

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2011-523167
(P2011-523167A)

(43) 公表日 平成23年8月4日(2011.8.4)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H05B 33/04 (2006.01)	H05B 33/04	2H048
H05B 33/02 (2006.01)	H05B 33/02	3K107
G02B 5/28 (2006.01)	G02B 5/28	
H01L 51/50 (2006.01)	H05B 33/14 A	
H05B 33/12 (2006.01)	H05B 33/12 E	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 22 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2011-509467 (P2011-509467)
 (86) (22) 出願日 平成21年4月29日 (2009.4.29)
 (85) 翻訳文提出日 平成22年11月10日 (2010.11.10)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2009/002601
 (87) 国際公開番号 W02009/139821
 (87) 国際公開日 平成21年11月19日 (2009.11.19)
 (31) 優先権主張番号 12/118,880
 (32) 優先日 平成20年5月12日 (2008.5.12)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 590000846
 イーストマン コダック カンパニー
 アメリカ合衆国 ニューヨーク州 ロチェスター
 スター ステート ストリート 343
 (74) 代理人 110001210
 特許業務法人YKI国際特許事務所
 (72) 発明者 フェドロフスカヤ エレーナ エー
 アメリカ合衆国 ニューヨーク ロチェスター
 ステイト ストリート 343
 (72) 発明者 アグスティネリ ジョン アルフォンス
 アメリカ合衆国 ニューヨーク ロチェスター
 ステイト ストリート 343
 (72) 発明者 コク ロナルド スティーブ
 アメリカ合衆国 ニューヨーク ロチェスター
 ステイト ストリート 343
 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 フィルタと共に封入された有機発光ダイオード・ディスプレイ

(57) 【要約】

本発明は、基板と、基板の第1の面上の電子装置と、薄膜電子装置上で第1の光学特性を有する第1の無機材料の第1の薄膜層と、第1の薄膜層上の第1の光学特性と異なる第2の光学特性を有する第2の無機材料の第2の薄膜層とを有し、第1の層又は第2の層の少なくとも一方が封入層でもあり、第1の薄膜層と第2の薄膜層が光学フィルタの少なくとも一部分を構成する、封入電子装置を対象とする。

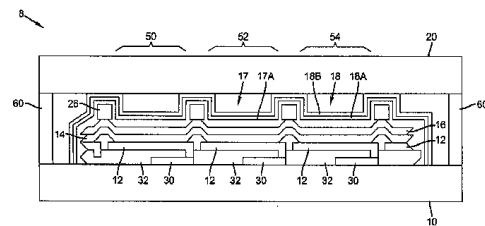


FIG. 1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

封入電子装置であって、

- a) 基板と、
- b) 前記基板の第 1 の面上の電子装置と、
- c) 薄膜電子装置上の第 1 の光学特性を有する第 1 の無機材料の第 1 の薄膜層と、
- d) 前記第 1 の薄膜層上の前記第 1 の光学特性と異なる第 2 の光学特性を有する第 2 の無機材料の第 2 の薄膜層とを有し、前記第 1 の層又は前記第 2 の層の少なくとも一方が封入層でもあり、前記第 1 の薄膜層と前記第 2 の薄膜層が、光学フィルタの少なくとも一部分を構成する、封入電子装置。

10

【請求項 2】

前記電子装置が、発光装置である、請求項 1 に記載の封入電子装置。

【請求項 3】

前記第 1 と前記第 2 の薄膜層がそれぞれ、前記発光の波長の 2 分の 1 以下の光学的厚さを有する、請求項 2 に記載の封入電子装置。

【請求項 4】

前記第 1 の薄膜層又は前記第 2 の薄膜層の少なくとも一方が、原子層蒸着又は化学蒸着によって形成された、請求項 1 に記載の封入電子装置。

【請求項 5】

前記発光装置が、有機発光装置 (O L E D) である、請求項 2 に記載の封入電子装置。

20

【請求項 6】

第 1 の光学的厚さを有する第 1 と第 2 の薄膜層を有する第 1 の発光領域と、第 2 の光学的厚さを有する第 1 と第 2 の薄膜層を有する第 2 の発光領域とを有し、前記第 1 と第 2 の光学的厚さが異なる、請求項 2 に記載の封入電子装置。

【請求項 7】

前記第 1 の無機材料と前記第 2 の無機材料の複数の交互になった薄膜層をさらに有する、請求項 1 に記載の封入電子装置。

【請求項 8】

第 3 の無機材料の第 3 の薄膜層をさらに有する、請求項 1 に記載の封入電子装置。

【請求項 9】

第 3 の光学特性を有する前記第 1 の無機材料の第 3 の薄膜層をさらに有する、請求項 1 に記載の封入電子装置。

30

【請求項 10】

前記第 3 の光学特性が、蒸着工程パラメータによって制御される、請求項 9 に記載の封入電子装置。

【請求項 11】

前記第 1 の材料が、Z n O である、請求項 1 に記載の封入電子装置。

【請求項 12】

前記第 2 の材料が、A l ₂ O ₃ である、請求項 11 に記載の封入電子装置。

【請求項 13】

前記電子装置が、光起電力装置である、請求項 1 に記載の封入電子装置。

40

【請求項 14】

第 1 の薄膜層が、周囲紫外線を選択的に反射させる、請求項 1 に記載の封入電子装置。

【請求項 15】

前記第 1 の薄膜層が、屈折率の勾配を有する、請求項 1 に記載の封入電子装置。

【請求項 16】

前記第 1 の薄膜層が、ルゲート・フィルタである、請求項 15 に記載の封入電子装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

50

本発明は、一般に、環境薄膜バリア層と光学薄膜層を有する電子発光ディスプレイ、センサ・アレイ及び他の電子装置などの薄膜電子装置及び構成要素に関し、ここで、薄膜層は蒸着によって、具体的には大気圧原子層蒸着法によって作成される。詳細には、本発明は、光学被覆層及び/又はカラー・フィルタ層として働く保護薄膜材料層を有し、これにより光出力と寿命が改善された有機電子発光装置に関する。

【背景技術】

【0002】

薄膜材料は、様々な用途に利用される。例として、特に化合物半導体、ディスプレイ、LED、光学部品及び眼科用装置の分野における研究開発及び生産用途がある。また、薄膜材料は、一般に、センサ用の特注のコーティングとパターン形成基板、フラットパネル・ディスプレイ、マイクロ電気機械システム(MEMS)、超小型回路、生物医学装置、光学機器、マイクロ波通信、集積回路及び超小型電子回路を作成するために使用される。

10

【0003】

光学被覆は、例えばレンズ、ディスプレイ、センサなどの装置又は光学部品上に配置され、光線の反射と透過のされ方を変化させる薄い材料層である。1つのタイプは、入射光線の99%以上を反射させるミラーを作成するために使用される高反射被覆である。別のタイプの光学被覆は、表面からの望ましくない反射を減少させる反射防止膜であり、一般に、眼鏡と写真用レンズ上に使用される。例えば、非特許文献1に述べられているように、SiN又はSiNとSiO₂から成る二重層反射防止膜等の多層反射防止膜を高効率太陽電池に使用することができる。このタイプの光学被覆は、紫外線を遮るが可視光を透過する。

20

【0004】

複雑な光学被覆は、波長のある範囲では高い反射性を示し、別の範囲では非反射性を示し、例えば特許文献1に記載されたようなダイクロイック薄膜光学フィルタの生産を可能にする。

【0005】

干渉フィルタは、対象となるすべての波長に関してほぼゼロの吸収率を維持しながら、1つ又は複数のスペクトル・バンドを反射させかつ他のスペクトル・バンドを透過する光学フィルタである。そのような光学フィルタは、基板上の複数の被覆層(通常は、絶縁層又は金属層)からなり、この複数の被覆層は、異なる屈折率を有し、そのスペクトル特性は、薄膜境界において異なる波長の入射光と反射光の間で生じる波長干渉効果の結果である。

30

【0006】

干渉フィルタや他の光学被覆の様々な層は、フィルタに所望の特徴を提供するために特定の光学的厚さを有し、この場合、透明材料の光学的厚さは、その幾何学的厚さに材料の屈折率を掛けたものとして理解され、従って光路長と同義である。薄膜光学フィルタを構成する際、多層薄膜被覆は、多くの場合、適切な放射波長の4分の1と等しい光学的厚さの個別の層で作成され、各層は、その層全体にわたって一定の材料組成を有すると考えられる。

【0007】

前述の従来ステップ・インデックス多層フィルタと対照的に、ルゲート・フィルタ(rugate filter)は、例えば非特許文献2に記載されたように、フィルタの平面に垂直な方向に屈折率の連続的变化(通常は正弦波)を有する一種の光学フィルタである。そのようなフィルタの反射率は、特性波長のあたりで高い反射率「ストップバンド」を示し、他では極めて低い反射率を示す。そのようなフィルタは、種々のセンサ用途において、例えばシングル・ライン・ストップバンド・フィルタとして使用することができる。いくつかの異なる正弦波屈折率分布を組み合わせることによって、単純なステップ・インデックス・プロファイルを使用することでは不可能である光学応答関数を再現するようにルゲート・フィルタを作成することができる。しかしながら、そのようなフィルタは、連続的屈折率プロファイルにフィルタ材料の密度及び/又は組成の連続的变化が必要な

40

50

ため、製造が困難である。

【0008】

干渉フィルタを、カラー・フィルタとして、またアレイでカラー・フィルタ・アレイとして使用して、ディスプレイ、光導波路、光スイッチ、カメラの背面の光センサなどのために反射光と透過光の組成を修正し制御することができる。薄膜干渉フィルタに基づいて作成されたカラー・フィルタとカラー・フィルタ・アレイの利点は、対象の通過域内で極めて高い透過率と通過域外で極めて低い透過率を達成できるとき、その高いスペクトル選択性である。その結果、そのようなカラー・フィルタを備えたディスプレイは、大きな全領域を有し、極めて彩度の高い色を生成することができる。多層薄膜カラー・フィルタの例は、特許文献2に記載されている。

10

【0009】

電子装置では、カラー・フィルタは、カラー・フィルタ・アレイ(CFA)として構成されてもよい。カメラ内で使用されるようなセンサでは、CFAは、有色信号の検出を可能にするためにパンクロマ・センサ(panchromatic sensor)の前に使用される。CFAは、通常、パターンで配置された赤領域、緑領域及び青領域のアレイである。デジタル・カメラで使用される一般的なアレイは、ベイヤ(Bayer)パターン・アレイである。各色の解像度は、2×2セルの使用によってできるだけ少量減少され、3色の中では、目が緑に最も敏感なので、各セル内で2度検出されるように選択される色は緑である。

20

【0010】

類似のアレイをディスプレイで使用することができ、CFAは、色情報の表示を可能にするために白色光画素の前のレジスタ内に配置される。例えば、特許文献3は、液晶ディスプレイ(LCD)用のアレイについて述べており、特許文献4は、有機発光ダイオード(OLED)装置用のアレイについて述べている。

【0011】

アレイは、有色インクのインクジェット、様々な有色材料を望み通りにパターン形成するフォトリソグラフィの使用などを含む、多数の方法で作成することができる。カラー・フィルタ・アレイは、干渉(又は、ダイクロイック)フィルタのパターンとして構成することもできる。例えば、特許文献5は、フォトリソグラフィ技術を使用する方法について述べており、ここで、2つの異なるフォトレジスト材料層が、付着、露光、現像され、絶縁層を後で付着させるために基板がパターン形成され、その後でリフトオフ法を使用して不用材料が除去される。

30

【0012】

特許文献6には、LCDディスプレイとCCDアレイ用の絶縁干渉フィルタ・システムを作成する方法が記載されている。この方法によれば、例えばリソグラフィ処理、プラズマエッチング及びリフトオフ法によって、基板被覆とマスクングを使用して様々なフィルタ要素が作成される。また、干渉フィルタの形の薄膜被覆を光起電力装置に適用して、太陽エネルギーを電気に変換できる効率を改善することができる。

【0013】

光起電力装置は、光を直流電流に直接変換する固体電気装置である。装置の電圧電流特性は、光源の特性、装置に使用される材料及びその設計の関数である。太陽光発電装置は、単結晶、多結晶又は非晶質のシリコン、硫化カドミウム、テルル化カドミウム及びガリウムヒ素などの無機材料、ならびに「小分子」(分子量数百の分子)の結晶又は多結晶薄膜、真空蒸着法又は溶解法によって作成された小分子の非晶質薄膜、溶液から処理された共役高分子又はオリゴマーの薄膜、及びこれらのいずれかと他の有機固体又は無機材料との組み合わせからなる有機材料を含む様々な半導体材料で作成される。有機光電変換で使用される有機材料の一般的な例は、非特許文献3に記載されているように、ポリフェニレンビニレン(PPV)とその誘導体であるメトキシエチルヘキソキシフェニレンビニレン(MEH-PPV)である。

40

【0014】

50

前述のように、例えば、特許文献7では、太陽電池の上に配置された光学材料層を反射フィルタとして使用して、所望の波長範囲の光が太陽電池に到達し他の波長の光を遮るか減少させることができる。これにより、太陽電池の変換性能とより一致し、その結果光起電力装置の性能を改善するスペクトル特性を有する光が提供される。

【0015】

従来の無機太陽電池と比べて有機光起電力装置は、低コストと、軽量、機械的柔軟性、大量生産可能性、装着電源としての使用などの魅力的な属性により、太陽電池の生産を革新する可能性を有する。しかしながら、環境湿度及び酸素との反応によって生じる劣化を含む温度的及び化学的不安定性や比較的低い電力変換効率などの問題が、大きな障害となる。

10

【0016】

有機発光ダイオード(OLED)は、フラット・パネル・ディスプレイ及び領域照明ランプのための技術である。この技術は、基板上に被覆された有機材料薄膜層に基づく。OLED装置は、一般に、特許文献8に開示されたような小分子装置と、特許文献9に開示されたような高分子OLED装置として知られる2つの形態を有することができる。どちらのタイプのOLED装置も、順に陽極、有機EL要素及び陰極を有することがある。陽極と陰極の間に配置された有機EL要素は通常、有機正孔輸送層(HTL)、放射層(EL)及び有機電子輸送層(ETL)を有する。正孔と電子がEL層内で再結合し光を放射する。Tangら(非特許文献4、非特許文献5、及び特許文献10)は、そのような層構造を使用する極めて高効率のOLEDを実証した。それ以来、高分子材料を含む他の層構造を有する多数のOLEDが開示され、装置性能が改善されてきた。しかしながら、有機EL要素からなる材料は、損傷を受けやすく、特に湿気と高温(例えば、140℃超)により破壊され易い。

20

【0017】

有機発光ダイオード(OLED)表示装置は、一般に、装置の指定動作寿命及び/又は貯蔵寿命内の装置性能の早過ぎる劣化を防ぐために1000ppm未満の湿度レベルを必要とする。パッケージ装置内で環境をこの範囲の湿度レベルに制御することは、一般に、装置を封入層で封入しかつ/又は装置を密閉しかつ/又はカバー内に乾燥剤を提供することによって達成される。例えば、湿度レベルを上記レベルより低く維持するために、金属酸化物、アルカリ土類金属酸化物、硫酸塩、金属ハロゲン化物及び過塩素酸塩などの乾燥剤が使用される。例えば、湿気に弱い電子装置用の乾燥剤を記載している特許文献11を参照されたい。そのような乾燥剤は、一般に、OLED装置の周囲又はOLED装置自体の上に配置される。

30

【0018】

代替の手法では、OLED装置は、耐湿材料の薄い多層被覆を使用して封止される。例えば、有機高分子層によって分離された金属や金属酸化物などの無機材料層が使用されてもよい。そのような被覆は、例えば、特許文献12、特許文献13、特許文献14、及び特許文献15に記載されている。そのような封入層は、原子層蒸着(ALD)を含む様々な技術によって付着されてもよい。

【0019】

1つのそのような原子層蒸着装置は、特許文献16にさらに詳しく記載されており、この文献は、様々な材料で作成された第1と第2の薄膜封入層の使用について述べており、薄膜層のうちの1つは、後述する原子層蒸着を使用して50nmで付着される。この開示によれば、個別の保護層(例えば、パリレン)も使用される。そのような薄い多層被覆は、一般に、OLED材料を十分に保護するために $5 \times 10^{-6} \text{ g/m}^2/\text{日}$ 未満の浸湿率を提供しようとする。これに対して、一般的な高分子材料は、約 $0.1 \text{ g/m}^2/\text{日}$ の透湿率を有し、追加の防湿層なしにはOLED材料を十分に保護することができない。無機防湿層を追加することによって、 $0.01 \text{ g/m}^2/\text{日}$ を達成することができ、無機物層と共に比較的厚い高分子平滑化層を使用することにより、必要な保護を提供できることが報告されている。また、スパッタリングや真空蒸着などの従来の付着技術によって付着

40

50

された厚い無機物層（例えば、5ミクロン以上のITO又はZnSe）は、十分な保護を提供することができるが、それより薄い従来の被覆層は、 $0.01 \text{ g/m}^2/\text{日}$ の保護しか提供できない。同様に、特許文献17は、原子層蒸着を使用するフラット・パネル・ディスプレイの薄膜封入方法を記載している。

【0020】

特許文献18は、プラスチック又はガラス基板上に原子層蒸着によって付着させることができる気体透過バリアを記載している。原子層蒸着は、原子層エピタキシ（ALE）又は原子層CVD（ALCVD）としても知られ、本明細書ではそのようなすべての同等の方法をALDと呼ぶ。ALD被覆を使用することにより、被覆欠陥が低密度の状態で数十ナノメートルの厚さでの透過を大幅に減少させることができる。

10

【0021】

これらの薄い被覆は、プラスチック基板の柔軟性と透明性を保つ。そのような物品は、容器、電氣的用途及び電子的用途に役立つ。しかしながら、そのような保護材は、発光有機層より屈折率が低いことがあるので、層内に閉じ込められる光によって更に他の問題を引き起こす。

【0022】

OLEDディスプレイのバリア層の必要条件は、完全には解明されていないが、非特許文献6では、 $10^{-6} \text{ g/m}^2/\text{日}$ 未満の水透過率と $10^{-5} \text{ cc/m}^2/\text{日}$ 未満の酸素透過率のバリア特性で十分と考えられると述べている。

【0023】

一般に、特に無機絶縁体層と高分子層の多層組み合わせが、おそらく透過時間の大きな遅れにより、水と酸素の透過を無機単一層よりも3桁以上少なくできることが分かった（非特許文献7と非特許文献8）。報告によると、12もの個々の層を有する交互の無機/有機層を有するバリアは、OLEDによって必要とされる性能に近づいている（非特許文献9）。その結果として、多数の既存の薄膜封入技術は、複数層の薄膜（主に、有機/無機の組み合わせ）の作成に焦点を当てているが、純粋に無機又は有機の封入も既知である。封入層の透過が、主に無機薄膜中の欠陥によって制御されるので、無機材料を含む場合は、高バリア無機物層の付着が、封入工程全体において最も重要な技術と考えられる。複数層は、OLEDディスプレイに対してより優れた保護を提供するが、層が厚くなるほど、透明度が下がり、その結果として、ディスプレイの輝度と彩度が低下する。

20

30

【0024】

薄膜層の作成に広く使用されている技術の中に、化学蒸着法（CVD）がある。CVDは、反応チャンバ内で反応する化学的に反応性分子を使用して基板上に所望の薄膜を付着させる。CVD用途に有効な分子前駆体は、付着される薄膜の元素（原子）成分を含み、一般に更に他の元素も含む。CVD前駆体は、気相でチャンバに送られて基板と反応してその上に薄膜を形成する揮発性分子である。化学反応により、所望の薄膜厚さを有する薄膜が付着する。

【0025】

ほとんどのCVD技術に共通することは、1つ又は複数の分子前駆体の適切に制御された流れをCVD反応器に送り込まなければならないことである。基板は、副産物を効率的に除去しながらそのような分子前駆体間の化学反応を促進するために、制御された圧力条件下で適切に制御された温度に維持される。最適なCVD性能を得るには、プロセス全体にわたる気体流、温度及び圧力の定常状態を達成し維持する能力と、過渡事象を最小又は除去する能力が必要である。特に半導体、集積回路及び他の電子装置の分野では、従来のCVD技術の達成可能な制限を上回る優れた相似被覆特性を有する薄膜、特により高品質でより密な薄膜、特により低い温度で製造することができる薄膜の需要がある。

40

【0026】

原子層蒸着（ALD）は、その前のCVDの手法より改善された厚さ解像度と相似性能を提供することができる代替の薄膜蒸着技術である。ALD法は、従来のCVDの従来の薄膜蒸着工程を単一の原子層蒸着段階に細分する。ALD段階は、自己停止であり、自己

50

停止露光時間に達する前又はそれを越えたときに1つの原子層を付着させることができ有利である。原子層は、一般に、約数オングストローム以下の典型的寸法を有する0.1~0.5分子単層である。ALDでは、原子層の蒸着は、反応性分子前駆体と基板の化学反応の結果である。それぞれの別個のALD反応蒸着段階では、正味反応によって、望みの原子層が蒸着され、その後で分子前駆体に元々含まれていた「過剰」原子が実質的になくなる。その最も純粋な形態では、ALDは、反応の他の前駆体がない状態で各前駆体の吸着と反応を伴う。実際には、どのようなシステムでも、少量の化学蒸着反応をもたらす様々な前駆体の直接反応を回避することは難しい。ALDを実行するシステムの目標は、少量のCVD反応を許容できることを認めながらALDシステムと釣り合った装置性能と属性を得ることである。

10

【0027】

ALD用途では、一般に、2つの分子前駆体が、別々の段階でALD反応器に導入される。例えば、金属前駆体分子 ML_x は、原子又は分子配位子Lに結合された金属元素Mからなる。例えば、Mは、Al、W、Ta、Si、Znなどでよいが、これらに限定されない。金属前駆体は、基板表面が分子前駆体と直接反応する準備ができたときに基板と反応する。例えば、基板表面は、一般に、金属前駆体と反応する水素含有配位子AHなどを含むように作成される。硫黄(S)、酸素(O)及び窒素(N)は、いくつかの代表的なA化学種である。気体金属前駆体分子は、基板表面上の全ての配位子と有効に反応し、その結果、次のように金属の単一原子層が付着する。



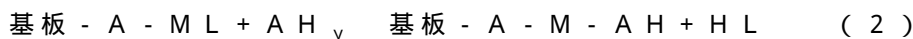
20

ここで、HLは反応副産物である。反応の際、最初の表面配位子AHが消費され、表面は、金属前駆体 ML_x とそれ以上反応できないL配位子で覆われる。従って、反応は、表面上の初期AH配位子が全て AML_{x-1} 化学種と置き換えられたときに自己停止する。反応段階は、一般に、チャンバから余分な金属前駆体を除去する不活性ガスパージ段階に続き、その後で第2の反応物の気体前駆体材料を別に導入する。

【0028】

次に、第2の分子前駆体は、金属前駆体に対する基板の表面反応性を回復するために使用される。これは、例えば、L配位子を除去しAH配位子を再び付着させることにより行われる。この場合、第2の前駆体は、一般に、所望の(通常は非金属の)元素A(すなわち、O、N、S)と水素(すなわち、 H_2O 、 NH_3 、 H_2S)からなる。次の反応は、以下の通りである。

30



これにより、表面がそのAH被覆状態に戻る(ここで、単純にするために、化学反応は平衡されない。)。所望の追加元素Aが薄膜に組み込まれ、望ましくない配位子Lが、揮発性副産物として除去される。この場合も、その反応は、反応座(今回は、L終端座)を消費し、基板上の反応座が完全に尽きたときに自己停止する。次に、第2の分子前駆体は、第2のパージ段階で不活性パージ・ガスを流すことによって蒸着チャンバから取り出される。

【0029】

要するに、この場合、基本的ALD工程は、基板への化学物質の流れを次々と交互にすることを必要とする。代表的ALD工程は、前述したように、次の4つの異なる動作段階を含む周期である。

40

1. ML_x 反応
2. ML_x パージ
3. AH_y 反応
4. AH_y パージ、次に段階1に戻る。

【0030】

パージ操作を介在させた状態で、表面反応と、基板表面をその最初の反応状態に戻す前駆体除去とを交互にするこの繰り返しシーケンスが、代表的ALD蒸着周期である。ALD操作の重要な特徴は、基板をその最初の表面化学状態に復元することである。この繰り返し

50

返しの1組の段階を使用して、化学反応速度論、1周期当たりの蒸着、組成及び厚さのすべてが同一の等しい計量層で、基板上に薄膜を積層することができる。

【0031】

A L Dは、特に、電子装置と光学装置の部品に金属酸化物の薄い層を形成するのに適している。A L Dで蒸着できる一般的な種類の機能材料には、導体、誘電体又は絶縁体、及び半導体がある。

【0032】

しかしながら、A L D法とC V D法は、従来教示されているように、高価で時間がかかり、真空チャンバと、チャンバをガスで満たし次にそのガスを除去する繰り返し周期を必要とする。さらに、これらは、通常、材料を蒸着する加熱された基板を使用する。これらの加熱された基板は、一般に、O L E D装置で使用される有機材料が許容できる温度よりも高い温度である。更に、そのような方法で形成された薄膜は、活性が高くきわめて脆く、その結果、後で薄膜の上に材料を蒸着すると薄膜の完全性が損なわれる。

10

【0033】

時間依存性のあるA L Dシステムの固有制限を克服する1つの手法は、各反応ガスを継続的に提供し、基板を各ガスに次々と通すことである。そのような空間依存性のあるA L Dシステムは、同一出願人による特許文献19、特許文献20、特許文献21、及び特許文献22に記載されている。これらの示した出願はすべて、それらの全体が本明細書に引用される。これらのシステムは、継続的に流れる相互反応ガスの望ましくない混合である空間的A L Dシステムの別の態様のうちの1つを克服しようとする。詳細には、特許文献23は、新規の横断流パターンを使用して混合を防ぎ、特許文献24と特許文献25が、プロセスの反応ガスの圧力によって部分的に浮上された被覆ヘッドを使用して改善されたガス分離を達成する。更に、前述の米国特許出願に記載された蒸着方法は、反応物濃度の大幅な増大を伴う大気圧で実行され、その結果、表面反応速度が必然的に高くなる。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0034】

【特許文献1】米国特許第6,859,323号明細書

【特許文献2】米国特許第5,999,321号明細書

【特許文献3】米国特許第4,877,697号明細書

30

【特許文献4】米国特許出願公開第2007/0123133号明細書

【特許文献5】米国特許第5,120,622号明細書

【特許文献6】米国特許第6,342,970号明細書

【特許文献7】米国特許出願公開第2008/0000526号明細書

【特許文献8】米国特許第4,476,292号明細書

【特許文献9】米国特許第5,247,190号明細書

【特許文献10】米国特許第4,769,292号明細書

【特許文献11】米国特許第6,226,890号明細書

【特許文献12】米国特許第6,268,695号明細書

【特許文献13】米国特許第6,413,645号明細書

40

【特許文献14】米国特許第6,522,067号明細書

【特許文献15】米国特許出願公開第2006/0246811号明細書

【特許文献16】国際公開第01/082390号パンフレット

【特許文献17】米国特許出願公開第2007/0099356号明細書

【特許文献18】国際公開第04/105149号パンフレット

【特許文献19】米国特許出願番号11/392,007号明細書

【特許文献20】米国特許出願番号11/392,006号明細書

【特許文献21】米国特許出願番号11/620,744号明細書

【特許文献22】米国特許出願番号11/620,740号明細書

【特許文献23】米国特許出願番号11/392,007号明細書

50

【特許文献24】米国特許出願番号11/620,744号明細書

【特許文献25】米国特許出願番号11/620,740号明細書

【非特許文献】

【0035】

【非特許文献1】Wright et al., Double Layer Anti-Reflective Coatings for Silicon Solar Cells, 2005 IEEE, pp. 1237-1240

【非特許文献2】B. E. Perilloux, Thin-film Design Modulated Thickness and Other Stopband Design Methods, SPIE Press, 2002

【非特許文献3】Yu, G., J. Gao, J. C. Hummel, F. Wudl, and A. J. Heeger, 1995, Science 270(5243), 1789

【非特許文献4】Organic electroluminescent diodes, Applied Physics Letter, 51(12), 1987, pp. 913-915

【非特許文献5】Electroluminescence of doped organic thin films, Journal of Applied Physics, 65(9), 1989, pp. 3610-3616

【非特許文献6】Park et al., Ultrathin Film Encapsulation of an OLED by ALD, Electrochemical and Solid-State Letters, 8(2), H21-H23, 2005

【非特許文献7】G. L. Graff et al., Mechanisms of vapor permeation through multilayer barrier films

【非特許文献8】Lag time versus equilibrium permeation, J. Appl. Physics, Vol. 96, No. 4, 2004, pp. 1840-1849

【非特許文献9】M. S. Weaver et al., Organic light-emitting devices with extended operating lifetimes on plastic substrates, Applied Physics Letter 81, No. 16, 2002, pp. 2929-2931

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0036】

以上を考慮して、設計されたバリア及び光学特性を有する薄膜材料層を有する電子装置を作成する工程及び方法を開発する必要がある。

【課題を解決するための手段】

【0037】

簡潔には、1つの態様によれば、本発明は、基板と、基板の第1の面上の電子装置と、薄膜電子装置上の第1の光学特性を有する第1の無機材料の第1の薄膜層と、第1の薄膜層上の第1の光学特性と異なる第2の光学特性を有する第2の無機材料の第2の薄膜層とを有し、また第1の層又は第2の層の少なくとも一方が封入層であり、第1の薄膜層と第2の薄膜層が光学フィルタの少なくとも一部分を構成する封入電子装置を対象とする。

【0038】

本発明及びその目的と利点は、以下に示した好ましい実施形態の詳細な説明でより明らかになるであろう。

【0039】

10

20

30

40

50

本明細書は、本発明の内容を詳細に指摘し且つ明確に請求する請求項でまとめられているが、本発明は、添付図面と関連して行われる以下の説明からよりよく理解されると考えられる。

【図面の簡単な説明】

【0040】

【図1】本発明の一実施形態による上部発光OLED装置の側面断面図である。

【図2】本発明の代替実施形態によるカラー・フィルタを有するOLED装置の断面図である。

【図3】実施例で使用された薄膜蒸着処理の方法の一実施形態の原料物質のブロック図である。

10

【図4】本プロセスで使用される蒸着装置の側面断面図であり、実施例の薄膜蒸着工程にかけられる基板に提供される気体材料の構成を示す。

【図5A】蒸着操作とその吸光度を使用して作成された光学フィルタである封入多層積層膜を示す図である。

【図5B】蒸着操作とその吸光度を使用して作成された光学フィルタである封入多層積層膜を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0041】

本発明は、無機封入層を形成し同時に光学フィルタ層を形成する薄膜材料層を有する電子装置（例えば、OLEDなど）を対象とする。

20

【0042】

図1を参照すると、本発明の一実施形態によるOLED装置8は、基板10、第1の電極12、導電性電極16、いくつかの層（例えば、17A、18A）からなる封入薄膜パッケージ17、及び光学フィルタ18を含む。光学フィルタ18は、封入パッケージと光学フィルタが層の共通部分（例えば、18A）を有するようにいくつかの層（例えば、18A、18B）からなる。OLED装置8は、更に、第1の電極12と導電性電極16の間に形成された1つ又は複数の有機層14を含み、少なくとも1つの有機層は発光層である。

【0043】

OLED装置の上部発光の実施形態では、薄膜封入パッケージ17は、透明上部導電性電極16の上に形成され、光学フィルタ18は、層の一部が封入パッケージと重なるように形成され、第1の電極12は下部電極である。下部電極は、反射性でよい。導電性電極16は、1つ又は複数の有機層の光屈折率と等しいかそれより大きい光屈折率を有することが好ましい。そのような相対屈折率を提供することによって、光が有機層14から同じかそれより大きい屈折率の導電性電極16に入ることがあるので、有機層14から出た光は、有機層14内の全内反射によって閉じ込められない。

30

【0044】

当該技術分野で既知のように、OLED装置を制御するために、平坦化層32を有する薄膜電子部品30を使用することができる。OLED装置を保護するために、カバー20が、OLEDと電極層の上に設けられ、例えば接着剤60を使用して基板10に付着される。

40

【0045】

発光領域50、52、54を形成するように一番下の第1の電極12をパターン形成することができるが、発光領域（図示したような）の間又は発光領域（図示せず）の下にパターン形成された補助電極26を形成してもよい。導電性電極16は、パターン形成されず、有機層14の上に連続的に形成されてもよい。本発明のいくつかの実施形態（図2）では、発光有機層14は、白色光を放射してもよく、その場合、有色発光領域50、52、54を有するフルカラー発光装置を提供するために、例えばカバー20上に、光をフィルタリングするカラー・フィルタ40R、40G、40Bが形成されてもよい。特定の実施形態では、カラー・フィルタ40R、40G及び40Bは、薄膜封入パッケージ17と

50

共通層を有する多層光学干渉フィルタとして形成されてもよい。

【0046】

本発明の様々な実施形態では、図2に示されたように、導電性電極16の1つ又は複数の有機層と反対の側に補助電極26が形成されてもよい。そのような層は、例えば米国特許第6,812,637号(コク(Cok)ら)に記載されているように、マスクを介して金属をスパッタリングするか蒸発させることによって付着されてもよい。図2に示されたように、補助電極26は、1つ又は複数の有機層14の導電性電極16と反対の側に形成されてもよく、1つ又は複数の有機層14に形成されたビア34を介して導電性電極16に電氣的に接続されてもよい。例えば米国特許第6,995,035号(コク(Cok)ら)に記載されているように、補助電極は、従来のフォトリソグラフィ技術を使用して形成されてもよく、ビアは、レーザアブレーションを使用して形成されてもよい。補助電極の形成に使用される材料には、例えばアルミニウム、銀、マグネシウム、及びこれらの合金がある。

10

【0047】

本明細書で使用されるとき、薄膜封入パッケージ17は、各層の厚さにより、1つ又は複数の層(例えば、17A、18A、好ましく2~15個)を含む。そのような層は、原子層蒸着法又は様々な化学蒸着法によってOLED装置に付着させることができ、それにより、水分と酸素の浸透に強い薄膜封入パッケージ17が提供される。薄膜封入パッケージ17の各層は、原子層蒸着法、真空化学蒸着法又は大気化学蒸着法を使用して形成することができる。これらの方法は、真空パーシ周期を有するシステムでも大気中でも相補的

20

【0048】

酸化アルミニウムや酸化亜鉛などの金属酸化化合物を使用して有機材料上に薄膜封入パッケージ17が首尾良く形成されている。さらに、有効な封入層が、110の温度で形成された。そのような温度は、温度の影響を受けやすい有機LED材料と適合する。

30

【0049】

そのような封入層はそれぞれ、第1の反応性気体材料と第2の反応性気体材料を交互に提供することによって形成され、第1の反応性気体材料は、第2の反応性気体材料で処理された有機層と反応することができる。第1の反応性気体材料は、OLED装置の露出面を完全に覆い、第2の反応性気体材料は、第1の反応性気体材料と反応して環境汚染にきわめて強い層を形成する。これに対して、蒸発やスパッタリングなどの従来の手段によって付着された層は、気密層を形成しない。保護有機材料で層を封入するための従来の付着技術は問題が多く、本発明による薄膜封入パッケージ17を使用することにより改善が見

40

【0050】

薄膜封入パッケージ17を形成するために、種々様々な金属酸化物、窒化物、その他の化合物を使用することができる。例えば、薄膜封入パッケージ17は、酸化亜鉛を少なくとも1つの他の化合物との組み合わせで含むことができる。他の化合物は、例えばインジウムを酸化スズと一緒に使用してインジウムスズ酸化物を形成することにより、ドーパントを添加することによって作成された複合混合物でよい。

【0051】

装置の後の処理と環境暴露により、薄膜封入パッケージ17に様々な厚さを採用するこ

50

とができる。薄膜封入パッケージ17の厚さは、連続的に付着された反応ガスの層数を制御することによって選択されてもよい。

【0052】

当業者によって理解されるように、パリレン重合体の平坦化下部層を使用して、薄膜封入パッケージの性能を改善することができる。OLED封入用のパリレン層は、米国特許出願公報第2006/0246811号(ウインターズ(Winters)ら)に開示されている。例えば、120nmのパリレン層の重合体層を使用して、平坦化効果を達成し、また無機封入層によって生じる応力を軽減又は増大させる緩衝層の役割を果たすことができる。と推定される。

【0053】

図1のOLED装置を再び参照すると、基板10は、OLED装置8から放射された光を透過しなくてもよい。基板10の一般的な材料は、ガラス又はプラスチックである。第1の電極12は、反射性でよい。第1の電極12の一般的な材料は、アルミニウムと銀、アルミニウムと銀の合金、又は他の金属若しくは合金である。有機層14は、少なくとも発光層(LEL)を含むが、電子輸送層(ETL)、正孔輸送層(HTL)、電子阻止層(EBL)又は正孔阻止層(HBL)などの他の機能層を含む場合が多い。以下の考察は、機能層の数に依存せず、また有機層14の材料選択に依存しない。有機層14と陽極の間に正孔注入層が追加されることが多く、また有機層14と陰極の間に電子注入層が追加されることが多い。動作において、正電位が陽極に印加され、負電位が陰極に印加される。電子は、陰極から有機層14に注入され、印加電界によって移動されて、陽極に近づき、正孔は、陽極から有機層14に注入され、印加電界によって移動されて陰極に近づく。電子と正孔が有機層14内で結合するとき、OLED装置8によって光が生成され放射される。

【0054】

導電性電極16の材料は、酸化インジウム、酸化ガリウム、酸化亜鉛、酸化スズ、酸化モリブデン、酸化バナジウム、酸化アンチモン、酸化ビスマス、酸化レニウム、酸化タンタル、酸化タングステン、酸化ニオブ、酸化ニッケルなどの無機酸化物を含むことができる。これらの酸化物は、非化学量論性により導電性である。これらの材料の固有抵抗は、非化学量論性と移動度の程度に依存する。これらの特性ならびに光透過性は、付着条件を変化させることによって制御することができる。達成可能な固有抵抗と光透過性の範囲は、不純物ドーピングによって更に拡張することができる。これらの酸化物の2つ以上を混合することによって、特性の範囲を更に広げることができる。例えば、酸化インジウムと酸化スズ、酸化インジウムと酸化亜鉛、酸化亜鉛と酸化スズ、又は酸化カドミウムと酸化スズの混合物は、最も一般に使用されている透明導体である。

【0055】

上部発光OLED装置は、一番下の第1の電極12と1つ又は複数の有機層14が形成され且つ少なくとも1つの有機層が発光層である基板10を提供し、一番下の第1の電極12と反対の1つ又は複数の有機層の上に透明導電性酸化物を含み、100nm未満の厚さを有する導電性保護上部導電性電極16を形成し、導電性電極16と電気接触したパターン補助電極26を形成することによって形成されてもよい。

【0056】

代替として、下部発光OLED装置は、当業者によって理解されるように、透明導電性酸化物層からなる導電性保護下部電極を提供することによって形成されてもよい。

【0057】

本発明の封入パッケージを作成するために先行技術の原子層蒸着法を使用してもよいが、本発明を作成する方法の一実施形態は、第1と第2の反応ガスが送られる複数の開口を有する可動ガス配送マニホールド又は送出ヘッドを使用する。マニホールドは、薄膜封入パッケージ17を形成するために基板の上で並進される。そのような方法は、同一出願人による同時係属米国特許出願番号11/620,744号明細書と、米国特許出願公開第2008/0166880号明細書及び第2008/0166884号明細書と、米国特

10

20

30

40

50

許第7,413,982号明細書(レビイ(Levy))及び第7,456,429号明細書(レビイ(Levy))に詳細に記載されており、これらの開示は、本明細書の一部を構成するものとして全体がここに援用される。しかしながら、本発明は、前述のように、様々な先行技術の蒸着方法のうちのどれと共に使用されてもよい。

【0058】

従って、封入パッケージは、連続的(パルス的と対照的に)な気体材料供給を使用する蒸着方法によってOLED装置に付着されてもよい。そのような蒸着工程は、真空中だけでなく大気圧又はほぼ大気圧でも操作でき、また非密閉または開放環境で操作することができる。この蒸着工程は、大気圧の1/1000を超える内圧で進行することが好ましい。より好ましくは、透明な封入パッケージは、1大気圧以上の内圧で形成される。

10

【0059】

ALD方法では、封入パッケージの各層を1つずつ単一層で付着させることができるので、各層が等角になりかつ均一な厚さになる傾向があり、従って、基板上のすべての領域、特に普通なら短絡する場合があるピンホール領域を埋める傾向がある。有機層と電極上の酸化亜鉛薄膜を含む様々な薄膜の付着が、首尾良く実証された。また、反応させることができる種々の気体材料は、LockerとShahにより編集された「Handbook of Thin-film Process Technology, Vol. 1」Institute of Physics (IOP) Publishing, Philadelphia 1995, ページB1.5:1~B1.5:16と、Nalwaにより編集された「Handbook of Thin-film Materials」Vol. 1, ページ103~159に記載されている。前者の参考文献の表VI.5.1には、II、III、IV、V、VI属などの第1の金属含有前駆体を含む様々なALD法の反応物が列挙されている。後者の参考文献では、表IVに、種々のALD薄膜法で使用される前駆体の組み合わせが列挙されている。

20

【0060】

本発明のOLED装置は、必要に応じて、光学フィルタを封入パッケージと重ねるか又は組み合わせて使用して様々な周知の光学的効果を生成して、その特性を強化することもできる。これは、光透過が最大になるように封入パッケージを最適化するか、ディスプレイの上に防眩膜又は反射防止膜を設けるか、ディスプレイの上に極性媒体を設けるか、ディスプレイの上に有色フィルタ、減光フィルタ又は色変換フィルタを設けることを含む。具体的には、被覆の別個の層が、封入パッケージ層に加えて、フィルタ、偏光子、及び防眩若しくは反射防止膜を形成するために提供されてもよく、又は特に多層封入パッケージの場合に封入パッケージの予め設計された特徴として含まれてもよい。そのような光学的効果は、米国特許出願番号11/861,442号明細書にさらに詳しく記載されている。

30

【0061】

本発明は、能動又は受動マトリクスOLED装置によって実施されてもよい。また、これは、ディスプレイ内又は領域照明装置内に使用されてもよい。好ましい実施形態では、本発明は、限定ではなく米国特許第4,769,292号明細書(タング(Tang)ら)と米国特許第5,061,569号明細書(バンスライク(Van Slyke)ら)に開示されているような小分子又は高分子OLEDからなるフラットパネルOLED装置で使用される。有機発光ディスプレイの多くの組み合わせ及び変形を使用して、上部発光又は下部発光構造を有する能動及び受動両方のマトリクスOLEDディスプレイを含むそのような装置を製造することができる。

40

【実施例】

【0062】

<被覆装置の説明>

以下の薄膜例はすべて、図3に示されたフロー構成を有する原子層蒸着のための被覆装置を使用し、図3は、薄膜蒸着方法の原料物質のブロック図である。

【0063】

50

フロー構成は、酸素と水の汚染を 1 p p m 未満に除去するように浄化された窒素ガス流 8 1 が供給される。ガスは、マニホールドによって、パージ・ガスの流れと、反応性前駆体を選別するためにパブラに分流されたガスの流れとを制御するいくつかの流量計に分流される。窒素供給に加えて、空気流 9 0 も機器に送られる。空気は、湿気を除去するように予め処理される。

【 0 0 6 4 】

A L D 被覆装置には、窒素ガスで希釈された金属前駆体を含む金属（亜鉛）前駆体流 9 2、窒素ガスで希釈された非金属前駆体又は酸化剤を含む酸化剤含有流 9 3、不活性ガスだけからなる窒素パージ流 9 5 が送られる。これらの流れの組成と流量は、後述するように制御される。

10

【 0 0 6 5 】

ガス・パブラ 8 2 は、ジエチル亜鉛を含む。ガス・パブラ 8 3 は、トリメチル・アルミニウムを含む。両方のパブラは、室温で維持される。流量計 8 5 と 8 6 はそれぞれ、ジエチル亜鉛パブラ 8 2 とトリメチル・アルミニウム・パブラ 8 3 に純粋窒素の流れを送る。トリメチル・アルミニウムとジエチル亜鉛の流れは、O L E D 装置上に交互になった封入層を設けるために O L E D 装置に交互又は順次供給されてもよく、混合層のために同時に供給されてもよい。

【 0 0 6 6 】

パブラの産出物は、それぞれの前駆体溶液で飽和された窒素ガスを含む。これらの産出物の流れは、流量計 8 7 から送られた窒素ガス希釈流と混合されて、前駆体流 9 2 の全体的な流れが生じる。以下の例では、流れは以下の通りである。

20

流量計 8 5 : ジエチル亜鉛パブラ流へ

流量計 8 6 : トリメチル・アルミニウム・パブラ流へ

流量計 8 7 : 金属前駆体希釈流へ

ガス・パブラ 8 4 は、室温で制御用の純水（又は、本発明の例ではアンモニア入り水）を含む。流量計 8 8 は、純粋な窒素ガスの流れをガス・パブラ 8 4 に送り、その産出物は、飽和水蒸気の流れになる。空気流が、流量計 9 1 によって制御される。水パブラ産出物と空気流が、流量計 8 9 からの希釈流と混合されて、調節可能な水組成、アンモニア組成、酸素組成及び全流量を有する酸化剤含有流 9 3 の全体的な流れが生成される。以下の例では、流れは以下の通りである。

30

流量計 8 8 : 水パブラへ

流量計 8 9 : 酸化剤希釈流へ

流量計 9 1 : 空気流へ

流量計 9 4 は、被覆装置に送られる純粋窒素の流れを制御する。

【 0 0 6 7 】

次に、流れ 9 2、9 3 及び 9 5 は、大気圧被覆ヘッド 1 0 0 に送られ、図 4 に示されたようにチャンネル又はマイクロチェンバ・スロットから送出される。細長いチャンネルと基板 9 7 の間には、約 0 . 1 5 m m のギャップ 9 6 がある。マイクロチェンバは、およそ高さ 2 . 5 m m、幅 0 . 8 6 m m で、被覆ヘッドの長さは 7 6 m m である。この構成における反応物材料は、スロットに中間に送られ、前と後ろから流れ出る。

40

【 0 0 6 8 】

蒸着を行うために、被覆ヘッド 1 0 0 が、基板の一部分の上に位置決めされ、次に、矢印 9 8 で表わされたように、基板の上で往復運動される。往復周期の長さは、3 2 m m であった。往復周期の運動速度は、3 0 m m / 秒である。

【 0 0 6 9 】

< O L E D 試験条件、測定及び分析の説明 >

O L E D 装置の評価に使用される試験条件は、次の通りであった。

1) 陰極と陽極に電圧を印加することにより装置を点灯させる。

2) 点灯させた装置を、解像度 3 . 7 2 μ m / 画素と倍率 4 0 x の S O N Y X C - 7 5 モノクロ C C D カメラで撮影する。ダークスポットを正確に評価するために、装置に電圧

50

を印加して、試験アイコン上のダークスポットの存在と測定を認識するのに最良の視覚コントラストを生成した。

3) O L E D 装置を、室温 24 と相対湿度 (R H) 50 % で特定期間保管する (何台かの装置) 。

4) 湿度 / 酸素耐性試験を加速するために、装置を 85 / 85 % (85 / 85) R H (湿度) のチャンバ (H C) 内に保管する。

【 0 0 7 0 】

< 使用材料 >

(1) Me_3Al (Aldrich Chemical Co. から市販されている) 。

(2) Et_2Zn (Aldrich Chemical Co. から市販されている) 。

10

【 0 0 7 1 】

< 被覆装置を使用する封入方法の説明 >

O L E D 装置は、比較装置 1 で詳述されたように構成された。陰極層を形成した後で、O L E D 装置をクリーンルームから取り出し、薄膜封入層を付着させる前に大気にさらした。2.5 X 2.5 インチ角 (62.5 mm 角) の O L E D 装置を、この装置のプラテン上に配置し、真空補助機構によって適所に保持し、110 に加熱した。ガラス基板の付いたプラテンを、活性前駆体ガスの流れを導く被覆ヘッドの下に位置決めした。マイクロメータを使用して装置と被覆ヘッドの間隔を 30 ミクロンに調整した。

【 0 0 7 2 】

被覆ヘッドは、以下のものを流す分離チャンネルを有する。

20

(1) 不活性窒素ガス

(2) 窒素と空気と水蒸気の混合物

(3) 窒素と活性金属アルキル蒸気 (Me_3Al 又は Et_2Zn) の混合物。活性金属アルキル蒸気の流量は、個別の質量流量制御計によって、気密バブラに収容された純粋液体 (Me_3Al 又は Et_2Zn) 中に窒素をバブリングすることによって制御された。水蒸気の流れは、バブラ内の純水に通す窒素のバブリング量を調整することによって制御された。被覆ヘッドの温度を 40 で維持した。被覆工程は、被覆ヘッドを基板全体に指定周期数だけ振動させることによって開始された。

【 0 0 7 3 】

以下の実験では、ジエチル亜鉛を供給するために、26 s c c m 又は 13 s c c m の流量を使用した。トリメチル・アルミニウム・バブラ流を供給するために、4 s c c m の流量を使用した。金属前駆体希釈流を供給するために、180 s c c m 又は 150 s c c m の流量を使用した。水バブラ流を供給するために 15 s c c m の流量を使用した。酸化剤希釈流を供給するために 180 s c c m 又は 150 s c c m の流量を使用した。空気流を供給するために 37.5 s c c m 又は 31.3 s c c m の流量を使用した。

30

【 0 0 7 4 】

所望の厚さの酸化亜鉛又は酸化アルミニウム層を作成する周期数を知るために、蒸着工程を較正した。次に必要に応じて、その周期数を使用して O L E D 装置を封入層で被覆した。封入直後に、電極に電圧を印加して装置を点灯させた。

【 0 0 7 5 】

40

(実施例 1)

層の数と厚さを変化させた種々の多層 Al_2O_3 / ZnO スタックを作成し試験した。多層スタックは、全厚さが 2000 であった。

【 0 0 7 6 】

この結果から、 Al_2O_3 と ZnO 層からなる多層積層膜にクラックがほとんどないことが分かり、これは、多層膜スタックが応力にうまく適応したことを意味する。

【 0 0 7 7 】

また、多層 Al_2O_3 / ZnO 積層膜スタックが、良好な保護を提供できることも分かった。本発明の装置のうちの 2 つは、湿度チャンバの 24 時間と 48 時間後に O L E D 画素の中心でダークスポット成長を示さなかった (幾何学的配置と流量を最適化することに

50

よりエッジ成長をなくすことができる)。本発明のこれらの2つの装置の被覆は、以下の層の組み合わせからなっていた。

Al₂O₃ 120
 ZnO 100
 Al₂O₃ 100
 ZnO 150
 Al₂O₃ 200
 ZnO 200
 Al₂O₃ 1000

【0078】

10

(実施例2)

OLED装置は、空間依存性のある原子層蒸着ヘッドのマイクロチェンバ・スロット内で、別のチャンネル内の水を使用して、2つの酸化物の前駆体を組み合わせることにより作成されたAl₂O₃/ZnOの混合物を含む封入薄膜で被覆された。

【0079】

計450の振動周期を実行した。被覆工程では、最初に、120の純粋なAl₂O₃層を付着させた。次に、トリメチル・アルミニウム・バブラ流とジエチル亜鉛バブラ流への金属前駆体の流量を徐々に修正して、薄膜がZnOの100%に達するまでZnOの相対量を増やしAl₂O₃の相対量を減らした。次に、工程を逆方向に繰り返し、ZnOの相対量を減らし且つAl₂O₃の相対量を増やして、最終的に材料の100がAl₂O₃だけから成るようにした。混合Al₂O₃/ZnO薄膜の全厚さは、2000であった。

20

【0080】

被覆工程が完了した後で、電圧を電極に印加し、ダークスポットの特徴を決定した。次に、装置を、7日間、25とRH50%で維持した。この期間中、装置を繰り返し試験し、点灯されたときにダークスポットの成長がほとんどないことを実証した。Al₂O₃とZnOの混合薄膜は、類似の条件で保持された未封入装置と比べて、湿気と空気に対して極めて優れた保護を提供する。

【0081】

この結果から、クラックなし又はほとんどクラックなしに薄膜を付着させることができることが分かった。おそらく現在付着システム及びの気体混合の要素での組成の制御が難しいという理由のために、混合Al₂O₃/ZnOは、多層積層膜スタックだけでなく湿度チャンバ内でも機能しなかったが、混合Al₂O₃/ZnO薄膜は、単一Al₂O₃又は単一ZnO膜よりは優れていた。

30

【0082】

(実施例3)

この実施例では、前述のものと類似の装置を使用して薄膜材料被覆を実行した。アルミナと酸化亜鉛を被覆した。アルミナに関しては、一方のバブラにヘプタン中のトリメチル・アルミニウムの1M溶液があり、他方のバブラに水があった。酸化亜鉛に関しては、一方のバブラにヘキサン中のジエチル亜鉛15重量%溶液があり、他方のバブラに水があった。

40

【0083】

すべての酸化物に関して、バブラを通るキャリア・ガスの流量は50ml/分であった。水反応物のための希釈キャリア・ガスの流量は、300ml/分であった。不活性分離ガスの流量は2l/分であった。すべての例で、キャリア・ガスには窒素を使用した。酸化物に関して基板振動数に対する厚さ決定するために較正を行った。基板温度は、約220であった。

【0084】

ALDシステムを使用して、62x62x1mmスライド・ガラス上に酸化亜鉛層とアルミナ層を交互に付着させることによって封入干渉フィルタを作成した。層の目標厚さは

50

、基板の上から順番に以下の通りであった。

酸化亜鉛	100nm
アルミナ	100nm
酸化亜鉛	100nm
アルミナ	100nm
酸化亜鉛	100nm
アルミナ	200nm
酸化亜鉛	100nm
アルミナ	100nm
酸化亜鉛	100nm
アルミナ	100nm
酸化亜鉛	100nm

10

【0085】

図5Aにフィルタ層の図を示す。ほぼ570nmと700nm付近でピークを示すフィルタの吸光度を測定し、これは図5Bに示されている。

【0086】

(実施例4)

ALDシステムを使用して、下部発光OLED装置上に酸化亜鉛層とアルミナの層を交互に付着させることによって、干渉フィルタを有する封入パッケージを作成した。基板温度を110で維持した。層の目標厚さは、基板の上から順番に以下の通りであった。

20

酸化亜鉛	100nm
アルミナ	100nm
酸化亜鉛	100nm
アルミナ	100nm
酸化亜鉛	100nm
アルミナ	200nm
酸化亜鉛	100nm
アルミナ	100nm
酸化亜鉛	100nm
アルミナ	100nm
酸化亜鉛	100nm

30

【符号の説明】

【0087】

8 OLED装置、10 基板、12 第1の電極、14 有機層、16 導電性電極、17 封入薄膜パッケージ、18 光学フィルタ、20 カバー、26 補助電極、30 薄膜電子部品、32 平坦化層、40R、40G、40B カラー・フィルタ、50、52、54 発光領域、60 接着剤。

【 図 1 】

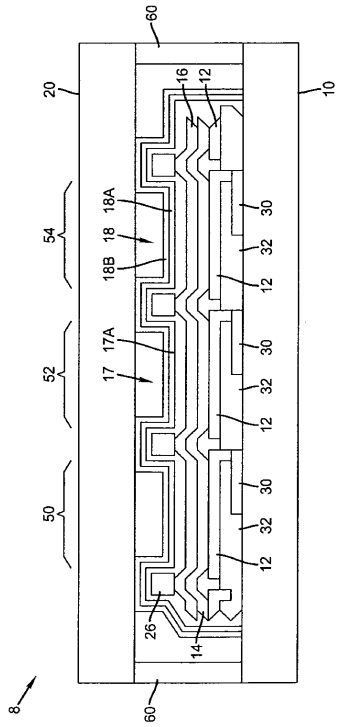


FIG. 1

【 図 2 】

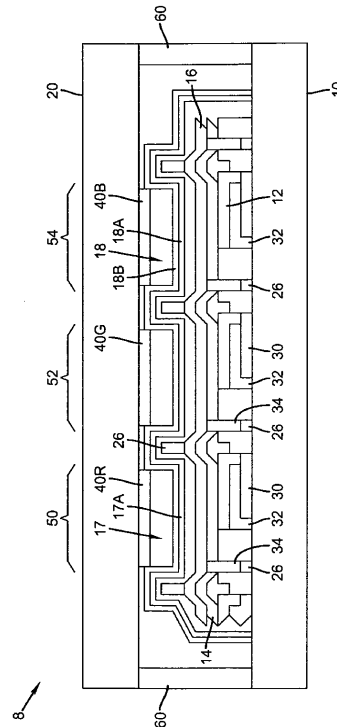


FIG. 2

【 図 3 】

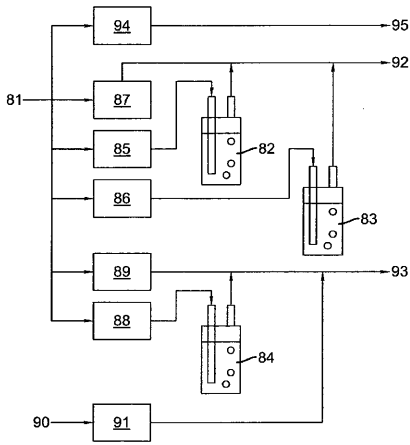


FIG. 3

【 図 4 】

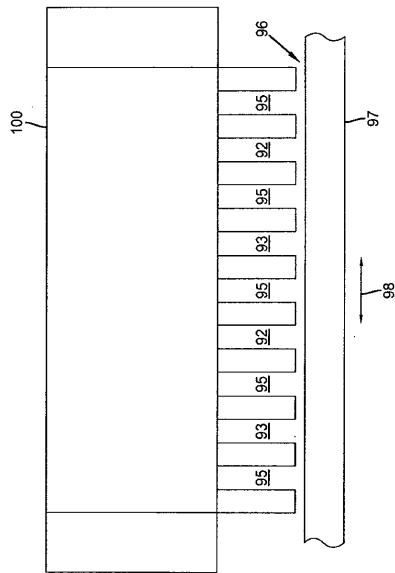
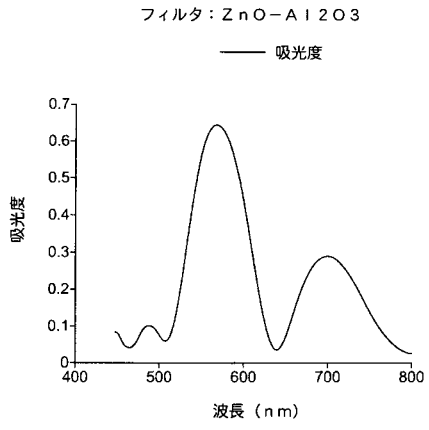


FIG. 4

【 図 5 B 】



【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US 09/02801												
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC(8) - G02B 5/30 (2009.01) USPC - 427/160; 427/162 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC														
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) USPC: 427/160; 427/162; 427/255.7 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched DialogPro: Chemical Engineering and General Research Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) WEST: US Patents full-text; US PGPubs full-text; EPO Abstracts; and JPO Abstracts; Google Terms: OLED, organic light-emitting device, substrate, electronic device, first inorganic material (zinc oxide, ZnO), second inorganic material (aluminum oxide, Al2O3), encapsulation layer, vapor deposition, optical thickness, optical														
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 10%;">Category*</th> <th style="width: 70%;">Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th style="width: 20%;">Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>X ---</td> <td>US 2007/0063641 A1 (COK et al.) 22 Mar. 2007 (22.03.2007); See Figs. 3 and 5; paras [0014-0055].</td> <td>1-3, 5-12 and 14-16 — 4 and 13</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>US 2007/0295388 A1 (ADRIANI et al.) 27 Dec. 2007 (27.12.2007); paras [0082] and [0125-0137].</td> <td>4 and 13</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>US 2006/0244371 A1 (COK et al.) 02 Nov. 2006 (02.11.2006); See entire document.</td> <td>1-16</td> </tr> </tbody> </table>			Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	X ---	US 2007/0063641 A1 (COK et al.) 22 Mar. 2007 (22.03.2007); See Figs. 3 and 5; paras [0014-0055].	1-3, 5-12 and 14-16 — 4 and 13	Y	US 2007/0295388 A1 (ADRIANI et al.) 27 Dec. 2007 (27.12.2007); paras [0082] and [0125-0137].	4 and 13	A	US 2006/0244371 A1 (COK et al.) 02 Nov. 2006 (02.11.2006); See entire document.	1-16
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.												
X ---	US 2007/0063641 A1 (COK et al.) 22 Mar. 2007 (22.03.2007); See Figs. 3 and 5; paras [0014-0055].	1-3, 5-12 and 14-16 — 4 and 13												
Y	US 2007/0295388 A1 (ADRIANI et al.) 27 Dec. 2007 (27.12.2007); paras [0082] and [0125-0137].	4 and 13												
A	US 2006/0244371 A1 (COK et al.) 02 Nov. 2006 (02.11.2006); See entire document.	1-16												
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/>														
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family														
Date of the actual completion of the international search 03 Jun. 2009 (03.06.2009)		Date of mailing of the international search report 17 JAN 2009												
Name and mailing address of the ISA/US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US, Commissioner for Patents P.O. Box 1450, Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. 571-273-3201		Authorized officer: Lee W. Young PCT Helpdesk: 571-272-4300 PCT OSP: 571-272-7774												

フロントページの続き

(51) Int.Cl.		F I	テーマコード (参考)
H 0 5 B 33/24 (2006.01)		H 0 5 B 33/24	
H 0 5 B 33/10 (2006.01)		H 0 5 B 33/10	

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

Fターム(参考) 2H048 GA04 GA18 GA33 GA60
 3K107 AA01 BB01 BB02 CC05 CC23 DD10 EE22 EE24 EE26 EE28
 EE32 EE48 EE50 FF06 FF15 FF17 GG04 GG28

专利名称(译)	有机发光二极管显示器，封装有滤波器		
公开(公告)号	JP2011523167A	公开(公告)日	2011-08-04
申请号	JP2011509467	申请日	2009-04-29
[标]申请(专利权)人(译)	伊斯曼柯达公司		
申请(专利权)人(译)	伊士曼柯达公司		
[标]发明人	フェドロフスカヤエレナー アゴステイネリジョンアルフォンス ココロナルドスティーブン		
发明人	フェドロフスカヤ エレーナ エー アゴステイネリ ジョン アルフォンス ココ ロナルド スティーブン		
IPC分类号	H05B33/04 H05B33/02 G02B5/28 H01L51/50 H05B33/12 H05B33/24 H05B33/10		
CPC分类号	G02B5/201 G02B5/288		
FI分类号	H05B33/04 H05B33/02 G02B5/28 H05B33/14.A H05B33/12.E H05B33/24 H05B33/10		
F-TERM分类号	2H048/GA04 2H048/GA18 2H048/GA33 2H048/GA60 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/BB02 3K107/CC05 3K107/CC23 3K107/DD10 3K107/EE22 3K107/EE24 3K107/EE26 3K107/EE28 3K107/EE32 3K107/EE48 3K107/EE50 3K107/FF06 3K107/FF15 3K107/FF17 3K107/GG04 3K107/GG28		
优先权	12/118880 2008-05-12 US		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

薄膜电子器件的制造方法本发明涉及一种薄膜电子器件的制造方法，该薄膜电子器件包括基板，在基板的第一表面上的电子器件，在薄膜电子器件上具有第一光学特性的第一无机材料的第一薄膜层，与第一光学特性的第一光学特性不同的第二光学特性无机材料的第二薄膜层，所述第一层或所述第二层中的至少一个也是包封层，所述第一薄膜层和第二薄膜层的至少所述光学过滤器的一部分配置，目标封闭的电子设备。

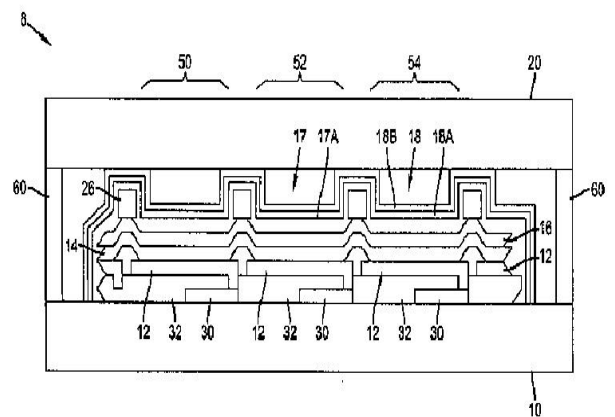


FIG. 1