Aufbau Gasfüllstation (siehe Abbildung 5) mit separater Pfeiffer-Turbomolekular-Vakuumpumpe mit Anschluss für Lecktester.
- Herstellung Gasfülladapter mit Quarzrohr-Wendelheizung, Wasserkühlung, Vakuum- und Gasanschlüssen.

Das Gasfüllen wurde den im Folgenden beschriebenen Tests unterzogen. Die Befüllung der Panels mit Edelgas erfolgt durch modifizierte, einseitig (oben) geschlossene Standard-Pumpstängel aus der PDP-Fertigung. Der Stängel wurde zuvor bereits im Ofen an das Panel über ein Loch in der rückseitigen Glasscheibe angeschmolzen. Nachfolgend wird der Stängel durch Aufschmelzen der Verschlusskappe unter Vakuum geöffnet, der Zwischenraum des

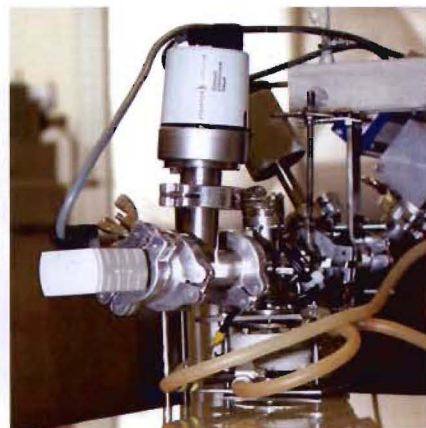
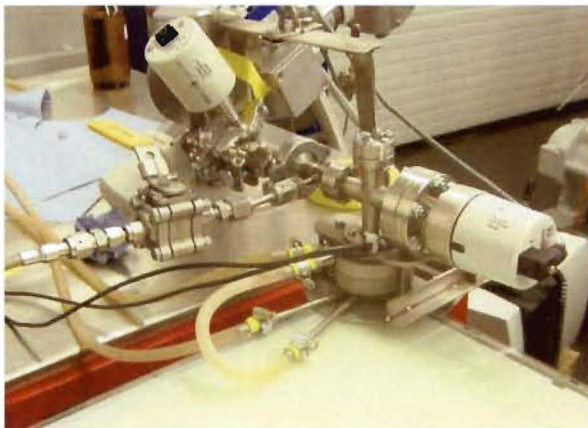


Abbildung 5: Gasfüllstation

Panels mit Edelgas gefüllt und der Stängel durch Erhitzen unter Edelgasatmosphäre wieder verschmolzen.

Es wurden Dummy-Panels (aus Arbeitspaket 1) sehr erfolgreich extern geöffnet, mit Edelgas befüllt und wieder verschlossen (siehe Abbildung 6 bis 8). Der Prozess ist nicht störanfällig und lässt somit hohe Ausbeuten erwarten. Zündfähige 7,5-Zoll-Panels wurden getestet und nachfolgend in Kooperation mit LGE ausgewertet.

Nach erfolgreichem Abschluss des Projekts InVaK besteht die Möglichkeit einer langfristigen Kooperation mit LGE. Zurzeit werden Verhandlungen mit den Plasmabildschirmherstellern LGE und Samsung in Korea sowie Herstellern von Flachleuchten in CNT-Technik (Carbon-Nano-Tubes) sowie Xe-Plasmatechnik geführt.

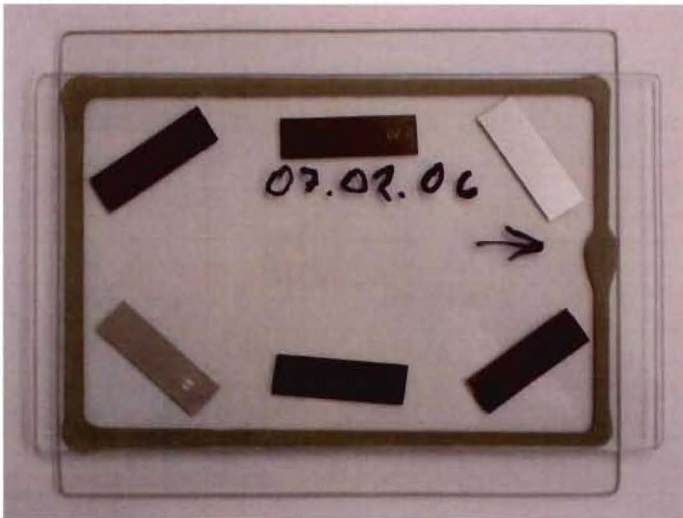


Abbildung 6: 7,5-Zoll LGE Dummy-Panel

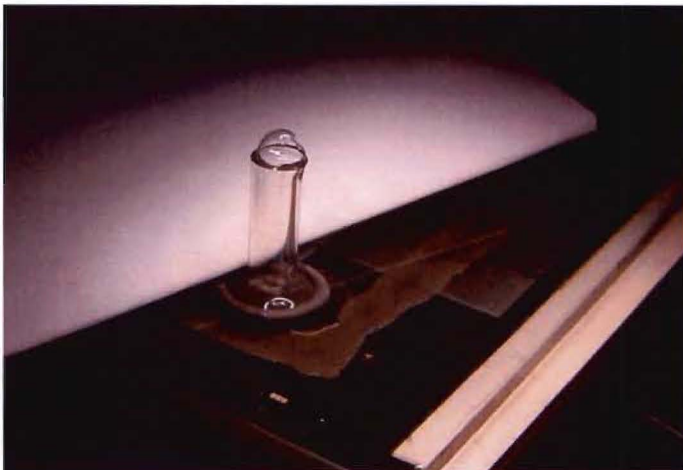


Abbildung 7: Tip-tube nach Öffnen in Gasfüllstation

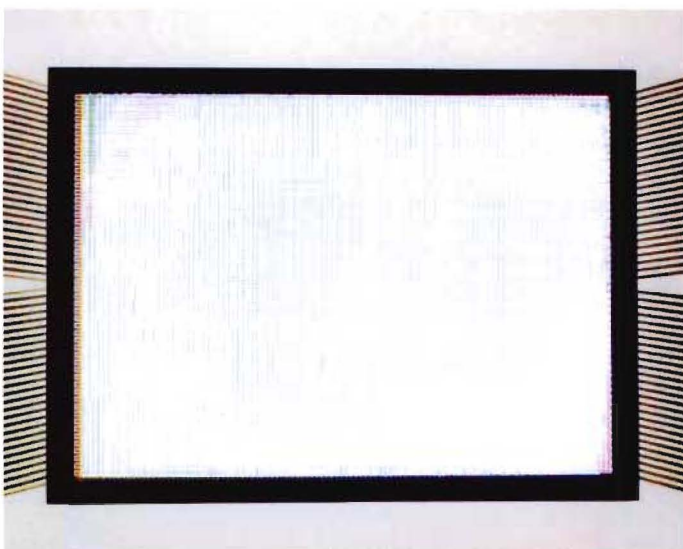
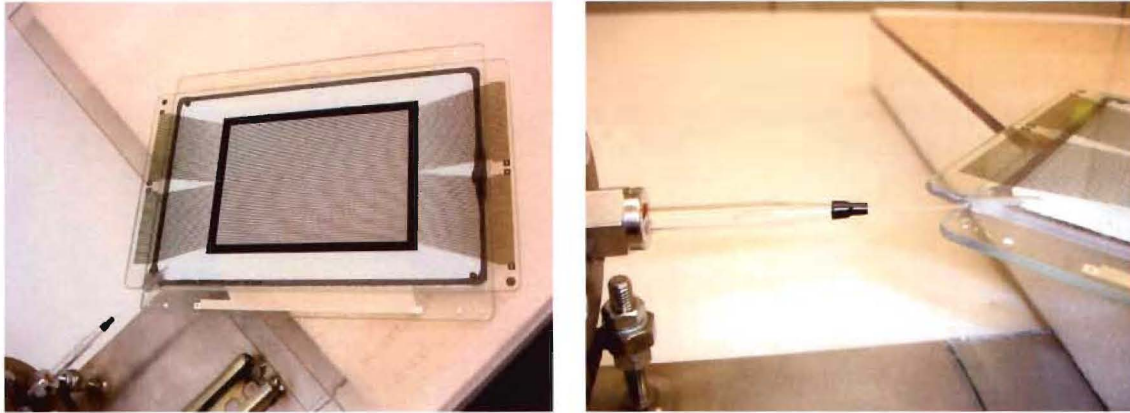


Abbildung 8: Gezündetes 7,5" LGE Panel mit Tip-tube Gasfüllung





*Abbildung 9: 7,5“-Bildschirm (LGE) mit angeschlossener Gasfüllkapillare (GFT) zur Gasbefüllung*

Seitens aller PDP-Hersteller bestehen massive Forderungen nach „Tipless Panels“, welche durch den InVaK-Prozess erstmals hergestellt werden könnten. Da beim InVaK-Prozess nicht wie üblich über den Stängel evakuiert werden muss, kann der Stängel entsprechend klein und auch seitlich am Panel angebracht werden. Damit kann die Bautiefe (und somit auch das Verpackungsvolumen) von derzeit ca. 30 mm auf 6 mm, d.h. um den Faktor 5, reduziert werden. Die Transportkosten und der Transport-Energiebedarf können dadurch entsprechend drastisch gesenkt werden.

Daher wurde von ELINO beschlossen, die Entwicklung des „Tipless Panels“ im InVaK-Prozess durchzuführen. Bei den verfügbaren Techniken ist, im Gegensatz zum InVaK-Prozess, die Herstellung des „Tipless Panels“ nicht möglich.

Die Zielrichtung bei den Entwicklungsarbeiten zur Gasfüllstation wurde für die Tipless-Technik in der Art geändert, dass nun der Adapter zur Gasbefüllung der Bildschirme nicht wie üblich rückseitig, sondern seitlich am Rand des Bildschirms andockt.

Das Gasfüllen wurde den im Folgenden beschriebenen Tests unterzogen. Die üblicherweise an der Rückseite der Bildschirme angebrachten Tip-Tubes wurden durch einseitig geschlossene handelsübliche Pipetten aus hochschmelzendem Glas ersetzt. Der Adapter der Gasfüllstation wird nun über gasdichte Schrumptschlauchverbindung quasi elastisch mit der Pipette verbunden. Nachfolgend wird die einseitig verschlossene Pipette thermisch im Adapter geöffnet und der Gasbefüllvorgang kann wie im üblichen InVaK-Prozess erfolgen. Nach der Gasbefüllung wird die Pipette dicht am Bildschirmrand wieder thermisch ver- und abgeschmolzen (siehe Abbildung 9).

Es wurde der CPT-Bildschirm (aus Arbeitspaket 1) sehr erfolgreich extern geöffnet, mit Edelgas befüllt und wieder verschlossen. Auch dieser Prozess ist nicht störanfällig und lässt somit ebenfalls hohe Ausbeuten erwarten. Eine Automatisierung der geschrumpften Verbindung könnte zukünftig, wie in der Elektroindustrie bei der automatischen Verschrumpfung von Kabelendhülsen, erfolgen. Details dazu können später beleuchtet werden, wenn der Zwang zur Automatisierung besteht. Bis dahin erfolgt die Verschrumpfung manuell.

Für die Vortestserien zur Herstellung von pumpstängellosen 7,5-Zoll-Bildschirmen wurden die Front- und Rückscheiben von LGE ohne Pumpstängel und rückseitigem Befüllungsloch angeliefert. Die notwendige Gasfüllkapillare (GFT) liegt bei dem neuen Verfahren in einer Nut, die vom Innenraum des Bildschirms zwischen Front- und Rückscheibe an einer Ecke

nach außen führt (siehe Abbildung 10). Diese Nut wird bisher manuell<sup>1</sup> eingeschliffen. In diese Nut wird die Kapillare mit Glasfritte eingeklebt und anschließend verglast. Danach erfolgt der Vakuum und Klebprozess im Laborofen, entsprechend dem patentierten ELINO-Verfahren.

## Ergebnisse

- Prozessparameter zum Evakuieren und Verkleben der 7,5-Zoll-Bildschirme wurden anhand von Versuchsreihen im Laborofen ermittelt.
- Thermomechanische Funktionen zum GFT-Anschluss, Gasbefüllung und GFT-Verschluss (Tip-off) konnten bereits dargestellt werden.
- Erste vollständige elektrische Zündungen der Plasma-Testbildschirme im reinen Sustainer-Betrieb (weißer Bildschirm) wurden erfolgreich durchgeführt (siehe Abbildung 10).
- ELINO und SOF haben bereits sowohl den InVaK-Gesamtprozess mit üblicher Pumpstängel-Gasfüllstation als auch das pumpstängellose Gasbefüllungsverfahren als Patent angemeldet:
  - a. „Verfahren und Vorrichtung zum Herstellen von Einheiten zur Fertigung von Flachbildschirmen (01.12.2004)“
  - b. „Einrichtung zum Evakuieren/Befüllen des Zwischenraumes von aus zwei miteinander verbundenen Glaspanelen bestehenden Einheiten (01.12.2004)“
  - c. „Einheit zur Fertigung von Flachbildschirmen u. dgl. und Verfahren zu deren Herstellung (16.05.2006)“

Im Anhang 2 ist zur Konkretisierung der Testreport an LGE vom 18. Mai 2006 nach Erreichen des Meilensteins eines zündfähigen Panels wiedergegeben.

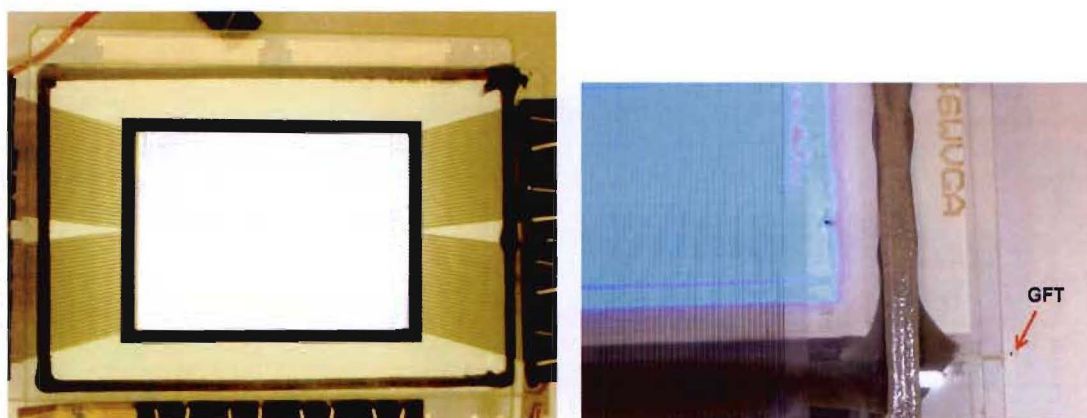


Abbildung 10: Befüllte und gezündete Bildschirme mit verschlossener Gasfüllkapillare (GFT)

<sup>1</sup> Die Nut kann zwanglos bei der Panel-Herstellung automatisch mit Hilfe eines Lasers oder Wasser/Sandstrahlen angebracht werden. Diese Prozesstechnik ist in der Glasbearbeitung ein Standardverfahren und kann z.B. in einem Nachfolgeprojekt auf die Plasmabildschirmherstellung übertragen werden.

## **Fazit**

Das Projektziel, die Technologie-Entwicklung für den Inline-Vakuum-Klebeprozess wurde innerhalb der Projektlaufzeit und mit den vorkalkulierten Kosten erreicht. Die grundlegenden Verfahrensschritte wurden erarbeitet, geeignete Materialien wurden gefunden und die Prozessparameter festgelegt. Dies bildet die Voraussetzung, um diesen Prozess erfolgreich in Form von Industrieanlagen umsetzen zu können. Zunächst soll eine Pilotanlage erstellt werden, die die Bildschirme mit allen relevanten Eigenschaften herstellen kann.

Die Ziele für den Energieverbrauch zur Herstellung der Plasmabildschirme sind nach wie vor gültig und liegen bei 2,4 kWh pro Plasmabildschirm (siehe Anhang 1). Dies bedeutet eine signifikante Einsparung gegenüber dem konventionellen 2-stufigen Batch-Prozess mit einem Energiebedarf pro Plasmabildschirm von 22,6 kWh (11,4 kWh + 11,2 kWh, siehe Tabelle A2 und A3) und auch gegenüber dem Prozess im Herdwagen-Tunnelofen mit 14,5 kWh pro Bildschirm (nach Herstellerangabe).

## Anhänge

### Anhang 1: Energiekalkulation

In diesem Abschnitt wird der Energiebedarf des im Projekt „InVaK-Prozess für umweltgerechte Produktion“ zu entwickelnden Prozesses (Tabelle A1) einem konventionellen Prozess aus den zwei Stufen Verkleben (Tabelle A2) und Füllen (Tabelle A3) von Plasmabildschirmen gegenübergestellt. Hierzu werden Bauteile bilanziert, die bei den entsprechenden Prozessen aufgeheizt werden müssen (Bildschirm-, Ofen- und Hilfsteile). Außerdem werden Wärmeverluste, die durch das Halten eines Temperaturniveaus im Ofen gegenüber der Umgebung entstehen, berücksichtigt. Die Anfangstemperatur der Bauteile wird, ebenso wie die Umgebungstemperatur, mit 20 °C angesetzt. Zur Berechnung der Energiemenge, die beim konventionellen Prozess von der Wärmeisolierung aufgenommen wird, ist in dieser ein lineares Temperaturprofil angenommen worden (stationärer Zustand). Die Energiemenge kann daher durch Ansatz des halben Volumens des Isolationsmaterials abgeschätzt werden.

Die Berechnungen ergeben für den konventionellen Prozess einen Energiebedarf pro Plasmabildschirm von 11,4 kWh + 11,2 kWh = 22,6 kWh (Tabelle A2 und A3). Im InVaK-Prozess von ELINO ist für dasselbe Ergebnis nur eine Energiemenge von 2,4 kWh für einen Plasmabildschirm notwendig (Tabelle A1). Das bedeutet eine Einsparung von 20,2 kWh pro Plasmabildschirm oder 89 %.

**Tabelle A1:** InVaK-Prozess von ELINO – kontinuierliches Kleben und Pumpen

Werkstücke	Spezifische Wärmekapazität	Gewicht	Temperatur-differenz	Energie-bedarf
	Wh/(kg·K)			
Plasmabildschirm (1 Stück)	0,21	8,0	380	0,64
Trägerplatte aus Glas (1 Stück)	0,21	9,0	380	0,72
Setter (16 Stück pro Schirm)	0,15	0,5	380	0,03
Spannklammern (25 Stück pro Schirm)	0,15	2,7	380	0,15
<b>Summe:</b> Energiebedarf zum <i>Aufheizen</i> eines Schirms im Vakuum-Durchlaufofen				1,54
Energiebedarf zum <i>Halten</i> der Temperatur von 400 °C für 2,8 Minuten. (2,8 Minuten pro Schirm bei 21 Schirmen/h). Fläche: $A = 100 \text{ m}^2$ ; Isolierung: $U = 0,5 \text{ W}/(\text{m}^2\cdot\text{K})$ ; Temperaturdifferenz: $\Delta T = 380 \text{ K}$				0,89
<b>Summe:</b> Energiebedarf im Vakuum-Durchlaufofen <i>pro Schirm</i>				2,4

**Tabelle A2:** Konventioneller Prozess, **Teil 1** – Kleben im Kammerofen.

Werkstücke	Spezifische Wärmekapazität	Gewicht	Temperatur-differenz	<b>Energie-bedarf</b>
	Wh/(kg·K)			
Plasmabildschirme (11 Stück)	0,21	88	430	7,9
Trägerplatten aus Glas (11 Stück)	0,21	55	430	5,0
Grundträger aus Cr-Ni (11 Stück)	0,13	165	430	9,2
Spannklammern (25 Stück pro Schirm)	0,13	30	430	1,7
Innenkörper Kammerofen und Grundträgeraufnahme	0,15	450	430	29,0
Umwälzluftkanäle	0,13	150	430	8,4
Wärmeisolierung (Carbolane Matten)	0,27	500	430	58,1
<b>Summe:</b> Energiebedarf zum <i>Aufheizen</i> im Klebe-Kammerofen (11 Schirme)				119,3
Energiebedarf zum <i>Halten</i> der Temperatur von 450 °C für 40 Minuten. Fläche: $A = 40 \text{ m}^2$ ; Isolierung: $U = 0,5 \text{ W}/(\text{m}^2\cdot\text{K})$ ; Temperaturdifferenz: $\Delta T = 430 \text{ K}$				5,7
<b>Summe:</b> Energiebedarf im Klebe-Kammerofen <i>pro Schirm</i> (125,0 kWh / 11)				11,4

**Tabelle A3:** Konventioneller Prozess, **Teil 2** – Pumpen im Kammerofen.

Werkstücke	Spezifische Wärmekapazität	Gewicht	Temperatur-differenz	<b>Energie-bedarf</b>
	Wh/(kg·K)			
Plasmabildschirme (11 Stück)	0,21	88	330	6,1
Trägerplatten aus Glas (11 Stück)	0,21	55	330	3,8
Grundträger aus Cr-Ni (11 Stück)	0,13	165	330	7,1
Innenkörper Kammerofen und Grundträgeraufnahme	0,15	450	330	22,3
Umwälzluftkanäle	0,13	150	330	6,4
Wärmeisolierung (Carbolane Matten)	0,27	500	330	44,6
<b>Summe:</b> Energiebedarf zum <i>Aufheizen</i> im Pump-Kammerofen (11 Schirme)				90,3
Energiebedarf zum <i>Halten</i> der Temperatur von 350 °C für 5 Stunden. Fläche: $A = 40 \text{ m}^2$ ; Isolierung: $U = 0,5 \text{ W}/(\text{m}^2\cdot\text{K})$ ; Temperaturdifferenz: $\Delta T = 330 \text{ K}$				33,0
<b>Summe:</b> Energiebedarf im Pump-Kammerofen <i>pro Schirm</i> (123,3 kWh / 11)				11,2

## Anhang 2: Testreport für LGE vom 18. Mai 2006 mit technischen Daten der Versuchsbildschirme

### **PDP Test Report, LGE Korea**

- (1) Frit Temperature Analysis
- (2) 7.5"- Sample Panel Manufacturing
- (3) Tipless Panel Manufacturing

#### **(1) Frit Temperature Analysis**

- Determination of softening temperature  $T_s$  ( $\pm 1.5$  °C) under vacuum conditions:  
7 test cycles with cut pieces (30 mm x 80 mm) of 7.5" glass samples with LG-ready dispensed and fired frit, temperature  $T_s$  from 350 °C to 390 °C, vacuum  $< 1 \times 10^{-5}$  mbar, time  $t_s$  10 min.
- Determination of sealing temperature  $T_m$  ( $\pm 2.5$  °C):  
6 test cycles with cut pieces (30 mm x 80 mm) of 7.5" glass samples with LG-ready dispensed and fired frit, testing temperature range  $T_m$  from 400 °C to 440 °C, time  $t_m \approx 15$  min.

Target result: frit appearance free of blow holes, pressure increase (outgassing) during vacuum  $< 2 \times 10^{-5}$  mbar @  $T_s$

#### **(2) 7.5"- Sample Panel Manufacturing**

##### **Results:**

- Sample 13.02.06 almost hit the right temperature  $T_m$ . As can be seen in comparison to tests 24.01.06 and 07.02.06, the optimum temperature  $T_m$  is a very crucial aspect
- Optimum temperature  $T_m \approx 402$  °C – 410 °C, depending on atmosphere pressure
- Fine tuning will be continued
- Blow holes at inside corner of panel frit strip almost disappeared already at optimum  $T_m$  and optimum atmosphere pressure (blow holes at outside corner of frit strip are usual and not important)

#### **(3) Tipless Panel Manufacturing**

- Gas-connector material research:  
Glass, Copper, Aluminum, Nickel alloy, Chromium alloy, Gold
- Panel manufacturing: 7.5" test samples (ignition-ready), filled with Ne-Xe gas-mixture (5%)

##### **Preliminary Results:**

- Manual dispensing and melting of frit-material is successfully done in combination with sealing of new gas-filling-tubes (GFT). GFTs of different materials with different inner diameters are used for examination
- No "standard" glass tip-tubes on top or bottom of panel were used
- Fully equipped 7.5"-sample panels were filled with Ne-Xe gas-mixture, using newly developed GFT. First panel ignitions at currents of 60 mA could be shown. Sustainer Voltage: 250 V