



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104272092 B

(45) 授权公告日 2016.06.29

(21) 申请号 201380023523.1

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2013.05.03

G01N 21/91(2006.01)

G01N 21/64(2006.01)

(30) 优先权数据

61/642,934 2012.05.04 US

审查员 李鹏飞

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2014.11.04

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/IB2013/001251 2013.05.03

(87) PCT国际申请的公布数据

W02013/164697 EN 2013.11.07

(73) 专利权人 纳米技术有限公司

地址 英国曼彻斯特

(72) 发明人 奈杰尔·皮克特 纳瑟莉·格雷斯蒂

(74) 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任

公司 11021

代理人 柳春琦

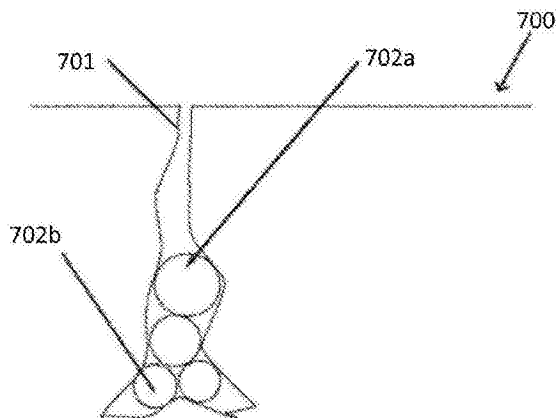
权利要求书1页 说明书6页 附图6页

(54) 发明名称

使用量子点检测气体阻挡膜中的缺陷的方法

(57) 摘要

通过在气体阻挡膜中的裂纹或缺陷内由气相前体形成纳米粒子,可以由其中形成的所述纳米粒子的直径测定裂纹宽度。量子点的光学吸收和发射波长受粒径支配。对于特定的材料,所述吸收和/或发射波长因此可以与所述粒径(如由透射电子显微法TEM等技术测定的)相关联。因此,荧光测量技术和/或共焦显微法可以用于特定气体阻挡膜内形成的量子点的尺寸,允许测定缺陷的尺寸和性质两者。所述方法可以用于评估缺陷对所述气体阻挡膜的完整性的潜在影响。



1. 一种用于表征气体阻挡膜中的缺陷的方法,所述方法包括:  
在所述膜中的缺陷内使用气态前体合成量子点;  
检测所述量子点的光发射或吸光度。
2. 如权利要求1所述的方法,其中所述缺陷包括所述膜中的通道裂纹。
3. 如权利要求1所述的方法,其中所述缺陷包括所述膜中的开孔。
4. 如权利要求1所述的方法,其中使用共焦显微法检测荧光。
5. 如权利要求1所述的方法,其中所述量子点包括第II-VI族纳米粒子。
6. 如权利要求1所述的方法,其中所述量子点包括第III-V族纳米粒子。
7. 如权利要求1所述的方法,其中所述量子点包括第II-V族纳米粒子。
8. 如权利要求1所述的方法,其中所述量子点包括第III-VI族纳米粒子。
9. 如权利要求1所述的方法,其中所述气态前体经由选自由以下各项组成的组的载气提供:氦(He)、氮(N<sub>2</sub>)、氩(Ar)和氢(H<sub>2</sub>)。
10. 如权利要求1所述的方法,其中在路易斯碱的存在下合成所述量子点。
11. 如权利要求10所述的方法,其中所述路易斯碱是吡啶气体。
12. 如权利要求1所述的方法,其中所述气态前体包括在相对方向上流动的两股流。
13. 如权利要求1所述的方法,其中所述气态前体包括平行流动的两股流。
14. 如权利要求13所述的方法,其中所述两股流协力地流动。
15. 如权利要求13所述的方法,其中所述两股流顺序地流动。
16. 如权利要求1所述的方法,其中所述量子点包括选自由以下各项组成的组的纳米粒子: CdS、CdSe、ZnS、ZnSe和InP。
17. 如权利要求1所述的方法,其中荧光通过以下方式检测:  
受激发射损耗显微法。
18. 如权利要求1所述的方法,所述方法还包括将所述量子点的光致发光波长与它们的粒径相关联。
19. 如权利要求1所述的方法,所述方法还包括使用共焦显微法测定所述膜中的孔的尺寸。
20. 如权利要求1所述的方法,所述方法还包括将所述量子点的吸收波长与通过透射电子显微法测定的粒径相关联。
21. 如权利要求1所述的方法,所述方法还包括将所述量子点的发射波长与通过透射电子显微法测定的粒径相关联。

## 使用量子点检测气体阻挡膜中的缺陷的方法

[0001] 相关申请

[0002] 本申请要求2012年5月4日提交的美国临时申请号61/642,934的权益,其全部内容通过引用结合在此。

[0003] 背景

[0004] 本发明涉及薄膜气体阻挡体。更具体地,它涉及使用量子点的气相合成表征薄膜气体阻挡体的方法。

[0005] 在电子工业中,为开发用于电子器件的有效的气体阻挡体已经进行了很多工作。气体如O<sub>2</sub>和水蒸气可以有害地影响电子器件的稳定性和性能。因此,可以将气体阻挡膜应用至活性器件层的顶部以将活性层从这种污染屏蔽。此外,气体阻挡膜可以赋予电子器件功能性,如挠性或耐冲击性。

[0006] 除了电子工业之外,气体阻挡膜也在其他领域中采用。例如,在包装工业中,气体阻挡膜用于保护食物和药品不受细菌和其他污染物污染。

[0007] 典型的气体阻挡体是有机、无机或无机-有机混合材料。有机材料的实例包括聚合物(丙烯酸酯、环氧化物、聚酰胺、聚酰亚胺、聚酯、纤维素衍生物等),其在性质上通常是疏水的。无机气体阻挡体可以包括电介质(绝缘)材料、金属氧化物、金属氮化物或基于二氧化硅的(玻璃)材料。对于无机-有机混合物,有机组分通常是聚合物,例如二氧化硅-丙烯酸酯混合物。

[0008] 为了气体阻挡膜有效地发挥功能,它必须难以被小分子渗透。因此,必须消除膜中的任何裂纹或通道。薄膜中的潜在缺陷的一些实例描述在图1中。膜100中的这种缺陷包括开孔101,针孔/闭孔102和裂纹103。闭孔是小分子难以达到的并且因此不危害膜完整性。然而,这种孔仍然是不适宜的,因为它们可以使膜变弱。全厚度裂纹通过允许气体分子扩散穿过来危害膜完整性,潜在地减小器件稳定性和性能。仅与膜的一个表面接触的缺陷也是不适宜的,因为它们具有蔓延为全厚度裂纹的潜力。

[0009] 同样,需要有一种非破坏性方法以检测气体阻挡膜中的缺陷。还有益的是的有对于气体测试气体阻挡体的穿透性的测试方法。此外,高度需要可以表征膜的缺陷结构而不仅是缺陷孔径分布的检测技术。

[0010] 用于检测膜中的缺陷的现有技术方法包括压汞孔隙率测定法(mercury intrusion porosimetry)以及氮气吸附。压汞孔隙率测定法用于表征在固体膜中,特别是在药物工业中的包装中的孔的方法。使用低压汞,可以检测14-200 $\mu$ m之间的孔直径,而高压汞孔隙率测定仪可以用于检测小至3nm的孔直径。该技术首先由Ritter和Drake在1940年代开发[H.L.Ritter&L.C.Drake, Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., 1945, 17, 782]。该技术利用了液体至介质中的渗透速率对于介质内的孔的尺寸和分布的相关性。单质汞理想地适合于该技术,因为它对大部分固体是非浸润的。迫使非浸润液体进入圆形横截面积的毛细管所需的压力与毛细管直径成反比,并且直接正比于液体的表面张力和与固体表面形成的接触角两者。因此,对于给定的外加压力,可以计算Hg将进入和那些它将不会进入的孔的尺寸。

[0011] 然而,压汞孔隙率测定法的3nm检测下限对于气体阻挡膜的完整性的确认而言是

不足的,因为水和氧的分子小一个数量级并且可以扩散穿过窄得多的裂纹。此外,压汞孔隙率测定法可以用于给出对缺陷直径的指示,但是不提供对缺陷结构的任何形象的表示。模型假设了圆柱形孔形状,这并不总是精确的。使用传统的装置,检测面积也限定于大约 $1\text{cm}^2$ ,所以更大的膜不能通过该技术表征。该技术依赖于高操作压力,其可能损坏膜或电子器件。当样品含有很多不能使用该技术检测的闭孔时,这些高压可以是特别有害的,因为高压可以将样品压缩。压汞孔隙率测定法也被发现高估了非常小的孔的直径。

[0012] 气体吸附孔隙率测定仪可以用于由材料的气体吸附等温线测定其孔尺寸分布[C.G.Shull,J.Am.Chem.Soc.,1948,70,1405]。氮气体吸附在检测具有 $3\text{Å}$ 至 $300\text{nm}$ 的宽范围的直径的孔中使用。该技术可以用于测定孔体积,以及体积孔径分布,其基于与压汞孔隙率测定法相似的技术,不同之处在于将非润湿性液体用氮气替换。在毛细冷凝发生的孔尺寸范围内,对于具有凹液面的冷凝物,只要被吸附物的压力超过孔中的液体的平衡压力,向孔中的毛细冷凝将随之发生。孔径分布可以由吸附或解吸等温曲线测定。

[0013] 与压汞孔隙率测定法相同,氮气吸附技术假设圆柱形孔形状,具有开孔,并且不存在孔网络。因此,它在表征其中孔结构偏离这些标准的系统中的孔分布上可能是不精确的。此外,单次测量的获得可能花费数小时。其他缺点包括在测量过程中样品可能与液体氮进行接触的事实,这可能导致损坏样品,以及需要低温以确保气相分子之间很小的吸引,这可能是困难的并且维持是昂贵的。

[0014] 简要概述

[0015] 本文公开了在气体阻挡膜中的缺陷内使用气态前体合成量子点(QD)的方法。将气体阻挡膜暴露至气相量子点前体。气相前体可以扩散至在膜中存在的任何孔内,并且在那些孔内反应以形成QD。

[0016] 所公开的方法利用了QD当激发时发射光并且所发射的光的波长是QD的直径的函数的事实。因此,通过观察来自QD的发射,含有QD的孔可以被形象化。此外,发射的波长提供对孔径的指示,因为将得知的是,孔至少大到足以含有产生所观察到的发射波长的QD。

[0017] 该方法可以用于检测以某些方式与一个或多个膜表面连接的缺陷,例如通道裂纹,开孔/针孔和与裂纹连接的针孔。该技术不仅仅限定于任何具体的缺陷几何结构。量子点的光学性质可以用于确定粒径并且因此确定膜内的缺陷的尺寸和性质。

[0018] 附图简述

[0019] 图1是气体阻挡膜中的缺陷的图示。

[0020] 图2是显示通过由用逆流气体流提供的气态前体形成量子点来检测气体阻挡膜中的全厚度缺陷的图。

[0021] 图3是显示通过由用平行气体流提供的气态前体形成量子点来检测气体阻挡膜中的表面和全厚度缺陷的图。

[0022] 图4图示用于提供QD前体气体的逆流流动的装置。

[0023] 图5图示用于提供QD前体气体的平行流动的装置。

[0024] 图6是比较氧分子与量子点的气相前体分子的相对尺寸的图。

[0025] 图7图示量子点在气体阻挡膜中瓶颈形状的孔内的形成。

[0026] 详述

[0027] 量子点(QD)是半导体材料的小粒子,即,“纳米粒子”。公知的QD是金属如镉或锌的

硫属化物(硒化物或硫化物)(例如CdSe或ZnS)的纳米粒子。QD典型地在直径为2至10纳米的范围内(约50原子的宽度),但是可以更大,例如高达约100纳米。

[0028] 因为它们的小尺寸,量子点显示在性质上与相应的大块材料的那些光学和电学性质不同的独特的光学和电学性质。这些光学性质最直接的表现是在激发下光子的发射。这些光子发射的波长取决于量子点的尺寸。

[0029] 精确地控制量子点的尺寸的能力使得制造者能够决定其发射波长,其进而确定人眼感知的颜色。因此可以在制造过程中将量子点“调节”为发射所需的任何颜色。通过改变其核尺寸来控制或“调节”来自量子点的发射的能力被称为“量子尺寸效应”。

[0030] QD越小,能量越高,即,其发射越“蓝”。同样,较大的QD发射偏向光谱红端的光。点甚至可以调节为超出可见光,进入电磁光谱的红外或紫外部分。

[0031] 在合成之后,量子点或者是粉末或者是溶液。因为它们微小的尺寸,制造甚至比较“小”体积的量子点(例如一毫克)的能力也将产生足够的用于工业规模应用的实际的量子点。

[0032] 纳米粒子的气相合成已经由Pickett等描述在现有技术中[N.L.Pickett等, J.Mater.Chem.,1997,7,1855;J.Mater.Chem.,1996,6,507]。可以通过小心控制反应条件,例如温度,时间等,以及处于气相的吡啶的加入,来改变所得到的量子点的尺寸。Haggata等还描述了聚合物基体中纳米粒子的合成[S.W.Haggata等, J.Mater.Chem.,1996,6,1771; J.Mater.Chem.,1997,7,1969]。在聚合气体阻挡膜中,量子点由气态前体的成核和生长可以在任何缺陷或空隙中进行。因为量子点稳定性随着粒径增加,在合适的反应条件下,粒子生长可以继续直至占据所有的空间。

[0033] 共焦显微法是用于通过使用点照明和空间针孔消除比焦平面更厚的样品中的未对焦光来增加显微照片的光学分辨率和对比度的光学成像技术。它能够由所获得的图像再现三维结构。该技术在科学和工业社会中得到普及,并且典型的应用是在生命科学、半导体检测和材料科学中。

[0034] 本公开涉及气体阻挡膜中的缺陷内的量子点的气相合成,所述气体阻挡膜具有充当用于纳米粒子生长的模板的膜基体。该方法可以用于由量子点的发射特性检测缺陷的性质和尺寸。

[0035] 本文描述的方法可以用于合成量子点,所述量子点包括但不限于以下材料:第II-VI族纳米粒子,例如CdS、CdSe、ZnS、ZnSe,第III-V族纳米粒子,例如InP、GaP,第II-V族纳米粒子,例如Cd<sub>3</sub>P<sub>2</sub>,以及第III-VI族纳米粒子,例如In<sub>2</sub>Se<sub>3</sub>。

[0036] 合适的气相前体可以包括但不限于,第II族或第III族阳离子源,例如R<sub>2</sub>Cd/Zn; R<sub>3</sub>Ga/In(R=有机基团),以及第V族或第VI族阴离子源,例如H<sub>2</sub>S、H<sub>2</sub>Se或H<sub>3</sub>P。

[0037] 气相前体的流速可以使用载气控制。载气可以是惰性气体,例如He、N<sub>2</sub>或Ar,或还原气体,例如H<sub>2</sub>,但不限于这些。

[0038] 合适的充当用于纳米粒子生长的模板的气体阻挡体材料可以包括但不限于,聚合物基体,包括丙烯酸酯、环氧化物、聚酰胺、聚酰亚胺、聚酯、纤维素衍生物;无机基体如电介质材料、金属氧化物、金属氮化物、或基于二氧化硅的(玻璃)材料;和无机-有机混合物,包括二氧化硅-乙酸酯混合物、硅氢化聚丁二烯及其衍生物。

[0039] 反应可以任选地在处于气相的路易斯碱的存在下进行以控制纳米粒子生长。合适

的路易斯碱包括,但不限于,吡啶气体。气体阻挡膜基体可以包括可以充当路易斯碱的聚合材料。

[0040] 在一个实施方案中,将气体阻挡膜200放置在分别由相对方向流动的两股气流201和202中间,如图2A中所示。通过将气体阻挡膜放置在两股气流中间,任何全厚度孔203或通道204的存在允许气体扩散穿过膜,并且在针孔和/或裂纹中纳米粒子成核和生长可以随之发生。纳米粒子205的尺寸由孔/裂纹直径限制。缺陷直径上的小的改变和同时的粒径上的改变可以作为在UV光下的光致发光波长( $PL_{max}$ )的改变形象地观察。UV/可见吸收或 $PL_{max}$ 与粒径的关联用于测定孔/裂纹直径。使用共焦显微法,之后测定孔的尺寸和性质。使用该实验构造,检测了直接危害膜完整性的缺陷。

[0041] 在另一个实施方案中,将气体阻挡膜300放置在两股平行气体源的流301中,如图3A中所示。允许气体流或者顺序地(sequentially)或者协力地(in tandem)流动。通过将气体阻挡膜放置在两股平行气体流的流动中,气态前体扩散至与表面接触的任何缺陷中,并且反应,允许纳米粒子在不必须穿透膜的完整厚度的任何表面孔302或裂纹303中进行成核和生长。如图3B中所示,所得到的纳米粒子304的尺寸由缺陷直径限制,因此,缺陷直径上的小的改变导致可以作为在UV照射下的光致发光波长( $PL_{max}$ )上的改变被形象地观察的粒径上的改变。UV/可见吸收最大或 $PL_{max}$ 与粒径的相关性可以用于检测孔/裂纹直径。使用共焦显微法,之后可以测定孔的尺寸和性质。使用该实验构造,可以检测危害膜完整性的缺陷,以及具有蔓延至膜的全厚度的可能性的那些缺陷。

[0042] 图4和5图示了用于量子点的气相合成的装置。在图4中描述的装置400中,将气体阻挡膜401插入至石英管402中,之后将其放置在管式炉403中。QD前体气体由管线404和405提供至气体阻挡膜的相对侧。例如,管线404可以提供气相QD前体如 $H_2S$ 、 $H_2Se$ 或 $PH_3$ ,并且管线405可以提供QD前体如 $R_2Zn$ 、 $R_2Cd$ 、 $R_3Ga$ 或 $R_3In$ 。装置400还可以包括用于载气的管线406和407。装置400还可以包括用于提供路易斯碱的源408。前体气体管线可以包括用于产生气态前体的反应器409。任何或所有气体管线可以设置有气体流量计410和411。排气管线412和413可以分别设置有洗涤器414和415,并且分别设置有压力控制器416和417。

[0043] 在图5中描述的装置500中,气体阻挡膜501位于石英管502中,所述石英管位于管式炉503中。气体阻挡膜暴露至由管线504和505提供的QD前体气体的平行流。该装置还可以包括一个或多个提供另外的试剂如路易斯碱的管线506。管线504和505分别连接至QD前体气体的源507和508。在装置500中,管线506可以连接至路易斯碱的源509。如在图4中描述的装置中一样,用于装置500的实例前体气体包括 $H_2S$ 、 $H_2Se$ 或 $PH_3$ 和 $R_2Zn$ 、 $R_2Cd$ 、 $R_3Ga$ 或 $R_3In$ 。任意气体管线也可以设置有载气的源510和另外的设备,如气体流量计511和512。石英管502可以含有在排气管线514的上游的玻璃棉513。排气管线514可以配备有监控、控制或处理设备,如一个或多个洗涤器515和压力控制器516。

[0044] 图4和5中的描述的特定结构仅是示例性的并且是示意性的。如何如本文所述实施这些和其他用于将QD前体气体提供至气体阻挡膜的几何结构将对于本领域技术人员是显而易见的。本发明的范围不限于任何特别的反应器几何结构或装置。

[0045] 本文描述的方法能够检测气体阻挡膜中的细小缺陷,因为气相QD前体可以扩散至小直径缺陷中并且在那些缺陷内反应。图6比较了QD前体分子 $Me_2Cd$  601、 $Me_2Zn$  602、 $H_2S$  603、 $H_2Se$  604、 $PH_3$ 605和 $InMe_3$ 606与 $O_2$ 600的尺寸比较的相对尺寸。

[0046] 图7示例量子点在气体阻挡膜700中的瓶颈形状的孔701内的形成。气态QD前体可以扩散至气体阻挡膜中的在宽度上小至1nm以下的孔和裂纹中。QD前体在孔内反应以形成QD 702。在裂纹的宽的部分,前体反应以形成大直径QD 702a。在裂纹的较窄的部分,仅可以形成较小直径QD 702b。因为较大的QD与较小的QD比较发射红移的光,裂纹中的QD的发射颜色提供膜中的缺陷结构的指示。

## 实施例

### [0047] 实施例1: CdS

[0048] CdS量子点可以在吡啶气体的存在下由含有Me<sub>2</sub>Cd的氦气流和H<sub>2</sub>S的气相反应形成。典型的反应条件包括~600cm<sup>3</sup>min<sup>-1</sup>的He流速和对于Me<sub>2</sub>Cd 30倍过量的H<sub>2</sub>S。粒径可以通过改变吡啶浓度和/或反应温度来控制。优选地采用在1:20至2:1的范围内的吡啶:Me<sub>2</sub>Cd比率,以及室温至200℃的温度。所发现的是,增加吡啶浓度减小了粒径,同时粒径随着增加的温度增加。

[0049] 可以取决于粒径由UV至青色(体带隙(bulk band gap)~512nm)调节CdS纳米粒子的吸收。例如,2-20nm的尺寸范围内的纳米粒子可以预期在大约320-500nm之间发射,对应于UV至青色光。

### [0050] 实施例2: CdSe

[0051] 与对于CdS列出的(上述的)那些相似的反应条件可以用于合成CdSe量子点[N.L.Pickett等,J.Mater.Chem.,1997,7,1855],将H<sub>2</sub>S替换为H<sub>2</sub>Se。可以使用更高的吡啶浓度控制粒径(高达150:1吡啶:Me<sub>2</sub>Cd)。

[0052] 可以取决于粒径由蓝色至深红(体带隙~717nm)调节CdSe纳米粒子的吸收。2-20nm的尺寸范围的纳米粒子可以预期在大约490-700nm之间发射,对应于蓝色至深红色光。

### [0053] 实施例3: ZnS

[0054] 与对于CdS列出的(上述的)那些类似的反应条件可以用于合成ZnS量子点[N.L.Pickett等,J.Mater.Chem.,1997,7,1855],将Me<sub>2</sub>Cd替换为Me<sub>2</sub>Zn。更高的反应温度(高达300℃)可以是有益的。

[0055] 可以取决于粒径跨越UV光谱(体带隙~344nm)调节ZnS纳米粒子的吸收。2-20nm的尺寸范围内的纳米粒子可以预期在大约235-340nm之间发射。

### [0056] 实施例4: ZnSe

[0057] 与对于ZnS列出的(上述的)那些类似的反应条件可以用于合成ZnSe量子点[N.L.Pickett等,J.Mater.Chem.,1997,7,1855],将H<sub>2</sub>S替换为H<sub>2</sub>Se。还原性H<sub>2</sub>载气,而不是惰性He,可以对于控制粒径是更加有效的。

[0058] 可以取决于粒径由UV至蓝色(体带隙~459nm)调节ZnS纳米粒子的吸收。2-20nm的尺寸范围内的纳米粒子可以预期在大约295-455nm之间发射,对应于UV至靛蓝色光。

### [0059] 实施例5: InP

[0060] 可以使用与对于II-VI量子点列出的(上述的)那些类似的反应程序由Me<sub>3</sub>In和PH<sub>3</sub>气态前体合成InP纳米粒子。

[0061] 可以取决于粒径由绿色至近IR(体带隙~925nm)调节InP纳米粒子的吸收。2-20nm的尺寸范围内的纳米粒子可以预期在大约520-875nm之间发射,对应于绿色光至IR辐射。

[0062] 在对气体阻挡膜中的缺陷内的合成量子点的处理之后,可以通过共焦显微法研究粒径。共焦显微法可以用于在非常小的区域内测定荧光,所述区域对于共焦激光扫描显微法典型地为大约200nm x 200nm,但使用受激发射损耗显微法(stimulated emission depletion microscopy)甚至低至低于10nm x 10nm。通过该技术的膜分析允许用对应于裂纹或孔的荧光区域形象地描绘(map out)缺陷结构。此外,通过在膜内的特定位置将荧光波长解卷积,可以估计对应的粒径,给出对缺陷直径的指示。

[0063] 为有效地检测气体阻挡膜中的缺陷,该方法必须足够灵敏以便检测水平与膜预期阻止的气体分子的尺寸可比较。还有用的是能够检查缺陷的性质和结构,而没有假设特定的缺陷几何结构。该技术应当对于膜是非破坏性的,因为这可能产生假象或导致裂纹蔓延,其可以降低分析的有效性。

[0064] 现有技术中针对检测气体阻挡膜中的缺陷所描述的方法没有能够满足所有重要标准。本发明的方法使用气态前体,其尽管大于单独的氧和水分子,但与它们是在相同的数量级的。如图6中描述的,本文提出的气态前体沿它们的长轴小于氧分子的三倍长度( $\sim 3\text{\AA}$ ),这使得它们能够扩散至直径小于1nm、即低于量子点稳定性的下限的缺陷中。如图7中所示,如果该裂纹随后变宽至对应于稳定量子点范围内的直径的尺寸,纳米粒子形成可以继续并且可以可靠地并且精确地检测。使用其中检测极限可以小于本发明的检测极限的现有技术如高压氮吸附,朝向检测极限,结果变得不可靠。相反,本发明的方法在整个检测范围内提供可靠的结果。此外,在采用气态前体中,该技术有效地检查对于气态分子的膜的穿透性,因此测试其基本功能。这与其中液体对固体膜的可润湿性可以影响结果的液相检测方法相反。

[0065] 使用本发明的方法,不需要可能损坏气体阻挡膜的、并且可能是有挑战性的且保持起来昂贵的低温。此外,膜不需要暴露至有潜在破坏性的高压。因此,该检测方法在表征过程中不将新的假象型缺陷引入至膜中。因为纳米粒径可以通过一些参数,包括温度、时间、载气和任选的路易斯碱的浓度来控制,该技术可以适合用于宽范围的气体阻挡体。不像假设并依赖于圆柱形孔形状的氮吸附,该技术不特别地限定于特定缺陷构造的检测。

[0066] 因为QD以取决于粒径的不同发射波长发射荧光,所以与共焦显微法结合的荧光测量的解卷积可以用于提供膜内的缺陷结构的形象地表示。该形象的信息可以提供对缺陷的性质和分布的全面表示,以及对于裂纹发展可能性的了解。总的说来,本发明可以用于提供气体阻挡膜的结构全面描绘并且因此提供缺陷对该膜的完整性和功效的潜在影响。

[0067] 虽然已经显示并描述了本发明的特别实施方案,它们不意图限定本专利所覆盖的范围。本领域技术人员明白,可以做出多种变更和修改而不脱离如由以下权利要求文字上和等同地覆盖的本发明的范围。



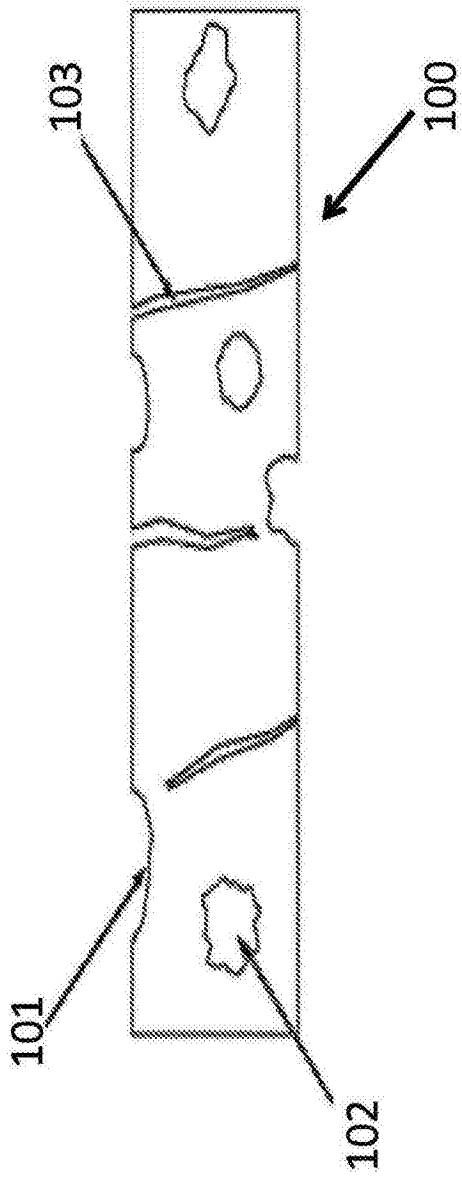


图1

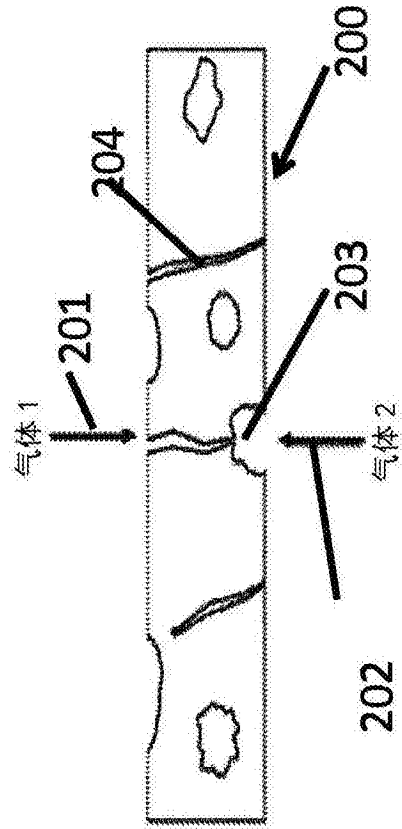


图2A

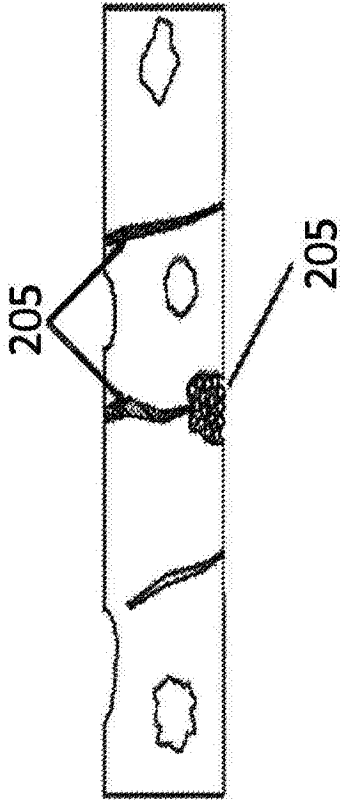


图2B

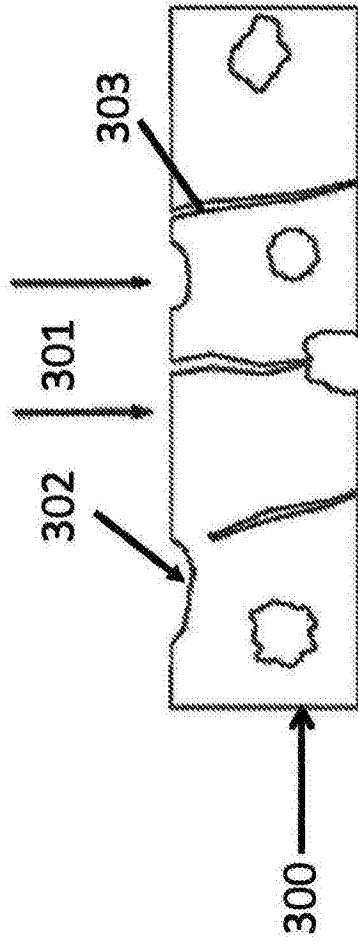


图3A

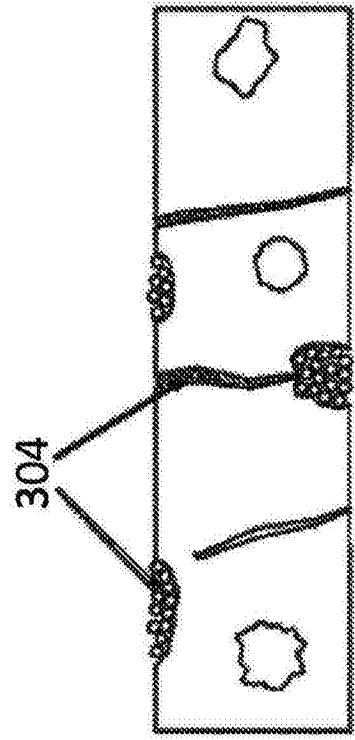


图3B

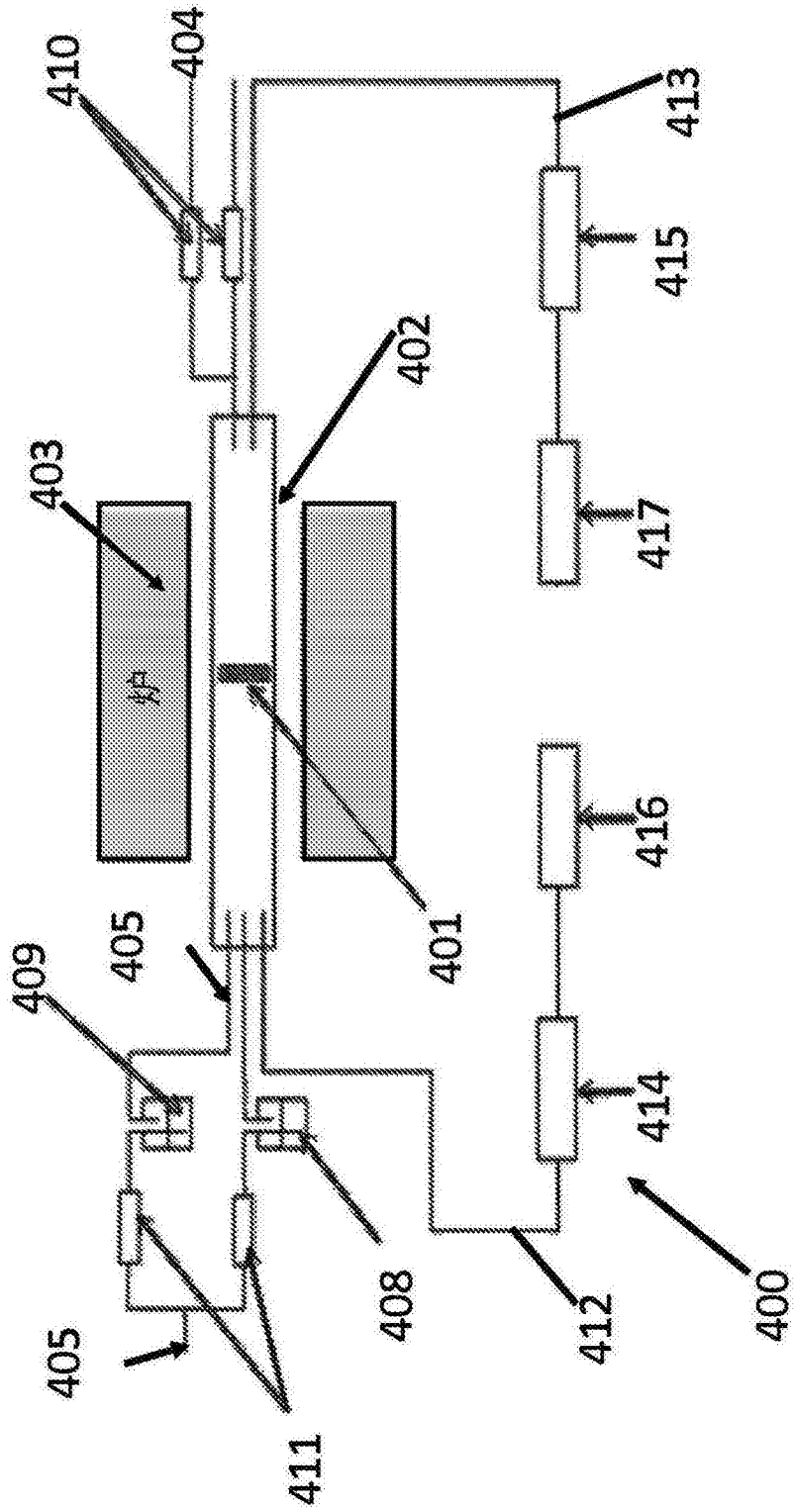


图4

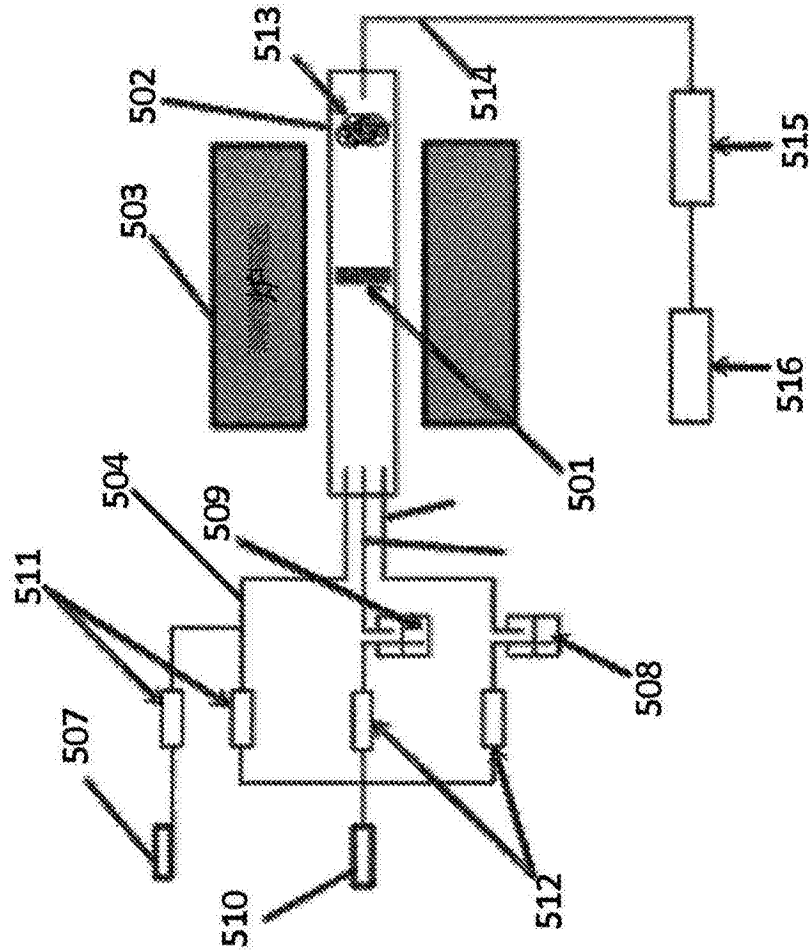


图5

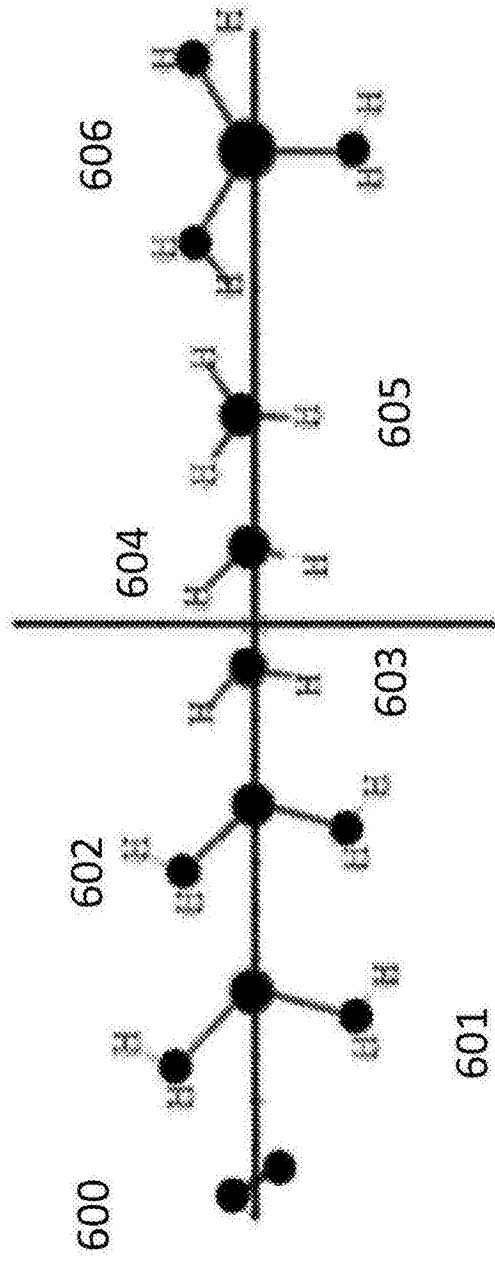


图6

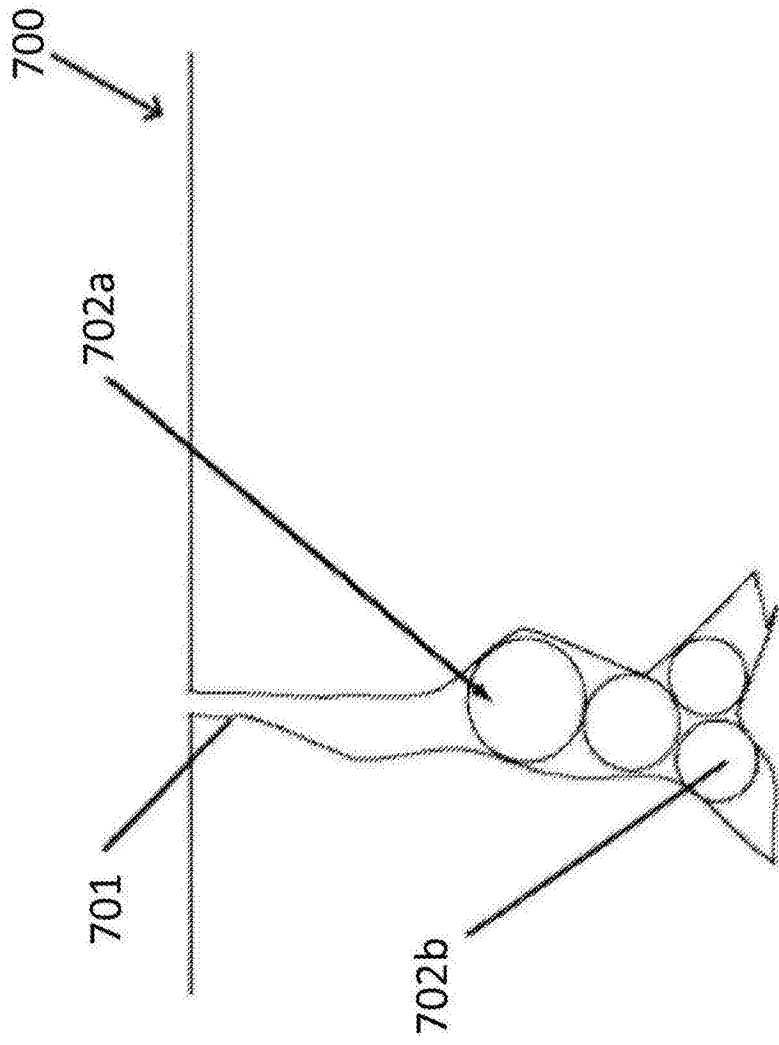


图7