

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-79209**(P2004-79209A)**(43) 公開日 **平成16年3月11日(2004.3.11)**(51) Int.Cl.⁷**H05B 33/04****H05B 33/14**

F I

H05B 33/04

H05B 33/14

テーマコード (参考)

3K007

A

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2002-233834 (P2002-233834)

(22) 出願日 平成14年8月9日 (2002.8.9)

(71) 出願人 302001631

泉陽商事株式会社

大阪府大阪市北区南森町2丁目2番2号

(71) 出願人 597114270

株式会社国際基盤材料研究所

神奈川県川崎市川崎区南渡田町1番1号

(74) 代理人 100099726

弁理士 大塚 秀一

(72) 発明者 栗栖 保之

大阪市北区南森町2丁目2番2号 泉陽商事株式会社内

(72) 発明者 遠藤 昌之

神奈川県川崎市南渡田町1番1号 株式会社国際基盤材料研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機ELパネル用捕水部材及び有機ELパネル

(57) 【要約】

【課題】有機ELパネルにおいて、廉価にして捕水機能を向上させることを課題とする。

【解決手段】有機EL素子を、封止缶あるいはキャップガラス等の封止部材によって封止して成る有機ELパネルにおいて、前記封止部材の内面に、 γ -Al₂O₃を分散させたバインダーを塗布した後、所定温度で焼成する。これにより、有機ELパネルの封止部材の内面には捕水部材が形成されるため、有機ELパネルは廉価な構成で捕水機能が向上し又、表示品位が向上する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

γ — Al_2O_3 を有することを特徴とする有機 EL パネル用捕水部材。

【請求項 2】

前記 γ — Al_2O_3 はバインダーに分散して成ることを特徴とする請求項 1 記載の有機 EL パネル用捕水部材。

【請求項 3】

前記 γ — Al_2O_3 を分散したバインダーは有機 EL パネルの封止部材内面に塗布されることを特徴とする請求項 2 記載の有機 EL パネル用捕水部材。

【請求項 4】

前記 γ — Al_2O_3 を分散したバインダーを焼成して成ることを特徴とする請求項 2 又は 3 記載の有機 EL パネル用捕水部材。

【請求項 5】

有機 EL 素子を封止部材内に保持して成る有機 EL パネルにおいて、前記封止部材内に捕水部材としての γ — Al_2O_3 を有することを特徴とする有機 EL パネル。

【請求項 6】

有機 EL 素子を封止部材内に保持して成る有機 EL パネルにおいて、前記 γ — Al_2O_3 を分散して成るバインダーを前記封止部材内面に塗布し焼成して成ることを特徴とする請求項 5 記載の有機 EL パネル。

【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 EL (Electroluminescent) ディスプレイパネルに用いられるパネル内捕水用キャップガラスあるいは封止缶の改良、及び、そのキャップガラスあるいは封止缶を用いた有機 EL パネルに関する。

【0002】

【従来の技術】

有機 EL ディスプレイは、その発光層が水分に弱く、実用上はパネル内に水分吸着用の捕水剤を用いる必要がある。この捕水剤は、有機 EL 発光層を形成するガラス基板とは別のガラス基板、もしくは金属板上に捕水剤単独、もしくはバインダー中に捕水剤を分散させた状態で塗布して有機 EL 層を有するガラス基板と対向する位置に貼り合わせて用いている。

【0003】

捕水剤には、大別するとシリカゲル、合成ゼオライトなどに代表される物理吸着性のものと、五酸化リンや酸化カルシウム等に代表される化学吸着性のものとがある。

物理吸着性の捕水剤は、水分をその表面に物理的に吸着させるもので取り扱いが容易であるが、100 程度で吸着した水分を放出してしまい有機 EL 用パネルの捕水剤としては不適當である。

【0004】

一方、化学吸着性の捕水剤は化学反応や結晶水として取り込むことから 100 程度ではいったん吸着した水分を再放出することはない。従って、一般的に有機 EL パネルの捕水剤として使用されるのは化学吸着タイプの捕水剤である。具体的には酸化バリウムか酸化カルシウムである。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

有機 EL パネルの捕水剤が化学吸着タイプであることは、一度吸着した水分が容易に放出されないため、吸着した水分を放出させるためには高温で加熱する必要があり、例えば酸化バリウムであれば 408、酸化カルシウムであれば 580 とバインダーの耐熱性を考慮すればほとんど不可能に近い温度となる。

【0006】

10

20

30

40

50

従って、化学的吸着による捕水剤を使用する場合は、水分の吸着をできるだけ避ける必要があり、捕水剤の使用は乾燥された環境が必要となりすべて乾燥した窒素環境下で操作をしなければならない。そのため、乾燥したグローブボックスが必要となり、多大な設備投資と操作性の低下が量産をする上で問題となっている。

【0007】

本発明は、有機ELパネルにおいて、廉価にして捕水機能を向上させることを課題としている。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明によれば、 $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ を有することを特徴とする有機ELパネル用捕水部材が提供される。 10

ここで、前記 $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ はバインダーに分散して成るように構成してもよい。

また、前記 $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ を分散したバインダーは有機ELパネルの封止部材内面に塗布されるように構成してもよい。

また、前記 $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ を分散したバインダーを焼成して成るように構成してもよい。

【0009】

また、本発明によれば、有機EL素子を封止部材内に保持して成る有機ELパネルにおいて、前記封止部材内に捕水部材としての $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ を有することを特徴とする有機ELパネルが提供される。

ここで、有機EL素子を封止部材内に保持して成る有機ELパネルにおいて、前記 $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ を分散して成るバインダーを前記封止部材内面に塗布し焼成して成るように構成してもよい。 20

【0010】

【発明の実施の形態】

本願発明者は、前記従来の問題点を解決するために種々検討した結果、通常の大気中で、有機EL発光層を形成するガラス基板とは別のガラス基板、もしくは金属板上に、 $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ の微粒子をバインダー中に分散させた溶液を塗布した後、200 以上に加熱する方法により、驚くべきことに捕水能力が十分あるとともに、100 程度の加熱ではいったん吸着した水分を再び放出することのないことを見出した。

【0011】

さらに驚くべきことには、200 以上で焼成した捕水膜付きのキャップガラス、もしくは封止缶を水洗浄した後、再度200 以上で加熱したところ捕水能力が十分あるとともに、100 程度の加熱では、いったん吸着した水分を再び放出することのないことが判明した。 30

【0012】

このことは、従来行われてきた、捕水剤を分散したり、塗布したりする工程をすべて乾燥した環境で操作する必要がなくなり、大気中で水分を全く気にすることなく操作でき、捕水剤を分散するためのバインダー等の乾燥も必要なくなり、捕水剤を塗布したガラスキャップ、もしくは封止缶を焼成してから乾燥した環境で取り扱えばよいことになり、量産する上での設備投資額の大幅な低下と、操作性の大幅な向上が可能となった。 40

【0013】

本実施の形態に係る捕水剤は、 $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ でなければならない。 $\alpha - \text{Al}_2\text{O}_3$ は非常に安定であるが、一度吸湿すると捕水剤としての機能を発揮するには非常に高温(800 以上)で再加熱を行う必要があり、上記のような目的には使用できない。それに対し、 $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ は一度吸湿しても200 以上で加熱すれば、脱水することができ、捕水剤としての機能を十分発揮することが可能になる。

【0014】

有機ELパネル用の捕水剤として公知の、酸化バリウム(BaO)や酸化カルシウム(CaO)も一度吸湿すると、400 以上の高温で加熱しないと化学的に吸着した水分を除去することが不可能となり、そのような高温で焼成すると捕水剤を分散、塗布するため 50

のバインダーが分解するため、上記のような目的の捕水膜として使用できない。

【0015】

本実施の形態に用いられる捕水剤のバインダーの種類としては無機系材料でも良く、有機系の材料でも良い。

無機系バインダーとしてはアルコキシシランの加水分解によるゾルゲル塗膜が挙げられる。アルコキシシランとしてはテトラメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、ジメトキシジメチルシラン、ジメトキシジエチルシラン、テトラエトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、ジエトキシジメチルシラン、ジエトキシジエチルシラン、ジメトキシメチルフェニルシランなどが挙げられる。

10

【0016】

また、塗膜強度を向上させるために、少量のアルコキシジルコニウムを添加することでもできる。アルコキシシランの加水分解塗膜はアルコキシシランに H_2O を0.1mol%以上添加し、さらに触媒として酸あるいはアルカリをごく微量添加させゾルゲル反応を起こさせる。触媒を添加せずに加熱することによりゾルゲル反応を起こさせることも可能である。

【0017】

反応溶液を基板に塗布した後高温で焼成することにより塗膜を形成することが出来るが膜厚が厚くなるとクラックが生じやすくなるため、クラック防止剤として各種添加剤を添加することもある。添加剤としてはアクリルシリコン剤例えばカネカゼムラックがある。また、イミドとシリコンを反応させたイミドシリコンが挙げられる。

20

【0018】

有機系バインダーとしては種々の樹脂を用いることが出来る。例えばアクリル樹脂、エポキシ樹脂、スチレン樹脂等である。

アクリル樹脂はアクリル基を有するモノマーを重合して得られる樹脂であり、またアクリル基を有するモノマーあるいはオリゴマーを塗布成膜後に熱、光などの手段で反応させて得られる樹脂である。

【0019】

エポキシ樹脂はエポキシ基を有する樹脂であり、またエポキシ基と反応する官能基を有する硬化剤と反応させた樹脂である。エポキシ基と反応する官能基を有する硬化剤をあらかじめ混合しておいても良く、使用前に混合しても良い。

30

スチレン系樹脂はスチレン基を有する樹脂であり、またスチレン基の一部を混入させた樹脂である。

【0020】

また有機系バインダーと無機系バインダーを混合してもよく、あらかじめ反応させたハイブリットタイプの樹脂でも良い。ハイブリットタイプの樹脂としてはカネカゼムラック等アクリルシリコン系が挙げられる。これらの樹脂を有機溶媒に溶解することにより塗膜形成用溶液を作製できる。樹脂溶液の濃度は10wt%以上で好ましくは20~80wt%である。

【0021】

捕水剤塗膜の作製はバインダー溶液に $\gamma-Al_2O_3$ 粒子をバインダーの固形分に対し1wt%以上、好ましくは5~50wt%添加し十分に攪拌する。あらかじめ $\gamma-Al_2O_3$ 粒子を分散させた溶液を添加させても良い。

40

均一になった $\gamma-Al_2O_3$ 粒子のバインダー溶液を基板に塗布した後、焼成する。塗布の方法はスピンコーター、ロールコーター、スプレーコーター、インクジェット法、ディスペンサーなどによる方法で良く、特に限定するものではない。

【0022】

焼成温度は200以上であり、好ましくは230~300である。200以下の温度で焼成すると、吸湿した $\gamma-Al_2O_3$ の脱水が長時間かかる上に、捕水剤として使用する上で、一度捕水した水を、100程度の加熱で再放出する水分量がやや多くなる傾

50

向にある上、一度捕水した水を 100 程度の加熱で再放出する水分量がやや多くなる傾向にある。230 以上で加熱すると、吸湿した $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ の脱水時間が早くなる上、一度捕水した水を、100 程度の加熱で再放出する水分量がごく微量になる。

【0023】

本実施の形態に用いられる有機 EL 素子の構造について以下に述べる。素子の構造自体は公知の構造をとることが出来る。例えば陽極 / 電化 (正孔) 輸送剤 / 発光層 / 陰極 (/ は層を積層したことを示す)、あるいは陽極 / 導電性高分子 / 電荷 (正孔) 輸送層 / 発光層 / 電荷 (電子) 輸送層 / 陰極等が挙げられる。

【0024】

以下、有機 EL 素子の作製について陽極 / 電荷 (正孔) 輸送層 / 発光層 / 陰極の構造のものを例にとって作製法を以下に述べる。 10

一对の電極のうち透明、または半透明な電極としてはガラス、透明プラスチック等の透明基板の上に透明、または半透明電極を形成する。これを陽極とする。電極の材料としては導電性の金属酸化物膜、半透明の金属薄膜等が用いられる。具体的にはインジウム・スズ・オキサイド (ITO)、酸化スズ (NESA)、Au、Pt、Ag、Cu 等が用いられる。作製方法としては、真空蒸着法、スパッタリング法、メッキ法等が用いられる。

【0025】

ついで電荷輸送層を設けるが、材料としてはオキサジアゾール誘導体、チオフェン系ポリマーなどが使用される。具体的には、ポリビニルカルバゾール、PEDOT (バイエル社製) 等が用いられる。 20

次に電荷輸送層の上に発光層を設けるが、発光層の材料は公知のものが使用できる。低分子タイプ、高分子タイプのいずれでも良く、発光層の作製方法は真空蒸着法、スパッタリング法、スピンコート、インクジェット法等の材料に適した方法が用いられる。

【0026】

次いで、発光層の上に電極を設ける。この電極は電子注入陰極となる。この材料としては、特に限定されないが、イオン化エネルギーの小さい材料が好ましい。例えば、Al、In、Mg、Mg-Ag 合金などが用いられる。該陰極の作成方法としては公知の真空蒸着法、スパッタリング法等が用いられる。

上記のようにして本発明の有機 EL 素子を作成することができるが、別の構造のものについても同様の方法で作製が可能である。 30

【0027】

本実施の形態に係る捕水剤を、キャップガラスあるいは金属キャップ等の封止部材内面に塗布した有機 EL パネルは、上記のようにして作製された有機 EL 素子付き基板を前述した捕水剤付きキャップガラスあるいは金属キャップ等の封止部材で封止することにより作製することができる。

以上のように、本実施の形態に係る有機 EL パネル用捕水部材は、 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ を有することを特徴としている。また、 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ はバインダーに分散して成るように構成している。また、 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ を分散したバインダーは有機 EL パネルの封止部材内面に塗布するように構成している。また、 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ を分散したバインダーは有機 EL パネルの封止部材内面に塗布した後、所定温度で焼成するようにしている。また、 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ を分散したバインダーは有機 EL パネルの封止部材内面に塗布した後、乾燥するようにしている。 40

【0028】

本実施の形態に係る捕水剤 (有機 EL パネル用捕水部材) は、水洗などによって一度吸湿しても、再度加熱することによって再び捕水機能を発揮するため、有機 EL パネルを量産する上で非常に有用である。従来の捕水剤を使用すると、塗布するためのバインダー溶液から乾燥した状態を保つ必要があり、多大な労力と設備投資が必要とされるに比べ、本実施の形態の捕水剤を使用すれば、非常に安価な有機 EL パネルが得られ、産業上有用である。

【0029】

また、本実施の形態に係る有機ELパネルは、有機EL素子を封止部材内に保持して成る有機ELパネルにおいて、前記封止部材内に捕水部材としての γ - Al_2O_3 を有することを特徴としている。また、有機EL素子を封止部材内に保持して成る有機ELパネルにおいて、前記 γ - Al_2O_3 を分散して成るバインダーを前記封止部材内面に塗布して成るように構成している。

したがって、捕水能力に優れた有機ELパネルを構成でき、また、安定した輝度等、表示品位の優れた有機ELパネルを構成することが可能になる。

【0030】

【実施例】

以下、実施例により本願発明を具体的に説明するが、本願発明はこれらに限定されるものではない。 10

〔実施例1〕

ジメトキシジメチルシランを酸触媒で加水分解した溶液100グラム（固形分濃度30wt%）に γ - Al_2O_3 のイソプロピルアルコール分散溶液（固形分濃度20wt%）50グラムを添加し、分散機（ナノマイザー）を用いて均一に混合した。0.7mm厚の透明ガラス基板にサンドブラスト加工を施し、さらにフッ酸によるエッチング処理を施して深さ0.3mmの凹部を形成したガラス基板に酸化アルミニウムの分散アルコキシシラン溶液を塗布し、300のホットプレートで30分間焼成した。

【0031】

得られたキャップガラスを超純水で超音波洗浄した後、再度、300で乾燥し、直ちに 20
、陽極としてITOを、発光層として低分子タイプの各RGBの発光画素を、陰極としてAlをそれぞれ積層した有機EL素子基板と貼り合わせた。得られた有機ELパネルの発光寿命は良好な値を示した。

【0032】

〔実施例2〕

アクリルシリコン溶液（鍾淵化学工業製カネカゼムラックYC5920）100グラム（固形分濃度50wt%）に硬化剤（鍾淵化学工業製BT120S）を10グラムと γ - Al_2O_3 のキシレン分散溶液（固形分濃度20wt%）を50グラム添加し、分散機を用いて均一に混合した。

【0033】

実施例1で用いたと同様の処理を施したキャップガラス基板に γ - Al_2O_3 の分散アクリルシリコン溶液を塗布した後、230で30分間焼成した。 30

得られたキャップガラスを超純水で超音波洗浄した後、再度、230で乾燥し、陽極としてITOを、電子注入層として導電性高分子（バイエル社製のPEDOT）を発光層として高分子タイプの各RGBの発光画素を、陰極としてAlをそれぞれ積層した有機EL素子基板と貼り合わせた。得られた有機ELパネルの発光寿命は良好な値を示した。

【0034】

〔実施例3〕

イミドアクリルモノマー（東亜合成製 Aronix TO-1534）の70wt%ジグライム溶液100グラムに γ - Al_2O_3 のキシレン分散溶液（固形分濃度20wt%） 40
50グラムを添加し、分散機を用いて均一に混合した。封止缶の凹部に γ - Al_2O_3 分散アクリルモノマー溶液を塗布し230で乾燥した後、UV照射を行い硬化した。得られた封止缶を超純水で超音波洗浄した後、再度、230で乾燥し、実施例1と同様の有機EL素子基板と得られた封止缶を貼り合わせた。得られた有機ELパネルの発光寿命は良好な値を示した。

【0035】

〔実施例4〕

エポキシ樹脂（住友化学工業製ESC N-195XL）と硬化剤（昭和高分子製BRG-557）からなる50wt%乳酸エチル溶液100グラムに γ - Al_2O_3 のキシレン分散溶液（固形分濃度20WT%）を50グラム添加し、分散機を用いて均一に混合した。 50

【 0 0 3 6 】

実施例 1 で用いたと同様の処理を施したキャップガラス基板に γ - Al_2O_3 分散エポキシ溶液を塗布した後、250 で焼成した。得られたキャップガラスを超純水で超音波洗浄した後、再度、250 で乾燥し、直ちに、実施例 1 と同様の有機 EL 素子基板と得られたキャップガラスを貼り合わせた。得られた有機 EL パネルの発光寿命は良好な値を示した。

【 0 0 3 7 】

〔 比較例 1 〕

アクリルシリコン溶液（鐘淵化学工業製カネカゼムラック YC5920）100 グラム（固形分濃度 50 wt %）に硬化剤（鐘淵化学工業製 BT120S）を 10 グラムと α - Al_2O_3 のキシレン分散溶液（固形分濃度 20 wt %）を 50 グラム添加し、分散機を用いて均一に混合した。

10

【 0 0 3 8 】

実施例 1 で用いたと同様の処理を施したキャップガラス基板に α - Al_2O_3 の分散アクリルシリコン溶液を塗布した後、230 で 30 分間焼成した。得られたキャップガラスを超純水で超音波洗浄した後、再度、230 で乾燥し、陽極として ITO を、電子注入層として導電性高分子（バイエル社製の PEDOT）を発光層として高分子タイプの各 RGB の発光画素を、陰極として Al をそれぞれ積層した有機 EL 素子基板と貼り合わせた。得られた有機 EL パネルの発光寿命は短かった。

20

【 0 0 3 9 】

〔 比較例 2 〕

アクリルシリコン溶液（鐘淵化学工業製カネカゼムラック YC5920）100 グラム（固形分濃度 50 wt %）に硬化剤（鐘淵化学工業製 BT120S）を 10 グラムと酸化バリウムのキシレン分散溶液（固形分濃度 20 wt %）を 50 グラム添加し、分散機を用いて均一に混合した。

【 0 0 4 0 】

実施例 1 で用いたと同様の処理を施したキャップガラス基板に酸化バリウムの分散アクリルシリコン溶液を塗布した後、230 で 30 分間焼成した。得られたキャップガラスを超純水で超音波洗浄した後、再度、230 で乾燥し、陽極として ITO を、電子注入層として導電性高分子（バイエル社製の PEDOT）を発光層として高分子タイプの各 RGB の発光画素を、陰極として Al をそれぞれ積層した有機 EL 素子基板と貼り合わせた。得られた有機 EL パネルの発光寿命は短かった。

30

【 0 0 4 1 】

【 発明の効果 】

本発明の有機 EL パネル用捕水部材によれば、有機 EL パネルにおいて、廉価にして捕水機能を向上させることが可能になる。

また、本発明の有機 EL パネルによれば廉価にして捕水機能を向上させることが可能になり、したがって、表示品位の優れた有機 EL パネルを提供することが可能になる。

フロントページの続き

(72)発明者 竹内 安正

神奈川県川崎市南渡田町 1 番 1 号 株式会社国際基盤材料研究所内

F ターム(参考) 3K007 AB13 AB18 BB01 BB05 DB03 FA03

专利名称(译)	用于有机EL面板和有机EL面板的水捕获构件		
公开(公告)号	JP2004079209A	公开(公告)日	2004-03-11
申请号	JP2002233834	申请日	2002-08-09
[标]申请(专利权)人(译)	国际基盘材料研究所股份有限公司		
申请(专利权)人(译)	泉阳商事株式会社 有限公司国际基础材料研究所		
[标]发明人	栗栖保之 遠藤昌之 竹内安正		
发明人	栗栖 保之 遠藤 昌之 竹内 安正		
IPC分类号	H05B33/04 H01L51/50 H05B33/14		
FI分类号	H05B33/04 H05B33/14.A		
F-TERM分类号	3K007/AB13 3K007/AB18 3K007/BB01 3K007/BB05 3K007/DB03 3K007/FA03 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC23 3K107/CC45 3K107/EE42 3K107/EE53 3K107/GG06		
代理人(译)	大冢秀		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：以低廉的价格降低有机EL面板的成本并改善集水功能。
 解决方案：在通过用诸如密封罐或盖板玻璃之类的密封件密封有机EL元件而形成的有机EL面板中， γ -Al₂O₃附着在密封件的内表面。在施加分散的粘合剂之后，将其在预定温度下烘烤。结果，由于在有机EL面板的密封构件的内表面上形成了集水构件，因此以廉价的结构提高了有机EL面板的集水功能，并且提高了显示质量。