

(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2015-5468

(P2015-5468A)

(43) 公開日 平成27年1月8日 (2015. 1. 8)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
H 0 5 B 33/04 (2006.01)	H 0 5 B 33/04	3 K 1 0 7
H 0 1 L 51/50 (2006.01)	H 0 5 B 33/14 A	

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2013-131245 (P2013-131245)	(71) 出願人	000001007
(22) 出願日	平成25年6月24日 (2013. 6. 24)		キヤノン株式会社
			東京都大田区下丸子3丁目30番2号
		(74) 代理人	100096828
			弁理士 渡辺 敬介
		(74) 代理人	100110870
			弁理士 山口 芳広
		(72) 発明者	吉武 修
			東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キ
			ヤノン株式会社内
		Fターム (参考)	3K107 AA01 BB01 CC23 CC27 EE42
			EE53 FF15

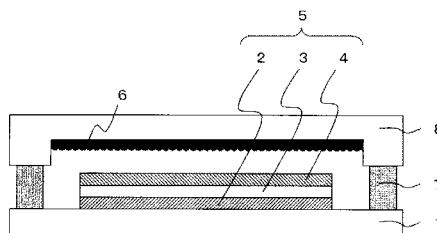
(54) 【発明の名称】 有機EL表示装置

(57) 【要約】

【課題】吸湿層としてポリシラザンを利用する際、吸湿界面が平滑であると吸湿活性があるにもかかわらず水分と直接接触する機会のない吸湿剤の比率が多くなる。そのため、外部から侵入した水分が吸湿層で十分に吸収されず、ダークスポットと呼ばれる非発光領域が発生しやすくなる。

【解決手段】吸湿層6は吸水性を有するケイ素ポリマーと微粒子を含み、凹凸構造を有する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

基板と、前記基板上に形成される有機 E L 素子と、吸湿層と、前記基板と対向する封止基板と、前記基板と前記封止基板とを接合する接着層とを備える有機 E L 表示装置において、

前記吸湿層は吸水性を有するケイ素含有ポリマーと微粒子を含み、表面に凹凸構造を有することを特徴とする有機 E L 表示装置。

【請求項 2】

前記吸湿層のケイ素含有ポリマーがポリシラザンであることを特徴とする請求項 1 に記載の有機 E L 表示装置。

10

【請求項 3】

前記吸湿層中の微粒子がヒュームドシリカであることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の有機 E L 表示装置。

【請求項 4】

前記吸湿層の膜厚が 100 乃至 2000 nm であることを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれか 1 項に記載の有機 E L 表示装置。

【請求項 5】

前記微粒子の一次粒子の平均粒径が 5 乃至 100 nm であることを特徴とする請求項 1 乃至 4 のいずれか 1 項に記載の有機 E L 表示装置。

20

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、有機 E L 表示装置に関するものである。

【背景技術】**【0002】**

有機 E L 表示装置は、陰極と陽極との間に電流を印加することによって、両電極間にある有機化合物層が発光する。ここで有機 E L 表示装置は、自発光性であるために視認性が高く、また液晶表示装置に比べて薄型軽量化が可能である。そのため、特にモバイル用途での応用展開が進められており、携帯電話やタブレット端末等の表示装置として実用化されている。

30

【0003】

しかし、有機 E L 表示装置は、ごく微量の水分や酸素等により有機発光材料が変質したり、発光層と電極との間で剥離等が生じたりすることで、発光効率の低下、非発光領域（ダークスポット）の増大等の表示性能の劣化を招くという問題がある。

【0004】

このような問題に対する具体的な対策の一つとして、特許文献 1 に開示されるように吸湿層としてポリシラザンを用いる封止方法がある。この方法によれば、ポリシラザンが良好な吸水性を有しているため、外部から侵入した水分による表示劣化を抑制できる。

【先行技術文献】**【特許文献】**

40

【0005】

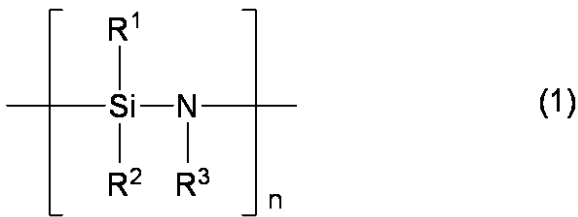
【特許文献 1】特許第 5034812 号

【発明の概要】**【発明が解決しようとする課題】****【0006】**

本明細書において、ポリシラザンは一般式が下記構造式（1）で表される構造単位を有する化合物を示す概念である。

【0007】

【化 1】



(R^1 、 R^2 、 R^3 はそれぞれ独立に水素原子、アルキル基、シクロアルキル基、アリール基、またはこれらの基以外でケイ素に直結する基が炭素である基、アルキルシリル基、アルキルアミノ基、アルコキシ基、もしくは金属原子を表す。但し、 R^1 、 R^2 、 R^3 のうち少なくとも1つは水素原子である。)

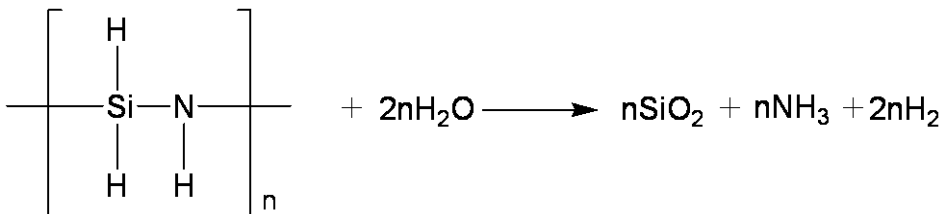
10

【0008】

例えば、上記の R^1 、 R^2 、 R^3 が水素原子で表されるポリシラザンは、下記反応によって吸水してシリカ(SiO_2)膜を生成する。

【0009】

【化 2】



20

【0010】

吸湿層としてポリシラザンを用いる場合、吸湿層は特許文献1では液滴吐出法で形成しているが、その他、スピンコート法やキャスト法等が挙げられる。これらの方法で形成された吸湿層の界面は通常平滑である。しかし、吸湿界面が平滑であると吸湿活性があるにもかかわらず、水分と直接接触する機会のない吸湿剤の比率が多くなる。そのため、外部から侵入した水分が吸湿層で十分に吸収されず、ダークスポット等の非発光領域が発生しやすくなり表示劣化を招くことになる。

30

【0011】

本発明の目的は、上記の課題を解決して、表示劣化がより抑制される有機EL表示装置を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0012】

上記の課題を解決するために、本発明は、基板と、前記基板上に形成される有機EL素子と、吸湿層と、前記基板と対向する封止基板と、前記基板と前記封止基板とを接合する接着層とを備える有機EL表示装置において、前記吸湿層は吸水性を有するケイ素含有ポリマーと微粒子を含み、凹凸構造を有することを特徴とする。

【0013】

また、前記吸湿層のケイ素含有ポリマーがポリシラザンであることを特徴とする。

40

【0014】

さらに、前記吸湿層中の微粒子がヒュームドシリカであることを特徴とする。

【発明の効果】

【0015】

ポリシラザンと比表面積の大きなヒュームドシリカとの混合物で凹凸構造の吸湿層を形成することで吸湿剤の表面積が広がり、外部から侵入した水分と未反応の吸湿剤との接触頻度が増加する。そのため、従来のポリシラザン吸湿層と比較して吸湿能力が向上し、表示劣化を極力抑制した有機EL表示装置が提供される。

【図面の簡単な説明】

【0016】

50

【図 1】本発明の有機 E L 表示装置における実施形態の一例を示す断面概略図である。

【図 2】従来の有機 E L 表示装置における実施形態の一例を示す断面概略図である。

【発明を実施するための形態】

【0017】

本発明の有機 E L 表示装置は、基板と、前記基板上に形成される有機 E L 素子と、吸湿層と、前記基板と対向する封止基板と、前記基板と前記封止基板とを接合する接着層とを備える有機 E L 表示装置において、前記吸湿層は吸水性を有するケイ素含有ポリマーと微粒子を含み、凹凸構造を有している。

【0018】

以下、図面を参照しながら本発明について説明する。なお、以下の説明において特に図示または記載されていない部分に関しては、当該技術分野における周知技術または公知技術を適用することができる。また、以下に説明される事項は、あくまでも本発明の実施形態の一例であり、本発明はこれらに限定されるものではない。

10

【0019】

以下、図 1 を参照しながら、本発明の実施形態である有機 E L 表示装置を説明する。まず、有機 E L 表示装置の構成部材である有機 E L 素子 5 について説明する。

【0020】

有機 E L 表示装置に使用される基板 1 としては、ガラス基板、合成樹脂等からなる絶縁性基板、表面に酸化シリコンや窒化シリコン等の絶縁層を形成した導電性基板若しくは半導体基板等が挙げられる。また、基板 1 は透明であっても不透明であってもよい。

20

【0021】

第一電極 2 は、透明電極であってもよいし反射電極であってもよい。第一電極 2 が透明電極である場合、その構成材料として、ITO、 In_2O_3 等が挙げられる。第一電極 2 が反射電極である場合、その構成材料として、Au、Ag、Al、Pt、Cr、Pd、Se、Ir 等の金属単体、これら金属単体を複数組み合わせ合わせた合金、ヨウ化銅等の金属化合物等が挙げられる。第一電極 2 の膜厚は、好ましくは $0.1\ \mu\text{m}$ 乃至 $1\ \mu\text{m}$ である。

【0022】

第一電極 2 上に設けられる有機化合物層 3 は、一層で構成されてもよいし、複数の層で構成されてもよく、有機 E L 素子の発光機能を考慮して適宜選択できる。また、有機化合物層 3 を構成する層として、具体的には、正孔注入層、正孔輸送層、発光層、電子輸送層、電子注入層等が挙げられる。また、これらの層の構成材料として、公知の化合物を使用することができる。なお、有機化合物層 3 は、真空蒸着法、インクジェット法等により形成される。

30

【0023】

有機化合物層 3 上には、第二電極 4 が形成される。第二電極 4 は、透明電極であってもよいし反射電極であってもよい。また、第二電極 4 の構成材料は、前記第一電極 2 と同様の材料を使用することができる。

【0024】

このように、第二電極 4 を形成することにより基板 1 上に有機 E L 素子 5 が形成される。

40

【0025】

次に、吸湿層 6 を封止基板 8 の有機 E L 素子 5 に対向する向きに形成する。本発明の吸湿層 6 は吸水性を有するケイ素含有ポリマーである。吸湿層 6 の構成材料であるケイ素ポリマーとしては、オルガノポリシロキサンやオルガノシルセスキオキサン等が挙げられ、ケイ素を含み水分を吸収することができるポリマーであれば特に限定されないが、前記の式(1)に示すポリシラザンがより好ましい。また、吸湿層中の微粒子としては比表面積の大きな金属、合金、金属酸化物、カーボンブラック等が挙げられるが、ヒュームドシリカを用いることが好ましく、トップエミッション型の有機 E L 表示装置の場合は透明であることがより好ましい。

【0026】

50

このように、ポリシラザンと比表面積の大きなヒュームドシリカとの混合物で凹凸構造の吸湿層 6 を形成することで吸湿層の表面積が広がり、吸湿能力を向上させることができる。なお、ポリシラザンは膜厚が厚くなると吸水によりクラックが発生する恐れがあるため、膜厚は 100 乃至 2000 nm 程度であることが好ましい。そのため、ポリシラザンとヒュームドシリカの混合液を用いて吸湿膜 6 を塗布形成するためには、ヒュームドシリカの一次粒子の平均粒径は膜厚よりも十分小さい 5 乃至 100 nm を用いることが好ましい。さらに、トップエミッション型の有機 EL 表示装置の場合、散乱を抑制するためにヒュームドシリカの一次粒子の平均粒径は 10 nm 以下であることがより好ましい。

【0027】

吸湿層 6 の形成方法は、吸水性を有するケイ素含有ポリマーと微粒子を有機溶媒中に入れて十分混合・攪拌させ、スピンコート法やキャスト法等の塗布方法により形成可能である。

【0028】

次に、基板 1 と封止基板 8 とを接着するための接着層 7 を形成する。接着層 7 は接着性を有する部材であればよいが、樹脂材料が好ましく、紫外線硬化樹脂、熱硬化樹脂、熱可塑性樹脂がより好ましい。また、接着層 8 はディスペンス法等の塗布方法により形成される。なお、接着層 7 は封止基板 8 側に配置した後に、基板 1 と接着させることで有機 EL 表示装置が得られる。

【0029】

封止基板 8 はガラス基板、合成樹脂等からなる絶縁性基板、表面に酸化シリコンや窒化シリコン等の絶縁層を形成した導電性基板等が挙げられる。また、封止基板 8 は掘り込み構造を有してもよい。なお、封止基板は透明であっても不透明であってもよいが、トップエミッション型の有機 EL 表示装置の場合は透明でなければならない。

【実施例】

【0030】

以下、本発明の構成及び作用効果を実施例により具体的に説明する。

【0031】

< 実施例 1 >

実施例 1 は図 1 におけるボトムエミッション型の有機 EL 表示装置を作製した。

【0032】

ガラス基板 1 上に低温ポリシリコン T F T で画素回路を形成し、その上に S i N からなる半導体保護層とポリイミド樹脂からなる平坦化膜を形成した。この基板 1 上に A l N d 膜と I T O 膜をスパッタリング法にて 100 nm と 38 nm の厚さで形成し、続いて、これらの膜を画素毎にパターニングして第一電極 2 を形成した。

【0033】

この上に、ポリイミド樹脂をスピンコートし、フォトリソグラフィー技術により第一電極 2 が形成された部分に開口（この開口部が画素に相当）が形成されるようにパターニングし、画素分離層を形成した。このとき、各画素のピッチを 30 μ m、開口による第一電極 2 の露出部の大きさを 10 μ m とした。これをイソプロピルアルコール（I P A）で超音波洗浄し、次いで、煮沸洗浄後乾燥した。さらに、U V / オゾン洗浄してから有機化合物層 3 を真空蒸着により成膜した。

【0034】

有機化合物層 3 としては、はじめに、正孔輸送層として下記に示す構造の H T - 1（F L 03）を 87 nm の膜厚で成膜した。

【0035】

10

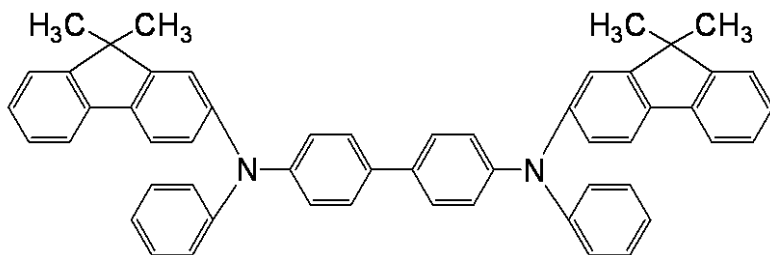
20

30

40

【化 3】

HT-1



10

【0036】

次に、シャドーマスクを用いて赤色発光層、緑色発光層、青色発光層をそれぞれ30nm、40nm、25nmの厚さで成膜した。赤色発光層にはカルバゾール化合物であるCBPをホストとしてIr(piq)₃を9質量%添加し、緑色発光層にはアルミキレート錯体であるAlq₃をホストとしてクマリン6を1質量%添加し、青色発光層にはアルミキレート錯体であるBALqをホストとしてペリレンを3質量%添加した。続いて、発光層上に電子輸送層としてフェナントロリン化合物であるBphenを10nmの膜厚で成膜した。その後、電子輸送層上に、Bphenと炭酸セシウム(Cs₂CO₃)とを共蒸着(質量比で90:10)して電子注入層を40nmの膜厚で形成した。このようにして、有機化合物層3を形成した。

20

【0037】

次に、この有機化合物層3の上に第二電極4として厚さ1000nmのAlを真空蒸着により成膜した。以上により、有機EL素子5を作成した。

【0038】

次に、窒素雰囲気下のグローブボックス内に掘り込み構造を有するガラス封止基板8を入れ、その掘り込み部に吸湿層6を形成した。吸湿層6にはポリシラザンとしてAZエレクトロニックマテリアルズ(株)製のアクアミカNA-X120-20を用いた。また、ヒュームドシリカとして東新化成(株)製のエアロジルR972CF(一次粒径:16nm)を用いた。それぞれ、成膜乾燥後の体積比率が4:1になるようにジブチルエーテル中で混合・攪拌し、キャスト法により塗布した。その後、真空乾燥炉に基板を搬送し、真空乾燥炉内を60°に保持してジブチルエーテルを完全に蒸発させ、表面に凹凸構造を有する吸湿層6を約500nmの膜厚で形成した。

30

【0039】

次に、吸湿層6まで形成したガラス封止基板を窒素雰囲気下のグローブボックス内に戻し、ガラス封止基板8の外周に接着層7を配置した。接着層7は紫外線硬化樹脂である(株)スリーボンド製のスリーボンド3124Mを用いた。その後、前記の有機EL素子5まで形成した基板を窒素雰囲気下のグローブボックス内に移動し、前記接着層7を介して基板1とガラス封止基板8とを重ね合わせ、接着層7に紫外線を照射して硬化させて有機EL表示装置を作製した。このとき、接着層8の線幅は2mm、高さは6μmであった。

【0040】

このようにして形成された有機EL表示装置は吸湿層の表面積が増しているため吸湿能力が向上し、温度85℃湿度85%環境試験下において500時間経過してもダークスポットと呼ばれる非発光領域は発生しなかった。

40

【0041】

< 実施例 2 >

実施例2は図1におけるトップエミッション型の有機EL表示装置を作製した。

【0042】

まず、有機化合物層3までは実施例1と同様にして形成した。その後、この有機化合物層3まで成膜した基板を、真空を破ることなくスパッタ装置に移動し、第二電極4として厚さ10nmの極薄Agおよび厚さ50nmの透明電極IZOを成膜した。以上により、

50

有機 E L 素子 5 を作成した。

【 0 0 4 3 】

次に、吸湿層 6 についてはヒュームドシリカとして東新化成（株）製のエアロジル 3 0 0 C F（一次粒径：7 n m）を用い、ポリシラザンとヒュームドシリカの成膜乾燥後の体積比率が 9：1 になるようにした以外は実施例 1 と同様に形成し、表面に凹凸構造を有する吸湿層 6 を約 5 0 0 n m の膜厚で形成した。その後、実施例 1 と同様にして有機 E L 表示装置を作製した。

【 0 0 4 4 】

このようにして形成された有機 E L 表示装置は吸湿層の表面積が増しているため吸湿能力が向上し、温度 8 5 湿度 8 5 % 環境試験下において 5 0 0 時間経過してもダークスポットと呼ばれる非発光領域は発生しなかった。

10

【 0 0 4 5 】

< 比較例 1 >

比較例 1 は図 2 におけるボトムエミッション型の有機 E L 表示装置を作製した。

【 0 0 4 6 】

まず、有機 E L 素子 5 までは実施例 1 と同様に形成した。次に、吸湿層 6 についてはポリシラザンのみで形成した。ポリシラザンは実施例 1 と同様の A Z エレクトロニックマテリアルズ（株）製のアクアミカ N A X 1 2 0 - 2 0 をジブチルエーテルで希釈し、キャスト法により塗布した。その後、真空乾燥炉に基板を搬送し、真空乾燥炉内を 6 0 ° に保持してジブチルエーテルを完全に蒸発させ、平滑な吸湿層 6 を 5 0 0 n m の膜厚で形成した。

20

【 0 0 4 7 】

その後、実施例 1 と同様にして有機 E L 表示装置を作製した。このとき、接着層 8 の線幅は 2 m m、高さは 6 μ m であった。

【 0 0 4 8 】

このようにして形成された有機 E L 表示装置は吸湿層の表面は平滑であり、温度 8 5 湿度 8 5 % 環境試験下において 5 0 0 時間未満でダークスポットと呼ばれる非発光領域が発生した。

【 0 0 4 9 】

< 比較例 2 >

比較例 2 は図 2 におけるトップエミッション型の有機 E L 表示装置を作製した。

30

【 0 0 5 0 】

まず、有機 E L 素子 5 までは実施例 2 と同様に形成した。また、吸湿層 6 以降については比較例 1 と同様にして有機 E L 表示装置を作製した。

【 0 0 5 1 】

このようにして形成された有機 E L 表示装置は吸湿層の表面は平滑であり、温度 8 5 湿度 8 5 % 環境試験下において 5 0 0 時間未満でダークスポットと呼ばれる非発光領域が発生した。

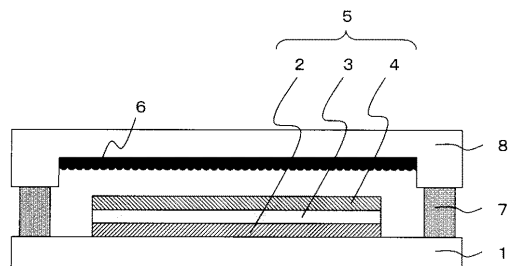
【 符号の説明 】

【 0 0 5 2 】

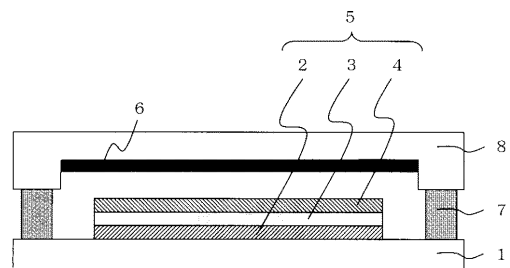
40

1 基板、2 第一電極、3 有機化合物層、4 第二電極、5 有機 E L 素子、6 吸湿層、7 接着層、8 封止基板

【図 1】



【図 2】



专利名称(译)	有机EL表示装置		
公开(公告)号	JP2015005468A	公开(公告)日	2015-01-08
申请号	JP2013131245	申请日	2013-06-24
[标]申请(专利权)人(译)	佳能株式会社		
申请(专利权)人(译)	佳能公司		
[标]发明人	吉武修		
发明人	吉武 修		
IPC分类号	H05B33/04 H01L51/50		
FI分类号	H05B33/04 H05B33/14.A		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC23 3K107/CC27 3K107/EE42 3K107/EE53 3K107/FF15		
代理人(译)	渡边圭佑 山口 芳広		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

解决的问题：当将聚硅氮烷用作吸湿层且其吸湿界面光滑时，即使具有吸湿活性，吸湿剂的比例也不会与水分直接接触。因此，从外部进入的水分不能被水分吸收层充分吸收，并且容易出现称为暗斑的非发光区域。解决方案：吸湿层6包含具有吸水性和细颗粒的硅聚合物，并且具有不均匀的结构。[选型图]图1

