

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) **公開特許公報** (A) (11)特許出願公開番号

特開2002 - 299041

(P2002 - 299041A)

(43)公開日 平成14年10月11日(2002.10.11)

(51) Int. Cl ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト [*] (参考)
H 0 5 B 33/04		H 0 5 B 33/04	3 K 0 0 7
33/10		33/10	
33/14		33/14	A

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 5 数)

(21)出願番号	特願2001 - 97952(P2001 - 97952)	(71)出願人	000005108 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地
(22)出願日	平成13年3月30日(2001.3.30)	(72)発明者	大石 知司 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内
		(72)発明者	嘉本 大五郎 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内
		(74)代理人	100075096 弁理士 作田 康夫

最終頁に続く

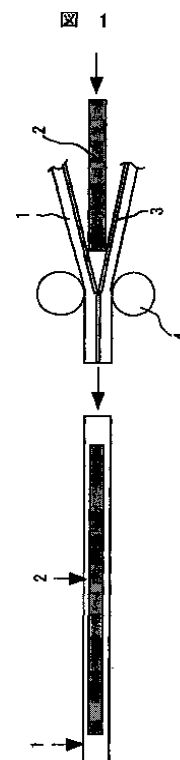
(54)【発明の名称】 有機 E L 装置に用いるフィルム基材及び有機 E L 素子

(57)【要約】

【課題】有機 E L 素子を表示装置として製品化する際に必要な封止材には高いガスバリア性が要求される。しかしながら従来のガスバリア性有機ポリマーや無機材料蒸着膜はガスバリア性が不十分であり、有機 E L 装置に用いるフィルムとして利用できない。

【解決手段】ガスバリア性能の非常に良好な極めて薄いガラスを有機樹脂、フィルムで補強したフィルム状基材をパッシベーション用封止材として用いる。

【効果】酸素及び水蒸気バリア性に優れた透明なパッシベーション用フィルム状基材が得られる。これにより得られるパッシベーション用フィルム状基材は、有機 E L 装置の耐劣化用保護膜として利用することができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】有機樹脂部と無機ガラス部を有する有機無機ハイブリッド材料から成る有機E L装置に用いるフィルム状基材であって、該フィルムはガラス基材が有機樹脂基材で挟まれた構造を有する事を特徴とする有機E L装置に用いるフィルム状基材。

【請求項2】有機樹脂部と無機ガラス部を有する有機無機ハイブリッド材料から成る有機E L装置に用いるフィルム状基材であって、該フィルムはガラス基材が厚さ400ミクロン以下である事を特徴とする有機E L装置に用

【請求項3】有機樹脂部と無機ガラス部を有する有機無機ハイブリッド材料から成る有機E L装置に用いるフィルム状基材であって、該フィルムはガラス基材を挟む有機樹脂が厚さ500ミクロン以下である事を特徴とする有機E L装置に用いるフィルム状基材。

【請求項4】有機樹脂部と無機ガラス部を有する有機無機ハイブリッド材料から成る有機E L装置に用いるフィルム状基材であって、該フィルムは透明であり、透過率が70%以上である事を特徴とする有機E L装置に用い

【請求項5】請求項1から4に記載の有機E L装置に用いるフィルムを用い、熱ラミネート法または接着剤により片面または両面から封止した構造を有する有機E L素子。

【請求項6】請求項1から5に記載の有機E L装置に用いるフィルムを用い、熱ラミネート法または接着剤により片面または両面から封止し、対向基板レス構造を有する有機E L素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、有機E L装置の耐劣化に有効なガスバリア性を有する有機E L装置に用いるフィルム及びそれを用いた有機E L素子に関する。

【0002】

【従来の技術】エレクトロルミネッセンス(E L)素子とは、固体蛍光性物質の電界発光またはE L発光と言われる現象を利用した発光デバイスであり、現在無機系材料を発光体として用いた無機E L素子が実用化され、液晶ディスプレイのバックライトやフラットディスプレイ等への応用展開が図られている。現在では、簡素な行程で低コストで作製が可能と期待されている有機E L素子の実用化を目指した研究が盛んに行われている。

【0003】ところが有機E L素子に使用される発光層や正孔輸送層等の有機固体は一般に水分や酸素に弱く、素子内に存在する水分や酸素により、ダークスポットの成長や輝度の低下を招く。従って有機E L素子の信頼性を保証するためには、有機材料や電極材料への水分及び酸素の進入を阻止すべく、素子を封止しなければならない。

【0004】有機E L素子の封止方法についてはこれまでに多数の提案がなされてきた。現在既に実用化されている方法としては、有機E L素子を吸湿材と共に金属封止する方法、背面電極の外側にガラス板を設けて背面電極とガラス板の間にシリコンオイルを封入する方法などがある。また、ガスバリア性に優れた有機フィルムや無機酸化物蒸着膜を有するフィルムで有機E L素子を封止する方法も多く提案されている。

【0005】有機E L素子を封止するフィルムとしては、ポリクロロトリフルオロエチレン(PCTFE)等の有機薄膜や、真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法等の物理気相成長法(PVD法)や、プラズマ化学気相成長法、熱化学気相成長法、光化学気相成長法等の化学気相成長法(CVD法)を利用して、プラスチック基材上にSiO₂、Al₂O₃、MgO等の無機酸化物膜を形成した、透明なガスバリア性フィルムが候補とされている。

【0006】一般の食品包装用として使用されている汎用的な有機ポリマーの酸素透過度は数10から数100cc/m²day、水蒸気透過度は数10から数100g/m²dayであり、ポリクロロトリフルオロエチレン(PCTFE)等、特にバリア性を強化した分子構造を有する有機ポリマーの酸素透過度は数cc/m²day、水蒸気透過度は数g/m²dayである。

【0007】一方、PVD法やCVD法を利用して、プラスチック基材上にSiO₂、Al₂O₃、MgO等の無機酸化物膜を形成したガスバリア性フィルムは緻密であり、例えば厚さ30μmPET基材上に蒸着された厚さ5μmのSiO_x膜の酸素透過性は、良好な膜では1cc/m²day、水蒸気透過性は1g/m²day程度である。特開平11-80934号ではプラスチック基材表面に蒸着したAl₂O₃膜表面を酸素ガスでプラズマ処理した後に水酸基を導入することにより、簡素な行程で酸化アルミニウムと水酸化アルミニウムの複合薄膜を設け、酸素透過度1.2cc/m²/day、水蒸気透過度2.0g/m²/dayを実現している。特開平11-332979号ではPET基材表面を酸素ガスでプラズマ処理した後に無機酸化物の蒸着膜を形成したフィルムにより、酸素透過度0.9cc/m²/day、水蒸気透過度0.8g/m²/dayを実現している。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】有機E L素子を表示装置として製品化する際に必要とされる封止材には、透明性と同時に、従来の食品包装用のものと比較して格段に高いガスバリア性が要求される。しかしながら上述したガスバリア性有機フィルムや無機蒸着膜に関しては、いずれの報告例でも有機E Lの封止用として有効なガスバリア性は実現されていない。公知のガスバリア性フィルムの厚みを厚くすることにより、有機E L素子封止に十分なガスバリア性を実現するためには、膜厚を10cm程

度にする必要がある。無機材料蒸着膜のガス透過性もまた膜厚の増加に伴い減少するが、膜厚が1000nm以上になるとガス透過性は一定値となりそれ以上減少しなくなるため、無機材料蒸着膜を厚くすることにより有機EL素子封止に十分なガスバリア性を実現することもまた困難である。従って単に膜厚を厚くする方法により、従来のガスバリア性有機ポリマーや無機材料蒸着膜を有機EL装置に用いる膜として利用することはできない。

【0009】また有機EL素子の封止方法についても様々な提案がなされているが、素子の軽量化、薄型化に関して未だに有効な封止方法は確立されていない。

【0010】本発明の目的は、有機EL素子の保護に十分なガスバリア性を有する有機EL装置に用いるフィルム及びそれを用いた有機EL素子構造を提供することである。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意検討した結果、極めて薄いガラスが非常に高いガスバリア性を有し、またこれを有機樹脂あるいは有機フィルムによりサンドイッチ型に補強したものがガラスの脆さを補い、可とう性を持ち、かつ強度も非常に強くなることを見出し、ガスバリア性と強度の両者の両立したフィルム状の基材を開発し、本発明に至ったものである。

【0012】この発明は以下のようにして実現が可能なものとなる。すなわち、有機樹脂部と無機ガラス部を有する有機無機ハイブリッド材料から成る有機EL装置に用いるフィルム状基材であって、該フィルムはガラス基材が有機樹脂基材で挟まれた構造を有する事を特徴とする有機EL装置に用いるフィルム状基材を作製したものである。また、有機樹脂部と無機ガラス部を有する有機無機ハイブリッド材料から成る有機EL装置に用いるフィルム状基材であって、該フィルムはガラス基材が厚さ400ミクロン以下である事を特徴とする有機EL装置に用いるフィルム状基材を作製したものである。また、有機樹脂部と無機ガラス部を有する有機無機ハイブリッド材料から成る有機EL装置に用いるフィルム状基材であって、該フィルムはガラス基材を挟む有機樹脂が厚さ500ミクロン以下である事を特徴とする有機EL装置に用いるフィルム状基材を作製したものである。また、有機樹脂部と無機ガラス部を有する有機無機ハイブリッド材料から成る有機EL装置に用いるフィルム状基材であって、該フィルムは透明であり、透過率が70%以上である事を特徴とする有機EL装置に用いるフィルム状基材を作製したものである。また、上記のようにして作製した有機EL装置に用いるフィルムを用い、熱ラミネート法または接着剤により片面または両面から封止した構造を有する有機EL素子を作製したものである。また、作製した有機EL装置に用いるフィルムを用い、熱ラミネート法または接着剤により片面または両面から封

止し、対向基板レス構造を有する有機EL素子を作製したものである。

【0013】本発明のフィルムは、極めて薄い厚さ400ミクロン以下のガラスを使用する。ガラスは一般的に知られているように有機高分子などに比べ、化学結合が強く、また凝集エネルギー密度、自由体積分率も小さいためガスバリア性能が非常に良好である。また、透明性が非常に高いため、光学的な用途には最適である。しかし、無機物質なため、非常にもろいことが最大の欠点である。ガラスの厚さを増せば強度は高くなるが、重量が増加し基材の厚みが増すため、軽薄短小の傾向が非常に強いディスプレイ装置からは敬遠される。このガスバリア性能は良好だが、非常にもろい厚さ400ミクロン以下の極薄ガラスを有機樹脂、有機フィルムで挟み補強すると可とう性を持たせながら強度を強めることができる。また、ガラスが中間に介在しているため、ガスバリア性能は非常に良好であり、水蒸気及び酸素の透過度は $0.01\text{ g/m}^2/\text{day}$ 以下である。これはガスバリア特性の評価機械の標準機であるMOC CON社の装置の検出限界以下の値である。このフィルム状の基材は、熱ラミネート法による非常に簡便な方法により作製できるため、性能の良いフィルム状基材を低コストで提供することができる。また、このフィルム状基材を用いて作製した有機ELは、ガスによる発光体の劣化が無いため長寿命であり、また従来のように缶封止構造が必要でないために極めて薄くかつ軽量なものが得られる。また、このフィルム状基材は透明なため、従来の光の取り出し方向とは逆に対向基板レス構造の実現が容易となり、光の取り出し効率の非常に良いものが得られ、発行輝度の高いものが得られる。

【0014】本発明による有機EL装置に用いるフィルムを用い、ガスバリア性を有する接着剤や熱ラミネート法等の方法で有機EL装置を片面または両面から封止することにより、軽量で薄型の有機EL装置を得る。本発明の有機EL装置に用いるフィルムはガスバリア性が高い上透明であるので、有機EL装置を対向基板レス構造にすることも可能である。このような構造により、光の取り出し効率が良好で、輝度の低下の無い高性能の有機EL装置を提供したものである。

【0015】

【発明の実施の形態】以下、実施例により本発明を更に詳細に説明する。

<実施例1>本発明による有機EL装置に用いるフィルムを作製するにあたり、以下のような方法により作製した。

【0016】厚さ50ミクロンの極薄ガラス(ホウ珪酸系ガラス; B5版サイズ)を有機フィルムである接着剤のついたPETフィルム(厚さ30ミクロン; A4版サイズ)の間に挟み、熱ロールの間を通し熱ラミネートした。この際使用する接着剤はガラス、有機フィルムと光

学的な整合性のとれるものを使用した。これにより全体厚み110ミクロンと非常に薄いが曲げやひねりなどの負荷に強いフィルム状基材を得た。この膜の透過率は可視光領域で80%と非常に高い透明性を有する。図1はこのフィルム状基材の構成と作製法である。図中、1：有機フィルム(30ミクロン)、2：極薄ガラス(50ミクロン)、3：接着層、4：熱ロールである。このフィルム状基材のガスバリア性能を以下の手法により測定した。

【0017】(1) 酸素透過度の測定

上述のように作製したガスバリア性フィルム状基材を使用し、温度30℃、湿度90%RHの条件で、米国モコン社(mocon)製の酸素透過度測定装置(Oxtran 2/20)を使用し、圧力差0.1MPaの条件で酸素透過度を測定した。装置の測定限界は0.01cc/m²/dayである。

【0018】(2) 水蒸気透過度の測定

上述のように作製したガスバリア性フィルム状基材を使

*用し、温度30℃、湿度90%RHの条件で、米国モコン社(mocon)製の透湿度測定装置(Permatran 2/20)を使用し、圧力差0.1MPaの条件で水蒸気透過度を測定した。装置の測定限界は0.01g/m²/dayである。

【0019】測定結果を表1に示す。

【0020】本発明によるガスバリア性フィルム状基材は、酸素透過度、水蒸気透過度とも測定限界以下の値を示し、極めて良好なガスバリア性能を有することが明らかとなった。表1に測定結果を比較試料のデータとともに示す。

【0021】PET基材(番号1)及びPET基材に無機材料蒸着膜(SiO_x, ITO)を形成したフィルム(番号2, 3)の酸素透過度及び水蒸気透過度に比べ、本発明のフィルム状基材(番号4)のガスバリア性が極めて高いことが示された。

【0022】

【表1】表 1

番号	試料構成	厚み(μm)	酸素透過度(cc/m ² /day)	水蒸気透過度(g/m ² /day)
1	PET	125	15	6
2	PET/SiO _x	125.06	0.8	1.0
3	PET/ITO	125.1	0.55	0.25
4	本発明品	110	測定限界以下	測定限界以下

【0023】<実施例2>実施例1で作製した高ガスバリア性フィルム状基材を用いて、有機EL素子を作製した。本実験で用いた有機EL素子は、図2に示すように、ガラス基板5上にTFTアレイ10、金属カソード6/有機EL層(緑色)7/ITO電極層8を積層したものである。大気圧(0.1MPa)窒素雰囲気中のグローブボックス内にて、有機EL素子(15mm×20mm)のITO電極上に、大きさ40mm×50mmに作製したパッシベーション用フィルム状基材9を接着剤にて貼り付けることにより有機EL素子を封止し、EL素子Aとした。同様に表1のフィルム1で封止した有機EL素子をEL素子Bとし、フィルム2で封止した有機EL素子をEL素子C、フィルム3で風した有機EL素子をEL素子Dとし、比較用EL素子とした。

【0024】これらの有機EL素子を、気温50℃、相対湿度90%の湿潤空气中に設置し、100V、400Hzの交流電源に接続し、連続点灯してその輝度を測定した。実験開始直後の輝度を100%とし、輝度の経時変化を測定した結果を図3に示す。本発明のパッシベーション用フィルム状基材で封止したEL素子Aは、他の比較用EL素子に比べて、輝度の低下率が小さいことが確認された。すなわち、本発明品を封止用フィルム材料

として作製した有機EL素子は、非常に信頼度の高い高性能なものであることが明らかとなった。

【0025】

【発明の効果】本発明により、酸素及び水蒸気バリア性に優れた透明なパッシベーション用フィルム状基材が得られる。これにより得られるパッシベーション用フィルム状基材は、有機EL装置の耐劣化用保護膜として利用することができる。また、高性能、高信頼性の有機EL製品を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】パッシベーション用フィルム状基材の構造例及び作製法。

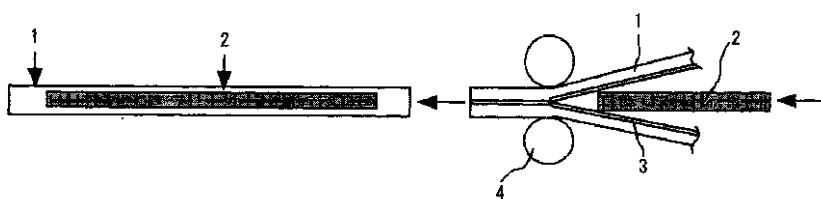
【図2】図1に記載のパッシベーション用フィルム状基材を搭載した有機ELの構造例。

【図3】本発明によるフィルムで封止した有機EL素子の輝度の経時変化。

【符号の説明】

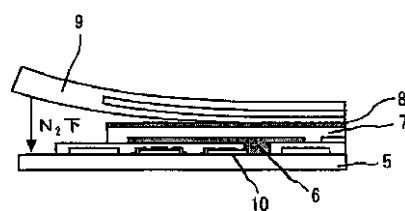
1...有機フィルム、2...極薄ガラス、3...接着層、4...熱ロール、5...ガラス基板、6...金属カソード、7...有機EL層、8...ITO電極、9...パッシベーション用フィルム状基材、10...TFTアレイ。

【図1】



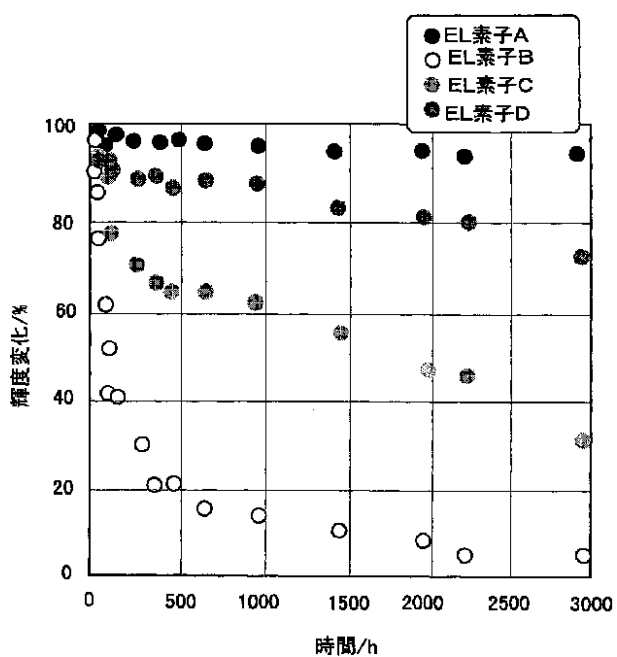
【図2】

図 2



【図3】

図 3



フロントページの続き

(72)発明者 坂元 耕三
 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株
 式会社日立製作所日立研究所内

(72)発明者 上野 巧
 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株
 式会社日立製作所日立研究所内

(72)発明者 荒谷 介和
 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株
 式会社日立製作所日立研究所内

Fターム(参考) 3K007 AB11 AB13 AB17 AB18 BA06
 CA01 CB01 DA01 DB03 EA01
 EB00 FA02

专利名称(译)	用于有机EL器件的膜基材和有机EL元件		
公开(公告)号	JP2002299041A	公开(公告)日	2002-10-11
申请号	JP2001097952	申请日	2001-03-30
[标]申请(专利权)人(译)	株式会社日立制作所		
申请(专利权)人(译)	株式会社日立制作所		
[标]发明人	大石知司 嘉本大五郎 坂元耕三 上野巧 荒谷介和		
发明人	大石 知司 嘉本 大五郎 坂元 耕三 上野 巧 荒谷 介和		
IPC分类号	H05B33/04 H01L51/50 H01L51/52 H05B33/10 H05B33/14		
CPC分类号	H01L51/5237 H01L51/524 H01L51/5253 H01L2251/5338 H01L2251/558		
FI分类号	H05B33/04 H05B33/10 H05B33/14.A		
F-TERM分类号	3K007/AB11 3K007/AB13 3K007/AB17 3K007/AB18 3K007/BA06 3K007/CA01 3K007/CB01 3K007/DA01 3K007/DB03 3K007/EA01 3K007/EB00 3K007/FA02 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC23 3K107/EE43 3K107/EE45 3K107/EE50 3K107/FF06 3K107/FF15 3K107/GG37		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：解决将有机EL元件形成为作为显示装置的产品的问题，其中常规的阻气性有机聚合物和无机材料气相沉积膜的阻气性能不足，并且不能用作膜用于需要高阻气性能的有机EL器件用于所需的密封材料。解决方案：通过有机树脂和薄膜增强极薄玻璃的高度适当的阻气性能，使用薄膜状基材作为钝化密封材料。因此，获得了具有优异的氧气和蒸汽阻隔性能的透明钝化膜状基材。由此获得的钝化膜状基材可用作有机EL器件的耐劣化保护膜。

