

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6216517号
(P6216517)

(45) 発行日 平成29年10月18日 (2017.10.18)

(24) 登録日 平成29年9月29日 (2017.9.29)

(51) Int.Cl.	F I
H05B 33/10 (2006.01)	H05B 33/10
H01L 51/50 (2006.01)	H05B 33/14 A
H05B 33/04 (2006.01)	H05B 33/04

請求項の数 7 (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願2013-37599 (P2013-37599)	(73) 特許権者	512187343
(22) 出願日	平成25年2月27日 (2013.2.27)		三星ディスプレイ株式会社
(65) 公開番号	特開2013-182888 (P2013-182888A)		S a m s u n g D i s p l a y C o .
(43) 公開日	平成25年9月12日 (2013.9.12)		, L t d .
審査請求日	平成28年2月25日 (2016.2.25)		大韓民国京畿道龍仁市器興区三星路 1
(31) 優先権主張番号	10-2012-0022041	(74) 代理人	110000408
(32) 優先日	平成24年3月2日 (2012.3.2)		特許業務法人高橋・林アンドパートナーズ
(33) 優先権主張国	韓国 (KR)	(74) 代理人	100070024
			弁理士 松永 宣行
		(74) 代理人	100159042
			弁理士 辻 徹二
		(72) 発明者	朴 鎮 宇
			大韓民国京畿道龍仁市器興区三星二路95
			三星ディスプレイ株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機発光装置の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

基板上に有機発光部を形成する段階と、
 環境性要素表面の一部以上と接触し、低温粘度変化 (L V T) 無機物を含んだ少なくとも 1 層の無機膜を含んだ薄膜封止層を形成する段階と、を含み、
 前記無機膜を形成する段階は、
 前記環境性要素が存在する有機発光部上に、前記 L V T 無機物を提供し、前記 L V T 無機物を含んだ予備無機膜を形成する段階と、
 前記予備無機膜を、前記 L V T 無機物の粘度変化温度以上の温度で第 1 ヒーリングする段階と、
 前記環境性要素と前記 L V T 無機物との結合力、及び前記 L V T 無機物間の結合力が向上するように、前記第 1 ヒーリングされた予備無機膜を第 2 ヒーリングする段階と、を含み、
 前記第 2 ヒーリングする段階を、前記第 1 ヒーリングされた予備無機膜を、酸溶液、アルカリ溶液及び中性溶液のうち 1 種以上と接触させる化学的処理法を利用して遂行することを特徴とする有機発光装置の製造方法。

【請求項 2】

前記環境性要素は、前記有機発光部の形成時に必須不可欠に存在し又は生成される不純物粒子であることを特徴とする請求項 1 に記載の有機発光装置の製造方法。

【請求項 3】

前記 L V T 無機物の粘度変化温度が、前記有機発光部に含まれた物質の変性温度のうち最低値より低いことを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の有機発光装置の製造方法。

【請求項 4】

前記 L V T 無機物が、 SnO ； SnO 及び P_2O_5 ； SnO 及び BPO_4 ； SnO 、 SnF_2 及び P_2O_5 ； SnO 、 SnF_2 、 P_2O_5 及び NbO ；又は SnO 、 SnF_2 、 P_2O_5 及び WO_3 ；を含んだことを特徴とする請求項 1 から 3 のいずれか一項に記載の有機発光装置の製造方法。

【請求項 5】

前記第 1 ヒーリングする段階を、前記 L V T 無機物の粘度変化温度以上であって、前記有機発光部に含まれた物質の変性温度のうち最低値未満の範囲で、前記予備無機膜を熱処理することによって遂行することを特徴とする請求項 1 から 4 のいずれか一項に記載の有機発光装置の製造方法。

10

【請求項 6】

前記第 1 ヒーリングする段階を、80 以上であって 132 未満の範囲で、1 時間ないし 3 時間、前記予備無機膜を熱処理することによって遂行することを特徴とする請求項 1 から 4 のいずれか一項に記載の有機発光装置の製造方法。

【請求項 7】

前記アルカリ溶液は、硝酸塩を含んだことを特徴とする請求項 1 に記載の有機発光装置の製造方法。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、有機発光装置の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

有機発光装置 (organic light emitting device) は、自発光型装置であり、視野角が広く、かつコントラストにすぐれるだけでなく、応答時間が短く、輝度、駆動電圧及び応答速度特性にすぐれた上に、多色化が可能であるという長所を有している。

【0003】

30

前記有機発光装置は、第 1 電極、有機層及び第 2 電極を含んだ有機発光部を含む。前記有機発光部は、外部環境、例えば、酸素、水気などに非常に脆弱であるので、前記有機発光部を外部環境から密封させる密封構造が必要である。

【0004】

一方、薄型有機発光装置及び / またはフレキシブル有機発光装置の開発も、依然として要求されている。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明の課題は、外部環境に対する優秀な密封特性及びフレキシブル特性を長期間維持することができる薄膜密封層を含んだ有機発光装置の製造方法を提供することである。

40

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明の一側面によれば、基板上に有機発光部を形成する段階と、環境性要素表面の一部以上と接触し、低温粘度変化 (LTV) 無機物を含んだ少なくとも 1 層の無機膜を含んだ薄膜封止層を形成する段階と、を含み、前記無機膜形成段階は、前記環境性要素が存在する有機発光部上に、前記 L V T 無機物を提供し、前記 L V T 無機物を含んだ予備無機膜 (pre-inorganic layer) を形成する段階と、前記予備無機膜を、前記 L V T 無機物の粘度変化温度以上の温度で第 1 ヒーリング (healing) する段階と、前記環境性要素と前記 L V T 無機物との結合力、及び前記 L V T 無機物間の結合力が向上するように、前記第 1

50

ヒーリングされた予備無機膜を第2ヒーリングする段階と、を含む有機発光装置の製造方法が提供される。

前記LVT無機物は、スズ酸化物を含んでもよい。

【0007】

前記LVT無機物は、リン酸化物、リン酸ホウ素、スズフッ化物、ニオブ酸化物及びタングステン酸化物のうち1種以上をさらに含んでもよい。

【0008】

前記第1ヒーリング段階は、前記LVT無機物の粘度変化温度以上であって、前記有機発光部に含まれた物質の変性温度未満の範囲で、前記予備無機膜を熱処理することによって遂行される。

【0009】

前記第1ヒーリング段階は、真空雰囲気または不活性ガス雰囲気下で遂行される。

【0010】

前記第2ヒーリング段階は、化学的処理法、プラズマ処理法、酸素含有高温チャンバ処理法、酸素及び水分含有高温チャンバ処理法、または表面ドーピング法を利用して遂行される。

【0011】

前記薄膜封止層は、高分子を含んだ少なくとも1層の有機膜をさらに含んでもよい。
前記環境性要素は、前記薄膜封止層内に埋め込まれている。

【発明の効果】

【0012】

本発明の有機発光装置の製造方法によれば、外部環境に対する優秀な密封特性及びフレキシブル特性を長期間維持することができる薄膜密封層を提供することができ、長寿命フレキシブル有機発光装置を具現することができる。

【図面の簡単な説明】

【0013】

【図1A】本発明の有機発光装置の製造方法の一具現例を概略的に図示した図面である。

【図1B】本発明の有機発光装置の製造方法の一具現例を概略的に図示した図面である。

【図1C】本発明の有機発光装置の製造方法の一具現例を概略的に図示した図面である。

【図1D】本発明の有機発光装置の製造方法の一具現例を概略的に図示した図面である。

【図2A】本発明の有機発光装置の製造方法の他の具現例を概略的に図示した図面である。

。

【図2B】本発明の有機発光装置の製造方法の他の具現例を概略的に図示した図面である。

。

【図2C】本発明の有機発光装置の製造方法の他の具現例を概略的に図示した図面である。

。

【図2D】本発明の有機発光装置の製造方法の他の具現例を概略的に図示した図面である。

。

【図3】本発明の有機発光装置の製造方法のさらに他の具現例によって製造された有機発光装置を概略的に図示した図面である。

【図4】本発明の有機発光装置の製造方法のさらに他の具現例によって製造された有機発光装置を概略的に図示した図面である。

【図5】本発明の有機発光装置の製造方法のさらに他の具現例によって製造された有機発光装置を概略的に図示した図面である。

【発明を実施するための形態】

【0014】

以下、添付された図面を参照し、前記有機発光装置の製造方法の具現例について説明する。

【0015】

まず、図1Aのように、基板11上に、有機発光部13を形成する。前記有機発光部1

10

20

30

40

50

3は、第1電極13a、有機層13b及び第2電極13cが順に積層された構造を有することができる。

【0016】

前記基板11としては、一般的な有機発光装置で用いられる基板を使用することができるが、機械的強度、熱的安定性、透明性、表面平滑性、取り扱い容易性及び防水性にすぐれるガラス基板または透明プラスチック基板を使用することができる。前記基板11は、ベンディング(bending)可能なフレキシブル(flexible)基板でもあるが、例えば、半径が10cm以下の基板である。

【0017】

前記第1電極13aは、基板11の上部に、第1電極用物質を蒸着法またはスパッタリング法などを利用して提供することによって形成される。前記第1電極13aがアノードである場合、正孔注入が容易なように、第1電極用物質は、大きい仕事関数を有する物質のうち選択されてもよい。前記第1電極13aは、反射型電極、半透過型電極または透過型電極であってもよい。第1電極用物質としては、透明であって伝導性にすぐれる酸化インジウムスズ(ITO)、酸化インジウム亜鉛(IZO)、酸化スズ(SnO₂)、酸化亜鉛(ZnO)などを利用することができる。または、マグネシウム(Mg)、アルミニウム(Al)、アルミニウム-リチウム(Al-Li)、カルシウム(Ca)、マグネシウム-インジウム(Mg-In)、マグネシウム-銀(Mg-Ag)などを利用すれば、前記第1電極13aを、反射型電極で形成することもできる。

【0018】

前記第1電極13aは、単一層または2層以上の多層構造を有することができる。例えば、前記第1電極13aは、ITO/Ag/ITOの3層構造を有することができるが、これに限定されるものではない。

前記第1電極13aの上部には、有機層13bが具備されている。

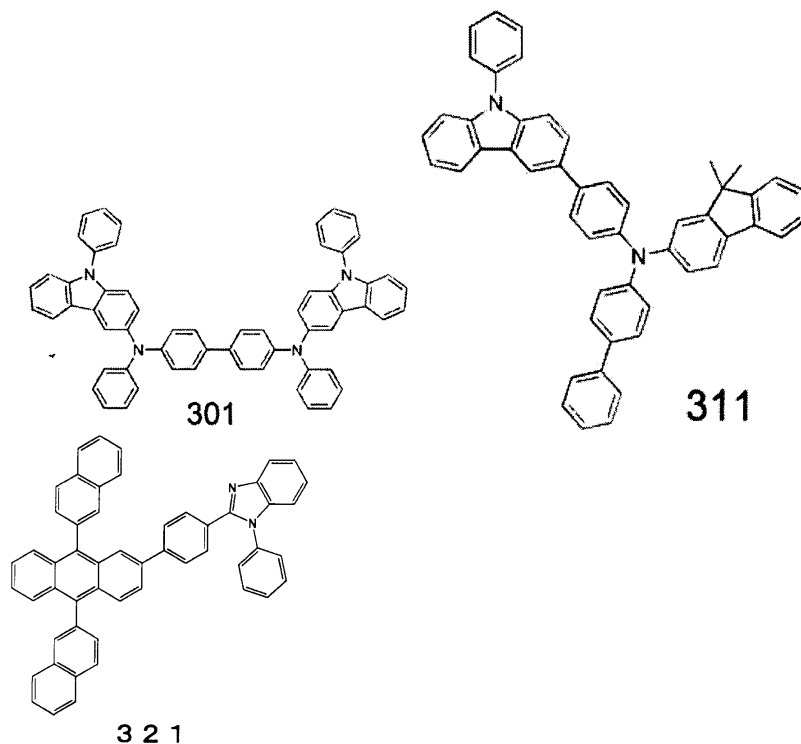
【0019】

前記有機層13bは、正孔注入層、正孔輸送層、正孔注入機能及び正孔輸送機能を同時に有する機能層、バッファ層、電子阻止層、発光層、正孔阻止層、電子輸送層及び電子注入層のうち1層以上を含んでもよい。

【0020】

前記有機層13bには、例えば、下記のような、化合物301、311及び321のうち一つ以上が含まれている。

【化 1】



10

20

【0021】

このような有機層 13b の上部には、第 2 電極 13c が具備されている。前記第 2 電極 13c は、電子注入電極であるカソード (cathode) でもあるが、このとき、前記第 2 電極形成用金属としては、小さい仕事関数を有する金属、合金、電気伝導性化合物及びこれらの混合物を使用することができる。具体例としては、リチウム (Li)、マグネシウム (Mg)、アルミニウム (Al)、アルミニウム - リチウム (Al - Li)、カルシウム (Ca)、マグネシウム - インジウム (Mg - In)、マグネシウム - 銀 (Mg - Ag) などを薄膜に形成し、反射型電極、半透過型電極または透過型電極を得ることができる。一方、前面発光装置を得るために、ITO、IZO を利用した透過型電極を形成することができるなど、多様な変形が可能である。

30

【0022】

図 1A には図示されていないが、前記有機発光部 13 は、各画素当たり 1 つの画素回路を含み、前記画素回路は、少なくとも 1 つの薄膜トランジスタ (図示せず) 及びキャパシタ (図示せず) を含んでもよい。前記第 1 電極 13a は、前記薄膜トランジスタと電氣的に連結される。

【0023】

前記第 1 電極 13a は、画素別にパターンニングされており、前記第 2 電極 13c は、全ての画素を覆うように共通電極で形成されてもよい。

40

【0024】

基板 11 の方向に画像が具現される背面発光型構造の場合、前記第 2 電極 13c の厚さを相対的に厚く形成し、基板 11 方向への発光効率を高めることができる。

【0025】

有機膜 13b の方向に画像が具現される前面発光型構造の場合、前記第 2 電極 13c の厚さを薄く形成し、第 2 電極 13c が半透過反射膜になるようにしたり、あるいは第 2 電極 13c を前述の物質以外にも、透明な導電体で形成することができる。その場合には、第 1 電極 13a が反射膜をさらに含んでもよいということは、言うまでもない。

【0026】

図 1A には図示されていないが、前記第 2 電極 13c の上部には、保護層が具備されて

50

もよい。前記保護層は、有機発光部 13 上に、薄膜封止層 20 (図 1D) を形成するとき、第 2 電極 13c の損傷を防止するためのものであり、例えば、LiF、リチウムキノレート、Alq3 (トリス (8 - キノリノラト) アルミニウム) のような物質を利用することができる。

【0027】

前記有機発光部 13 の形成後、有機発光部 13 上には、環境性要素 15 が避け難く存在することになる。前記環境性要素 15 は、有機発光部 13 の形成時に存在し、かつ生成される必須不可欠の不純物粒子であり、例えば、外部環境から流入した微細粒子 (例えば、外部環境に存在するほこり、塵など)、有機発光部 13 の形成時に使用された物質であり、有機発光部 13 上に残留する微細粒子 (例えば、第 2 電極 13c の成膜後に残留する第 2 電極 13c 形成用物質からなる微細粒子など) などでもあり、前記環境性要素 15 の成分は、各種有機物、無機物、有機/無機複合体でもあるなど、非常に多様である。前記環境性要素 15 は、有機発光部 13 の形成後、公知の方法、例えば、洗浄のような湿式工程によって除去することが実質的に不可能である。

【0028】

例えば、前記環境性要素 15 は、5 μ m 以下の平均粒径を有する粒子、例えば、1 μ m ないし 5 μ m の平均粒径を有する粒子でもあるが、それに限定されるものではない。

【0029】

図 1A において環境性要素 15 は、便宜上 1 個の球形粒子として図示されている。

【0030】

次に、前記環境性要素 15 が存在する有機発光部 13 上に、低温粘度変化 (LVT: low temperature viscosity transition) 無機物 (以下、「LVT 無機物」とする) を提供し、図 1B に図示されているような LVT 無機物を含んだ予備無機膜 (pre-inorganic layer) 23 を形成する。

前記 LVT 無機物は、粘度変化温度が低い無機物である。

【0031】

本明細書において、「粘度変化温度」は、前記 LVT 無機物の粘度 (viscosity) が、「固体」から「液体」に完全に変わる温度を意味するものではなく、前記 LVT 無機物に流動性 (fluidity) を提供することができる最低温度を意味する。

【0032】

LVT 無機物の粘度変化温度は、前記有機発光部 13 に含まれた物質の変性温度より低い。例えば、前記 LVT 無機物の粘度変化温度は、前記有機発光部 13 に含まれた物質の変性温度のうち最低値より低い。

【0033】

前記「有機発光部に含まれた物質の変性温度」とは、前記有機発光部に含まれた物質の化学的及び/または物理的変性をもたらす温度を意味するものであり、有機発光部に含まれた物質の種類及び数によって、複数個存在する。

【0034】

例えば、前記「LVT 無機物の粘度変化温度」及び「有機発光部に含まれた物質の変性温度」は、LVT 無機物、及び有機発光部 13 の有機層 13b に含まれた有機物のガラス転移温度 (Tg) を意味する。前記ガラス転移温度は、LVT 無機物、及び有機発光部 13 の有機層 13b に含まれた有機物に対して、熱重量分析法 (TGA: thermo gravimetric analysis) または熱機械分析法 (TMA: thermo mechanical analysis) を行うことによって測定される。

【0035】

前記ガラス転移温度は、例えば、LVT 無機物、及び有機発光部 13 に含まれた物質に対して、TGA (thermo gravimetric analysis) 及び DSC (differential scanning calorimetry) を利用した熱分析 (N₂ 雰囲気、温度区間: 常温 ~ 600 (10 / min) - TGA、常温から 400 まで - DSC、pan type: 単回使用 Al pan 中の Pt pan (TGA)、単回使用 Al pan (DSC)) を行った結果から導き出され、これは、当

10

20

30

40

50

業者が容易に認識することができるものである。

【 0 0 3 6 】

前記有機発光部 1 3 に含まれた物質の変性温度は、例えば、1 3 0 を超えることもあるが、それに限定されるものではなく、有機発光部 1 3 に含まれた物質に対して、前述のような T G A 分析を介して容易に測定することができるのである。

【 0 0 3 7 】

前記有機発光部 1 3 に含まれた物質の変性温度のうち最低値は、例えば、1 3 0 ないし 1 4 0 である。例えば、前記有機発光部 1 3 に含まれた物質の変性温度のうち最低値は、1 3 2 であるが、それに限定されるものではなく、前記有機発光部 1 3 に含まれた物質の変性温度のうち最低値は、有機発光部 1 3 に含まれた物質に対して、前述のような T G A 分析を介して T g を求めた後、多様な T g のうち最低値を選択することによって決定される。

10

【 0 0 3 8 】

例えば、前記 L V T 無機物の粘度変化温度は、8 0 以上、例えば、8 0 以上 1 3 2 未満の範囲でもあるが、それに限定されるものではない。例えば、前記 L V T 無機物の粘度変化温度は、例えば、8 0 ないし 1 2 0 、または 1 0 0 ないし 1 2 0 であるが、それらに限定されるものではない。例えば、前記 L V T 無機物の粘度変化温度は、1 1 0 である。

【 0 0 3 9 】

前記 L V T 無機物は、1 種類の化合物からなるが、2 種以上の化合物からなる混合物であってもよい。

20

【 0 0 4 0 】

前記 L V T 無機物は、スズ酸化物（例えば、S n O または S n O₂）を含んでもよい。

【 0 0 4 1 】

前記 L V T 無機物が S n O を含む場合、前記 S n O の含量は、2 0 重量 % ないし 1 0 0 重量 % である。

【 0 0 4 2 】

例えば、前記 L V T 無機物は、リン酸化物（例えば、P₂O₅）、リン酸ホウ素（B P O₄）、スズフッ化物（例えば、S n F₂）、ニオブ酸化物（例えば、N b O）及びタングステン酸化物（例えば、W O₃）のうち 1 種以上をさらに含んでもよいが、それらに限定されるものではない。

30

【 0 0 4 3 】

例えば、前記 L V T 無機物は、

- S n O ;
- S n O 及び P₂O₅ ;
- S n O 及び B P O₄ ;
- S n O、S n F₂ 及び P₂O₅ ;
- S n O、S n F₂、P₂O₅ 及び N b O ; または
- S n O、S n F₂、P₂O₅ 及び W O₃ ; を含んでもよいが、それらに限定されるものではない。

40

【 0 0 4 4 】

例えば、前記 L V T 無機物は、下記組成を有することができるが、これらに限定されるのではない :

- 1) S n O (1 0 0 w t %) ;
- 2) S n O (8 0 w t %) 及び P₂O₅ (2 0 w t %) ;
- 3) S n O (9 0 w t %) 及び B P O₄ (1 0 w t %) ;
- 4) S n O (2 0 ないし 5 0 w t %)、S n F₂ (3 0 ないし 6 0 w t %) 及び P₂O₅ (1 0 ないし 3 0 w t %) (ここで、S n O、S n F₂ 及び P₂O₅ の重量総計は、1 0 0 w t % である) ;
- 5) S n O (2 0 ないし 5 0 w t %)、S n F₂ (3 0 ないし 6 0 w t %)、P₂O₅ (

50

10ないし30wt%)及びNbO(1ないし5wt%)(ここで、SnO、SnF₂、P₂O₅及びNbOの重量総計は、100wt%である);または6)SnO(20ないし50wt%)、SnF₂(30ないし60wt%)、P₂O₅(10ないし30wt%)及びWO₃(1ないし5wt%)(ここで、SnO、SnF₂、P₂O₅及びWO₃の重量総計は、100wt%である)。

【0045】

例えば、前記LVT無機物は、SnO(42.5wt%)、SnF₂(40wt%)、P₂O₅(15wt%)及びWO₃(2.5wt%)を含んでもよいが、ここに限定されるものではない。

【0046】

前記LVT無機物を有機発光部13に提供し、予備無機膜23を形成する段階は、スパッタリング法、真空蒸着法、低温蒸着法、電子ビームコーティング法またはイオンプレーティング法を利用して遂行されてもよい。

【0047】

例えば、前記LVT無機物の提供段階は、プラズマ強化化学的気相蒸着法(PECVD: plasma enhanced chemical vapor deposition)またはプラズマイオンサポート蒸着法(PIAD: plasma-ion assisted deposition)を利用して遂行されてもよいが、それらに限定されるものではない。

【0048】

一例によれば、前記有機発光部13上に、SnO-SnF₂-P₂O₅-WO₃組成のLVT無機物をスパッタリング法を介して提供することができる。スパッタリング法は、具体的には、dual rotary target方式を適用し、基板11が動きながらスキャンする方式を使用することができる。このとき、12kw及び0.4Paのアルゴンプラズマを使用することができ、複数回のスキャン反復によって、所望する予備無機膜23の厚み(例えば、1μmほど)を得ることができる。

【0049】

図1Bに図示されているように、前記予備無機膜23は、成膜性要素23a、ピンホール23b、及び環境性要素15と有機発光部13との間の空きスペース(void)23dのような欠陥(defect)を含んでもいる。

【0050】

前記成膜要素23aは、LVT無機物の成膜時、成膜に寄与することができなかったLVT無機物凝集粒子を意味し、前記ピンホール23bは、LVT無機物が提供されず、有機発光部13が露出した領域である。前記LVT無機物成膜要素23aの生成は、前記ピンホール23bの形成に寄与することができる。前記環境性要素15と有機発光部13との間の空きスペース23dは、前記LVT無機物が提供されずに形成された空きスペースである。

【0051】

前述のような予備無機膜23の欠陥は、有機発光装置の保管時及び駆動時、外部環境物質、例えば、水気、酸素などの移動通路になり、進行性暗点(progressive dark spot)形成の原因になり、有機発光装置の寿命低下の原因になってしまう。

【0052】

従って、図1Bでのように予備無機膜23を形成した後、前記予備無機膜23の欠陥を除去する第1ヒーリング段階を遂行する。

【0053】

前記第1ヒーリング段階は、前記LVT無機物の粘度変化温度以上の温度で遂行される。例えば、前記第1ヒーリング段階は、前記LVT無機物の粘度変化温度以上であって、前記有機発光部に含まれた物質の変性温度未満の範囲で、前記予備無機膜23を熱処理することによって遂行される。他の例として、前記第1ヒーリング段階は、前記LVT無機物の粘度変化温度以上であって、前記有機発光部に含まれた物質の変性温度のうち最低値未満の範囲で、前記予備無機膜23を熱処理することによって遂行される。さらに他の例

10

20

30

40

50

として、前記第1ヒーリング段階は、LVT無機物の粘度変化温度で遂行される。

【0054】

前記「LVT無機物の粘度変化温度」は、前記LVT無機物の組成によって異なり、「有機発光部に含まれた物質の変性温度」及び「有機発光部に含まれた物質の変性温度の最低値」は、前記有機発光部13に使用された物質によって異なるが、LVT無機物の組成、及び有機発光部13に使用された物質の成分によって、当業者が容易に認識（例えば、有機発光部13に含まれた物質に係わるTGA分析結果から導き出されるTg温度評価など）することができるのである。

【0055】

例えば、前記第1ヒーリング段階は、80℃以上132℃未満の範囲（例えば、80℃ないし120℃、または100℃ないし120℃の範囲）で1時間ないし3時間（例えば、110℃で2時間）、前記予備無機膜を熱処理することによって遂行されてもよいが、それに限定されるものではない。前記第1ヒーリング段階の温度が、前述のような範囲を満足することによって、前記予備無機膜23のLVT無機物の流動化が可能になり、有機発光部13の変性が防止される。

【0056】

前記第1ヒーリング段階は、予備無機膜23のピンホール23bを介した有機発光部13の外部環境露出を防止するために、真空雰囲気または不活性ガス雰囲気（例えば、N₂雰囲気、Ar雰囲気など）下のIR（infrared）オープンで遂行される。

【0057】

前記第1ヒーリング段階によって、前記予備無機膜23に含まれたLVT無機物は、流動化（fluidized）される。流動化されたLVT無機物は、フロー性（flowability）を有することができる。従って、前記第1ヒーリング段階時、

i) 前記環境性要素15と前記有機発光部13との間の空きスペース23dに、前記流動化されたLVT無機物が流れて充填され、

ii) 前記予備無機膜内のピンホール23bに、前記流動化されたLVT無機物が流れて充填され、

iii) 前記成膜性要素23aが流動化され、ピンホール23bに流れて充填される。

【0058】

その結果、図1Cでのように、予備無機膜23の欠陥（すなわち、成膜性要素23a / ピンホール23b / 環境性要素15と有機発光部13との間の空きスペース23dなど）が除去された第1ヒーリングされた予備無機膜23'が形成される。

【0059】

前記第1ヒーリングされた予備無機膜23'には、環境性要素15とLVT無機物との結合力、またはLVT無機物間の結合力が弱い領域23eが存在する。前記環境性要素15とLVT無機物との結合力、またはLVT無機物間の結合力が弱い領域23eは、外部環境、例えば、水気及び酸素の移動通路になり、有機発光装置の保管時及び駆動時、進行性暗点発生の原因になるが、有機発光装置寿命低下の原因になる。

【0060】

従って、環境性要素15とLVT無機物との活発な置換反応、及びLVT無機物間の活発な置換反応を加速化させ、第1ヒーリングされた予備無機膜23'の耐熱性及び機械的強度などを強化させることによって、前記環境性要素15とLVT無機物との結合力、またはLVT無機物間の結合力が弱い領域23eを除去することができる第2ヒーリング段階を遂行する。

【0061】

前記第2ヒーリング段階は、化学的処理法、プラズマ処理法、酸素含有高温チャンバ処理法、酸素及び水分含有高温チャンバ処理法を利用して遂行される。

【0062】

例えば、前記第2ヒーリング段階は、前記第1ヒーリングされた予備無機膜23'を酸溶液、アルカリ溶液及び中性溶液のうち、1種以上と接触させる化学的処理法を利用して

10

20

30

40

50

遂行されてもよい。ここで、前記アルカリ溶液は、硝酸塩（例えば、硝酸カリウム液）である。

【0063】

他の例として、前記第2ヒーリング段階は、前記第1ヒーリングされた予備無機膜23'を、真空下で、O₂プラズマ、N₂プラズマ及びArプラズマのうち1種以上で処理するプラズマ処理法を利用して遂行されてもよい。

【0064】

さらに他の例として、前記第2ヒーリング段階は、前記第1ヒーリングされた予備無機膜23'を、大気圧下で、O₂プラズマ、N₂プラズマ及びArプラズマのうち1種以上に処理するプラズマ処理法を利用して遂行されてもよい。

10

【0065】

さらに他の例として、前記第2ヒーリング段階は、前記第1ヒーリングされた予備無機膜23'を、2%ないし100%の酸素分圧（例えば、大気雰囲気内の酸素分圧）、及び25℃ないし150℃の温度を有するチャンバ内に露出させることによって遂行されてもよい。

【0066】

さらに他の例として、前記第2ヒーリング段階は、前記第1ヒーリングされた予備無機膜23'を、2%ないし100%の酸素分圧（例えば、大気雰囲気内の酸素分圧）、10%ないし100%の相対湿度及び25℃ないし150℃の温度を有するチャンバ内に露出させることによって遂行される。

20

【0067】

前記酸素分圧は、チャンバ内圧力100%対比の圧力を示したものである。

【0068】

その結果、図1Dのように、前記環境性要素15とLVT無機物との結合力、またはLVT無機物間の結合力が弱い領域23eが除去された無機膜23''を形成することができる。それだけではなく、前記第2ヒーリング段階によって、無機膜23''と有機発光部13との結合力が向上するが、高品位の有機発光装置を具現することができる。前記無機膜23''表面は、平坦である。

【0069】

前記無機膜23''の厚みは1μmないし30μm、例えば、1μmないし5μmである。ここで、前記無機膜23''の厚みが1μmないし5μm範囲を満足する場合、ベンディング特性を有するフレキシブル有機発光装置を具現することができる。

30

【0070】

図1Dの有機発光装置は、無機膜23''からなる薄膜封止層20を含む。前記第1ヒーリング段階及び第2ヒーリング段階を遂行することによって、環境性要素15とLVT無機物との間の空きスペース、及び環境性要素15と有機発光部13との間の空きスペースが除去され、環境性要素15とLVT無機物との結合力、LVT無機物間の結合力、及び有機発光部13との結合力が強化された無機膜23''を形成することができる。また、前記無機膜23''は、前述のような薄膜に形成可能なので、ベンディング特性を有するフレキシブル有機発光装置の具現に寄与することができる。これにより、長寿命特性及びフレキシブル特性を有する有機発光装置を具現することができる。

40

【0071】

図2Aないし図2Dは、前記有機発光装置の製造方法の他の具現例を順に説明した図面である。

【0072】

まず、図1Aのように、基板11上に、有機発光部13（図1Aで説明したように、有機発光部13には、環境性要素15が避け難く存在する）を形成した後、高分子を含んだ有機膜21を有機発光部13を覆うように形成する。

【0073】

前記有機膜21の形成段階は、前記有機膜21に含まれた高分子を形成するための硬化

50

性 (curable) 前駆体を提供する段階、及び前記硬化性前駆体を硬化させる段階を含む。

【0074】

前記前駆体は、常温で5ないし15 c pの粘度を有し、300 ないし500 の沸点を有する前駆体であり、熱硬化性または光硬化性の前駆体であってもよい。例えば、前記前駆体は、アクリレート系前駆体 (モノアクリレート、ジメタクリレート、トリアクリレートなど) を含んでもよいが、それらに限定されるものではない。前記硬化性前駆体は、1種類の化合物からなるか、2種以上の互いに異なる化合物の混合物であってもよい。

【0075】

前記硬化性前駆体を有機発光部13に提供する段階は、フラッシュ蒸発法 (flash evaporator) を利用して遂行することができるが、それに限定されるものではない。

10

【0076】

次に、有機発光部13に提供された硬化性前駆体を公知の硬化方法を利用して硬化させる。例えば、前記前駆体は、UV (紫外線) 硬化、赤外線硬化、レーザー硬化などによって硬化され、有機膜21として成膜されてもよいが、それに限定されるものではない。

【0077】

前記有機膜21の厚みは、1 μmないし5 μmである。前記有機膜21厚が前述のような範囲を満足する場合、前記有機膜21内に、有機発光部13上の環境性要素15の一部以上が埋め込まれつつ、ベンディング特性を有する薄膜密封層 (図2Dの薄膜密封層20) の形成に寄与することができる。

【0078】

20

一例によれば、有機発光部13上に、硬化性前駆体として、モノアクリレート (mono-acrylate)、ジメタクリレート (dimethacrylate)、トリアクリレート (triacylate) が、ほぼ2:7:1の重量比で配合された硬化性前駆体混合物 (常温で5~15 c p程度の粘度を有し、沸点は、300ないし500 である) をフラッシュ蒸着 (flash evaporating) 方法 (成膜速度: 約200 / s、成膜時間: 3ないし4分) を利用して提供する。このとき、前記硬化性前駆体混合物は、有機発光部13に提供されれば、すぐに凝縮されて液状で存在することになるので、前記環境性要素15との間に空きスペースなしに、前記環境性要素15表面の一部以上は、前記硬化性前駆体によって覆い包まれる。次に、有機発光部13上に提供された硬化性前駆体混合物を、すぐにUV硬化装置 (紫外線波長: 390 nm / 光量: 500 mJ) を利用して硬化させ、有機膜21を形成することができる。

30

【0079】

次に、前記有機膜21の上部に前記LVT無機物を提供し、図2Bに図示されているようなLVT無機物を含んだ予備無機膜23を形成する。図2Bに図示されているように、前記予備無機膜23は、成膜性要素23a、ピンホール23b及び環境性要素15が露出した領域23cのような欠陥 (defect) を含んでいる。前述のような予備無機膜23の欠陥は、有機発光装置の保管時及び駆動時、外部環境物質、例えば、水気、酸素などの移動通路になり、進行性暗点形成の原因になるが、有機発光装置寿命低下の原因にもなる。

【0080】

従って、図2Bでのように、予備無機膜23を形成した後、前記予備無機膜23の欠陥を除去する第1ヒーリング段階を遂行する。前記第1ヒーリング段階に係わる説明は、図1Bに係わる説明を参照する。

40

【0081】

前記第1ヒーリング段階によって、前記予備無機膜23に含まれたLVT無機物は、流動化 (fluidized) される。流動化されたLVT無機物は、フロー性 (flowability) を有する。従って、前記第1ヒーリング段階時、

i) 前記環境性要素15が露出した領域23cに、前記流動化されたLVT無機物が流れて充填され、

ii) 前記予備無機膜中のピンホール23bに、前記流動化されたLVT無機物が流れて充填され、

50

i i i) 前記成膜性要素 2 3 a が流動化され、ピンホール 2 3 b に流れて充填される。

【0082】

その結果、図 2 C でのように、予備無機膜 2 3 の欠陥（すなわち、成膜性要素 2 3 a / ピンホール 2 3 b / 環境性要素 1 5 が露出した領域 2 3 c など）が除去された第 1 ヒーリングされた予備無機膜 2 3 ' が形成される。

【0083】

前記第 1 ヒーリングされた予備無機膜 2 3 ' には、環境性要素 1 5 と L V T 無機物との結合力、または L V T 無機物間の結合力が弱い領域 2 3 e が存在する。前記環境性要素 1 5 と L V T 無機物との結合力、または L V T 無機物間の結合力が弱い領域 2 3 e は、外部環境、例えば、水気及び酸素の移動通路になり、有機発光装置の保管時及び駆動時、進行性暗点発生の原因になるが、有機発光装置寿命低下の原因にもなる。

10

【0084】

従って、前記環境性要素 1 5 と L V T 無機物との結合力、または L V T 無機物間の結合力が弱い領域 2 3 e を除去することができる第 2 ヒーリング段階を遂行する。前記第 2 ヒーリング段階に係わる詳細な説明は、前述のところを参照する。

【0085】

その結果、図 2 D でのように、前記環境性要素 1 5 と L V T 無機物との結合力、または L V T 無機物間の結合力が弱い領域 2 3 e が除去され、耐熱性、機械的強度などが向上した無機膜 2 3 " を形成することができる。それだけではなく、前記第 2 ヒーリング段階によって、無機膜 2 3 " と有機発光部 1 3 との結合力が向上し、高品位の有機発光装置を具現することができる。前記無機膜 2 3 " の表面は、平坦である。

20

【0086】

図 2 D の薄膜封止層 2 0 は、1 層の有機膜 2 1 と 1 層の無機膜 2 3 " とを含むが、有機発光部 1 3 から、有機膜 2 1 及び無機膜 2 3 " が順に積層されている構造を有する。図 2 D の薄膜封止層 2 0 は、一定厚の有機膜 2 1 を形成した後で無機膜 2 3 " を形成するので、無機膜 2 3 " のみを含んだ図 1 D の薄膜封止層 2 0 に比べ、工程タクトタイム (tact time) を格段に短縮させることができ、それによって、量産性を向上させることができる。また、有機膜 2 1 は、無機膜 2 3 " に比べて、優秀なベンディング特性を有するので、図 2 D の薄膜封止層 2 0 は、無機膜 2 3 " のみを含んだ図 1 D の薄膜封止層 2 0 に比べ、すぐれたベンディング特性を有しながらも、無機膜 2 3 " によるすぐれた密封特性も同時に有することができる。

30

【0087】

前記図 2 D の薄膜封止層 2 0 の厚みは、前記環境性要素 1 5 の平均粒径より厚い。これにより、環境性要素 1 5 が薄膜封止層 2 0 内部に埋め込まれ、環境性要素 1 5 の外部環境露出による進行性暗点の発生可能性を除去することができる。

【0088】

図 3 の有機発光装置は、1 層の有機膜 2 1 と 1 層の無機膜 2 3 " とを含むが、有機発光部 1 3 から、無機膜 2 3 " 及び有機膜 2 1 が順に積層された薄膜密封層 2 0 を具備したという点を除き、図 2 D の有機発光装置と同一構造を有する。図 3 の有機発光装置は、有機発光部 1 3 上に、無機膜 2 3 " をまず形成した後、有機膜 2 1 を形成したという点を除き、図 2 D の有機発光装置製造方法と同一の方法を利用して製造する。

40

【0089】

図 3 の薄膜密封層 2 0 において、無機膜 2 3 " 外側に形成された有機膜 2 1 は、外部衝撃から無機膜 2 3 " を保護し、無機膜 2 3 " のベンディング特性を補う役割を行い、前記無機膜 2 3 " は、前述のように、すぐれた密封特性を長期間提供することができる。また、有機膜 2 1 を形成することによって、無機膜 2 3 " の表面に、一部以上露出した環境性要素 1 5 が、薄膜密封層 2 0 内に完全に埋め込まれる。これにより、環境性要素 1 5 の外部環境露出による進行性暗点の発生可能性を除去することができる。図 3 の薄膜密封層 2 0 の厚みは、環境性要素 1 5 の平均粒径より厚い。

【0090】

50

一方、前記有機発光装置は、複数の無機膜及び／または複数の有機膜を含んだ薄膜密封層を含んでもよい。前記薄膜密封層が、複数の無機膜及び／または複数の有機膜を含む場合、複数の無機膜及び／または複数の有機膜は、互いに交互(alternative)して積層される。

【0091】

例えば、図4の有機発光装置は、第1有機膜21及び第2有機膜25を含んだ2層の有機膜と、1層の無機膜23"とを含むが、有機発光部13から、第1有機膜21、無機膜23"及び第2有機膜25が順に積層されている薄膜密封層20を具備したという点を除き、図2Dの有機発光装置と同一構造を有する。

【0092】

前記第1有機膜21と前記第2有機膜25とに係わる説明及びその形成方法は、図2Aに係わる説明を参照する。または、前記第2有機膜25は、スクリーン・プリンティング法、インクジェット・プリンティング法、スピンコーティング法のような従来のコーティング法を利用して形成されるなど、多様な変形が可能である。前記第1有機膜21と前記第2有機膜25とに含まれた有機物は、互いに同じであってもよく、異なってもよい。一方、無機膜23"に係わる説明及びその形成方法は、図1B、図1C及び図1Dに係わる説明を参照する。

【0093】

図4の薄膜密封層20において、第1有機膜21及び第2有機膜25は、無機膜23"の不足したベンディング特性を補う役割を行い、無機膜23"の外側に形成された第2有機膜25は、外部衝撃から無機膜23"を保護する役割をさらに行うことができる。

【0094】

図4の薄膜密封層20の厚みは、環境性要素15の平均粒径より厚くともよい。

【0095】

さらに他の例として、図5の有機発光装置は、1層の有機膜21と、第1無機膜23"及び第2無機膜27"を含んだ2層の無機膜とを含むが、有機発光部13から、第1無機膜23"、有機膜21及び第2無機膜27"が順に積層されている薄膜密封層20を具備したという点を除き、図2Dの有機発光装置と同一構造を有する。図5の有機発光装置において、第1無機膜23"及び第2無機膜27"に係わる説明及びその形成段階は、図1B、図1C及び図1Dに係わる説明を参照する。または、第2無機膜27"は、シリコン系酸化物及び／またはシリコン系窒化物及び／またはアルミニウム系酸化物及び／またはアルミニウム系窒化物のように、第1無機膜23"とは異なる成分の無機物によって形成することができるなど、多様な変形が可能である。前記有機膜21に係わる説明及びその製造方法は、図2Aに係わる説明を参照する。

【0096】

複数の無機膜及び／または複数の有機膜を含んだ薄膜封止層を具備した有機発光装置について、図4及び図5を参照して説明したが、図4及び図5を参照して、第1無機膜、第1有機膜、第2無機膜及び第2有機膜が順に積層された薄膜封止層のような多様な変形例が可能である。

【0097】

前記図1Aないし図5の有機発光装置において、前記薄膜封止層20は、有機発光部13を覆うように形成されているが、薄膜封止層20の位置は、それに限定されるものではない。

【0098】

例えば、図1D、図2D、図3、図4及び図5の薄膜封止層20は、基板11の下部に形成されもするが、基板11がTFT(thin film transistor)基板である場合、前記薄膜封止層20によって、TFTが外部環境から密封され、長寿命及びフレキシブル特性を有する有機発光装置を具現することができる。

【0099】

他の例として、図1D、図2D、図3、図4及び図5の薄膜封止層20は、有機発光部

10

20

30

40

50

1 3 と基板 1 1 との間に形成されもする。これにより、薄膜封止層 2 0 の上部に、薄膜トランジスタ及びノまたはキャパシタを含む画素回路部を構成することができる。

【 0 1 0 0 】

本発明は、添付された図面に図示された一実施形態を参照して説明したが、それらは例示的なものに過ぎず、当技術分野で当業者であるならば、それらから多様な変形及び均等な他の実施形態が可能であるという点を理解することができるであろう。従って、本発明の真の保護範囲は、特許請求の範囲によってのみ決定されるものである。

【産業上の利用可能性】

【 0 1 0 1 】

本発明の有機発光装置の製造方法は、例えば、ディスプレイ関連の技術分野に効果的に適用可能である。

10

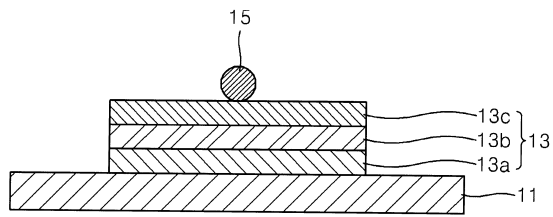
【符号の説明】

【 0 1 0 2 】

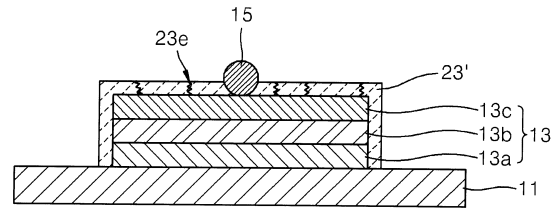
- 1 基板
- 1 3 有機発光部
- 1 3 a 第 1 電極
- 1 3 b 有機層
- 1 3 c 第 2 電極
- 1 5 環境性要素
- 2 0 薄膜封止層
- 2 1 有機膜
- 2 3 予備無機膜
- 2 3 a 成膜性要素
- 2 3 b ピンホール
- 2 3 c 環境性要素が露出した領域
- 2 3 d 環境性要素と有機発光部との間の空きスペース
- 2 3 e 結合力の弱い領域
- 2 3 ' 第 1 ヒーリングされた予備無機膜
- 2 3 " 無機膜

20

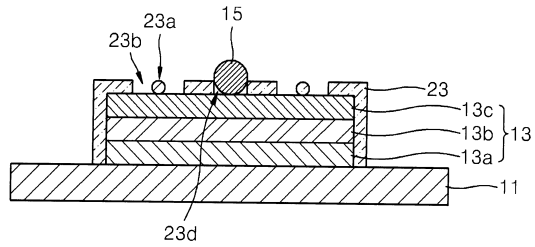
【図 1 A】



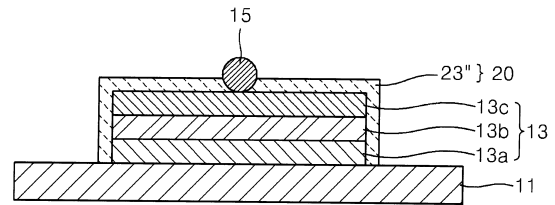
【図 1 C】



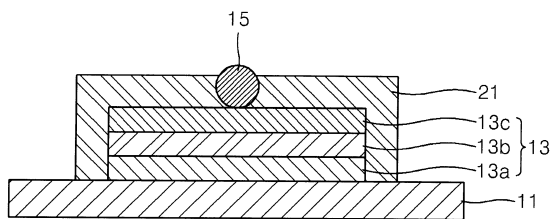
【図 1 B】



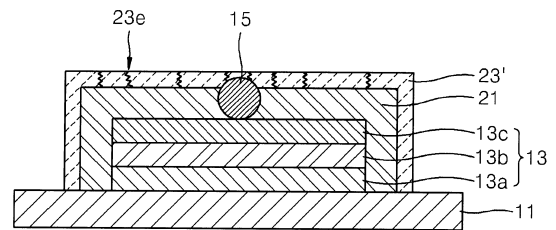
【図 1 D】



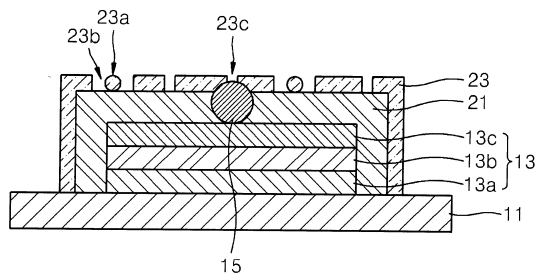
【図 2 A】



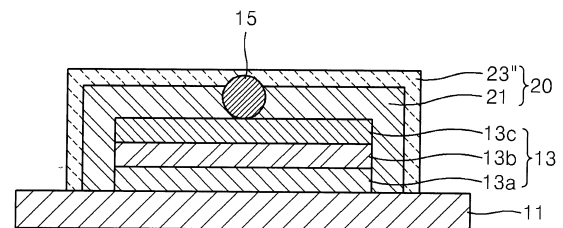
【図 2 C】



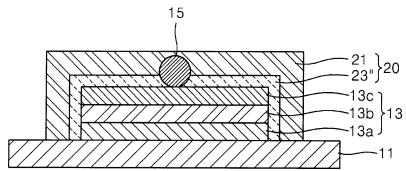
【図 2 B】



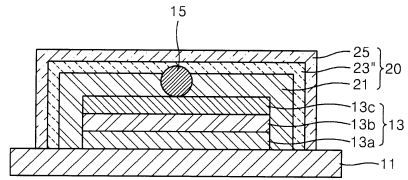
【図 2 D】



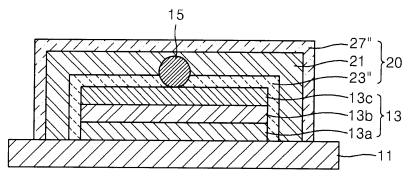
【図 3】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

審査官 大竹 秀紀

(56)参考文献 特表2010-528422(JP,A)
特開2008-108628(JP,A)
特表2009-505371(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
H05B 33/10
H05B 33/04
H01L 51/50