

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4456343号
(P4456343)

(45) 発行日 平成22年4月28日 (2010. 4. 28)

(24) 登録日 平成22年2月12日 (2010. 2. 12)

(51) Int. Cl.	F I
H O 5 B 33/04 (2006.01)	H O 5 B 33/04
H O 5 B 33/10 (2006.01)	H O 5 B 33/10
H O 1 L 51/50 (2006.01)	H O 5 B 33/14 A

請求項の数 12 (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2003-196333 (P2003-196333)	(73) 特許権者	506200186
(22) 出願日	平成15年7月14日 (2003. 7. 14)		アバゴ・テクノロジーズ・イーシービーユー・アイピー (シンガポール) プライベート・リミテッド
(65) 公開番号	特開2004-71549 (P2004-71549A)		シンガポール国シンガポール768923, イーシュン・アベニュー・7・ナンバー1
(43) 公開日	平成16年3月4日 (2004. 3. 4)		
審査請求日	平成18年7月13日 (2006. 7. 13)	(74) 代理人	100087642
(31) 優先権主張番号	212638		弁理士 古谷 聡
(32) 優先日	平成14年8月3日 (2002. 8. 3)	(74) 代理人	100076680
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 溝部 孝彦
		(74) 代理人	100121061
			弁理士 西山 清春
		(74) 代理人	100105913
			弁理士 加藤 公久

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機発光デバイスおよび製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

電子発光デバイス (20、50) であって、
 水分及び酸素不透過性基板 (11) と、
 前記基板 (11) 上に蒸着された第1電極 (12) と、
 前記第1電極 (12) と電気的な接触状態にある電子発光層 (13) と、
 前記電子発光層と電気的な接触状態にある第2電極 (14) と、
 エポキシ層 (21) 上に位置する S i N H 層 (22) を含んで成り、前記第2電極 (14) に水分及び酸素が到達するのを防止する封止部材と、
 を有し、

前記 S i N H 層 (22) は、1.8 ~ 2.0 の範囲の屈折率及び10%のHF溶液における50 / 秒未満のエッチングレートを有する、電子発光デバイス (20、50)。

【請求項 2】

前記エポキシ層は、前記第2電極 (14) をカバーする、請求項1記載の電子発光デバイス (20、50)。

【請求項 3】

前記封止部材は、水分及び酸素不透過性のプレート (18) を更に有する、請求項1記載の電子発光デバイス (20、50)。

【請求項 4】

前記エポキシ (21) は、140 未満の硬化温度を有する、請求項1記載の電子発光

デバイス（２０、５０）。

【請求項５】

前記エポキシ（２１）は、エポキシ／無水物システムを有する、請求項１記載の電子発光デバイス（２０、５０）。

【請求項６】

前記エポキシ層（２１）に代えて、ベンゾシクロブテンを含む層を有する、請求項１記載の電子発光デバイス（２０、５０）。

【請求項７】

電子発光デバイス（２０、５０）の製造方法であって、
水分及び酸素不透過性基板（１１）上に第１電極（１２）を蒸着するステップと、
前記第１電極（１２）と電氣的に接触した状態の電子発光層（１３）を蒸着するステップと、
前記電子発光層（１３）と電氣的に接触した状態の第２電極（１４）を蒸着するステップと、
前記第２電極（１４）上に、エポキシ層（２１）と該エポキシ層（２１）と接触した状態のＳｉＮＨ層（２２）を有する水分及び酸素不透過性の封止部材を製造するステップと、
を有し、

前記ＳｉＮＨ層は、１．８～２．０の範囲の屈折率及び１０％のＨＦ溶液における５０／秒未満のエッチングレートを有する、電子発光デバイス（２０、５０）を製造する方法。

【請求項８】

前記エポキシ層（２１）は、前記第２電極（１４）上に前記エポキシ（２１）をスピニングキャストすることによって形成される、請求項７記載の方法。

【請求項９】

前記エポキシ層（２１）は、前記ＳｉＮＨ層（２２）を蒸着する前に１４０ 未満の温度で硬化される、請求項７記載の方法。

【請求項１０】

前記封止部材は、端部が前記エポキシ（２１）及びＳｉＮＨ層（２２）によって封止された水分及び酸素不透過性のプレート（１８）を有する、請求項７記載の方法。

【請求項１１】

前記エポキシ（２１）は、エポキシ／無水物システムを有する、請求項７記載の方法。

【請求項１２】

前記エポキシ層（２１）に代えて、ベンゾシクロブテンを含む層を有する、請求項７記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】

本発明は、電子発光デバイスに関し、更に詳しくは、ディスプレイの寿命を延長するべく有機発光ディスプレイを封止するための改良された方法に関する。

【０００２】

【従来の技術】

有機発光デバイス（ＯＬＥＤ）は、酸化インジウム・錫（ＩＴＯ）などの透明な導電性材料をコーティングした透明基板と、１つ又は複数の有機層と、ＣａやＭｇなどの仕事関数特性の小さい金属を気化又はスパッタリングすることによって製造された陰極と、から構成される放射性ディスプレイである。有機層は、両電極から電子発光有機層（ＥＬ）への電荷注入及び輸送が行われるように選択され、この電子発光有機層において電荷が再結合して光が放射される。ＩＴＯとＥＬ間には１つ又は複数の有機ホール輸送層（ＨＴＬ）が存在しており、陰極とＥＬの間には１つ又は複数の電子注入及び輸送層が存在する。

【０００３】

ＯＬＥＤは安価なディスプレイの提供を約束するものである。但し、長期間にわたって機能させるには、水分と酸素が陰極及びポリマー層に到達しないようにＯＬＥＤを封止しなければならない。即ち、仕事関数が小さい陰極金属は、水分と酸素に曝されると簡単に酸化してしまう。そして、一旦酸化すると、陰極金属はもはや電荷注入器として機能することができなくなり、この結果、高抵抗と低電子注入効率のためにＯＬＥＤの光出力が低下するのである。

【０００４】

水分に対するＯＬＥＤの耐性を改善する１つの方法は、仕事関数が小さい陰極上にアルミニウムなどの安定した金属層を追加することにより、水分に対する障壁を設けることである。しかし残念ながら、この種の障壁が提供する保護は十分なものではない。

10

【０００５】

水分による損傷を防ぐための従来技術による第２の方法では、金属又はガラスで製造したバックカバーを有するパッケージを利用する。このバックカバーは、通常、ＯＬＥＤが製造された基板にエポキシ接着剤によって接着される。しかし残念ながら、エポキシ接着剤は水分に対する十分な保護を提供するものではない。従って、陰極金属を更に水分から守るべく、基板とバックカバーの間に水分吸着材を挟持している。この水分吸着材により、エポキシ接着剤を通過した水分が陰極金属に到達する前に吸収されるのである。しかしながら、水分吸着材には２つの問題点が存在している。第１に、水分吸着材は、効力が消滅する飽和点を有している。即ち、吸着材は、ＯＬＥＤを一定期間しか保護できないのである。第２に、吸着材に吸収された水分は、パッケージが加熱されると放出され、この結果、陰極金属が酸化する。

20

【０００６】

フレキシブルなＯＬＥＤ内で使用するための水分に対する障壁を設ける別の方法が特許文献１に開示されている。この方法によれば、無機誘電体（窒化物又は酸化物）層間に挟持されたポリマー層を幾重にも重ねた構成の水分障壁でフレキシブル基板をコーティングする。しかしながら、この方法の場合、誘電体を蒸着する非常に滑らかなポリマー層の生成が必要となり、ポリマー層に不完全な部分が存在すると無機層にピンホールが生じ、この種の層が示す高度な遮断性が大幅に低下する。

【０００７】

【特許文献１】

30

米国特許第６，１４６，２２５号明細書

【０００８】

【発明が解決しようとする課題】

広義には、ＯＬＥＤ及び類似構造用の改善された封止システムを提供することが本発明の目的である。

【０００９】

本発明のこの目的及びその他の目的は、本発明の以下の詳細な説明及び添付の図面から明らかになるであろう。

【００１０】

【課題を解決するための手段】

40

本発明は電子発光デバイス及びその製造方法である。この電子発光デバイスには、第１電極を有する水分及び酸素不透過性基板が含まれている。電子発光層が第１電極と電気的な接触状態にあり、第２電極が電子発光層と電気的な接触状態にある。第２電極に水分と酸素が到達するのをエポキシ層とシリコン窒化物層を有する封止部材によって防止している。エポキシは、硬化温度が１４０ 未満のものが好ましい。同様に、ＳｉＮＨ層は１４０ 未満の温度で蒸着することが好ましい。又、ＳｉＮＨ層は１０％のＨＦ溶液において５０Ａ／秒未満のエッチングレートを有することが好ましい。

【００１１】

本発明がその利点を提供する方法は、従来技術によるＯＬＥＤ１０の断面図を示す図１を参照することによって簡単に理解することができる。ＯＬＥＤ１０は、対応する行電極と

50

列電極間に電位差を印加することによってそれぞれのピクセルをアドレス指定するピクセル型ディスプレイである。図1に示す断面図は、行電極の中の1つを通る断面を示している。このOLED10は、透明な基板11上に構築されており、酸化インジウム・錫（ITO）などの透明な導電性金属をパターンニングした層12を蒸着してピクセルの陽極として機能する列電極が形成されている。この列電極上には、1つ又は複数の有機層が蒸着されている。これらの層は、図面を単純にするために単一の層13として図示されている。これらの層には、通常、その内部でホールと電子が結合した際に光を放出する放射性層が含まれている。又、これらの層には、ホール輸送層及び電子注入層を含むこともできる。尚、これらの層については当技術分野において周知であるため、本明細書ではその説明を省略する。

10

【0012】

次に、陰極層14を蒸着及びパターンニングして行電極が設けられる。一般的に、この陰極層は、CaやMgなどの仕事関数の小さな金属を気化又はスパッタリングすることによって蒸着する。

【0013】

酸素及び水分の両方に対して陰極層と有機層を保護しなければならない。即ち、仕事関数の小さな陰極金属は、水分及び酸素に曝されると簡単に酸化してしまう。そして、一旦酸化すると、陰極金属はもはや電荷注入器として機能することができなくなり、高抵抗と低電子注入効率のためにOLEDの光出力が低下するのである。

【0014】

OLED10では、水分と酸素から保護するために、基板11にエポキシ封止部材17によって接着されたガラスカバープレート18を利用している。電極16がエポキシ封止部材を貫通して陰極電極へのアクセスを提供している。しかし残念ながら、市販されているエポキシ封止剤は酸素及び水分の不透過性が十分なものではなく、これらのデバイスの寿命を改善するべく、しばしば水分吸着材15がデバイス内に組み込まれる。しかしながら、前述のように、この種の吸着材によるデバイス寿命の延長は十分なものではない。

20

【0015】

【発明の実施の形態】

次に図2を参照すれば、本発明の一実施例によるOLED20の断面図が示されている。以下の説明を簡単にするために、前述のOLED10の要素と同一の機能を果たすOLED20の要素には同一の参照符号が付加されており、それらに関する説明は省略する。このOLED20においては、SiNH22の無機層とエポキシ平坦化層21の組み合わせを有する封止層を利用して酸素と水分から保護している。この封止層には、それぞれがSiNHの層によって覆われたエポキシ層からなる複数の層を含むことができる。SiNH層が水分と酸素に対する障壁を提供しており、エポキシ層が薄いSiNH層用の基層となっている。

30

【0016】

SiNH膜はウエハの処理工程でも使用されるが、ウエハの処理工程で使用される蒸着温度はOLEDの製造において利用可能な最高温度を上回るものである。即ち、ウエハの処理工程では、通常、300～400の範囲の蒸着温度でプラズマ強化化学気相蒸着法（PECVD）によってSiNH層を蒸着している。一方、ポリマーLEDデバイスは、ポリフルオロベンゼンの化合物を利用しており、120～135程度のガラス遷移温度を有している。このガラス遷移温度よりも高い温度にOLEDを加熱すると、ポリマー薄膜が望ましくない緩和状態を経ることになる。従って、半導体の製造において通常使用される温度を下回る温度でSiNH層を蒸着しなければならない。

40

【0017】

原則的に、低温のSiNH膜は、PECVD、高密度プラズマ化学気相蒸着法、スパッタリング、及び気化を含むさまざまな方法で蒸着することができる。本発明の好適な実施例ではPECVD法を利用している。一般的に、PECVD法によって蒸着されるSiNH膜の特性は、ガスの混合物、圧力、温度、並びに高周波の出力及び周波数によって左右さ

50

れる。

【0018】

これらの蒸着温度の高いSiNH膜の水分に対する障壁特性については当技術分野において周知であるが、分子レベルでの水分障壁特性についてはあまり理解されてはいない。即ち、当技術分野においては、低蒸着温度で十分な水分障壁を提供するための前述のパラメータの最適化に関する知見は少ない。本発明は、高充填密度を有するSiNH膜は低充填密度を有する膜に比べて優れた水分障壁を提供するという観測結果に基づいている。

【0019】

SiNH膜の充填密度は、薄いHFにおけるエッチングレートと屈折率から推定することができる。SiNH膜は、シリコン/窒素比及び水素の含有量に応じて1.7~2.3の範囲の屈折率を有している。所与のSi/N比において、HF溶液におけるエッチングレートは膜の充填密度の粗い尺度であって、エッチングレートが低ければ充填密度が高いことを示している。本発明の好適な実施例においては、1.8~2.0の範囲の屈折率と、10%HF溶液で50Å/秒未満のエッチングレートを提供するべく蒸着条件を最適化している。これは、膜を蒸着する際のシランと窒素ガスの適切な比率及び十分なイオン照射によって実現することができる。尚、一般的に、蒸着条件は利用する反応炉によって異なる。本実施例における反応炉の場合には、この条件の範囲は500~1000sccmのアルゴン(2%のシランを含む)、1000~2000sccmの窒素、700~1200mTorr、20~80ワット、100~130であるが、その他の反応炉においては、その他の条件を利用可能であろう。

【0020】

本発明においては、陰極層上に形成したエポキシ層の上にSiNHを蒸着する。このエポキシ層は、一般的などのような手段によっても形成することができ、本発明の好適な実施例においては、エポキシ層を回転成形によって形成している。このエポキシは、利用するエポキシシステムに応じて、熱、UV、又はマイクロ波放射によって硬化させる。

【0021】

本発明の好適な実施例においては、エポキシ層は、厚さが約2µmであって、ガラス遷移温度が約140のクリアなエポキシ/無水物システムを有している。このエポキシを125で2時間かけて硬化させる。適当なエポキシの組成は、カリフォルニア州ノバト(Novato, California)に所在するパシフィックポリテック社(Pacific Polytech Incorporated)のPT5-42である。しかしながら、130未満の温度で架橋可能なその他の熱硬化性ポリマーを利用してもよい。ポリイミド、ポリエステル、ポリウレタン、又はポリイソシアネートベースのポリマーを利用することができる。たとえば、約2µmの厚さを有するベンゾシクロブテンを利用することが可能であり、この材料はウエハの処理工程において使用されている。

【0022】

本発明の前述の実施例においては封止層を利用しており、エポキシ及びSiNH封止層によって陰極がカプセル状に包まれている。しかしながら、この封止層を水分及び酸素不透過性のカバープレートの端部に適用することも可能である。このような実施形態では、陰極材料とエポキシ層間の化学的な相互作用を軽減する。又、このタイプの実施形態では、蒸着プロセスにおいてOLED層を熱から遮断する効果を有しており、この結果、OLEDを損傷することなく、若干高い温度を利用することができる。

【0023】

図3を参照すれば、本発明の別の実施例によるOLED50の端部の断面図が示されている。以下の説明を簡単にするために、前述のOLED20の要素と同一の機能を果たすOLED50の要素には同一の参照符号が付加されており、それらに関する説明は省略する。このOLED50の場合にも、封止層51は、前述のようにエポキシ層53上に蒸着されたSiNH層52から構成される1つ又は複数の2相層から構築されている。この封止層は、トップカバープレート18上に形成される。封止プロセスにおいては、保護テープ層55を使用して電極16を保護する。このテープ層55は、封止プロセスが完了した後

に除去される。

【0024】

この図3の実施例においては、封止層は、カバープレート18の端部周辺にのみ形成されている。但し、OLEDによって生成された光はデバイスの底部を通して出射するため、カバープレートの上面全体に封止層を設けることも可能である。そして、カバープレートの全面に材料を適用する場合には、この層を回転成形によって形成することができる。

【0025】

上述の説明及び添付の図面から当業者には本発明に対する様々な変更が明らかになるであろう。従って、本発明は、添付の請求項の範囲によってのみ限定されるものである。

【0026】

最後に、本発明の代表的な実施態様をまとめて示す。

(実施態様1)

電子発光デバイス(20、50)であって、水分及び酸素不透過性基板(11)と、前記基板(11)上に蒸着された第1電極(12)と、前記第1電極(12)と電気的な接触状態にある電子発光層(13)と、前記電子発光層と電気的な接触状態にある第2電極(14)と、エポキシ層(21)上に位置するシリコン窒化物の層(22)を有し、前記第2電極(14)に水分及び酸素が到達するのを防止する封止部材とを有することを特徴とする電子発光デバイス(20、50)。

【0027】

(実施態様2)

前記エポキシ層は、前記第2電極(14)をカバーすることを特徴とする実施態様1記載の電子発光デバイス(20、50)。

【0028】

(実施態様3)

前記封止部材は、水分及び酸素不透過性のプレート(18)を更に有することを特徴とする実施態様1記載の電子発光デバイス(20、50)。

【0029】

(実施態様4)

前記エポキシ(21)は、140 未満の硬化温度を有することを特徴とする実施態様1記載の電子発光デバイス(20、50)。

【0030】

(実施態様5)

前記エポキシ(21)は、無水物のエポキシを有することを特徴とする実施態様1記載の電子発光デバイス(20、50)。

【0031】

(実施態様6)

前記エポキシ(21)は、ベンゾシクロブテンを有することを特徴とする実施態様1記載の電子発光デバイス(20、50)。

【0032】

(実施態様7)

前記シリコン窒化物層(22)は、10%のHF溶液において50A/秒未満のエッチングレートとを有することを特徴とする実施態様1記載の電子発光デバイス(20、50)。

【0033】

(実施態様8)

電子発光デバイス(20、50)の製造方法であって、水分及び酸素不透過性基板(11)上に第1電極(12)を蒸着するステップと、前記第1電極(12)と電気的に接触した状態の電子発光層(13)を蒸着するステップと、前記電子発光層(13)と電気的に接触した状態の第2電極(14)を蒸着するステップと、前記第2電極(14)上に、エポキシ層(21)と該エポキシ層(21)と接触した状態のシリコン窒化物層(22)を有する水分及び酸素不透過性の封止部材を製造するステップとを有することを特徴とする

10

20

30

40

50

電子発光デバイス（２０、５０）を製造する方法。

【００３４】

（実施態様９）

前記エポキシ層（２１）は、前記第２電極（１４）上に前記エポキシ（２１）をスピニングによって形成されることを特徴とする実施態様８記載の方法。

【００３５】

（実施態様１０）

前記エポキシ層（２１）は、前記シリコン窒化物層（２２）を蒸着する前に１４０ 未満の温度で硬化されることを特徴とする実施態様８記載の方法。

【００３６】

（実施態様１１）

前記封止部材は、端部が前記エポキシ（２１）及びシリコン窒化物（２２）層によって封止された水分及び酸素不透過性のプレート（１８）を有することを特徴とする実施態様８記載の方法。

【００３７】

（実施態様１２）

前記エポキシ（２１）は、無水物のエポキシを有することを特徴とする実施態様８記載の方法。

【００３８】

（実施態様１３）

前記エポキシ（２１）は、ベンゾシクロブテンを有することを特徴とする実施態様８記載の方法。

【００３９】

（実施態様１４）

前記ＳｉＮＨ層は、１０％のＨＦ溶液において５０Ａ／秒未満のエッチングレートを有することを特徴とする実施態様８記載の方法。

【図面の簡単な説明】

【図１】従来技術によるＯＬＥＤ１０の断面図である。

【図２】本発明の一実施例によるＯＬＥＤ２０の断面図である。

【図３】本発明の別の実施例によるＯＬＥＤ５０の端部の断面図である。

【符号の説明】

２０、５０ 電子発光デバイス

１１ 基板

１２ 第１電極

１３ 電子発光層

１４ 第２電極

２１ エポキシ層

２２ シリコン窒化物層

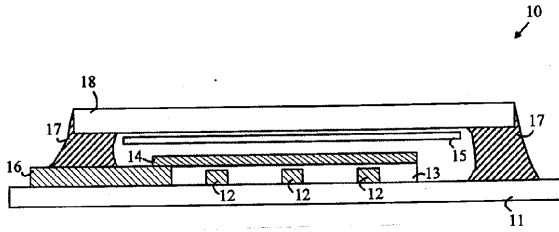
１８ プレート

10

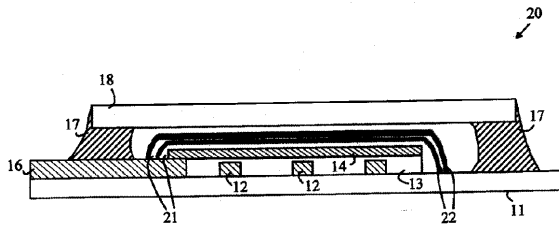
20

30

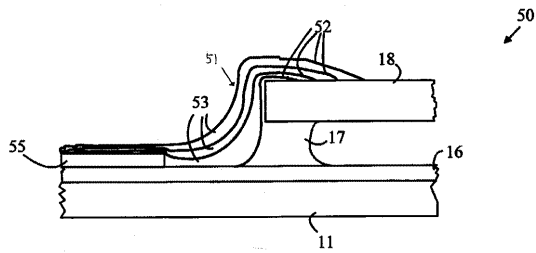
【図 1】



【図 2】



【図 3】



フロントページの続き

- (72)発明者 タン・ブーン・チュン
マレーシア ペナン タンジョン・ブンガ メダン・フェッツ 11 A
- (72)発明者 オオン・ス・リン
マレーシア ペナン クラウ・ロード ブロック 60 - 3 - 4
- (72)発明者 ダニエル・ビー・ロイトマン
アメリカ合衆国カリフォルニア州メンロ・パーク カレッジ・アベニュー 700
- (72)発明者 カレン・エル・シーワード
アメリカ合衆国カリフォルニア州パロ・アルト ケンダール・アベニュー 659

審査官 本田 博幸

- (56)参考文献 特開 2000 - 040586 (JP, A)
特開 2001 - 284041 (JP, A)
特開 2001 - 345174 (JP, A)
特開 2002 - 025765 (JP, A)
特開 2002 - 134268 (JP, A)
特開 2002 - 134270 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H05B 33/04
H05B 33/10
H01L 51/50