



(12)发明专利申请



(10)申请公布号 CN 111303869 A

(43)申请公布日 2020.06.19

(21)申请号 202010140852.6

G01N 21/95(2006.01)

(22)申请日 2020.03.03

(71)申请人 胜科纳米(苏州)有限公司

地址 215123 江苏省苏州市工业园区金鸡
湖大道99号苏州纳米城西北区9栋507
室

(72)发明人 张南 谢俊明 姚庆鸿 刘兵海
华佑南 李晓旻

(74)专利代理机构 北京崇智专利代理事务所
(普通合伙) 11605

代理人 赵丽娜

(51)Int.Cl.

C09K 11/61(2006.01)

B82Y 30/00(2011.01)

G01N 21/64(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

三碘化物离子作为荧光剂的应用以及检测
有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法

(57)摘要

本发明涉及半导体技术领域,尤其涉及三碘化物离子作为荧光剂的应用以及检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法。本发明提供的检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法,以三碘化物离子作为荧光物渗透到超微裂缝里,通过荧光观察来检测有机发光显示薄膜封装层的裂缝缺陷。本发明提供的检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法,以三碘化物离子作为荧光物渗透到超微裂缝里,通过荧光观察来检测有机发光显示薄膜封装层的裂缝缺陷。

1. 三碘化物离子作为荧光剂的应用。
2. 根据权利要求1所示的应用, 其特征在于, 所述三碘化物离子的激发波长为350-420nm。
3. 一种检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法, 其特征在于, 对有机发光显示薄膜封装层渗透三碘化物离子, 通过检测激发的荧光来判断所述有机发光显示薄膜封装层的超微裂缝。
4. 根据权利要求3所述的检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法, 其特征在于, 采用配置的三碘化物离子溶液浸泡所述有机发光显示薄膜封装层来对所述有机发光显示薄膜封装层渗透三碘化物离子。
5. 根据权利要求4所述的检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法, 其特征在于, 所述三碘化物离子溶液的浓度为10-1000ppm。
6. 根据权利要求5所述的检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法, 其特征在于, 所述三碘化物离子溶液浸泡所述有机发光显示薄膜封装层的时间为0.1-100小时。
7. 根据权利要求4所述的检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法, 其特征在于, 所述有机发光显示薄膜封装层在用所述三碘化物离子溶液浸泡前还采用有机溶剂擦拭, 使其表面洁净。
8. 根据权利要求4所述的检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法, 其特征在于, 所述有机发光显示薄膜封装层浸泡所述三碘化物离子溶液后进行清洗和干燥, 然后进行检测;
优选地, 所述清洗采用溶剂淋洗, 去除表面多余的三碘化物离子残留, 所述溶剂优选为去离子水或乙醇。
9. 根据权利要求3-8任一项所述的检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法, 其特征在于, 所述检测采用超高分辨荧光显微镜进行。
10. 根据权利要求9所述的检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法, 其特征在于, 所述检测前还进行切割, 优选采用飞秒激光切割;
优选切割至大小为1-5cm×1-5cm。

三碘化物离子作为荧光剂的应用以及检测有机发光显示薄膜 封装层超微裂缝的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及半导体技术领域,尤其涉及三碘化物离子作为荧光剂的应用以及检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法。

背景技术

[0002] 针对有机发光显示 (OLED) 的薄膜封装 (TFE) 中的超微裂缝或针孔的定位,目前还没有一个十分有效的方法。这些超微裂缝或针孔的尺寸为20-30纳米。目前的定位方法主要是FIB/TEM。这个方法的效率非常低下。因此,需要一个高效、快捷的新方法。

发明内容

[0003] 目前针对有机发光显示 (OLED) 的薄膜封装 (TFE) 中的超微裂缝或针孔的定位,还没有一个十分有效的方法。这些超微裂缝或针孔的尺寸为20-30纳米。目前的定位方法主要是FIB(聚焦离子束)/TEM(透射电子显微镜),该方法的效率非常低下。因此,需要一个高效、快捷的新方法。

[0004] 而在荧光分子渗透法中,所使用的荧光分子较大($>3\text{nm}$)和荧光显微镜分辨率不够($>100\text{nm}$),对于20纳米级缺陷无法探测。

[0005] 本发明基于三碘化物离子(尺寸为0.6纳米)作为荧光剂,通过渗透进入有机发光显示薄膜封装层超微裂缝或针孔,再结合超高分辨荧光显微镜分析(最高分辨率为20纳米),从而高效、快捷地定位裂缝或针孔。

[0006] 本发明的第一方面的技术方案提供三碘化物离子作为荧光剂的应用。

[0007] 进一步地,所述三碘化物离子的激发波长为350-420nm。

[0008] 本发明的第二方面的技术方案提供一种检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法,对有机发光显示薄膜封装层渗透三碘化物离子,通过检测激发的荧光来判断所述有机发光显示薄膜封装层的超微裂缝。

[0009] 本发明提供的检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法,以三碘化物离子作为荧光物渗透到超微裂缝里,通过荧光观察来检测有机发光显示薄膜封装层的裂缝缺陷。

[0010] 在一些可能的实施方式中,采用配置三碘化物离子溶液浸泡所述有机发光显示薄膜封装层来对所述有机发光显示薄膜封装层渗透三碘化物离子。

[0011] 在一些可能的实施方式中,所述三碘化物离子溶液的浓度为 10-1000ppm。

[0012] 在一些可能的实施方式中,所述三碘化物离子溶液浸泡所述有机发光显示薄膜封装层的时间为0.1-100小时。

[0013] 在一些可能的实施方式中,所述有机发光显示薄膜封装层在用所述三碘化物离子溶液浸泡前还采用有机溶剂擦拭,使其表面洁净。

[0014] 在一些可能的实施方式中,所述有机发光显示薄膜封装层浸泡所述三碘化物离子溶液后进行清洗和干燥,然后进行检测。

[0015] 在一些可能的实施方式中,所述清洗采用溶剂淋洗,去除表面多余的三碘化物离子残留,所述溶剂优选为去离子水或乙醇。

[0016] 在一些可能的实施方式中,所述检测采用超高分辨荧光显微镜进行。

[0017] 在一些可能的实施方式中,所述检测前还进行切割,优选采用飞秒激光切割:优选切割至大小为1-5cm×1-5cm。

[0018] 本发明与现有技术相比至少具有以下有益效果:

[0019] (1) 本发明首次提出以三碘化物离子作为荧光剂。

[0020] (2) 本发明独创性地采用荧光离子的方法检测有机发光显示 (OLED) 的薄膜封装 (TFE) 中的超微裂缝或针孔缺陷。

[0021] (3) 本发明基于独特的三碘化物离子 (尺寸为0.6纳米) 作为荧光剂,通过渗透,进入超微裂缝或针孔,再结合超高分辨荧光显微镜分析 (最高分辨率为20纳米),避免了FIB中的离子切割,从而高效、快捷地将超微裂缝或针孔定位。

具体实施方式

[0022] 为了能够更清楚地理解本发明的上述目的、特征和优点,下面结合具体实施方式对本发明进行进一步的详细描述。需要说明的是,在不冲突的情况下,本申请的实施例及实施例中的特征可以相互组合。

[0023] 在下面的描述中阐述了很多具体细节以便于充分理解本发明,但是,本发明还可以采用其他不同于在此描述的方式来实施,因此,本发明的保护范围并不限于下面公开的具体实施例的限制。

[0024] 在OLED的制造工艺中,为了提高OLED的使用寿命和可靠性,对 OLED中的水汽敏感膜层进行薄膜封装(thin film encapsulation,TFE)。薄膜封装技术是由多个无机膜层(SiN_x或SiO₂)和有机膜层交替的叠加膜层组成。这些无机膜层有良好的防止水汽入侵的性能。但是,生产工艺,使用环境往往会导致薄膜封装层产生超微裂纹或针孔等缺陷(这些超微裂缝或针孔的尺寸为20-30纳米)。一旦薄膜封装层存在缺陷,则潮气和腐蚀性离子会侵入到OLED的金属层(如阴极,阳极)或对水汽很敏感的有机膜层,导致OLED失效。因此如何定位薄膜封装层中的超微裂纹或针孔等缺陷是业界关注的焦点。

[0025] 目前对薄膜封装层中的超微裂纹或针孔等缺陷的定位尚无行之有效的方法。目前的方法主要以FIB/TEM方法为主,但是这个方法的效率非常低下。

[0026] 由于薄膜封装层中的超微裂纹或针孔等缺陷尺寸通常在20纳米级,现有的定位方法,如FIB/TEM法,无法有效的定位20纳米级的缺陷。TEM 也难以观测大面积范围内的纳米级缺陷,效率低。

[0027] 鉴于此,本发明基于独特的三碘化物离子 (尺寸为0.6纳米) 作为荧光剂,通过渗透进入超微裂缝或针孔,再结合超高分辨荧光显微镜分析 (最高分辨率为20纳米),避免了FIB中的离子切割,从而高效、快捷地将超微裂缝或针孔定位。

[0028] 本发明的实施例提供了三碘化物离子作为荧光剂的应用。

[0029] 本发明中的三碘化物离子,其尺寸为0.6纳米,即三碘化物离子较小,其作为荧光剂能广泛应用于不同物质的荧光检测中。

[0030] 本发明中的三碘化物离子,如可通过三碘化钠、三碘化钾等溶于水得到三碘化物

离子。

[0031] 三碘化物的吸收光谱中有两个吸收峰,分别位于298纳米和367纳米。可以选用367纳米附近波长的光源,如350-420纳米的光源去激发三碘化物的荧光。

[0032] 三碘化物的荧光主要是来自它的分子中包含碘分子。碘分子的荧光发射波长为:524.4纳米,530.3纳米,536.3纳米,542.3纳米,548.3纳米,554.9纳米,561.3纳米,567.3纳米,574.4纳米,581.1纳米,587.9纳米。其中,524.4纳米的荧光最强,依次类推。因此,可选用检测单一波长的荧光或者同时检测所有波长的荧光。

[0033] 本发明的实施例还提供了一种检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法,对有机发光显示薄膜封装层渗透三碘化物离子,通过检测激发的荧光来判断所述有机发光显示薄膜封装层的超微裂缝。

[0034] 本发明提供的检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法,以三碘化物离子作为荧光物渗透到超微裂缝里,通过荧光观察来检测有机发光显示薄膜封装层的裂缝缺陷。

[0035] 在一些可能的实施方式中,采用配置的三碘化物离子溶液浸泡所述有机发光显示薄膜封装层来对所述有机发光显示薄膜封装层渗透三碘化物离子。

[0036] 其中,三碘化物离子溶液如可通过三碘化钠、三碘化钾等溶于水得到。

[0037] 在一些可能的实施方式中,所述三碘化物离子溶液的浓度为 10-1000ppm。

[0038] 如在不同的实施例中,三碘化物离子溶液中,三碘化物离子的浓度可以为10ppm、20ppm、30ppm、40ppm、50ppm、60ppm、80ppm、100ppm、150ppm、200ppm、300ppm、500ppm、800ppm、1000ppm 等等。

[0039] 三碘化物离子溶液浸泡有机发光显示薄膜封装层的时间与三碘化物离子溶液的浓度有较大的关系,如三碘化物离子溶液的浓度越大,三碘化物离子溶液浸泡有机发光显示薄膜封装层的时间可相应地缩短。

[0040] 在一些可能的实施方式中,所述三碘化物离子溶液浸泡所述有机发光显示薄膜封装层的时间为0.1-100小时。

[0041] 如在不同的实施例中,三碘化物离子溶液浸泡有机发光显示薄膜封装层的时间可以为0.1小时、0.5小时、1小时、2小时、3小时、5小时、8 小时、10小时、15小时、18小时、20小时、25小时、30小时、35小时、40小时、50小时、60小时、70小时、80小时、90小时、100小时,等等。

[0042] 将样品浸入三碘化物离子溶液(也称荧光离子溶液)中0.1-100小时,使荧光离子充分进入到样品中的超微裂缝或针孔缺陷处。

[0043] 有机发光显示薄膜封装层在三碘化物离子溶液浸泡前,先对样品预处理,如用有机溶剂擦拭样品,使其表面洁净,并利用光学显微镜观察,确保样品无污物。

[0044] 在一些可能的实施方式中,所述有机发光显示薄膜封装层在用所述三碘化物离子溶液浸泡前还采用有机溶剂擦拭,使其表面洁净。

[0045] 样品从三碘化物离子溶液取出后,用相应的溶剂(去离子水,乙醇等)充分淋洗,去除表面多余的荧光离子残留,并烘干,然后进行检测。

[0046] 在一些可能的实施方式中,所述有机发光显示薄膜封装层浸泡所述三碘化物离子溶液后进行清洗和干燥,然后进行检测。

[0047] 在一些可能的实施方式中,所述清洗采用溶剂淋洗,去除表面多余的三碘化物离

子残留,所述溶剂优选为去离子水或乙醇。

[0048] 根据样品特征选用超高分辨荧光显微镜追踪进入到样品缺陷中的荧光离子,得到荧光显微图片,定位缺陷。

[0049] 在一些可能的实施方式中,所述检测采用超高分辨荧光显微镜进行。

[0050] 在一些可能的实施方式中,所述检测前还进行切割,优选采用飞秒激光切割;优选切割至大小为1-5cm×1-5cm。

[0051] 将样品用飞秒激光切割成一定大小,如1cm×1cm,2cm×2cm,3cm ×3cm,4cm×4cm,5cm×5cm等,以便进一步的分析。

[0052] 以下,列举具体的实施例来详细说明。

[0053] 实施例1

[0054] 1) 样品预处理:应用有机溶剂擦拭有机发光显示器,使其表面洁净,并利用光学显微镜观察,确保样品无污物;

[0055] 2) 荧光离子溶液的合成与配制:根据样品中裂纹的大小(约20nm) 选择三碘化物离子作为荧光剂,配制浓度为10ppm的荧光离子溶液,并置于无光处保存;

[0056] 3) 样品处理:将样品浸入荧光离子溶液中100小时,使荧光离子充分进入到样品中的超微裂缝或针孔缺陷处;样品取出后,用相应的溶剂如去离子水充分淋洗,去除表面多余的荧光离子残留,并烘干;

[0057] 4) 样品切割:将样品用飞秒激光切割成1cm×1cm,以便进一步的分析;

[0058] 5) 超微裂缝缺陷定位:根据样品特征选用超高分辨荧光显微镜追踪进入到样品缺陷中的荧光离子,得到荧光显微图片,定位缺陷。

[0059] 实施例2

[0060] 1) 样品预处理:应用有机溶剂擦拭有机发光显示器,使其表面洁净,并利用光学显微镜观察,确保样品无污物;

[0061] 2) 荧光离子溶液的合成与配制:根据样品中裂纹的大小(约20nm) 选择三碘化物离子作为荧光剂,配制浓度为100ppm的荧光离子溶液,并置于无光处保存;

[0062] 3) 样品处理:将样品浸入荧光离子溶液中50小时,使荧光离子充分进入到样品中的超微裂缝或针孔缺陷处;样品取出后,用相应的溶剂乙醇充分淋洗,去除表面多余的荧光离子残留,并烘干;

[0063] 4) 样品切割:将样品用飞秒激光切割成3cm×3cm,以便进一步的分析。

[0064] 5) 超微裂缝缺陷定位:根据样品特征选用超高分辨荧光显微镜追踪进入到样品缺陷中的荧光离子,得到荧光显微图片,定位缺陷。

[0065] 实施例3

[0066] 1) 样品预处理:应用有机溶剂擦拭有机发光显示器,使其表面洁净,并利用光学显微镜观察,确保样品无污物;

[0067] 2) 荧光离子溶液的合成与配制:根据样品中裂纹的大小(约20nm) 选择三碘化物离子作为荧光剂,配制浓度为1000ppm的荧光离子溶液,并置于无光处保存;

[0068] 3) 样品处理:将样品浸入荧光离子溶液中0.1小时,使荧光离子充分进入到样品中的超微裂缝或针孔缺陷处;样品取出后,用相应的溶剂(去离子水,乙醇等)充分淋洗,去除表面多余的荧光离子残留,并烘干;

[0069] 4) 样品切割:将样品用飞秒激光切割成 $5\text{cm}\times 5\text{cm}$,等,以便进一步的分析。

[0070] 5) 超微裂缝缺陷定位:根据样品特征选用超高分辨荧光显微镜追踪进入到样品缺陷中的荧光离子,得到荧光显微图片,定位缺陷。

[0071] 在本发明中,术语“多个”则指两个或两个以上,除非另有明确的限定。对于本领域的普通技术人员而言,可以根据具体情况理解上述术语在本发明中的具体含义。

[0072] 在本说明书的描述中,术语“一些实施例”、“具体实施例”等的描述意指结合该实施例或示例描述的具体特征、结构、材料或特点包含于本发明的至少一个实施例或示例中。在本说明书中,对上述术语的示意性表述不一定指的是相同的实施例或实例。而且,描述的具体特征、结构、材料或特点可以在任何的一个或多个实施例或示例中以合适的方式结合。

[0073] 以上所述仅为本发明的优选实施例而已,并不用于限制本发明,对于本领域的技术人员来说,本发明可以有各种更改和变化。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

专利名称(译)	三碘化物离子作为荧光剂的应用以及检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法		
公开(公告)号	CN111303869A	公开(公告)日	2020-06-19
申请号	CN202010140852.6	申请日	2020-03-03
[标]申请(专利权)人(译)	胜科纳米(苏州)有限公司		
申请(专利权)人(译)	胜科纳米(苏州)有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	胜科纳米(苏州)有限公司		
[标]发明人	张南 谢俊明 刘兵海 华佑南 李晓旻		
发明人	张南 谢俊明 姚庆鸿 刘兵海 华佑南 李晓旻		
IPC分类号	C09K11/61 B82Y30/00 G01N21/64 G01N21/95		
代理人(译)	赵丽娜		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明涉及半导体技术领域，尤其涉及三碘化物离子作为荧光剂的应用以及检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法。本发明提供的检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法，以三碘化物离子作为荧光物渗透到超微裂缝里，通过荧光观察来检测有机发光显示薄膜封装层的裂缝缺陷。本发明提供的检测有机发光显示薄膜封装层超微裂缝的方法，以三碘化物离子作为荧光物渗透到超微裂缝里，通过荧光观察来检测有机发光显示薄膜封装层的裂缝缺陷。